

**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 биорганической 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 Масс-спектрометрия
(наименование темы занятия)

для специальности 06.04.01 Биология Профиль: «Медицинские биотехнологии»
(наименование и код специальности)

факультет Фундаментальной медицины
(наименование факультета)

кафедра Общей и биорганической химии
(наименование кафедры)

1. ПРОДОЛЖИТЕЛЬНОСТЬ ИЗУЧЕНИЯ ТЕМЫ

составляет 14 часов из них:

- лекции 6 часов
- практические занятия 8 часов

2. ЦЕЛИ

Студент после освоения темы должен знать:

История создания масс-спектрометрии. Метрологические характеристики масс-спектрометрии.

Способы ионизации 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/ионизации.

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.

Хроматомасс-спектрометрия. Системы ввода пробы в масс-спектрометр для газовой и жидкостной хроматографии. Жидкостная хроматография-масс-спектрометрия.

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 МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЯ

№ 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	Общие представления о масс-спектрометрическом методе анализа. Аналитическая характеристика метода.	25 минут

5.	Перерыв		5 минут
6.	Основная часть занятия мирование новых знаний по теме	Блок-схема масс-спектрометра. Основные принципы метода масс-спектрометрии. Системы ввода пробы в масс-спектрометр	40 минут
7.	Заключительная часть - Подведение итогов - Домашнее задание	–	5 минут

5. СОДЕРЖАТЕЛЬНАЯ ЧАСТЬ ПРАКТИЧЕСКОГО ЗАНЯТИЯ 1

Основные положения.

1. Физические основы метода масс-спектрального распада органических соединений в режиме электронной ионизации
2. Системы ввода образца в ионный источник масс-спектрометра.

6. ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ

1. Заряженные частицы в электрическом и магнитном поле.
2. Получение ионных пучков.
3. Масс-спектр как график относительной интенсивности ионного тока от m/z .
4. История создания масс-спектрометрии.

ПЛАН ЗАНЯТИЯ 2 «МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЯ.»

№ 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	Основные задачи масс-спектрометрии в аналитике и биофизике. Обработка результатов научных экспериментов с помощью современных компьютерных технологий	20 минут
5.	Перерыв		5 минут
6.	Основная часть занятия Формирование новых знаний и практических навыков по теме	Способы ионизации и их аналитическое использование. Принцип работы и схема масс-спектрометра с магнитным масс-анализатором.	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	Способы ионизации и их аналитическое использование. Принцип работы и схема масс-	40 минут

	теме	спектрометра с магнитным масс-анализатором..	
11.	Перерыв		5 минут
12.	Основная часть занятия Формирование новых знаний и практических навыков по теме	Применение масс-спектрометрии для анализа органических соединений и элементного и изотопного анализа	40 минут
13.	Заключительная часть Подведение итогов Домашнее задание		5 минут

14. СОДЕРЖАТЕЛЬНАЯ ЧАСТЬ ПРАКТИЧЕСКОГО ЗАНЯТИЯ 2

Основные положения.

1. Способы ионизации и их аналитическое использование. Принцип работы и схема масс-спектрометра с магнитным масс-анализатором.
15. Применение масс-спектрометрии для анализа органических соединений и элементного и изотопного анализа

16. ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ

1. Метрологические характеристики масс-спектрометрии.
2. Масс-спектрометрия высокого разрешения, тандемная масс-спектрометрия, масс-спектрометрия на открытом воздухе.
3. Изотопная масс-спектрометрия.
4. Система ввода образца. Баллон напуска.
5. Прямой ввод. Мембранный ввод

ПЛАН ЗАНЯТИЯ 3 «МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЯ.»

№ п/п	Этап занятия	Форма контроля усвоения	Примерное время
8.	Вводная часть - Организационный момент - Цели занятия	–	5 минут
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	Определение примесей в твердых веществах методом искровой масс-спектрометрии	25 минут
12.	Перерыв		5 минут
13.	Основная часть занятия Формирование новых знаний по теме	Методы ионизации газов и летучих жидкостей. Электронная ионизация веществ в газовой фазе.	40 минут
14.	Заключительная часть - Подведение итогов - Домашнее задание	–	5 минут

17. СОДЕРЖАТЕЛЬНАЯ ЧАСТЬ ПРАКТИЧЕСКОГО ЗАНЯТИЯ 3

Основные положения.

- 1.Альтернативные методы ионизации органических соединений
- 2.Методы разделения и регистрации ионов в органической масс-спектрометрии

18. ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ

1 Длина трубы дрейфа времяпролетного масс-спектрометра равна 85 см.
Рассчитайте разность во времени пролета ионов с массовыми числами 301 и 302 при ускоряющем напряжении 2 кВ.

2. В масс-спектре гексафторида серии [SF6] наблюдается уширенный массспектральный пик $m/e = 92$ —метастабильный ион. Определить точное значение m/e метастабильного пика если в масс-спектре присутствуют интенсивные пики с $m/e = 127(100\%)$, $m/e = 89(20.7\%)$, $m/e = 51(3.1\%)$, $m/e = 108(8.9\%)$.
3. Рассчитать минимальную разрешающую способность масс-спектрометра для 100% разрешения триплета N2, CO, C2H4, считая известными точные значения масс: $mN = 1.00782$, $mC = 12.00000$, $mN = 14.00307$, $mO = 15.99492$.

4. ПЛАН ЗАНЯТИЯ 4 «МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЯ.»

№ п/п	Этап занятия	Форма контроля усвоения	Примерное время
17.	Вводная часть - Организационный момент - Цели занятия	–	5 минут
18.	Ответы на вопросы студентов	–	5 минут
19.	Контроль исходного уровня знаний и практических навыков по теме	Устный опрос	15 минут
20.	Основная часть занятия Формирование новых знаний и практических навыков по теме	Химическая ионизация в ионномолекулярных реакциях. Ионизация при атмосферном давлении. Методы ионизации нелетучих веществ. Полевая десорбция. Плазменная десорбция..	20 минут
21.	Перерыв		5 минут
22.	Основная часть занятия Формирование новых знаний и практических навыков по теме	Химическая ионизация в ионномолекулярных реакциях. Ионизация при атмосферном давлении. Методы ионизации нелетучих веществ. Полевая десорбция. Плазменная десорбция.	40 минут
23.	Подведение итогов		5 минут
24.	Перерыв		15 минут
25.	Вводная часть		5 минут
26.	Основная часть занятия Формирование новых знаний и практических навыков по теме	Спрей-методы. Электроспрей. Газодинамические интерфейсы спрейметодов. Матрично-десорбционные методы анализа биоорганических веществ. ВИМС и	40 минут

		МАЛДИ..	
27.	Перерыв		5 минут
28.	Основная часть занятия Формирование новых знаний и практических навыков по теме	Спрей-методы. Электроспрей. Газодинамические интерфейсы спрейметодов. Матрично- десорбционные методы анализа биоорганических веществ. ВИМС и МАЛДИ.	40 минут
29.	Заключительная часть Подведение итогов Домашнее задание		5 минут

СОДЕРЖАТЕЛЬНАЯ ЧАСТЬ ПРАКТИЧЕСКОГО ЗАНЯТИЯ 4

Основные положения.

1. Химическая ионизация в ионномолекулярных реакциях. Ионизация при атмосферном давлении. Методы ионизации нелетучих веществ. Полевая десорбция. Плазменная десорбция
2. Спрей-методы. Электроспрей. Газодинамические интерфейсы спрейметодов. Матрично-десорбционные методы анализа биоорганических веществ. ВИМС и МАЛДИ.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ

1. Методы разделения и регистрации ионов в органической масс-спектрометрии
2. Тандемная масс-спектрометрия МС/МС с использованием активации анализируемых веществ соударения

23. ПЛАН ЗАНЯТИЯ 5 «МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЯ.»

№ 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	Установление строения органических соединений. Примеры структурного анализа органических соединений по масс- спектру низкого разрешения.	25 минут
19.	Перерыв		5 минут
20.	Основная часть занятия Формирование новых знаний по теме	Установление строения органических соединений. Примеры структурного анализа. по масс-спектру высокого разрешения	40 минут

21.	Заключительная часть - Подведение итогов - Домашнее задание	–	5 минут
-----	---	---	---------

24.СОДЕРЖАТЕЛЬНАЯ ЧАСТЬ ПРАКТИЧЕСКОГО ЗАНЯТИЯ 5

Основные положения.

Примеры структурного анализа органических соединений по масс-спектрам низкого и высокого разрешения.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ

1. Каким образом можно определить молекулярную массу и структуру органических соединений масс-спектрометрическим методом?
2. Каковы преимущества хромато-масс-спектрометрии по сравнению с обычным масс-спектрометрическим методом?

ЛИТЕРАТУРА, РЕКОМЕНДУЕМАЯ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ

ОСНОВНАЯ

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

ДОПОЛНИТЕЛЬНАЯ

Бёккер Ю. Спектроскопия Ю. Беккер; пер. с нем. Л. Н. Казанцевой под ред. А. А. Пупышева, М. В. Поляковой. - М.: Техносфера, 2009. - 527 с

ВОПРОСЫ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ

1. Блок-схема масс-спектрометра.
2. Основные принципы метода масс-спектрометрии.
3. Системы ввода пробы в масс-спектрометр.
- 11
4. Основные задачи масс-спектрометрии в аналитике и биофизике
5. Общие представления о масс-спектрометрическом методе анализа.
6. Аналитическая характеристика метода масс-спектрометрии.
7. Способы ионизации и их аналитическое использование.
8. Принцип работы и схема масс-спектрометра с магнитным масс-анализатором.
9. Применение масс-спектрометрии для анализа органических соединений и элементного и изотопного анализа.
10. Определение примесей в твердых веществах методом искровой массспектрометрии.
11. Методы ионизации газов и летучих жидкостей.
12. Электронная ионизация веществ в газовой фазе.
13. Химическая ионизация в ионно-молекулярных реакциях.
14. Ионизация при атмосферном давлении.
15. Методы ионизации нелетучих веществ.
16. Полевая десорбция.
17. Плазменная десорбция.
18. Спрей-методы ионизации.
19. Электроспрей-методы ионизации.

20. Газодинамические интерфейсы спрей-методов.

21. Матрично-десорбционные методы анализа биоорганических веществ.

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 биорганической 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 Масс-спектрометрия
(наименование темы занятия)

для специальности 06.04.01 Биология Профиль: «Медицинские биотехнологии»
(наименование и код специальности)

факультет Фундаментальной медицины
(наименование факультета)

кафедра Общей и биорганической химии
(наименование кафедры)

ПРОДОЛЖИТЕЛЬНОСТЬ ИЗУЧЕНИЯ ТЕМЫ

составляет 14 часов из них:

- лекции 6 часов
- практические занятия 8 часов
-

ЦЕЛИ

Студент после освоения темы должен знать:

История создания масс-спектрометрии. Метрологические характеристики масс-спектрометрии.

Способы ионизации 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/ионизации.

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.

Хроматомасс-спектрометрия. Системы ввода пробы в масс-спектрометр для газовой и жидкостной хроматографии. Жидкостная хроматография-масс-спектрометрия.

1. 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).

7. СОДЕРЖАТЕЛЬНАЯ ЧАСТЬ ПРАКТИЧЕСКОГО ЗАНЯТИЯ 1

Основные положения.

3. Физические основы метода масс-спектрального распада органических соединений в режиме электронной ионизации
4. Системы ввода образца в ионный источник масс-спектрометра.

8. ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ

1. Заряженные частицы в электрическом и магнитном поле.
2. Получение ионных пучков.
3. Масс-спектр как график относительной интенсивности ионного тока от m/z .
4. История создания масс-спектрометрии.

30. СОДЕРЖАТЕЛЬНАЯ ЧАСТЬ ПРАКТИЧЕСКОГО ЗАНЯТИЯ 2

Основные положения.

5. Способы ионизации и их аналитическое использование. Принцип работы и схема масс-спектрометра с магнитным масс-анализатором.
31. Применение масс-спектрометрии для анализа органических соединений и элементного и изотопного анализа

32. ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ

1. Метрологические характеристики масс-спектрометрии.
2. Масс-спектрометрия высокого разрешения, тандемная масс-спектрометрия, масс-спектрометрия на открытом воздухе.
3. Изотопная масс-спектрометрия.
4. Система ввода образца. Баллон напуска.
5. Прямой ввод. Мембранный ввод

СОДЕРЖАТЕЛЬНАЯ ЧАСТЬ ПРАКТИЧЕСКОГО ЗАНЯТИЯ 3

Основные положения.

1. Альтернативные методы ионизации органических соединений
2. Методы разделения и регистрации ионов в органической масс-спектрометрии

18. ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ

1 Длина трубы дрейфа времяпролетного масс-спектрометра равна 85 см. Рассчитайте разность во времени пролета ионов с массовыми числами 301 и 302 при ускоряющем напряжении 2 кВ.

6. В масс-спектре гексафторида серы $[\text{SF}_6]$ наблюдается уширенный массспектральный пик $m/e = 92$ — метастабильный ион. Определить точное значение m/e метастабильного пика если в масс-спектре присутствуют интенсивные пики с $m/e = 127(100\%)$, $m/e = 89(20.7\%)$, $m/e = 51(3.1\%)$, $m/e = 108(8.9\%)$.
7. Рассчитать минимальную разрешающую способность масс-спектрометра для 100% разрешения триплета N_2 , CO , C_2H_4 , считая известными точные значения масс: $m\text{N} = 1.00782$, $m\text{C} = 12.00000$, $m\text{N} = 14.00307$, $m\text{O} = 15.99492$.

СОДЕРЖАТЕЛЬНАЯ ЧАСТЬ ПРАКТИЧЕСКОГО ЗАНЯТИЯ 4

Основные положения.

1. Химическая ионизация в ионно-молекулярных реакциях. Ионизация при атмосферном давлении. Методы ионизации нелетучих веществ. Полевая десорбция. Плазменная десорбция
2. Спрей-методы. Электроспрей. Газодинамические интерфейсы спрей-методов. Матрично-десорбционные методы анализа биоорганических веществ. ВИМС и МАЛДИ.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ

1. Методы разделения и регистрации ионов в органической масс-спектрометрии
2. Тандемная масс-спектрометрия МС/МС с использованием активации анализируемых веществ соударения

СОДЕРЖАТЕЛЬНАЯ ЧАСТЬ ПРАКТИЧЕСКОГО ЗАНЯТИЯ 5

Основные положения.

Примеры структурного анализа органических соединений по масс-спектрам низкого и высокого разрешения.

ЗАДАНИЯ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ

1. Каким образом можно определить молекулярную массу и структуру органических соединений масс-спектрометрическим методом?
2. Каковы преимущества хромато-масс-спектрометрии по сравнению с обычным масс-спектрометрическим методом?

ЛИТЕРАТУРА, РЕКОМЕНДУЕМАЯ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ

ОСНОВНАЯ

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

ДОПОЛНИТЕЛЬНАЯ

- Бёккер Ю. Спектроскопия Ю. Беккер; пер. с нем. Л. Н. Казанцевой под ред. А. А. Пупышева, М. В. Поляковой. - М.: Техносфера, 2009. - 527 с

ВОПРОСЫ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ

1. Блок-схема масс-спектрометра.
2. Основные принципы метода масс-спектрометрии.
3. Системы ввода пробы в масс-спектрометр.
- 11
4. Основные задачи масс-спектрометрии в аналитике и биофизике
5. Общие представления о масс-спектрометрическом методе анализа.
6. Аналитическая характеристика метода масс-спектрометрии.
7. Способы ионизации и их аналитическое использование.
8. Принцип работы и схема масс-спектрометра с магнитным масс-анализатором.
9. Применение масс-спектрометрии для анализа органических соединений и элементного и изотопного анализа.
10. Определение примесей в твердых веществах методом искровой массспектрометрии.
11. Методы ионизации газов и летучих жидкостей.
12. Электронная ионизация веществ в газовой фазе.
13. Химическая ионизация в ионно-молекулярных реакциях.
14. Ионизация при атмосферном давлении.
15. Методы ионизации нелетучих веществ.
16. Полевая десорбция.
17. Плазменная десорбция.
18. Спрей-методы ионизации.
19. Электроспрей-методы ионизации.
20. Газодинамические интерфейсы спрей-методов.
21. Матрично-десорбционные методы анализа биоорганических веществ