ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«ПЕРВЫЙ САНКТ-ПЕТЕРБУРГСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ МЕДИЦИНСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ АКАДЕМИКА И.П. ПАВЛОВА»
МИНИСТЕРСТВА ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РФ

УТВЕРЖДЕНО
на заседании кафедры
общей и биоорганической химии
«07» июня 2023 г., протокол № 5
заведующий кафедрой
д. х. н., доцент К. Н. Семёнов

Методические указания для преподавателя

по **курсу «Физико-химические методы исследования»**
(наименование дисциплины)

по теме **Методы ЯМР-спектроскопии**
(наименование темы занятия)

для специальности **06.04.01 Биология**
(наименование и код специальности)

факультет **Фундаментальной медицины**
(наименование факультета)

кафедра **Общей и биоорганической химии**
(наименование кафедры)

1. ПРОДОЛЖИТЕЛЬНОСТЬ ИЗУЧЕНИЯ ТЕМЫ
составляет 18 часов из них:

- лекции 8 часов
- практические занятия 10 часов
-

2. ЦЕЛИ

Студент после освоения темы должен знать:

Физические основы явления ядерного магнитного резонанса. Снятие вырождения спиновых состояний в постоянном магнитном поле. Условие ядерного магнитного резонанса. Заселенность уровней энергии, насыщение, релаксационные процессы и ширина сигнала. Химический сдвиг и спин-спиновое расщепление в спектрах ЯМР. Константа экранирования ядра. Относительный химический сдвиг, его определение и использование в химии. Спин-спиновое взаимодействие ядер, его природа, число компонент мультиплетов, распределение интенсивности, правило сумм. Анализ спектров ЯМР первого и не первого порядков. Применение спектров ЯМР в химии. Техника и методика эксперимента. Структурный анализ. Химическая поляризация ядер. Блок-схема спектрометра ЯМР. Характер образцов.

3. ТРЕБОВАНИЯ К РЕЗУЛЬТАТАМ ОСВОЕНИЯ

Студент, освоивший тему, должен обладать следующими **общепрофессиональными компетенциями (ОПК):**

- способен использовать и применять фундаментальные и прикладные медицинские, естественнонаучные знания для постановки и решения стандартных и инновационных задач профессиональной деятельности (ОПК-1);
- способен творчески использовать в профессиональной деятельности знания фундаментальных и прикладных разделов дисциплин (модулей), определяющих направленность программы магистратуры (ОПК-2).

4. ПЛАН ЗАНЯТИЯ 1 «Методы ЯМР-спектроскопии.»

N п/п	Этап занятия	Форма контроля усвоения	Примерное время
1.	Вводная часть - Организационный момент - Цели занятия	–	5 минут
2.	Ответы на вопросы студентов	–	5 минут
3.	Контроль исходного уровня знаний и практических навыков по теме	Устный опрос	10 минут
4.	Основная часть занятия Формирование новых знаний и по теме	Общая характеристика метода ЯМР	25 минут
5.	**Перерыв**		**5 минут**
6.	Основная часть занятия мирование новых знаний по теме	Физические основы метода: магнитные свойства ядер,	40 минут

		основное уравнение ядерного магнитного резонанса, взаимодействия магнитных моментов ядер (тонкая и сверхтонкая структура сигналов ядер). Принцип работы ЯМР спектрометра, представления о Фурье-преобразовании, регистрация спектров.	
7.	Заключительная часть - Подведение итогов - Домашнее задание	–	5 минут

5. СОДЕРЖАТЕЛЬНАЯ ЧАСТЬ ПРАКТИЧЕСКОГО ЗАНЯТИЯ 1

Основные положения.

1. Физические основы метода: магнитные свойства ядер.
2. Основное уравнение ядерного магнитного резонанса, взаимодействия магнитных моментов ядер (тонкая и сверхтонкая структура сигналов ядер).
3. Принцип работы ЯМР спектрометра, представления о Фурье-преобразовании, регистрация спектров.

6. ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ

1. На каком физическом явлении базируется метод ЯМР-спектроскопии?
2. Для каких типов атомных ядер применим метод ЯМР?

4. ПЛАН ЗАНЯТИЯ 2 «Методы ЯМР-спектроскопии.»

N п/п	Этап занятия	Форма контроля усвоения	Примерное время
1.	Вводная часть - Организационный момент - Цели занятия	–	5 минут
2.	Ответы на вопросы студентов	–	5 минут
3.	Контроль исходного уровня знаний и практических навыков по теме	Устный опрос	15 минут
4.	Основная часть занятия Формирование новых знаний и практических навыков по теме	Спектроскопия 1Н ЯМР: шкала химических сдвигов протонов, их характеристичность, закономерности в изменении значений химических сдвигов; константы спин-спинового взаимодействия JH – H.	20 минут
5.	**Перерыв**		**5 минут**
6.	Основная часть занятия Формирование новых знаний и практических навыков по теме	Спектроскопия 1Н ЯМР: шкала химических сдвигов протонов, их характеристичность, закономерности в изменении значений химических сдвигов; константы спин-спинового взаимодействия JH – H.	40 минут
7.	Подведение итогов		5 минут

8.	**Перерыв**		**15 минут**
9.	Вводная часть		5 минут
10.	Основная часть занятия Формирование новых знаний и практических навыков по теме	Представление о химическом сдвиге. Спин-спиновое взаимодействие. Анализ спектров ядерного магнитного резонанса ядер со спиновым квантовым числом I=1/2: химическая и магнитная эквивалентность ядер, номенклатура ядерных систем, A2, AX, AB и A2B системы, индекс связывания, спектры первого и второго порядка.	40минут
11.	**Перерыв**		**5 минут**
12.	Основная часть занятия Формирование новых знаний и практических навыков по теме	Представление о химическом сдвиге. Спин-спиновое взаимодействие. Анализ спектров ядерного магнитного резонанса ядер со спиновым квантовым числом I=1/2: химическая и магнитная эквивалентность ядер, номенклатура ядерных систем, A2, AX, AB и A2B системы, индекс связывания, спектры первого и второго порядка.	40минут
13.	Заключительная часть Подведение итогов Домашнее задание		5 минут

14. СОДЕРЖАТЕЛЬНАЯ ЧАСТЬ ПРАКТИЧЕСКОГО ЗАНЯТИЯ 2

Основные положения.

1. Спектроскопия 1H ЯМР: шкала химических сдвигов протонов, их характеристичность, закономерности в изменении значений химических сдвигов; константы спин-спинового взаимодействия JH – H.
2. Представление о химическом сдвиге. Спин-спиновое взаимодействие. Анализ спектров ядерного магнитного резонанса ядер со спиновым квантовым числом I=1/2: химическая и магнитная эквивалентность ядер, номенклатура ядерных систем, A2, AX, AB и A2B системы, индекс связывания, спектры первого и второго порядка.

15. ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ

1. Объяснить происхождение сигналов в спектре ^{1}H 4-иод-3-нитроанизола (растворитель CDCl3, частота прибора 300 МГц).
2. Бутин-1 подвергли гидратации по Кучерову. Какой спектр ЯМР ^{1}H следует ожидать у продукта реакции? Используя программу ACD Labs /HNMR, проверьте правильность Вашего ответа.

16. ПЛАН ЗАНЯТИЯ 3 «Методы ЯМР-спектроскопии.»

N п/п	Этап занятия	Форма контроля усвоения	Примерное время
8.	Вводная часть - Организационный момент	–	5 минут

	- Цели занятия		
9.	Ответы на вопросы студентов	–	5 минут
10.	Контроль исходного уровня знаний и практических навыков по теме	Устный опрос	10 минут
11.	Основная часть занятия Формирование новых знаний и по теме	Спектроскопия 13С ЯМР: шкала химических сдвигов ядер 13С, их характеристичность, закономерности в изменении значений химических сдвигов, константы спин-спинового взаимодействия JC–H, полное и частичное подавление спин-спинового взаимодействия ядер 13С и протонов	25 минут
12.	**Перерыв**		**5 минут**
13.	Основная часть занятия мирование новых знаний по теме	Спектроскопия ^{13}С ЯМР: шкала химических сдвигов ядер ^{13}С, их характеристичность, закономерности в изменении значений химических сдвигов, константы спин-спинового взаимодействия JC–H, полное и частичное подавление спин-спинового взаимодействия ядер ^{13}С и протонов.	40 минут
14.	Заключительная часть - Подведение итогов - Домашнее задание	–	5 минут

17. СОДЕРЖАТЕЛЬНАЯ ЧАСТЬ ПРАКТИЧЕСКОГО ЗАНЯТИЯ 3

Основные положения.

1. Спектроскопия ^{13}С ЯМР: шкала химических сдвигов ядер ^{13}С, их характеристичность.
2. Закономерности в изменении значений химических сдвигов, константы спин-спинового взаимодействия JC–H.
3. полное и частичное подавление спин-спинового взаимодействия ядер ^{13}С и протонов

18. ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ

1. Ниже представлены результаты анализа ЯМР ^{13}С раствора пара-анизидина в CDCl3:
спектр ЯМР ^{13}С, CDCl3, δ м.д: 57, 115, 116, 140, 153.
Провести соответствие между данными спектра ЯМР ^{13}С и структурой пара-анизидина. Полученный результат сравнить с экспериментальными данными (найти спектр ЯМР ^{13}С пара-анизидина в базе спектральных данных органических веществ).

19. ПЛАН ЗАНЯТИЯ 4 «Методы ЯМР-спектроскопии.»

N п/п	Этап занятия	Форма контроля усвоения	Примерное время
16.	Вводная часть - Организационный момент	–	5 минут

	- Цели занятия		
17.	Ответы на вопросы студентов	–	5 минут
18.	Контроль исходного уровня знаний и практических навыков по теме	Устный опрос	15 минут
19.	Основная часть занятия Формирование новых знаний и практических навыков по теме	Ядерный эффект Оверхаузера. Понятие о спектроскопии ядерного магнитного резонанса динамических систем (обменные процессы). Приготовление образцов для ЯМРспектроскопии.	20 минут
20.	**Перерыв**		**5 минут**
21.	Основная часть занятия Формирование новых знаний и практических навыков по теме	Ядерный эффект Оверхаузера. Понятие о спектроскопии ядерного магнитного резонанса динамических систем (обменные процессы). Приготовление образцов для ЯМРспектроскопии.	40 минут
22.	Подведение итогов		5 минут
23.	**Перерыв**		**15 минут**
24.	Вводная часть		5 минут
25.	Основная часть занятия Формирование новых знаний и практических навыков по теме	Ядерный эффект Оверхаузера. Понятие о спектроскопии ядерного магнитного резонанса динамических систем (обменные процессы). Приготовление образцов для ЯМРспектроскопии.	40минут
26.	**Перерыв**		**5 минут**
27.	Основная часть занятия Формирование новых знаний и практических навыков по теме	Ядерный эффект Оверхаузера. Понятие о спектроскопии ядерного магнитного резонанса динамических систем (обменные процессы). Приготовление образцов для ЯМРспектроскопии..	40минут
28.	Заключительная часть Подведение итогов Домашнее задание		5 минут

20. СОДЕРЖАТЕЛЬНАЯ ЧАСТЬ ПРАКТИЧЕСКОГО ЗАНЯТИЯ 4

Основные положения.

1. Приготовление образцов для ЯМР-спектроскопии.
2. Понятие о спектроскопии ядерного магнитного резонанса динамических систем (обменные процессы).
3. Ядерный эффект Оверхаузера.

21. ПЛАН ЗАНЯТИЯ 5 «Методы ЯМР-спектроскопии.»

N п/п	Этап занятия	Форма контроля усвоения	Примерное время

29.	Вводная часть - Организационный момент - Цели занятия	–	5 минут
30.	Ответы на вопросы студентов	–	5 минут
31.	Контроль исходного уровня знаний и практических навыков по теме	Устный опрос	15 минут
32.	Основная часть занятия Формирование новых знаний и практических навыков по теме	Корреляционная спектроскопия ЯМР (одномерная и двумерная, COSY, HMQC, HSQC, HMBC, INADEQUATE. Ядерный эффект Оверхаузера (природа и применение для анализа динамических процессов)..	20 минут
33.	**Перерыв**		**5 минут**
34.	Основная часть занятия Формирование новых знаний и практических навыков по теме	Корреляционная спектроскопия ЯМР (одномерная и двумерная, COSY, HMQC, HSQC, HMBC, INADEQUATE. Ядерный эффект Оверхаузера (природа и применение для анализа динамических процессов).	40 минут
35.	Подведение итогов		5 минут
36.	**Перерыв**		**15 минут**
37.	Вводная часть		5 минут
38.	Основная часть занятия Формирование новых знаний и практических навыков по теме	Корреляционная спектроскопия ЯМР (одномерная и двумерная, COSY, HMQC, HSQC, HMBC, INADEQUATE. Ядерный эффект Оверхаузера (природа и применение для анализа динамических процессов).	40минут
39.	**Перерыв**		**5 минут**
40.	Основная часть занятия Формирование новых знаний и практических навыков по теме	Корреляционная спектроскопия ЯМР (одномерная и двумерная, COSY, HMQC, HSQC, HMBC, INADEQUATE. Ядерный эффект Оверхаузера (природа и применение для анализа динамических процессов)...	40минут
41.	Заключительная часть Подведение итогов Домашнее задание		5 минут

22. СОДЕРЖАТЕЛЬНАЯ ЧАСТЬ ПРАКТИЧЕСКОГО ЗАНЯТИЯ 5
Основные положения.

1. Ядерный эффект Оверхаузера (природа и применение для анализа динамических процессов)

2. Корреляционная спектроскопия ЯМР (одномерная и двумерная, COSY, HMQC, HSQC, HMBC, INADEQUATE.

23. ПЛАН ЗАНЯТИЯ 6 «Методы ЯМР-спектроскопии.»

N п/п	Этап занятия	Форма контроля усвоения	Примерное время
15.	Вводная часть - Организационный момент - Цели занятия	–	5 минут
16.	Ответы на вопросы студентов	–	5 минут
17.	Контроль исходного уровня знаний и практических навыков по теме	Устный опрос	10 минут
18.	Основная часть занятия Формирование новых знаний и по теме	Примеры структурного анализа органических соединений по спектрам ^{1}H и ^{13}C ЯМР.	25 минут
19.	**Перерыв**		**5 минут**
20.	Основная часть занятия мирование новых знаний по теме	Примеры структурного анализа органических соединений по спектрам ^{1}H и ^{13}C ЯМР.	40 минут
21.	Заключительная часть - Подведение итогов - Домашнее задание	–	5 минут

24.СОДЕРЖАТЕЛЬНАЯ ЧАСТЬ ПРАКТИЧЕСКОГО ЗАНЯТИЯ 6
Основные положения.
Примеры структурного анализа органических соединений по спектрам ^{1}H и ^{13}C ЯМР.

25. ЛИТЕРАТУРА, РЕКОМЕНДУЕМАЯ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ

ОСНОВНАЯ

1. Сильверстейн, Вебстер, Кимл: Спектрометрическая идентификация органических соединений (Spectromrtric Identification of Organic Compounds)_ Лаборатория знаний, 2014 г. 557 с.

ДОПОЛНИТЕЛЬНАЯ

1. Ионин Б.И., Ершов Б.А., Кольцов А.И. ЯМР-спектроскопия в органической химии. - Л.: Химия, Л/О, 1983. - 269 С.
2. Сергеев Н.М. Спектроскопия ЯМР. - М.: Изд-во МГУ, 1981. - 279 С.
3. Леви Г., Нельсон Г. Руководство по ядерному магнитному резонансу углерода-13 для химиков органиков. - М.: Мир, 1975. - 295 С.
4. Гюнтер Х. Введение в курс спектроскопии ЯМР. - М.: Мир, 1984. - 478 С.

26. ВОПРОСЫ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ

1. На каком явлении основан метод ЯМР-спектроскопии?
2. Какие ядра атомов могут вызывать сигнал в спектрах ЯМР?
3. Что называется резонансной частотой ядра?
4. Что называется временем спин-решеточной релаксации?
5. Что представляет собой спектр ЯМР?

6. Что называется химическим сдвигом сигнала ЯМР? В каких единицах измеряется химический сдвиг?
7. На чем основано явление анизотропии?
8. Чем вызвано расщепление сигнала ЯМР?
9. Что отражает мультиплетность сигнала?
10.Что отражает интенсивность мультиплета?
11.Что отражает константа спин-спинового взаимодействия? От каких факторов она зависит, в каких единицах измеряется?
12.Какие протоны называются магнитно-эквивалентными?
13.Что называется спиновой системой?
14.Какие методы для упрощения сложных спектров Вам известны?
15.Что называется химическим обменом? От каких факторов может зависеть скорость химического обмена? Какое отражение в спектрах ЯМР находит химический обмен?
16. Почему в спектре ЯМР ^{13}C все сигналы являются синглетами (в молекуле нет других магнитно активных ядер)?

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«ПЕРВЫЙ САНКТ-ПЕТЕРБУРГСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ МЕДИЦИНСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ АКАДЕМИКА И.П. ПАВЛОВА»
МИНИСТЕРСТВА ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РФ

УТВЕРЖДЕНО
на заседании кафедры
общей и биоорганической химии
«07» июня 2023 г., протокол № 5
заведующий кафедрой
д. х. н., доцент К. Н. Семёнов

Методические указания для студента

по **курсу «Физико-химические методы исследования»**
(наименование дисциплины)

по теме **Методы ЯМР-спектроскопии**
(наименование темы занятия)

для специальности **06.04.01 Биология**
(наименование и код специальности)

факультет **Фундаментальной медицины**
(наименование факультета)

кафедра **Общей и биоорганической химии**
(наименование кафедры)

1. ПРОДОЛЖИТЕЛЬНОСТЬ ИЗУЧЕНИЯ ТЕМЫ

составляет 18 часов из них:

- лекции 8 часов
- практические занятия 10 часов
-

7. ЦЕЛИ

Студент после освоения темы должен знать:

Физические основы явления ядерного магнитного резонанса. Снятие вырождения спиновых состояний в постоянном магнитном поле. Условие ядерного магнитного резонанса. Заселенность уровней энергии, насыщение, релаксационные процессы и ширина сигнала. Химический сдвиг и спин-спиновое расщепление в спектрах ЯМР. Константа экранирования ядра. Относительный химический сдвиг, его определение и использование в химии. Спин-спиновое взаимодействие ядер, его природа, число компонент мультиплетов, распределение интенсивности, правило сумм. Анализ спектров ЯМР первого и не первого порядков. Применение спектров ЯМР в химии. Техника и методика эксперимента. Структурный анализ. Химическая поляризация ядер. Блок-схема спектрометра ЯМР. Характер образцов.

2. ТРЕБОВАНИЯ К РЕЗУЛЬТАТАМ ОСВОЕНИЯ

Студент, освоивший тему, должен обладать следующими **общепрофессиональными компетенциями (ОПК):**

- способен использовать и применять фундаментальные и прикладные медицинские, естественнонаучные знания для постановки и решения стандартных и инновационных задач профессиональной деятельности (ОПК-1);
- способен творчески использовать в профессиональной деятельности знания фундаментальных и прикладных разделов дисциплин (модулей), определяющих направленность программы магистратуры (ОПК-2).

3. СОДЕРЖАТЕЛЬНАЯ ЧАСТЬ ПРАКТИЧЕСКОГО ЗАНЯТИЯ 1

Основные положения.

5. Физические основы метода: магнитные свойства ядер.
6. Основное уравнение ядерного магнитного резонанса, взаимодействия магнитных моментов ядер (тонкая и сверхтонкая структура сигналов ядер).
7. Принцип работы ЯМР спектрометра, представления о Фурье-преобразовании, регистрация спектров.

4. ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ

1. На каком физическом явлении базируется метод ЯМР-спектроскопии?
2. Для каких типов атомных ядер применим метод ЯМР?

1. СОДЕРЖАТЕЛЬНАЯ ЧАСТЬ ПРАКТИЧЕСКОГО ЗАНЯТИЯ 2

5. СОДЕРЖАТЕЛЬНАЯ ЧАСТЬ ПРАКТИЧЕСКОГО ЗАНЯТИЯ 2

Основные положения.

1. Спектроскопия 1Н ЯМР: шкала химических сдвигов протонов, их характеристичность, закономерности в изменении значений химических сдвигов; константы спин-спинового взаимодействия JH – H.
2. Представление о химическом сдвиге. Спин-спиновое взаимодействие. Анализ спектров ядерного магнитного резонанса ядер со спиновым квантовым числом I=1/2: химическая и магнитная эквивалентность ядер, номенклатура ядерных систем, A2, AX, AB и A2B системы, индекс связывания, спектры первого и второго порядка.

6. ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ

1. Объяснить происхождение сигналов в спектре ^{1}H 4-иод-3-нитроанизола (растворитель CDCl3, частота прибора 300 МГц).
2. Бутин-1 подвергли гидратации по Кучерову. Какой спектр ЯМР ^{1}H следует ожидать у продукта реакции? Используя программу ACD Labs /HNMR, проверьте правильность Вашего ответа.

7. СОДЕРЖАТЕЛЬНАЯ ЧАСТЬ ПРАКТИЧЕСКОГО ЗАНЯТИЯ 3

Основные положения.
Спектроскопия 13С ЯМР: шкала химических сдвигов ядер 13С, их характеристичность.
Закономерности в изменении значений химических сдвигов, константы спин-спинового взаимодействия JC–H.
полное и частичное подавление спин-спинового взаимодействия ядер 13С и протонов

8. ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ

1. Ниже представлены результаты анализа ЯМР 13С раствора пара-анизидина в CDCl3:
спектр ЯМР 13С, CDCl3, δ м.д: 57, 115, 116, 140, 153.
Провести соответствие между данными спектра ЯМР 13С и структурой пара-анизидина. Полученный результат сравнить с экспериментальными данными (найти спектр ЯМР 13С пара-анизидина в базе спектральных данных органических веществ).

9. СОДЕРЖАТЕЛЬНАЯ ЧАСТЬ ПРАКТИЧЕСКОГО ЗАНЯТИЯ 4

Основные положения.
1. Приготовление образцов для ЯМР-спектроскопии.
2. Понятие о спектроскопии ядерного магнитного резонанса динамических систем (обменные процессы).
3. Ядерный эффект Оверхаузера.

10. ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ

1. Что отражает константа спин-спинового взаимодействия? От каких факторов она зависит, в каких единицах измеряется?
2. Какие протоны называются магнитно-эквивалентными?
3. Что называется спиновой системой?
4. Какие методы для упрощения сложных спектров Вам известны?

11. СОДЕРЖАТЕЛЬНАЯ ЧАСТЬ ПРАКТИЧЕСКОГО ЗАНЯТИЯ 5

Основные положения.

- 1. Ядерный эффект Оверхаузера (природа и применение для анализа динамических процессов)
  2. Корреляционная спектроскопия ЯМР (одномерная и двумерная, COSY, HMQC, HSQC, HMBC, INADEQUATE.

12. ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ

1. Что называется химическим обменом? От каких факторов может зависеть скорость химического обмена? Какое отражение в спектрах ЯМР находит химический обмен?
2. Почему в спектре ЯМР ^{13}C все сигналы являются синглетами (в молекуле нет других магнитно активных ядер)?

13. СОДЕРЖАТЕЛЬНАЯ ЧАСТЬ ПРАКТИЧЕСКОГО ЗАНЯТИЯ 6

Основные положения.

Примеры структурного анализа органических соединений по спектрам ^{1}H и ^{13}C ЯМР.

- 14. ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ

  2-Аминопиридин подвергли реакции электрофильного моноиодирования. Продукт реакции идентифицировали методом ЯМР- 58 спектроскопии. На основе представленных ниже спектральных данных, предложите структуру продукта реакции.

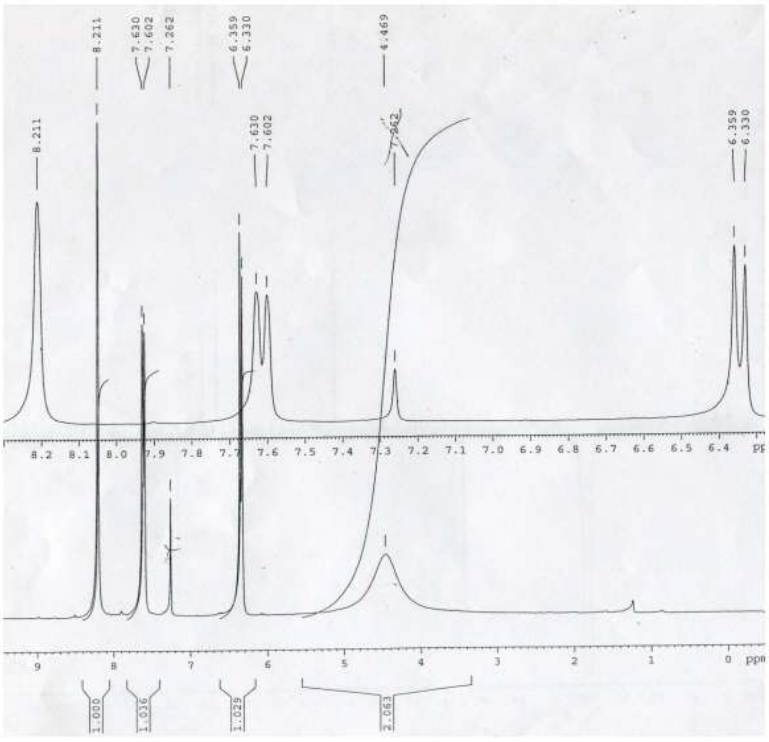


Рис. 1.22. Спектр ЯМР ^{1}H продукта реакции, растворитель $CDCl_3$, 300 МГц

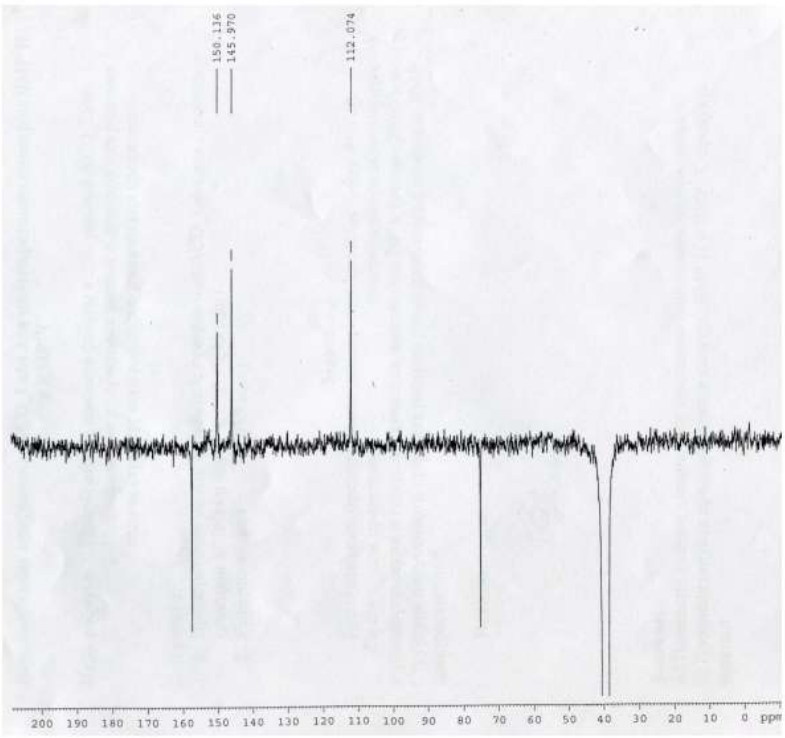


Рис. 1.23. Спектр ЯМР ^{13C} продукта реакции, растворитель ДМСО-d_6, 300 МГц; использована методика позволяющая идентифицировать узловые атомы углерода (сигналы «повернуты» вниз)

15. ЛИТЕРАТУРА, РЕКОМЕНДУЕМАЯ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ

ОСНОВНАЯ

1. Сильверстейн, Вебстер, Кимл: Спектрометрическая идентификация органических соединений (Spectromrtric Identification of Organic Compounds)_ Лаборатория знаний, 2014 г. 557 с.

ДОПОЛНИТЕЛЬНАЯ

1. Ионин Б.И., Ершов Б.А., Кольцов А.И. ЯМР-спектроскопия в органической химии. - Л.: Химия, Л/О, 1983. - 269 С.
2. Сергеев Н.М. Спектроскопия ЯМР. - М.: Изд-во МГУ, 1981. - 279 С.
3. Леви Г., Нельсон Г. Руководство по ядерному магнитному резонансу углерода-13 для химиков органиков. - М.: Мир, 1975. - 295 С.
4. Гюнтер Х. Введение в курс спектроскопии ЯМР. - М.: Мир, 1984. - 478 С.

16. ВОПРОСЫ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ

1. На каком явлении основан метод ЯМР-спектроскопии?
2. Какие ядра атомов могут вызывать сигнал в спектрах ЯМР?
3. Что называется резонансной частотой ядра?
4. Что называется временем спин-решеточной релаксации?
5. Что представляет собой спектр ЯМР?
6. Что называется химическим сдвигом сигнала ЯМР? В каких единицах измеряется химический сдвиг?
7. На чем основано явление анизотропии?
8. Чем вызвано расщепление сигнала ЯМР?
9. Что отражает мультиплетность сигнала?
10. Что отражает интенсивность мультиплета?

11.Что отражает константа спин-спинового взаимодействия? От каких факторов она зависит, в каких единицах измеряется?
12.Какие протоны называются магнитно-эквивалентными?
13.Что называется спиновой системой?
14.Какие методы для упрощения сложных спектров Вам известны?
15.Что называется химическим обменом? От каких факторов может зависеть скорость химического обмена? Какое отражение в спектрах ЯМР находит химический обмен?
16. Почему в спектре ЯМР ^{13}C все сигналы являются синглетами (в молекуле нет других магнитно активных ядер)?

-