

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации  
НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ  
ТОМСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ (НИ ТГУ)

Химический факультет



УТВЕРЖДАЮ:

И.о. декана химического факультета

А.С. Князев

» августа 20 22 г.

Рабочая программа дисциплины

**Масс-спектрометрия**

по направлению подготовки

**04.04.01 Химия**

Направленность (профиль) подготовки:

**«Химические и физические методы исследований в экологической и криминалистической экспертизе»**

Форма обучения

**Очная**

Квалификация

**Магистр**

Год приема

**2022**

Код дисциплины в учебном плане: Б1.О.В.ДВ.01.04

СОГЛАСОВАНО:

Руководитель ОП

К.А. Дычко

Председатель УМК

В.В. Хасанов

Томск – 2022

## **1. Цель и планируемые результаты освоения дисциплины**

Целью освоения дисциплины является формирование следующих компетенций:

– ПК-1. Способен планировать работу и выбирать адекватные методы решения научно-исследовательских задач в выбранной области химии, химической технологии или смежных с химией науках.

– ПК-2. Способен к решению профессиональных производственных задач.

Результатами освоения дисциплины являются следующие индикаторы достижения компетенций:

ИПК-1.1. Разрабатывает стратегию научных исследований, составляет общий план и детальные планы отдельных стадий.

ИПК-1.2. Выбирает экспериментальные и расчетно-теоретические методы решения поставленной задачи, используя достижения современной химической науки, и исходя из имеющихся, материальных, информационных и временных ресурсов.

ИПК-1.3. Использует современное физико-химическое оборудование для получения и интерпретации достоверных результатов исследования в выбранной области химии, химической технологии или смежных с химией науках, применяя взаимодополняющие методы исследования.

ИПК-2.1. Анализирует имеющиеся нормативные документы по системам стандартизации, разработки и производству химической продукции и предлагает технические средства для решения поставленных задач.

ИПК-2.2. Производит оценку применимости стандартных и/или предложенных в результате НИР технологических решений на применимость с учетом специфики изучаемых процессов.

## **2. Задачи освоения дисциплины**

– Научиться понимать физические основы метода получения масс-спектральной информации при различных вариантах ионизации и возможности применения метода тандемной масс-спектрометрии в режиме SRM и MRM для решения аналитических задач без предварительного хроматографического разделения;

– Освоить современное аппаратное оформление метода и возможности применения органической масс-спектрометрии для исследования продуктов каталитической термодесорбции органических соединений; представлять возможности применения тандемной масс-спектрометрии для изучения механизма протекания органических реакций в газовой фазе.

## **3. Место дисциплины в структуре образовательной программы**

Дисциплина относится к Блоку 1 «Дисциплина (модули) по выбору 1 (ДВ.1)».

Дисциплина относится к обязательной части образовательной программы. Дисциплина входит в модуль Дисциплины (модули) по выбору 1 (ДВ.1).

## **4. Семестр(ы) освоения и форма(ы) промежуточной аттестации по дисциплине**

Третий семестр, зачет

## **5. Входные требования для освоения дисциплины**

Для успешного освоения дисциплины требуются компетенции, сформированные в ходе освоения образовательных программ предшествующего уровня образования.

## **6. Язык реализации**

Русский

## 7. Объем дисциплины

Общая трудоемкость дисциплины составляет 3 з.е., 108 часов, из которых:

-лекции: 12 ч.

-практические занятия: 20 ч.

в том числе практическая подготовка: 20 ч.

Объем самостоятельной работы студента определен учебным планом.

## 8. Содержание дисциплины, структурированное по темам

Тема 1. Физические основы метода масс-спектрального распада органических соединений в режиме электронной ионизации.

Основные принципы образования масс-спектров положительно заряженных ионов. Понятие «сечение ионизации». Понятие «полный ионный ток» (ПИТ). Зависимость эффективности ионизации от энергии ионизирующих электронов. Понятие «молекулярный ион». Правильность выбора молекулярного иона на основании первичных фрагментных ионов. Принципы и приемы определения области молекулярно-массового распределения. Понятие «осколочные и характеристические ионы». *Физические основы масс-спектрально распада*. Диаграмма Вархафтига. Понятие метастабильные ионы и принципы их образования. Основные правила и подходы к интерпретации масс-спектров. Стабильность ионов и нейтральных частиц. Правило выброса максимального алкильного радикала. Правила распада четноэлектронных ионов. Правило степеней свободы. Структурные и стереохимические факторы, влияющие на образование масс-спектра. Органические вещества с полиизобарными молекулярными массами.

Тема 2. Практические основы интерпретации масс-спектров.

Определение элементного состава ионов на основании изотопных пиков. Расчет изотопной частоты соединений. Азотное правило. Фрагментные ионы. Наиболее интенсивные ионы в масс-спектре. Гомологические серии ионов. Построение схемы фрагментации. Метод масс-фрагментографии и режим мониторинга заданных ионов. Масс-спектрометрия высокого разрешения.

Тема 3. Системы ввода образца в ионный источник масс-спектрометра.

Баллон напуска. Применение баллона напуска для изучения структурно-группового состава жидких органических смесей. Прямой ввод. Применение прямого ввода для анализа термолabileльных соединений и моделирования каталитических превращений с использованием модельных соединений в режиме программируемой термодесорбции. Изучение кинетики нестационарных процессов в гетерогенном катализе.

Тема 4. Альтернативные методы ионизации органических соединений.

Химическая ионизация и механизм ее протекания. Химическая ионизация отрицательных ионов и возможности ее применение в прикладных исследованиях. Полевая ионизация и полевая десорбция. Особенности применения методов для получения масс-спектров молекулярных ионов и изучения высокомолекулярных соединений различной природы. Химическая ионизация при атмосферном давлении для изучения строения неполярных органических молекул. Электрораспылительная ионизация как метод изучения полярных органических соединений. Принципы образования молекулярных и кластерных ионов. Применение метода для исследования органических реакций в газовой фазе и органических комплексов, образованных по донорно-акцепторному механизму. Образование многозарядных ионов и возможность применения метода для изучения природных и синтетических биополимеров.

Тема 5. Методы разделения и регистрации ионов в органической масс-спектрометрии.

Принцип работы магнитного секторного масс-спектрометра, двухфокусного секторного масс-спектрометра. Квадрупольный анализатор. Ионная ловушка и времяпролетный анализатор высокого разрешения. Детектирование ионов. Принцип работы электронного умножителя и фотоумножителя.

Тема 6. Тандемная масс-спектрометрия МС/МС с использованием активации анализируемых веществ соударения.

Физические принципы активации ионов соударением или диссоциации, индуцированной столкновением. Принцип работы системы трех квадруполь. Получение спектра дочерних и родительских ионов. Работа в режиме образования ионов, получаемых отщеплением идентичных нейтральных фрагментов. Съемка образца в режиме мониторинга выбранной реакции (SRM) и мониторинга множественных реакций (MRM), как способ повышения чувствительности и селективности анализа микропримесей органических и биологически активных соединений из сложных органических и биологических матриц без предварительного хроматографического разделения. Принцип работы ионной ловушки и возможности ее применения для проведения многостадийных исследований фрагментации в режиме (MS)<sup>n</sup>. Достоинства и недостатки метода. Тандемная масс-спектрометрия высокого разрешения. Особенности применения тандемной масс-спектрометрии в режиме электронной и электрораспылительной ионизации.

Тема 7. Количественный масс-спектральный анализ.

Съемка образца в режиме мониторинга заданных ионов с использованием метода внутреннего стандарта, как основной способ проведения количественных расчетов в методе органической масс-спектрометрии и ГХМС. Понятие «относительные коэффициенты чувствительности» и их применение в масс-спектрометрии для количественных расчетов. Метод мониторинга выбранной реакции (SRM) и мониторинга множественных реакций (MRM), как способ проведения количественных расчетов в методе тандемной масс-спектрометрии. Особенности проведения количественных расчетов многокомпонентных смесей в одном эксперименте.

## 9. Текущий контроль по дисциплине

Текущий контроль по дисциплине проводится путем контроля посещаемости, выполнения домашних заданий, и фиксируется в форме контрольной точки не менее одного раза в семестр.

## 10. Порядок проведения и критерии оценивания промежуточной аттестации

Зачет проводится в устной форме по билетам. Билет содержит теоретические вопросы и расчётные задания. Продолжительность подготовки по билету зачета 1 час.

Примерный перечень теоретических вопросов:

1. Вопрос 1. Оцените интенсивности первичных фрагментных ионов, образующихся молекулярным ионом перечисленных ниже соединений: бутилметилэтиламин, 3-метилгептанол-3, втор-пентилизобутилэтиламин при потере алкильных фрагментов.
2. Вопрос 2. Определите интенсивность пика M+6 по отношению к M в масс-спектре соединения содержащего 4 атома хлора, 2 атома хлора и 3 атома брома.
3. Вопрос 3. Возможности масс-спектрометрия высокого разрешения при анализе сложных органических объектов без предварительного разделения.

Примеры расчётных заданий:

1. Задание 1. Определите соотношение интенсивностей молекулярного и изотопных пиков соединения содержащего 7 атомов углерода, 6 атомов углерода и один атом хлора.
2. Задание 2. Рассчитайте соотношение интенсивностей молекулярного и изотопных пиков для следующих соединений: хлороформ, дихлорэтан и дибромметан.

По результату ответа на вопросы билета оценивается сформированность компетенций ПК-1 и ПК-2 (не менее 3 баллов) Компетенции считаются сформированными, если студент усвоил более 60 % изучаемого материала. «Зачёт» ставится, если результат формирования компетенций по критериям оценивания не ниже «3-5 баллов» из максимальных 5 баллов.

## 11. Учебно-методическое обеспечение

- а) Электронный учебный курс по дисциплине в электронном университете «Moodle» - - <https://moodle.tsu.ru/course/view.php?id=22087>
- б) Оценочные материалы текущего контроля и промежуточной аттестации по дисциплине.
- в) План практических занятий по дисциплине.
- г) Методические указания по организации самостоятельной работы студентов.

## 12. Перечень учебной литературы и ресурсов сети Интернет

- а) основная литература:
  - Лебедев А. Т. Масс-спектрометрия в органической химии/ А. Т. Лебедев – М. : Техносфера, 2015. – 704 с.
  - Экман Р. Масс-спектрометрия: аппаратура, толкование и приложения/ Р. Экман, Е. Зильеринг, Э. Вестман-Бринкмальм, А. Край –М : Техносфера, 2013. –368с.
  - Принципы масс-спектрометрии в приложении к биомолекулам /под ред. Дж. Ласкин, Х. Лифшиц. –М. : Техносфера, 2012. –607 с.
- б) дополнительная литература:
  - Лаваньини И. Количественные методы в масс-спектрометрии / И. Лаваньини, Ф. Маньо, Р. Сералья, П. Тральди –М : Техносфера, 2008. – 175 с.;
  - Введение в хромато-масс-спектрометрию / Пер. с англ. И. А. Ревельского, Ю. С. Яшина Карасек, Френсис. – М. : Мир , 1993. – 240 с.;
  - Органическая масс-спектрометрия: Термохимическое описание изомеризации и фрагментации ионов и радикалов в газовой сфере / В. В. Тахистов; АН СССР, Отд-ние физиологии Тахистов В. В. – В. : Наука, Ленингр. отд-ние, 1990. – 220 с.;
  - Хмельницкий Р. А. Масс-спектрометрия загрязнений окружающей среды / Р.А. Хмельницкий, Е. С. Бродский – М. : Химия, 1990. – 181 с.;
  - Полякова А.А. Масс-спектральный анализ смесей с применением ионно-молекулярных реакций / Полякова А. А., Ревельский И. А., Токарев М. И. – М. : Химия , 1989. – 240 с.;
  - Чепмен Дж. Практическая органическая масс-спектрометрия / Дж. Чепмен; Перевод с англ. А. Т. Лебедева, Чепмен Дж. Р. – М. : Мир , 1988. – 216 с.
- в) ресурсы сети Интернет:
  - Лебедев А. Т. Масс-спектрометрия в органической химии / Лебедев А. Т. М. : БИНОМ. Лаб. знаний, 2003. – 493с., <http://sun.tsu.ru/limit/2016/000192021/000192021.pdf>
  - Вульфсон Н. С. Масс- спектрометрия органических соединений / Н. С. Вульфсон, В. Г. Заикин, А. И. Микая – М. : Химия , 1986. – 287с.  
<http://sun.tsu.ru/limit/2016/000079889/000079889.djvu>
  - Хмельницкий Р. А., Хромато-масс-спектрометрия / Хмельницкий Р. А., Бродский Е. С., М. : Химия , 1984. – 210 с. <http://sun.tsu.ru/limit/2016/000138516/000138516.djvu>

## 13. Перечень информационных технологий

- а) лицензионное и свободно распространяемое программное обеспечение:

- Microsoft Office Standart 2013 Russian: пакет программ. Включает приложения: MS Office Word, MS Office Excel, MS Office PowerPoint, MS Office On-eNote, MS Office Publisher, MS Outlook, MS Office Web Apps (Word Excel MS PowerPoint Outlook);
- публично доступные облачные технологии (Google Docs, Яндекс диск и т.п.).

б) информационные справочные системы:

- Электронный каталог Научной библиотеки ТГУ – <http://chamo.lib.tsu.ru/search/query?locale=ru&theme=system>
- Электронная библиотека (репозиторий) ТГУ – <http://vital.lib.tsu.ru/vital/access/manager/Index>
- ЭБС Лань – <http://e.lanbook.com/>
- ЭБС Консультант студента – <http://www.studentlibrary.ru/>
- Образовательная платформа Юрайт – <https://urait.ru/>
- ЭБС ZNANIUM.com – <https://znanium.com/>
- ЭБС IPRbooks – <http://www.iprbookshop.ru/>

#### **14. Материально-техническое обеспечение**

Аудитории для проведения занятий лекционного типа.

Аудитории для проведения занятий семинарского типа, индивидуальных и групповых консультаций, текущего контроля и промежуточной аттестации.

Помещения для самостоятельной работы, оснащенные компьютерной техникой и доступом к сети Интернет, в электронную информационно-образовательную среду и к информационным справочным системам.

Аудитории для проведения занятий лекционного и семинарского типа индивидуальных и групповых консультаций, текущего контроля и промежуточной аттестации в смешенном формате («Актру»).

Лаборатории оснащены вытяжными шкафами и необходимым оборудованием:

ВЭЖХ система ThermoFinnigan Surveyor, масс-спектрометрический детектор: Thermo Finnigan LCQ Advantage MAX (ионная ловушка с электроспреем ESI+).

#### **15. Информация о разработчиках**

Дычко Константин Александрович, канд. хим. наук, доцент, кафедра органической химии Национального исследовательского Томского государственного университета, доцент.