

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
"Казанский (Приволжский) федеральный университет"
Химический институт им. А.М. Бутлерова



УТВЕРЖДАЮ

Проректор
по образовательной деятельности КФУ
Проф. Таюрский Д.А.

"__" _____ 20__ г.

Программа дисциплины

Масс-спектрометрия в анализе органических соединений Б1.В.ДВ.6

Направление подготовки: 04.04.01 - Химия

Профиль подготовки: Методы аналитической химии

Квалификация выпускника: магистр

Форма обучения: очное

Язык обучения: русский

Автор(ы):

Гарифзянов А.Р. , Ризванов Ильдар Хамидович

Рецензент(ы):

Евтюгин Г.А.

СОГЛАСОВАНО:

Заведующий(ая) кафедрой: Евтюгин Г. А.

Протокол заседания кафедры No ____ от "____" _____ 201__ г

Учебно-методическая комиссия Химического института им. А.М. Бутлерова:

Протокол заседания УМК No ____ от "____" _____ 201__ г

Регистрационный No

Казань
2018

Содержание

1. Цели освоения дисциплины
2. Место дисциплины в структуре основной образовательной программы
3. Компетенции обучающегося, формируемые в результате освоения дисциплины /модуля
4. Структура и содержание дисциплины/ модуля
5. Образовательные технологии, включая интерактивные формы обучения
6. Оценочные средства для текущего контроля успеваемости, промежуточной аттестации по итогам освоения дисциплины и учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы студентов
7. Литература
8. Интернет-ресурсы
9. Материально-техническое обеспечение дисциплины/модуля согласно утвержденному учебному плану

Программу дисциплины разработал(а)(и) доцент, к.н. (доцент) Гарифзянов А.Р. Кафедра аналитической химии Химический институт им. А.М. Бутлерова, Airat.Garifzyanov@kpfu.ru; Ризванов Ильдар Хамидович

1. Цели освоения дисциплины

Масс-спектрометрия - метод анализа, основанный на определении отношения массы к заряду ионов, образующихся при ионизации компонентов пробы, является одним из наиболее мощных инструментов современной аналитической химии, позволяющей решать самые сложные задачи, связанные с определением следовых количеств органических и неорганических веществ в разнообразных объектах.

2. Место дисциплины в структуре основной образовательной программы высшего профессионального образования

Данная учебная дисциплина включена в раздел " Б1.В.ДВ.6 Дисциплины (модули)" основной образовательной программы 04.04.01 Химия и относится к дисциплинам по выбору. Осваивается на 1 курсе, 2 семестр.

Дисциплина 'Современные проблемы атомно-абсорбционных методов анализа' относится к вариативной части дисциплин учебного плана подготовки магистров по направлению 'Химия' магистерской программе 'Методы аналитической химии'.

Для освоения данной дисциплины необходимы знания, умения и компетенции, приобретенные обучающимися в курсах 'Органическая химия', 'Физическая химия', 'Физика', включенных в образовательную программу бакалавриата.

Изучение данной дисциплины позволяет студенту получить углубленные знания и навыки для успешной профессиональной деятельности и (или) для продолжения профессионального образования в магистратуре по направлению подготовки 'Химия'.

3. Компетенции обучающегося, формируемые в результате освоения дисциплины /модуля

В результате освоения дисциплины формируются следующие компетенции:

Шифр компетенции	Расшифровка приобретаемой компетенции
ОК-3 (общекультурные компетенции)	должен обладать готовностью к саморазвитию, самореализации, использованию творческого потенциала;
ОПК-1 (профессиональные компетенции)	должен обладать способностью использовать и развивать теоретические основы традиционных и новых разделов химии при решении профессиональных задач;
ПК-2 (профессиональные компетенции)	должен обладать владением теорией и навыками практической работы в избранной области химии.

В результате освоения дисциплины студент:

1. должен знать:

Теоретические основы масс-спектрометрии, методы ионизации газообразных, жидких и твердых материалов.

2. должен уметь:

анализировать масс-спектры реальных объектов

3. должен владеть:

навыками применения масс-спектропии для идентификации органических соединений

4. должен демонстрировать способность и готовность:

использовать масс-спектроскопические данные при анализе реальных объектов

4. Структура и содержание дисциплины/ модуля

Общая трудоемкость дисциплины составляет 2 зачетных(ые) единиц(ы) 72 часа(ов).

Форма промежуточного контроля дисциплины зачет во 2 семестре.

Суммарно по дисциплине можно получить 100 баллов, из них текущая работа оценивается в 50 баллов, итоговая форма контроля - в 50 баллов. Минимальное количество для допуска к зачету 28 баллов.

86 баллов и более - "отлично" (отл.);

71-85 баллов - "хорошо" (хор.);

55-70 баллов - "удовлетворительно" (удов.);

54 балла и менее - "неудовлетворительно" (неуд.).

4.1 Структура и содержание аудиторной работы по дисциплине/ модулю

Тематический план дисциплины/модуля

N	Раздел Дисциплины/ Модуля	Семестр	Неделя семестра	Виды и часы аудиторной работы, их трудоемкость (в часах)			Текущие формы контроля
				Лекции	Практические занятия	Лабораторные работы	
1.	Тема 1. Введение. Поведение заряженных частиц в электрическом и магнитном поле. История создания масс-спектрометрии.	2	1	2	2	0	Устный опрос
2.	Тема 2. Блок-схемы масс-спектрометров. Основные узлы.	2	2	2	4	0	Устный опрос
3.	Тема 3. Источники ионов	2	3	2	4	0	Контрольная работа Эссе
4.	Тема 4. Масс-анализаторы и детекторы	2	4	2	4	0	Устный опрос
5.	Тема 5. Хромато-масс-спектрометрия	2	5	2	4	0	Устный опрос
	Тема . Итоговая форма контроля	2		0	0	0	Зачет
	Итого			10	18	0	

4.2 Содержание дисциплины

Тема 1. Введение. Поведение заряженных частиц в электрическом и магнитном поле. История создания масс-спектрометрии.

лекционное занятие (2 часа(ов)):

Заряженные частицы в электрическом и магнитном поле. Получение ионных пучков. Масс-спектр как график относительной интенсивности ионного тока от m/z . История создания масс-спектрометрии. Метрологические характеристики масс-спектрометрии. Масс-спектрометрия высокого разрешения, тандемная масс-спектрометрия, масс-спектрометрия на открытом воздухе. Изотопная масс-спектрометрия.

практическое занятие (2 часа(ов)):

Определение молекулярной брутто-формулы по масс-спектру. низкого разрешения.

Тема 2. Блок-схемы масс-спектрометров. Основные узлы.

лекционное занятие (2 часа(ов)):

Система ввода образца. Баллон напуска. Прямой ввод. Мембранный ввод.

практическое занятие (4 часа(ов)):

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

Тема 3. Источники ионов

лекционное занятие (2 часа(ов)):

способы ионизации органических веществ. Классификация методов ионизации. Методы ионизации веществ в газообразном состоянии. Ионизация электронным ударом. Химическая ионизация. Полевая ионизация. Ионизация электрораспылением. Химическая ионизация и фотоионизация при атмосферном давлении. Матрично-активированная лазерная десорбция/ионизация

практическое занятие (4 часа(ов)):

Качественные теории масс-спектрометрии органических соединений. Основные правила и подходы к интерпретации масс-спектров. Стабильность ионов и нейтральных частиц. Правило выброса максимального алкильного радикала. Правило Стивенсона (правило Стивенсона?Одье). Правила распада четноэлектронных ионов. Правило степеней свободы. Прочность химических связей. Структурные и стереохимические факторы. Концепция локализации заряда и неспаренного электрона. Фрагментация, удаленная от места локализации заряда. (Масс-спектрометрические правила. Основные типы реакций распада органических соединений). Установление строения органических соединений. Примеры структурного анализа органических соединений по масс-спектру

Тема 4. Масс-анализаторы и детекторы

лекционное занятие (2 часа(ов)):

Магнитный секторный масс-спектрометр. Электростатический анализатор. Двухфокусный секторный масс-спектрометр. Масс-спектрометрия высокого разрешения, МСВР. Масс-спектрометрия с преобразованиями Фурье. Квадрупольный анализатор. Ионная ловушка. Времяпролетный анализатор. Детектирование ионов.

практическое занятие (4 часа(ов)):

Практические основы интерпретации масс-спектров. Молекулярный ион. Определение элементного состава ионов на основании изотопных пиков. Азотное правило. Определение содержания изотопа C^{13} в природных образцах. Расчет изотопной чистоты соединений. Фрагментные ионы. Гомологические серии ионов. Выбросы простейших нейтральных частиц. Наиболее интенсивные пики в спектре. Схема фрагментации.

Тема 5. Хромато-масс-спектрометрия

лекционное занятие (2 часа(ов)):

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

практическое занятие (4 часа(ов)):

Количественный анализ с помощью хроматомасс-спектрометрии. Методы внешнего и внутреннего стандартов.

4.3 Структура и содержание самостоятельной работы дисциплины (модуля)

N	Раздел Дисциплины	Семестр	Неделя семестра	Виды самостоятельной работы студентов	Трудоемкость (в часах)	Формы контроля самостоятельной работы
1.	Тема 1. Введение. Поведение заряженных частиц в электрическом и магнитном поле. История создания масс-спектрометрии.	2	1	подготовка к устному опросу	8	устный опрос
2.	Тема 2. Блок-схемы масс-спектрометров. Основные узлы.	2	2	подготовка к устному опросу	8	устный опрос
3.	Тема 3. Источники ионов	2	3	подготовка к контрольной работе	4	контрольная работа
				подготовка к эссе	4	эссе
4.	Тема 4. Масс-анализаторы и детекторы	2	4	подготовка к устному опросу	8	устный опрос
5.	Тема 5. Хромато-масс-спектрометрия	2	5	подготовка к устному опросу	12	устный опрос
	Итого				44	

5. Образовательные технологии, включая интерактивные формы обучения

-эссе по разделам 1-3

6. Оценочные средства для текущего контроля успеваемости, промежуточной аттестации по итогам освоения дисциплины и учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы студентов

Тема 1. Введение. Поведение заряженных частиц в электрическом и магнитном поле. История создания масс-спектрометрии.

устный опрос , примерные вопросы:

Заряженные частицы в электрическом и магнитном поле. Получение ионных пучков. Масс-спектр как график относительной интенсивности ионного тока от m/z . История создания масс-спектрометрии. Метрологические характеристики масс-спектрометрии. Масс-спектрометрия высокого разрешения, тандемная масс-спектрометрия, масс-спектрометрия на открытом воздухе. Изотопная масс-спектрометрия.

Тема 2. Блок-схемы масс-спектрометров. Основные узлы.

устный опрос , примерные вопросы:

Система ввода образца. Баллон напуска. Прямой ввод. Мембранный ввод.

Тема 3. Источники ионов

контрольная работа , примерные вопросы:

Образец билета для контрольной работыю 1. Движение заряженных частиц в электрическом и магнитном поле. 2. Мембранный ввод образца.

эссе , примерные темы:

Способы ионизации органических веществ. Классификация методов ионизации. ♦ Методы ионизации веществ в газообразном состоянии. Ионизация электронным ударом. Химическая ионизация. Полевая ионизация. Ионизация электрораспылением. Химическая ионизация и фотоионизация при атмосферном давлении. Матрично-активированная лазерная десорбция/ионизация ♦

Тема 4. Масс-анализаторы и детекторы

устный опрос , примерные вопросы:

Магнитный секторный масс-спектрометр. Электростатический анализатор. Двухфокусный секторный масс- спектрометр. Масс-спектрометрия высокого разрешения, МСВР. Масс-спектрометрия с преобразованиями Фурье. Квадрупольный анализатор. Ионная ловушка. Времяпролетный анализатор. Детектирование ионов.

Тема 5. Хромато-масс-спектрометрия

устный опрос , примерные вопросы:

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

Тема . Итоговая форма контроля

Примерные вопросы к зачету:

Вопросы к зачету:

1. История создания масс-спектрометрии.
- 2.Электронная ионизация.
3. Химическая ионизация.
4. Полевая ионизация. Ионизация электрораспылением.
5. Химическая ионизация и фотоионизация при атмосферном давлении.
6. Матрично-активированная лазерная десорбция/ионизацию.
7. Основные правила и подходы к интерпретации масс-спектров. Стабильность ионов и нейтральных частиц. Правило выброса максимального алкильного радикала.
8. Правила распада четноэлектронных ионов. Правило степеней свободы. Прочность химических связей. Структурные и стереохимические факторы. Концепция локализации заряда и неспаренного электрона. Фрагментация, удаленная от места локализации заряда.
9. Молекулярный ион. Определение элементного состава ионов на основании изотопных пиков. Азотное правило. Определение содержания изотопа C13 в природных образцах. Расчет изотопной чистоты соединений.
10. Фрагментные ионы. Гомологические серии ионов. Выбросы простейших нейтральных частиц. Наиболее интенсивные пики в спектре. Схема фрагментации.
- 11.Магнитный секторный масс-спектрометр.
- 12.Электростатический анализатор.
13. Двухфокусный секторный масс- спектрометр.
14. Масс-спектрометрия высокого разрешения, МСВР.
- 15.Масс-спектрометрия с преобразованиями Фурье.
- 16.Квадрупольный анализатор
17. Ионная ловушка.
18. Времяпролетный анализатор.
- 19.Детектирование ионов.

7.1. Основная литература:

1. Лебедев А.Т. Масс-спектрометрия для анализа объектов окружающей среды. Москва: Техносфера, 2013. - 632с., ISBN 978-5-94836-363-9.
http://www.technosphaera.ru/files/book_pdf/0/book_353_517.pdf

7.2. Дополнительная литература:

1. Н. В. Краснов, Я. И. Лютвинский, Е. П. Подольская. МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЯ С МЯГКИМИ МЕТОДАМИ ИОНИЗАЦИИ В ПРОТЕОМНОМ АНАЛИЗЕ (ОБЗОР). НАУЧНОЕ ПРИБОРОСТРОЕНИЕ, 2010, том 20, ♦ 4, с. 5-20.
<http://iairas.ru/mag/2010/full4/Art1.pdf>.
2. Ruedi Aebersold & Matthias Mann. Mass spectrometry-based proteomics (review article) Nature 422, 198-207 (13 March 2003) | doi:10.1038/nature01511.
<http://www.nature.com/nature/journal/v422/n6928/full/nature01511.html>
3. Н. А. Клюев, Е. С. Бродский. Современные методы масс-спектрометрического анализа органических соединений. Рос. хим. ж. (Ж. Рос. хим. об-ва им. Д.И. Менделеева), 2002, т. XLVI, ♦ 4. С. 57-64. <http://www.chem.msu.ru/rus/jvho/2002-4/57.pdf>
5. Лебедев, А. Т. Задачник по масс-спектроскопии органических соединений .? Москва, 1991.
6. Масс-спектрометрия в органической химии : учеб. пособие для студентов вузов, обучающихся по специализации 011004 - Орган. химия / А. Т. Лебедев ., М. : Бинوم. Лаб. знаний, 2003 .,493 с. : ил. ; 25 ., (Методы в химии) ., Библиогр.: с. 475-489 .? ISBN 5-94774-052-4, 5000
7. Токарев М.И., Файнберг В.С., Ходеев Ю.С. Современные возможности и перспективы масс-спектрометрии легких элементов (обзор). Масс-спектрометрия, Т.1., ♦3 , С.179-190.

7.3. Интернет-ресурсы:

- American Society for Mass Spectrometry - <https://www.asma.org/>
JOURNAL OF MASS SPECTROMETRY -
http://www.wiley.com/legacy/wileychi/ms/articles/jms_intres.pdf
Всероссийское Масс-спектрометрическое Общество - <http://www.vmsso.ru/>
Журнал Всероссийского масс-спектрометрического общества ?МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЯ? -
<http://mass-spektrometria.ru/>
Российский химико-аналитический портал - <http://www.anchem.ru/literature/books/03.asp>
Сайт о химии. Масс-спектрометрия. - <http://www.xumuk.ru/encyklopedia/2448.html>

8. Материально-техническое обеспечение дисциплины(модуля)

Освоение дисциплины "Масс-спектрометрия в анализе органических соединений" предполагает использование следующего материально-технического обеспечения:

Мультимедийная аудитория, вместимостью более 60 человек. Мультимедийная аудитория состоит из интегрированных инженерных систем с единой системой управления, оснащенная современными средствами воспроизведения и визуализации любой видео и аудио информации, получения и передачи электронных документов. Типовая комплектация мультимедийной аудитории состоит из: мультимедийного проектора, автоматизированного проекционного экрана, акустической системы, а также интерактивной трибуны преподавателя, включающей тач-скрин монитор с диагональю не менее 22 дюймов, персональный компьютер (с техническими характеристиками не ниже Intel Core i3-2100, DDR3 4096Mb, 500Gb), конференц-микрофон, беспроводной микрофон, блок управления оборудованием, интерфейсы подключения: USB, audio, HDMI. Интерактивная трибуна преподавателя является ключевым элементом управления, объединяющим все устройства в единую систему, и служит полноценным рабочим местом преподавателя. Преподаватель имеет возможность легко управлять всей системой, не отходя от трибуны, что позволяет проводить лекции, практические занятия, презентации, вебинары, конференции и другие виды аудиторной нагрузки обучающихся в удобной и доступной для них форме с применением современных интерактивных средств обучения, в том числе с использованием в процессе обучения всех корпоративных ресурсов. Мультимедийная аудитория также оснащена широкополосным доступом в сеть интернет. Компьютерное оборудование имеет соответствующее лицензионное программное обеспечение.

Компьютерный класс, представляющий собой рабочее место преподавателя и не менее 15 рабочих мест студентов, включающих компьютерный стол, стул, персональный компьютер, лицензионное программное обеспечение. Каждый компьютер имеет широкополосный доступ в сеть Интернет. Все компьютеры подключены к корпоративной компьютерной сети КФУ и находятся в едином домене.

Учебно-методическая литература для данной дисциплины имеется в наличии в электронно-библиотечной системе "ZNANIUM.COM", доступ к которой предоставлен студентам. ЭБС "ZNANIUM.COM" содержит произведения крупнейших российских учёных, руководителей государственных органов, преподавателей ведущих вузов страны, высококвалифицированных специалистов в различных сферах бизнеса. Фонд библиотеки сформирован с учетом всех изменений образовательных стандартов и включает учебники, учебные пособия, УМК, монографии, авторефераты, диссертации, энциклопедии, словари и справочники, законодательно-нормативные документы, специальные периодические издания и издания, выпускаемые издательствами вузов. В настоящее время ЭБС ZNANIUM.COM соответствует всем требованиям федеральных государственных образовательных стандартов высшего профессионального образования (ФГОС ВПО) нового поколения.

Учебно-методическая литература для данной дисциплины имеется в наличии в электронно-библиотечной системе Издательства "Лань", доступ к которой предоставлен студентам. ЭБС Издательства "Лань" включает в себя электронные версии книг издательства "Лань" и других ведущих издательств учебной литературы, а также электронные версии периодических изданий по естественным, техническим и гуманитарным наукам. ЭБС Издательства "Лань" обеспечивает доступ к научной, учебной литературе и научным периодическим изданиям по максимальному количеству профильных направлений с соблюдением всех авторских и смежных прав.

Аудитория с интерактивной доской

Программа составлена в соответствии с требованиями ФГОС ВПО и учебным планом по направлению 04.04.01 "Химия" и магистерской программе Методы аналитической химии.

Автор(ы):

Гарифзянов А.Р. _____

Ризванов Ильдар Хамидович _____

"__" _____ 201__ г.

Рецензент(ы):

Евтюгин Г.А. _____

"__" _____ 201__ г.