

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования «Новосибирский национальный исследовательский
государственный университет» (Новосибирский государственный университет, НГУ)

Факультет естественных наук



Подпись

СОГЛАСОВАНО

Декан ФЕН

Резников В. А.

5 октября 2020 г.

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ

Хромато-масс-спектрометрические методы анализа

специальность: 04.05.01 Фундаментальная и прикладная химия
направленность (профиль): Фундаментальная и прикладная химия

Форма обучения: очная

Разработчик:

к.х.н., доцент Нефедов А.А.

Зав.каф. органической химии
д.х.н., проф. Резников В.А.

Руководитель программы:
д.х.н., доц. Емельянов В.А.

Новосибирск, 2020

Содержание

1. Перечень планируемых результатов обучения по дисциплине, соотнесенных с планируемыми результатами освоения образовательной программы.....	3
2. Место дисциплины в структуре образовательной программы	3
3. Трудоемкость дисциплины в зачетных единицах с указанием количества академических часов, выделенных на контактную работу обучающегося с преподавателем (по видам учебных занятий) и на самостоятельную работу обучающегося	4
4. Содержание дисциплины, структурированное по темам (разделам) с указанием отведенного на них количества академических часов и видов учебных занятий.....	4
5. Перечень учебной литературы	7
6. Перечень учебно-методических материалов по самостоятельной работе обучающихся..	7
7. Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет», необходимых для освоения дисциплины	8
8. Перечень информационных технологий, используемых при осуществлении образовательного процесса по дисциплине	8
9. Материально-техническая база, необходимая для осуществления образовательного процесса по дисциплине	9
10. Оценочные средства для проведения текущего контроля и промежуточной аттестации по дисциплине.....	9

1. Перечень планируемых результатов обучения по дисциплине, соотнесенных с планируемыми результатами освоения образовательной программы

Результаты освоения образовательной программы (компетенции)	Индикаторы	Результаты обучения по дисциплине
С-ОПК-2. Способен проводить химический эксперимент с использованием современного оборудования, соблюдая нормы техники безопасности	С-ОПК-2.2. Использует существующие и разрабатывает новые методики получения и характеристики веществ и материалов для решения задач профессиональной деятельности	- <i>имеет</i> представление об устройстве и принципах работы приборов для хромато- и хромато-масс-спектрометрического анализа; - <i>знает</i> основы и способы подготовки анализируемого образца для каждого метода (хроматографии, хромато-масс-спектрометрии), - <i>умеет</i> пользоваться справочными данными и базами данных, включая базы данных в сети Интернет, для анализа и интерпретации спектральных данных.
С-ПК-5. Способен использовать современные экспериментальные методы для установления состава, структуры и реакционной способности известных и новых соединений и материалов	С-ПК-5.1. Выбирает и использует современные экспериментальные методы, в том числе и « <i>in silico</i> », для подтверждения и установления состава и строения соединений и материалов	- <i>имеет</i> представление о физико-химических основах методов хроматографии и масс-спектрометрии, причинах возникновения и формах проявления регистрируемого явления; - <i>знает</i> ограничения хромато-масс-спектрометрических методов анализа; - <i>умеет</i> сделать предположение по имеющимся масс-спектральным данным о структуре химического соединения, по хроматографическим о составе и соотношении компонентов в смеси.

2. Место дисциплины в структуре образовательной программы

Дисциплины (практики), изучение которых необходимо для освоения дисциплины «Хромато-масс-спектрометрические методы анализа»:

- Неорганическая химия,
- Органическая химия,
- Физическая химия,
- Строение вещества,
- Физические методы установления строения органических соединений.

Дисциплины (практики), для изучения которых необходимо для освоения дисциплины «Хромато-масс-спектрометрические методы анализа»:

- Спецпрактика,
- Методология органического синтеза,
- Стереохимия органических соединений,
- Избранные главы химии элементоорганических соединений,

- Учебная практика, ознакомительная практика,
- Производственная практика, научно-исследовательская работа.

3. Трудоемкость дисциплины в зачетных единицах с указанием количества академических часов, выделенных на контактную работу обучающегося с преподавателем (по видам учебных занятий) и на самостоятельную работу обучающегося

Трудоемкость дисциплины – 6 з.е. (216 ч)

Форма промежуточной аттестации: 7 семестр – зачет, 8 семестр - зачет.

№	Вид деятельности	Объем (часы)	
		7	8
1	Лекции, ч		
2	Практические занятия, ч		
3	Лабораторные занятия, ч	75	75
4	Занятия в контактной форме, ч из них	77	77
5	из них аудиторных занятий, ч	75	75
6	в электронной форме, ч		
7	консультаций, час.		
8	промежуточная аттестация, ч	2	2
9	Самостоятельная работа, час.	31	31
10	Всего, ч	108	108

4. Содержание дисциплины, структурированное по темам (разделам) с указанием отведенного на них количества академических часов и видов учебных занятий

7 семестр

Лабораторные работы (75 ч)

Содержание лабораторного занятия	Объем (часы)
<p><i>Тема 1. Введение</i> Хроматографический и масс-спектрометрический анализ: области применения и сферы использования. История хроматографических и масс-спектральных инструментальных методов, основная классификация методов, различия между хроматографическим и химическим анализом. Демонстрация простейших видов хроматографии – тонкослойной на пластинках, бумажной, колоночной при разделении смеси красителей, различия между этими видами хроматографии. Особенности использования хроматографических методов в аналитической химии.</p>	15

<p><i>Тема 2. Хроматографический анализ</i> Введение. Термины. Основы хроматографического метода. Разделение веществ в хроматографическом методе. Понятие о теории тарелок (ТТТ). Простейшие виды хроматографии: хроматография на пластинках и колоночная хроматография. Линейная хроматография. Качественный и количественный хроматографический анализ. Экспериментальная оценка эффективности хроматографической системы по ТТТ на примере газового хроматографа.</p>	20
<p><i>Тема 3. Инструментальные методы хроматографического анализа</i> Газовая хроматография. Устройство газового хроматографа. Условия разделения веществ в газовом хроматографе. Виды хроматографических колонок для ГХ-анализа. Распределительная хроматография. Основные виды хроматографических детекторов для газовой хроматографии: по теплопроводности, пламенно-ионизационный, масс-спектрометрический, элементно-чувствительный. Качественный и количественный анализ с применением газового хроматографа. Изучение устройства газового хроматографа на примере газового хроматографа Agilent 6890N. Жидкостная хроматография. ВЭЖХ-анализ. Простейшие виды жидкостной хроматографии. Флэш-хроматография. Устройство высокоэффективного жидкостного хроматографа. Условия разделения веществ в жидкостном хроматографе. Виды хроматографических колонок для ВЭЖХ-анализа. Типы детекторов в методе ВЭЖХ-анализа: УФ-детекторы, рефрактометрический, флуоресцентный, диодно-матричный, масс-спектрометрический. Хроматография в системе «жидкость-твердое тело». Ионо-обменная хроматография. Эксклюзионная хроматография.</p>	40

Самостоятельная работа студентов (31 ч)

Перечень занятий на СРС	Объем, час
Самостоятельная работа во время занятий из них:	15
закрепление, обобщение и повторение пройденного учебного материала	7
уточнение и дополнение сведений и знаний, полученных на лабораторных работах	8
Самостоятельная работа во время промежуточной аттестации из них:	16
подготовка к зачету	16

8 семестр

Лабораторные работы (75 ч)

Содержание лабораторного занятия	Объем (часы)
----------------------------------	--------------

<p><i>Тема 4. Краткие сведения о масс-спектрометрии</i></p> <p>Образование и вид масс-спектра. Молекулярные ионы, многозарядные и метастабильные ионы. Элементный состав ионов. Принципиальная схема масс-спектрометра. Системы напуска: холодный ввод, горячий ввод, прямой ввод. Хромато-масс-спектрометрия. Методы ионизации: электронная ионизация, фотоионизация, ионизация полем, полевая десорбция, химическая ионизация, электроспрей, лазерная десорбция, химическая ионизация при атмосферном давлении. Разделение ионов: электрический, магнитный, квадрупольный, времяпролетный анализаторы, ионная ловушка. Масс-спектрометры с двойной фокусировкой. Основные характеристики масс-спектрометра: разрешающая способность, массовая область, способ развертки масс-спектра. Способы регистрации и представления масс-спектров.</p> <p>Энергетическое состояние ионов, образующихся при ионизации. Принцип Франка – Кондона, адиабатический потенциал ионизации. Основное и электронно-возбужденные состояния молекулярного иона. Процессы перегруппировки в масс-спектрометрии.</p> <p>Влияние различных методов ввода и ионизации на вид масс-спектра. Модификация масс-спектра. Способы повышения летучести соединений.</p> <p>Метод хромато-масс-спектрометрии. Стыковка масс-спектрометра с хроматографом. Информация, получаемая в методе хромато-масс-спектрометрии.</p> <p>Современное состояние методов масс-спектрометрии и хромато-масс-спектрометрии.</p> <p>Изучение устройства квадрупольного масс-спектрометра на примере масс-анализатора Agilent 5973N и его стыковки с газовым хроматографом Agilent 6890N.</p> <p>Практическое ознакомление с работой масс-спектрометра. Изучение программного обеспечения, управляющего хромато-масс-спектрометром на примере пакета программ Agilent Chemstation для управления хромато-масс-спектрометром Agilent 6890N с масс-анализатором Agilent 5973N. Формирование навыков работы. Подбор условий для записи сложных образцов, варьирование температурных режимов, объема проб, способов введения образца (с разделением и без разделения потоков), способов регистрации масс-спектров и т.д.</p> <p>Обработка масс-спектра для его представления в графическом и табличном виде.</p>	40
<p><i>Тема 5. Обработка и анализ масс-спектра</i></p> <p>Расшифровка масс-спектров. Стабильные изотопы и вычисление интенсивностей изотопных пиков. Определение молекулярного веса и элементного состава соединения по масс-спектру низкого разрешения. Определение элементного состава по масс-спектру низкого и высокого разрешения. Формальная ненасыщенность.</p> <p>Применение масс-спектрометрии для решения структурных задач органической химии. Функциональные группы, характеристические потери и пики. Анализ масс-спектров с помощью ЭВМ. Методы определения содержания изотопной метки в соединениях, меченных стабильными изотопами.</p>	15
<p><i>Тема 6. Получение экспериментальных хромато-масс-спектрограмм и обработка полученных результатов</i></p> <p>Экспериментальные задачи по определению элементного состава соединения по масс-спектру низкого разрешения. Анализ масс-спектров смеси соединений. Расчет содержания изотопной метки на примере смеси дейтерированного и</p>	20

<p>нейдетерированного растворителя. Задачи по определению строения неизвестного соединения по его масс-спектру. Работа с хромато-масс-спектрограммами, записанными на хромато-масс-спектрометре Agilent 6890N с масс-анализатором Agilent 5973N: выяснение количественного и качественного состава анализируемого образца. Знакомство и обучение работе с программой обработки хромато-масс-спектрограмм Standalone Review Data. Использование баз масс-спектральных данных, как предустановленных, так и находящихся в доступе по сети «Интернет». Создание индивидуальных баз данных масс-спектров.</p>	
---	--

Самостоятельная работа студентов (31 ч)

Перечень занятий на СРС	Объем, час
Самостоятельная работа во время занятий из них:	15
закрепление, обобщение и повторение пройденного учебного материала	7
уточнение и дополнение сведений и знаний, полученных на лабораторных работах	8
Самостоятельная работа во время промежуточной аттестации из них:	16
подготовка к зачету	16

5. Перечень учебной литературы

1. Лебедев А.Т. Масс-спектрометрия в органической химии. – Москва: Техносфера, 2015. – 703 с.; 5 экз.
2. Экман, Р.; Зильберинг, Е.; Вестман-Бринкмальм, Э.; Край А. Масс-спектрометрия: аппаратура, толкование и приложения/ под ред. А.Т. Лебедева. – Москва: Техносфера, 2013. – 352 с.; 1 экз
3. Лебедев А.Т. Масс-спектрометрия в органической химии. – Москва: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2003. – 493 с.; 2 экз.
4. Ткачёв, А.В. Исследование летучих веществ растений. – Новосибирск: Офсет, 2008 – 969 с.; 1 экз.
5. Бёккер, Ю. Хроматография. Инструментальная аналитика: методы хроматографии и капиллярного электрофореза / под ред. А.А. Курганова. – Москва : Техносфера, 2009 – 470 с.; 5 экз.
6. Хенке, Х. Жидкостная хроматография / под ред. А.А. Демина. – Москва: Техносфера, 2009. – 263 с.: 5 экз.
7. Гордон, Арнольд Дж ., Спутник химика : Физ.-хим.свойства, методики, библиография. – М.: Мир, 1976. 13 экз.

6. Перечень учебно-методических материалов по самостоятельной работе обучающихся

1. Ельцов И.В., Нефедов А.А., УМК «Физические методы установления строения органических соединений». Новосибирск. РИЦ НГУ. 2012. 10 экз.
 URL: <http://e-lib.nsu.ru/dsweb/Get/Resource-1147/page00000.pdf>
 URL: <https://lib.nsu.ru/xmlui/handle/nsu/17990>

7. Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет», необходимых для освоения дисциплины

7.1 Ресурсы сети Интернет

Освоение дисциплины используются следующие ресурсы:

- электронная информационно-образовательная среда НГУ (ЭИОС);
- образовательные интернет-порталы;
- информационно-телекоммуникационная сеть Интернет.
- «Российская национальная платформа открытого образования» (<http://openedu.ru/>), Coursera (www.coursera.org), edX (www.edx.org).

Взаимодействие обучающегося с преподавателем (синхронное и (или) асинхронное) осуществляется через личный кабинет студента в ЭИОС и электронную почту.

7.2 Современные профессиональные базы данных:

- Реферативно-поисковая база данных Reaxys (Elsevier)
- Реферативно-библиографическая база данных Scopus (Elsevier)
- Реферативно-библиографическая база данных Scifinder (Chemical Abstracts Service)
- Библиометрическая база данных Web of Science Core Collection (Thomson Reuters Scientific LLC.)
- База данных полнотекстовых научных журналов JSTOR.
- Электронная библиотека диссертаций Российской государственной библиотеки (ЭБД РГБ)
- Электронные ресурсы российской научной библиотеки eLibrary.ru
- Электронные ресурсы издательства American Chemical Society (ACS)
- Электронные ресурсы издательства Annual Reviews
- Электронные ресурсы Freedom Collection издательства Elsevier
- Электронные ресурсы издательства The Royal Society of Chemistry (RSC)
- Электронные ресурсы издательства Wiley
- Электронные ресурсы портала www.oled-info.com
- База данных масс-спектров. URL: <http://www.massbank.jp/>
- База данных Национального института стандартизации и технологии США по свойствам соединений. URL: <http://webbook.nist.gov/chemistry/>
- База данных Национального института современной индустриальной науки и технологии, Япония. URL: http://riodb01.ibase.aist.go.jp/sdbs/cgi-bin/cre_index.cgi

8. Перечень информационных технологий, используемых при осуществлении образовательного процесса по дисциплине

8.1 Перечень программного обеспечения

Операционная система Windows

Пакет офисных программ OpenOffice (свободное ПО, аналог Microsoft Office).

Интернет-браузер (Opera, Firefox, Chrome и др.)

Программа обработки масс-спектральных данных AMDIS32 (свободное ПО для обработки масс-спектральных и хромато-масс-спектральных данных).

Программы для рисования химических формул (академическая лицензия ISIS Draw)

Графический редактор (Paint, Gimp)

8.2 Информационные справочные системы

Не используются.

9. Материально-техническая база, необходимая для осуществления образовательного процесса по дисциплине

Для реализации дисциплины «Хромато-масс-спектрометрические методы анализа» используются специальные помещения:

1. Учебные аудитории для проведения групповых и индивидуальных консультаций, текущей и промежуточной аттестации;
2. Помещения для самостоятельной работы обучающихся;
3. Лаборатория;
4. Помещения для хранения и профилактического обслуживания учебного оборудования.

Учебные аудитории укомплектованы специализированной мебелью и техническими средствами обучения, служащими для представления учебной информации большой аудитории.

Лаборатория для проведения дисциплины «Хромато-масс-спектрометрические методы анализа» оснащена:

- необходимой специализированной мебелью, включая вытяжные шкафы из расчета не более двух студентов на один, лабораторные химические столы;
- необходимой лабораторной техникой, включая аквадистилляторы, испарители ротационные ИКА-Lab (по одному на 3-5 студентов), льдогенератор, шкафы сушильные, муфельные печи, термостаты фирм ИКА-Lab и Daihan Scientific, электронные весы различного класса точности - от технических до аналитических (Ohaus). Для работы в инертной атмосфере – баллоны с аргоном.
- необходимыми приборами, включая УФ-спектрометр Cary 50, газовый хромато-масс-спектрометр Agilent 5973N EI/PCI.

Помещения для самостоятельной работы обучающихся оснащены компьютерной техникой с возможностью подключения к сети «Интернет» и обеспечением доступа в электронную информационно-образовательную среду НГУ.

10. Оценочные средства для проведения текущего контроля и промежуточной аттестации по дисциплине «Хромато-масс-спектрометрические методы анализа»

10.1 Порядок проведения текущего контроля и промежуточной аттестации по дисциплине «Хромато-масс-спектрометрические методы анализа»

Текущий контроль успеваемости:

Формой текущего контроля при прохождении дисциплины является выполнение лабораторных работ.

Промежуточная аттестация:

Промежуточная аттестация проходит в форме зачета, оценка за который выставляется по результатам текущего контроля по дисциплине.

Таблица 10.1

Код компетенции	Индикатор	Результат обучения по дисциплине	Оценочное средство
С-ОПК-2.	С-ОПК-2.2. Использует существующие и разрабатывает новые методики получения и характеристики веществ и материалов для решения задач профессиональной	- имеет представление об устройстве и принципах работы приборов для хромато- и хромато-масс-спектрометрического анализа; - знает основы и способы	Лабораторная работа Зачет

	деятельности	подготовки анализируемого образца для каждого метода (хроматографии, хромато-масс-спектрометрии), - <i>умеет</i> пользоваться справочными данными и базами данных, включая базы данных в сети Интернет, для анализа и интерпретации спектральных данных.	
С-ПК-5	С-ПК-5.1. Выбирает и использует современные экспериментальные методы, в том числе и « <i>in silico</i> », для подтверждения и установления состава и строения соединений и материалов	- <i>имеет</i> представление о физико-химических основах методов хроматографии и масс-спектрометрии, причинах возникновения и формах проявления регистрируемого явления; - <i>знает</i> ограничения хромато-масс-спектрометрических методов анализа; - <i>умеет</i> сделать предположение по имеющимся масс-спектральным данным о структуре химического соединения, по хроматографическим о составе и соотношении компонентов в смеси.	Лабораторная работа Зачет

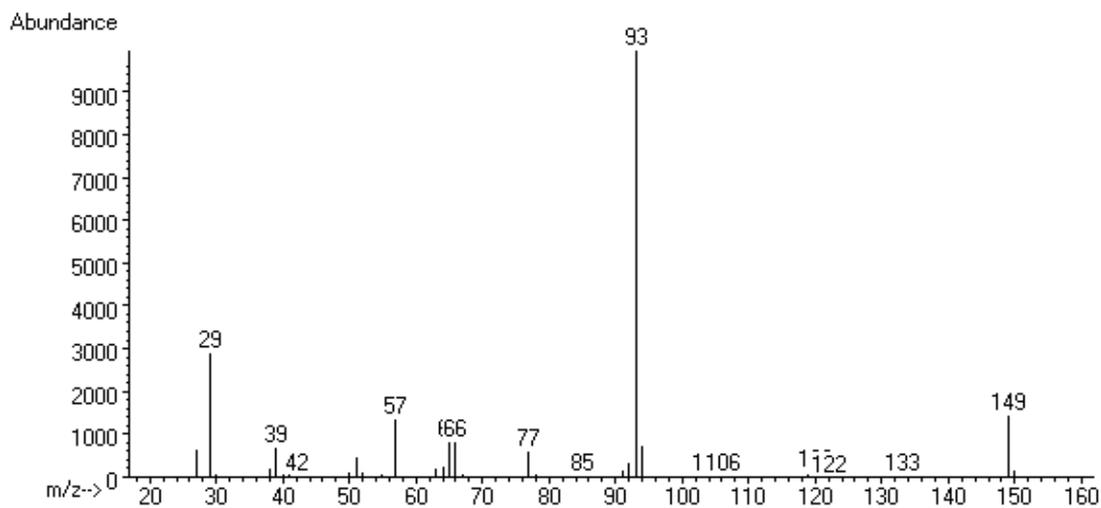
Таблица 10.2

Критерии оценивания результатов обучения	Шкала оценивания
<u>Зачет:</u> – лабораторные работы выполнены в полном объеме с точным соблюдением необходимой последовательности проведения измерений в условиях и режимах, обеспечивающих получение правильных результатов и выводов, при точном исполнении правил безопасности труда.	<i>Зачет</i>
<u>Зачет:</u> – лабораторные работы выполнены не полностью, без соблюдения необходимой последовательности проведения измерений в условиях и режимах, обеспечивающих получение правильных результатов и выводов, с нарушением правил безопасности труда.	<i>Незачет</i>

10.3. Типовые контрольные задания и иные материалы, необходимые для оценки результатов обучения

Пример задания:

Задача. Определите структуру соединения по масс-спектру электронной ионизации.



m/z	I, %	m/z	I, %	m/z	I, %	m/z	I, %	m/z	I, %
27	6,58	41	1,05	63	2,10	91	1,49	150	1,68
29	29,10	50	1,40	64	2,36	92	3,41	151	0,10
38	1,95	51	5,00	65	8,28	93	100,0		
39	7,13	52	1,38	66	8,19	94	7,13		
40	1,02	57	13,80	77	6,30	149	18,00		

**Лист актуализации рабочей программы дисциплины
«Хромато-масс-спектрометрические методы анализа»**

№	Характеристика внесенных изменений (с указанием пунктов документа)	Подпись ответственного