

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

Химический факультет

УТВЕРЖДЕНО:

И.о. декана химического факультета  
А.С. Князев

Рабочая программа дисциплины

**Масс-спектрометрия**

по направлению подготовки

**04.04.01 Химия**

Направленность (профиль) подготовки:  
«Трансляционные химические и биомедицинские технологии»

Форма обучения

**Очная**

Квалификация

**Магистр**

Год приема

**2023**

СОГЛАСОВАНО:

Руководитель ОП  
И.А. Курзина

Председатель УМК

Л.Н. Мишенина

## **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.

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.

## **2. Задачи освоения дисциплины**

– Сформировать представление о предмете масс-спектрометрия органических соединений, современном состоянии и путях развития масс-спектрометрии и связи её с другими науками.

– Получить знания и навыки, необходимые для эффективного использования современных масс-спектрометрических приборов для решения разнообразных задач.

– Развить познавательную активность и способность творчески решать задачи, связанные с изучением структуры органических соединений методом масс-спектрометрии.

– Владеть методами проведения масс-спектрометрического анализа и навыками грамотной интерпретации масс-спектров основных классов органических соединений с использованием основных закономерностей масс-спектрального распада.

– Сформировать представления о возможности практического применения метода масс-спектрометрии в различных областях человеческой деятельности.

## **3. Место дисциплины (модуля) в структуре образовательной программы**

Дисциплина относится к факультативной части образовательной программы.

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

Семестр 3, зачет.

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

Для успешного освоения дисциплины требуются результаты обучения по следующим дисциплинам: «Строение вещества», «Физико-химические методы анализа», «Хроматографические методы».

## **6. Язык реализации**

Русский

## **7. Объем дисциплины (модуля)**

Общая трудоемкость дисциплины составляет 2 з.е., 72 часа, 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 (модуля), структурированное по темам**

### **Тема 1. Основы масс-спектрометрии**

Лекция: Введение. Общие понятия и определения. История создания масс-спектрометрии. Блок-схема масс-спектрометра. Физические основы метода: принцип работы масс-спектрометра, разрешающая способность, образование масс-спектра, основное уравнение масс-спектрометрии, типы регистрируемых ионов (молекулярные, осколочные, метастабильные, многозарядные).

Практика: Определение молекулярной брутто-формулы по масс-спектру низкого разрешения. Метод точного измерения масс молекулярных ионов, метод измерения интенсивностей пиков ионов, изотопных молекулярному иону. Установление строения органических соединений: метод функциональных групп, метод характеристических значений  $m/z$ .

### **Тема 2. Методы ионизации**

Лекция: Системы ввода образца в ионный источник масс-спектрометра. Различные методы ионизации (электронный удар, химическая ионизация, химическая ионизация при атмосферном давлении, индуктивно-связанная плазма). Методы ионизации соединений с высокой молекулярной массой и высокомолекулярных соединений (полевая десорбция (FD), химическая ионизация (CI), электроспрей (ES), матричная лазерная десорбционная ионизация (MALDI)).

Практика: Альтернативные методы ионизации органических соединений.

Лабораторная работа: Устройство масс-спектрометра. Источники ионизации ESI, APPI.

### **Тема 3. Методы разделения и регистрации ионов**

Лекция: 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.

Практика: Определение элементного состава ионов на основании изотопных пиков. Расчет изотопной чистоты соединений. Интерпретация масс-спектров, полученных с использованием разных методов ионизации.

Лабораторная работа: Получение масс-спектров разных классов органических соединений.

### **Тема 4. Практические основы интерпретации масс-спектров**

Лекция: Качественные теории масс-спектрометрии органических соединений: теория локализации заряда, теория устойчивости продуктов фрагментации. Масс-спектрометрические правила: азотное, "четно-электронное", затрудненный разрыв связей, прилежащих к ненасыщенным системам.

Основные направления фрагментации различных классов органических соединений под электронным ударом (углеводородов и их галогенпроизводных, спиртов, фенолов, простых эфиров, альдегидов, кетонов, аминов, карбоновых кислот и их производных).

Основные типы реакций распада органических соединений под электронным ударом: простой разрыв связей ( $\alpha$ -разрыв, бензильный и аллильный разрывы), ретро-реакция Дильса-Альдера, перегруппировка Мак-Лафферти, скелетные перегруппировки.

Практика: Практические основы интерпретации масс-спектров. Фрагментарные ионы. Гомологические серии ионов. Выбросы простейших нейтральных частиц. Наиболее интенсивные пики в спектре. Схема фрагментации.

Лабораторная работа: Установление строения органических соединений. Примеры структурного анализа органических соединений по масс-спектру низкого разрешения.

Тема 5. Комбинация масс-спектрометра с системами предварительного разделения смесей веществ

Лекция: Хромато-масс-спектрометрия. Системы ввода пробы в масс-спектрометр для газовой и жидкостной хроматографии. Жидкостная хроматография-масс-спектрометрия. Ленточный транспортер. Прямой ввод жидкости. Поток частиц. Термораспыление.

Практика: Количественный анализ с помощью хромато-масс-спектрометрии. Методы внешнего и внутреннего стандартов.

Лабораторная работа: Установление строения органических соединений. Примеры структурного анализа органических соединений по масс-спектру низкого разрешения.

Тема 6. Основные направления применения масс-спектрометрии

Лекция: Основные направления применения масс-спектрометрии

Практика: Тандемная масс-спектрометрия. Получение спектра дочерних и родительских ионов. Съемка образца в режиме мониторинга выбранной реакции (SRM) и мониторинга множественных реакций (MRM), как способ повышения чувствительности и селективности анализа микропримесей.

Лабораторная работа: Установление строения органических соединений. Примеры структурного анализа органических соединений по масс-спектру низкого разрешения.

## 9. Текущий контроль по дисциплине

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

## 10. Порядок проведения и критерии оценивания промежуточной аттестации

Зачет проводится в письменной форме по билетам. Билет содержит теоретический вопрос и две задачи. Продолжительность зачета 1,5 часа.

Примеры теоретических вопросов:

1. Вопрос 1. Основные конструктивные элементы масс-спектрометра. Разрешающая способность масс-спектрометра. Понятие чувствительности и предела детектирования. Динамический диапазон детектирования. Точность измерения масс.

2. Вопрос 2. Способы ионизации органических веществ. Классификация методов ионизации.

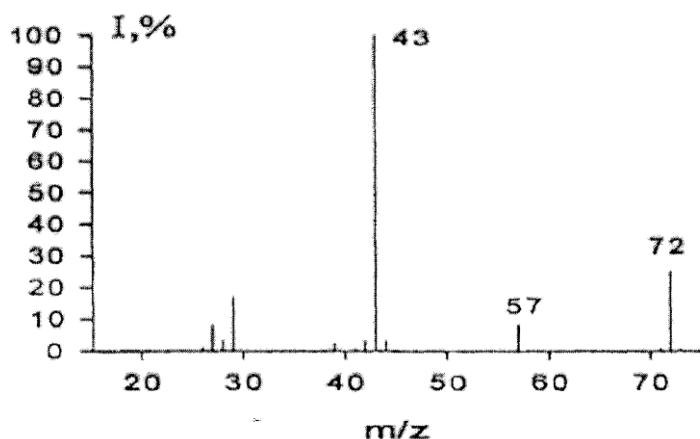
3. Вопрос 3. Времяпролетный анализатор. Детектирование ионов.

4. Вопрос 4. Хроматомасс-спектрометрия. Системы ввода пробы в масс-спектрометр для газовой и жидкостной хроматографии.

5. Вопрос 5. Основные правила и подходы к интерпретации масс-спектров. Стабильность ионов и нейтральных частиц. Правило выброса максимального алкильного радикала.

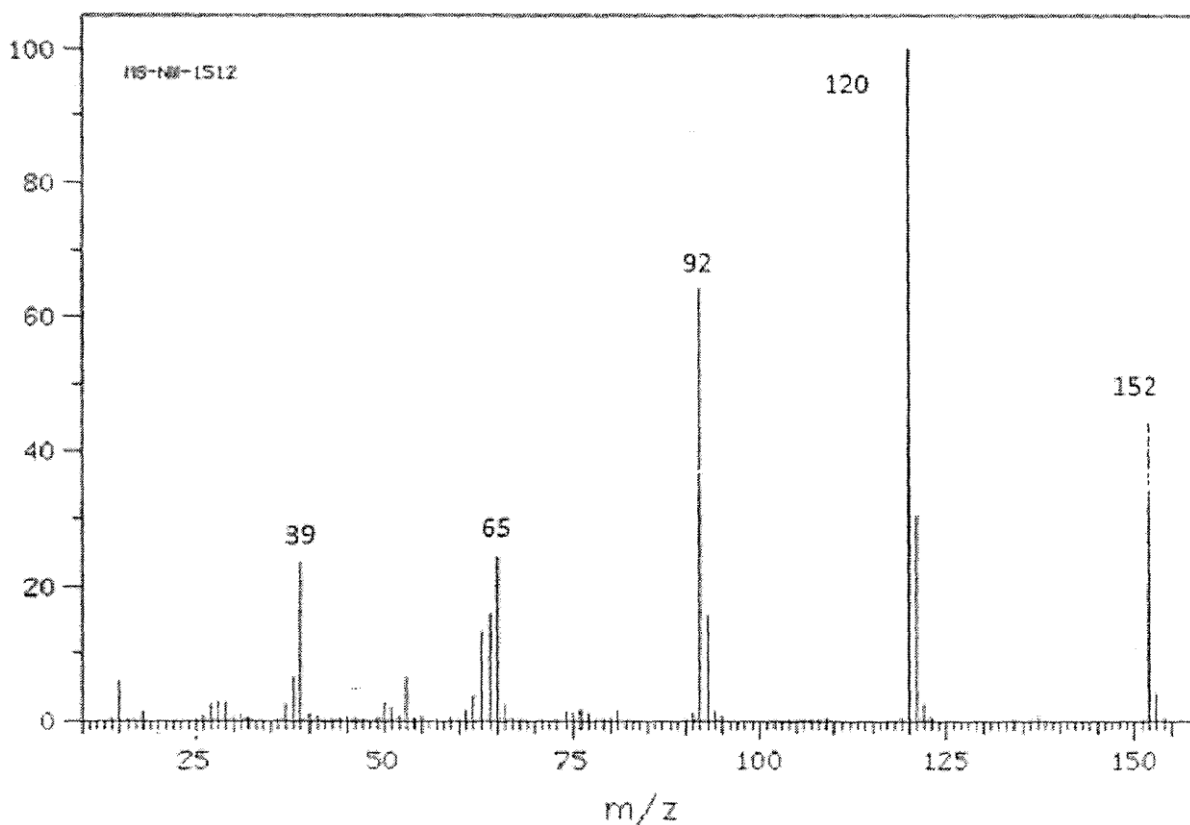
Примеры задач:

1. Задача 1. Идентифицируйте соединение, масс-спектр электронной ионизации которого приведен ниже:



m/z	I, %	m/z	I, %
15	4,31	42	3,12
26	1,12	43	100
27	8,34	44	2,23
28	3,25	57	8,87
29	17,6	71	1,29
39	2,78	72	25,0
41	1,03	73	1,11

2. Задача 2. Интерпретируйте фрагментацию метилсалицилата, приводящую к появлению в масс-спектре электронной ионизации пиков, указанных на рисунке ниже. Составьте схему фрагментации.



3. Задача 3. Рассчитать минимальную разрешающую способность масс-спектрометра для 100% разрешения триплета  $N_2$ , CO,  $C_2H_4$ , считая известными точные значения масс:  $m_H = 1.00782$ ,  $m_C = 12.00000$ ,  $m_N = 14.00307$ ,  $m_O = 15.99492$ .

Результаты зачета определяются оценками «зачтено» или «не зачтено».

«Зачтено» – студень владеет знаниями, полученными по время прохождения курса, может развернуто и полно с примерами ответить на вопрос, может ответить на дополнительные вопросы.

«Не зачтено» – студент не владеет знаниями, полученными во время прохождения курса, не способен привести основные определения, задачи курса.

## 11. Учебно-методическое обеспечение

а) Оценочные материалы текущего контроля и промежуточной аттестации по дисциплине.

## 12. Перечень учебной литературы и ресурсов сети Интернет

а) основная литература:

– Лебедев А. Т. Масс-спектрометрия в органической химии / А. Т. Лебедев. — 2-е изд. — М.: Техносфера, 2015. — 702 с. — ISBN 978-5-94836-409-4. — Текст : электронный // Цифровой образовательный ресурс IPR SMART : [сайт]. — URL: <https://www-iprbookshop-ru.ez.lib.tsu.ru/84686.html>

– Экман Р. Масс-спектрометрия: аппаратура, толкование и приложения : [базовый курс по основам масс-спектрометрии : от теоретических основ до тонкостей применения метода] / Р. Экман, Е. Зильберинг, Э. Вестман-Бринкмальм, А. Край ; пер. с англ. П. С. Метальникова ; под ред. А. Т. Лебедева. — М.: Техносфера, 2013. — 352 с.

– Хмельницкий Р. А. Хромато-масс-спектрометрия / Р. А. Хмельницкий, Е. С. Бродский. — М. : Химия, 1984. — 210, [6] с.: ил. — ( Методы аналитической химии ) . URL: <http://sun.tsu.ru/limit/2016/000138516/000138516.djvu>

б) дополнительная литература:

– Лебедев А. Т. Масс-спектрометрия для анализа объектов окружающей среды / А. Т. Лебедев. — Москва : Техносфера, 2013. — 632 с. — ISBN 978-5-94836-363-9. — Текст : электронный // Цифровой образовательный ресурс IPR SMART : [сайт]. — URL: <https://www-iprbookshop-ru.ez.lib.tsu.ru/31868.html>

– Лаваньини И. Количественные методы в масс-спектрометрии / И. Лаваньини, Ф. Маньо, Р. Сералья, П. Тральди ; пер. с англ. Ю. О. Каратассо под ред. Е. Н. Николаева. — М.: Техносфера, 2008. — 175 с.

– Джонстон Р. Руководство по масс-спектрометрии для химиков-органиков / Р. Джонстон; Пер. с англ. З. Е. Самойловой, Ю. Б. Гребенщикова; Под ред. Р. Г. Костяновского. — М. : Мир, 1975. — 236 с.

– Будзикович Г. Интерпретация масс-спектров органических соединений / Г. Будзикович, К. Джерасси, Д. Уильямс ; пер. с англ. В. И. Зарецкого, В. А. Пучкова ; под ред. Н. С. Вульфсона. — М. : Мир, 1966. — 324 с.

– Чепмен Д. Р. Практическая органическая масс-спектрометрия / Дж. Чепмен; Перевод с англ. А. Т. Лебедева. — М. : Мир, 1988. — 216 с.

в) ресурсы сети Интернет:

– American Society for Mass Spectrometry - <https://www.asms.org/>

– Journal of mass spectrometry <https://analyticalsciencejournals.onlinelibrary.wiley.com/journal/10969888c>

– Всероссийское Масс-спектрометрическое Общество - <http://www.vmsso.ru/>

– Журнал Всероссийского масс-спектрометрического общества «МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЯ» - <http://mass-spektrometria.ru/>

## 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/>

в) профессиональные базы данных:

- Mass Spectrometry Data Center, NIST – <https://chemdata.nist.gov/>
- European MassBank – <https://massbank.eu/MassBank/>

#### **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.

Лаборатории, оборудованные специализированной мебелью, вытяжной системой вентиляции, средствами пожарной безопасности и оказания первой медицинской помощи, лабораторным оборудованием: масс-спектрометр, жидкостной хроматограф, весы лабораторные электронные, электроплитки, мешалки магнитные, ультразвуковая ванна, настольная лабораторная центрифуга, наборы химической посуды и реактивов.

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

Селихова Наталья Юрьевна, кандидат химических наук, лаборатория органического синтеза ТГУ, старший научный сотрудник.