

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

Химический факультет

УТВЕРЖДЕНО:

И.о. декана

А. С. Князев

Оценочные материалы по дисциплине

Масс-спектрометрия

по направлению подготовки

04.04.01 Химия

Направленность (профиль) подготовки:

Трансляционные химические и биомедицинские технологии

Форма обучения

Очная

Квалификация

Магистр

Год приема

2024

СОГЛАСОВАНО:

Руководитель ОП

И.А. Курзина

Председатель УМК

В.В. Шелковников

Томск – 2024

1. Компетенции и индикаторы их достижения, проверяемые данными оценочными материалами

Целью освоения дисциплины является формирование следующих компетенций:

ПК-1 Способен планировать работу и выбирать адекватные методы решения научно-исследовательских и/или производственных 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. Проводит поиск, анализирует и обобщает результаты патентного поиска по тематике исследовательской работы

2. Оценочные материалы текущего контроля и критерии оценивания

Элементы текущего контроля:

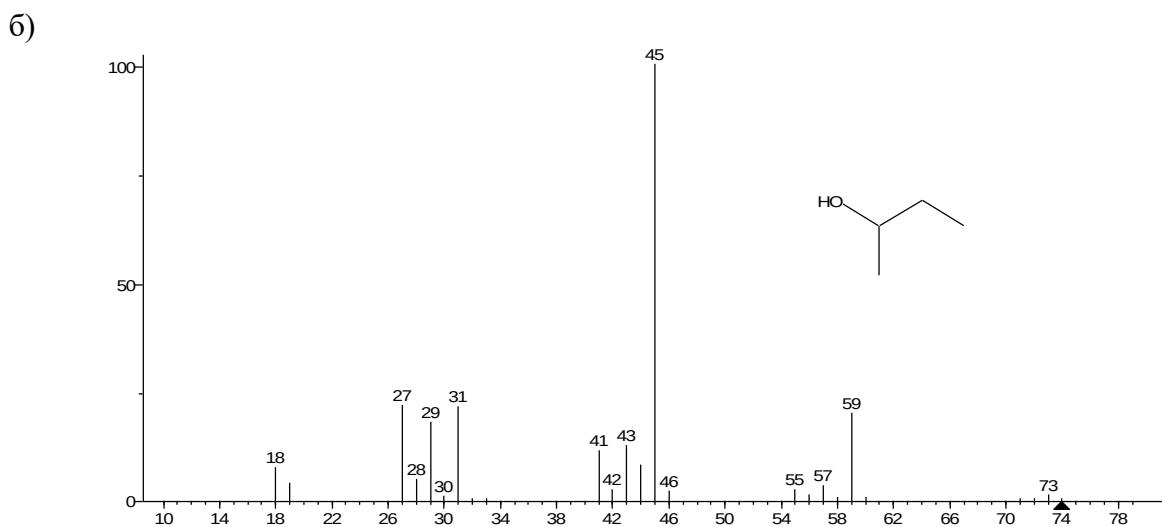
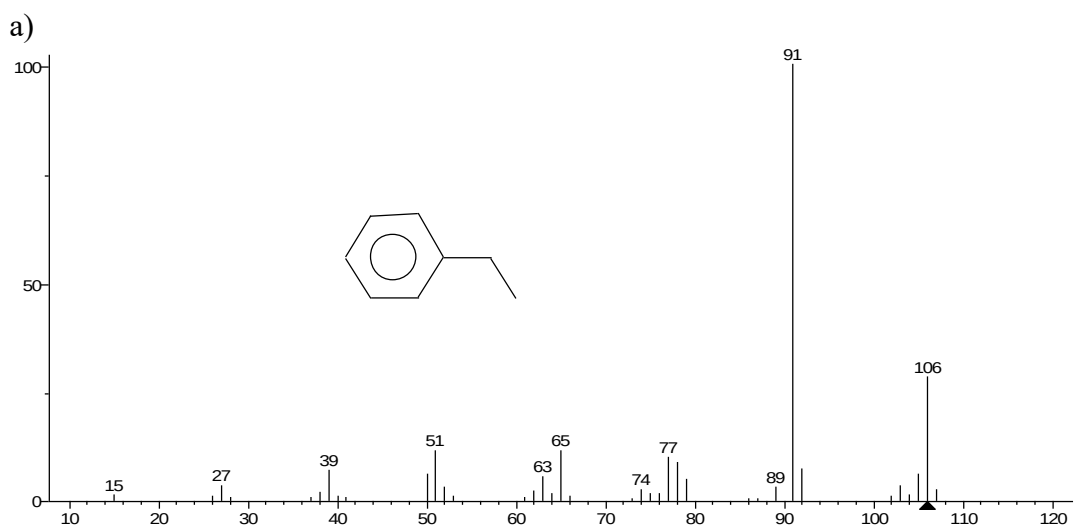
- устный опрос;
- расчётные задачи;
- отчет по лабораторной работе;
- контрольная работа.

Устный опрос (ИПК-1.1, ИПК-1.2)

1. Перечислите основные конструктивные элементы масс-спектрометра.
2. Дайте определение терминам: разрешающая способность, скорость сканирования, диапазон измеряемых масс ионов.
3. От чего зависит интенсивность пика на масс-спектре?
4. Как отражается изотопный состав элементов на масс-спектре вещества?
5. Какие методы ионизации применимы для анализа термически стабильных низкомолекулярных, до 1000 а.е.м., органических соединений?
6. Какие методы ионизации используют для анализа термически нестабильных и высокомолекулярных органических соединений?
7. Опишите принципиальную схему источника ионов с химической ионизацией при атмосферном давлении.
8. В чем заключаются преимущества и ограничения метода ионизации электронным ударом?

Расчетные задачи (ИПК-1.1, ИПК-1.2)

1. Определите брутто-формулу соединения по интенсивности изотопных пиков на масс-спектре:
 - а) m/z 170 (100%), 171 (13);
 - б) 59 (100), 60 (4);
 - в) 50 (100), 51 (3), 52 (31);
 - г) 214 (51), 216 (100), 218 (49).
2. Исходя из масс-спектров, предложите возможные пути фрагментации молекулярного иона:



3. Пики каких ионов следует ожидать на масс-спектре следующих соединений (подтвердите свои предположения схемами соответствующих реакций фрагментации):

- Бензойная кислота;
- n*-Октан;
- Хинолин.

Критерии оценивания:

- устный опрос, решение задач 0–6 (суммарно 30 баллов)

0 – студент не отвечает на вопросы, не участвует в решении задач;

1 – студент делает попытки отвечать на вопросы, делает много ошибок;

2–4 – студент редко участвует в обсуждении задач, делает попытки находить ответы на задаваемые вопросы;

5–6 – студент активно участвует в обсуждении задач, предлагает решения, в большинстве случаев дает правильные ответы на поставленные вопросы.

Отчет по лабораторной работе (ИПК-1.1, ИПК-1.2, ИПК-1.3, ИПК-3.1, ИПК-3.2)

Темы лабораторных работ:

- Устройство масс-спектрометра. Источники ионизации ESI, APCI.
- Получение масс-спектров разных классов органических соединений.
- Установление строения органических соединений. Примеры структурного анализа органических соединений по масс-спектру низкого разрешения.

Отчет по лабораторной работе состоит из описания хода работ, расчетов (при необходимости) и выводов.

Критерии оценивания:

- отчеты по лабораторной работе 0–4 балла (суммарно 20 баллов)

0–1 балл – отчет сдан значительно позже даты выполнения, значительные ошибки в оформлении и выполнении, которые не были исправлены;

2–3 балла – отчет сдан позже даты выполнения, есть незначительные ошибки в оформлении, которые самостоятельно исправлены;

4 балла – лабораторная работа сдана в срок, оформлена грамотно и самостоятельно, практически без ошибок.

Контрольная работа проводится в письменной форме, содержит 5 теоретических вопросов и оценивается суммарно в 20 баллов.

Критерии оценивания:

- контрольная работа 0–20 баллов

0–5 баллов – задания выполнены частично, присутствуют значительные ошибки в решенных заданиях, подход к решению задач выбран неверно;

5–14 баллов – задания выполнены более чем наполовину, могут быть незначительные ошибки, прослеживается правильный подход к решению задач;

15–20 баллов – все задания выполнены, могут быть незначительные ошибки, в целом правильно и грамотно сформулирован подход к решению задач.

3. Оценочные материалы итогового контроля (промежуточной аттестации) и критерии оценивания

Зачет в третьем семестре проводится в письменной форме по билетам.

Билет состоит из двух частей и оценивается суммарно в 30 баллов.

Продолжительность зачета 1,5 часа.

Первая часть содержит один вопрос, проверяющий ИПК-1.1, ИПК-1.2. Ответ на вопрос первой части даётся в развёрнутой форме.

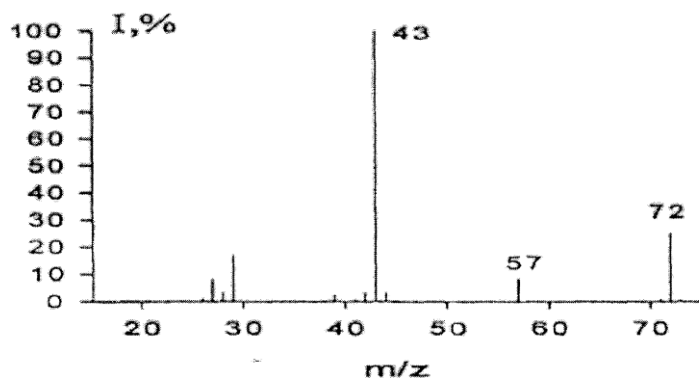
Вторая часть содержит два задания, проверяющее ИПК-1.1, ИПК-1.2, ИПК-1.3, ИПК-3.1, ИПК-3.2 и оформленные в виде практического задания. Приводится решение задачи и краткая интерпретация полученных результатов.

Примеры билетов

Билет 1.

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

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



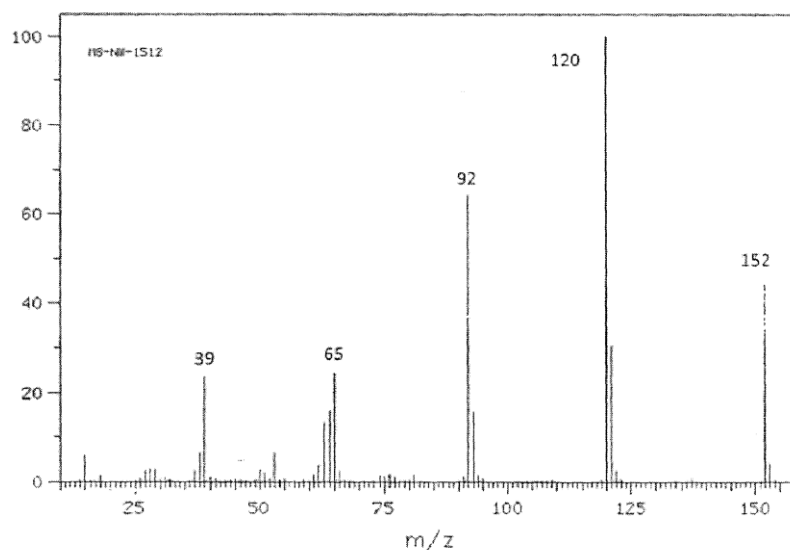
m/z	I, %	m/z	I, %
15	4,31	42	3,12
26	1,12	43	100
27	8,34	44	2,23
28	3,25	57	8,87
29	17,6	71	1,29
39	2,78	72	25,0
41	1,03	73	1,11

Задача 2. Рассчитать минимальную разрешающую способность масс-спектрометра для 100% разрешения триплета N_2 , CO , C_2H_4 , считая известными точные значения масс: $m(H) = 1,00782$, $m(C) = 12,00000$, $m(N) = 14,00307$, $m(O) = 15,99492$.

Билет 2.

Вопрос 1. Основные правила и подходы к интерпретации масс-спектров. Стабильность ионов и нейтральных частиц. Правило выброса максимального алкильного радикала.

Задача 1. Интерпретируйте фрагментацию метилсалицилата, приводящую к появлению в масс-спектре электронной ионизации пиков, указанных на рисунке ниже. Составьте схему фрагментации.



Задача 2. Все нижеперечисленные ионы: (а) N_2^+ , (б) CO^+ , (в) CH_2N^+ , (г) $C_2H_4^+$ имеют одну и ту же номинальную массу $M = 28$ и не могут быть разрешены обычным спектрометром низкого разрешения. Тем не менее, измеряя относительную интенсивность пика $M + 1$, эти ионы можно различить. Укажите ионный фрагмент, у которого относительная интенсивность пика $M + 1$ равна 1,15%. Используйте изотопный состав элементов:

H:	1H : 99,985%	2H : 0,015%	
C:	^{12}C : 98,9%	^{13}C : 1,1%	
N:	^{14}N : 99,634%	^{15}N : 0,366%	
O:	^{16}O : 99,762%	^{17}O : 0,038%	^{18}O : 0,20%

Результаты дисциплины определяются оценками «зачет», «незачет».

Итоговая оценка учитывает результаты зачета и текущего контроля: суммарный рейтинг курса – 100 баллов.

Соответствие баллов оценке:

66 – 100 баллов – «зачет»

0 – 65 баллов – «незачет»

Информация о разработчиках

Селихова Наталья Юрьевна, канд. хим. наук, доцент, кафедра природных соединений, фармацевтической и медицинской химии, ХФ ТГУ.