

Документ подписан простой электронной подписью  
Информация о владельце:  
ФИО: Лужанин Владимир Геннадьевич  
Должность: исполняющий обязанности ректора  
Дата подписания: 08.02.2022 18:16:31  
Уникальный программный ключ:  
4f6042f92f26818253a667205646475b03807ac6

**МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

**Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования**

**«Пермская государственная фармацевтическая академия»**

**Министерства здравоохранения Российской Федерации**

---

Кафедра токсикологической химии

*Полное наименование кафедры*

УТВЕРЖДЕНЫ

решением кафедры

Протокол от «20» июня 2016 г.

№ 10

**МЕТОДИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ ПО ДИСЦИПЛИНЕ**

**Б1.В.ДВ.1.2. Хроматографические методы очистки лекарственных средств**

*Шифр и полное наименование дисциплины*

**Направление подготовки: 19.03.01 Биотехнология**

**Профиль программы: Фармацевтическая биотехнология**

**Год набора: 2017**

Пермь, 2016 г.

## **1. Рекомендации по подготовке к лекционным занятиям.**

Изучение дисциплины требует систематического и последовательного накопления знаний, следовательно, пропуски отдельных тем не позволяют глубоко освоить предмет. Именно поэтому контроль над систематической работой обучающихся всегда находится в центре внимания кафедры.

Обучающимся необходимо:

- перед каждой лекцией просматривать план лекций и рабочую программу дисциплины, что позволит сэкономить время на записывание темы лекции, её основных вопросов, рекомендуемой литературы;
- перед очередной лекцией необходимо просмотреть по конспекту материал предыдущей лекции; при затруднениях в восприятии материала следует обратиться к основным литературным источникам; если разобраться в материале не удастся, то необходимо обратиться к преподавателю.

## **2. Рекомендации по подготовке к лабораторным занятиям.**

Обучающимся следует:

- приносить с собой рекомендованную преподавателем к конкретному занятию литературу;
- до очередного лабораторного занятия по рекомендованным литературным источникам проработать теоретический материал соответствующей темы занятия и выполнить задания, определённые для подготовки к лабораторному занятию;
- при подготовке к лабораторным занятиям следует использовать не только лекции, но и учебную литературу;
- в начале занятий задать преподавателю вопросы по материалу, вызвавшему затруднения в его понимании;
- в ходе лабораторного занятия давать конкретные, четкие обоснования существу выполняемой работы.

## **Вопросы для самопроверки**

### Вопросы для самопроверки по разделу 1. Основные положения хроматографии.

1. Открытие хроматографического метода. Опыты М.С.Цвета.
2. Классификация хроматографических методов.
3. Охарактеризуйте основные элементы хроматографического процесса (удерживание, размывание, разделение). От чего зависит удерживание?
4. Теория теоретических тарелок.
5. Теория размывания хроматографических пиков. Уравнение Ван-Деемтера.
6. Схема современного хроматографа. Опишите основные блоки хроматографа.
7. В чем разница между моноблочным и блочным строением хроматографа. Плюсы и минусы этих конфигураций.
8. Перечислите и опишите основные элементы хроматограммы. Какую информацию можно из неё получить?
9. Охарактеризуйте параметры и принципы идентификации веществ.
10. Охарактеризуйте метод внешнего стандарта, используемый для количественного определения.
11. Что такое внутренний стандарт, требования к внутреннему стандарту.

12. Охарактеризуйте метод внутреннего стандарта, используемый для количественного определения.

Вопросы для самопроверки по разделу 2. Тонкослойная хроматография (ТСХ).

1. Тонкослойная хроматография: определение, основные понятия, пути применения.
2. Приборы и материалы для ТСХ: виды хроматографических камер и пластинок.
3. Виды сорбентов. Нормально-фазная и обращенно-фазная ТСХ.
4. Подвижные фазы для ТСХ. Элюотропные ряды, принципы подбора фаз.
5. Способы и порядок нанесения проб на пластину, оборудование для нанесения проб.
6. Способы детектирования веществ на пластинке.
7. Высокоэффективная тонкослойная хроматография: отличия от классического варианта, плюсы и минусы метода.
8. Как проводится идентификация веществ методом ТСХ?
9. Тонкослойная хроматография как метод очистки.
10. Варианты количественного определения при анализе методом ТСХ. Устройство денситометра.
11. Гибридные методы ТСХ-МС и ВЭТСХ-МС: краткая характеристика.

Раздел 3. Жидкостная и высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ).

Вопросы для самопроверки по теме 3.1 Высокоэффективная жидкостная хроматография.

1. Высокоэффективная жидкостная хроматография: обоснование и основы метода, пути применения.
2. Нормально-фазный и обращенно-фазный варианты ВЭЖХ – особенности и отличия.
3. Сорбенты (сорбенты с привитыми фазами, пористо-поверхностные и проч.) и подвижные фазы для жидкостной хроматографии.
4. Ион-парная хроматография: особенности данного варианта ВЭЖХ.
5. Хроматография гидрофильного взаимодействия (HPLC).
6. Способы ввода проб (инжекторы, автоинжекторы, микрошприцы).
7. Современные насосные системы для ВЭЖХ.
8. Характеристика детекторов; диодноматричное, флуориметрическое и рефрактометрическое детектирование.
9. Препаративный вариант метода: принципы, особенности аппаратного оформления.
10. Качественный и количественный анализ методом ВЭЖХ.
11. Охарактеризуйте понятие пригодности хроматографической системы. По каким параметрам проводится тест на пригодность хроматографической системы.
12. Способы дериватизации, применяемые в высокоэффективной жидкостной хроматографии.
13. Твердофазная экстракция как метод подготовки проб к хроматографическому анализу (оборудование для ТФЭ, основные этапы проведения процесса твердофазной экстракции).

Вопросы для самопроверки по теме 3.2 Ионообменная хроматография.

1. Основы метода ионообменной хроматографии.
2. Варианты использования ионообменной хроматографии, используемое оборудование.
3. Ионообменная хроматография как метод анализа.
4. Ионообменная хроматография как метод очистки.
5. Применяемые в методе подвижные фазы.
6. Катиониты - характеристика и классификация.
7. Аниониты - характеристика и классификация.
8. Хроматография гидрофобных взаимодействий: краткая характеристика, применение для разделения белков.

9. Ионная хроматография: особенности варианта.
10. Ионэкслюзионная хроматография.

#### Раздел 4. Газовая хроматография (ГХ).

##### Вопросы для самопроверки по теме 4.1 Газо-жидкостная хроматография.

1. Газо-жидкостная хроматография: обоснование и основы метода, пути применения.
2. Аппаратурное оформление метода газовой хроматографии.
3. Виды подвижных и неподвижных фаз.
4. Характеристика насадочных колонок.
5. Характеристика капиллярных колонок.
6. Виды и характеристики детекторов.
7. Качественный анализ методом ГЖХ: виды времен удерживания, индексы удерживания Ковача, десятичные индексы удерживания.
8. Количественный анализ методом ГЖХ.
9. Способы ввода проб в газовой хроматографии (микрошприцы, автодозаторы, дозаторы равновесного пара).
10. Статический и динамический паро-фазный анализ.

##### Вопросы для самопроверки по теме 4.2 Газовая хроматомасс-спектрометрия.

1. Понятие и основные способы дериватизации веществ для дальнейшего анализа методом ГЖХ.
2. Характеристика газо-жидкостной хроматографии с масс-селективным детектированием.
3. Ионизация электронным ударом и другие методы ионизации в ГХ/МС.
4. Квадрупольный масс-анализатор.
5. Другие виды масс-анализаторов – ионная ловушка, времяпролетный.
6. Принцип детектирования ионов (электронный умножитель и др.).
7. Качественный анализ веществ в методе ГХ/МС (масс-спектры, библиотеки данных).
8. Количественное определение веществ в методе ГХ/МС.
9. Характеристика метода тандемной газовой хроматомасс-спектрометрии.

### **3. Рекомендации по подготовке к тестированию.**

Тесты – это вопросы или задания, предусматривающие конкретный, краткий, четкий ответ или ответы. Тестирование стимулирует систематическую работу обучающихся в течение всего срока изучения дисциплины, что повышает познавательно-творческую направленность образования.

При подготовке к тестированию обучающемуся необходимо:

- проработать информационный материал по дисциплине: как основную учебную литературу, так и справочную, дополнительную литературу. Не следует просто заучивать раздел учебника или пособия, необходимо понять логику изложенного материала.
- выяснить условия тестирования: количество тестовых заданий, структуру теста, количество времени на выполнение тестов, систему оценки результатов.
- приступая к работе с тестами важно внимательно и до конца прочитать вопрос и предлагаемые варианты ответов, не пытаясь понять условия по первым словам или выполнив подобные задания в предыдущих тестированиях, это может привести к ошибкам.
- встретив сложный вопрос, не следует тратить на него много времени. Необходимо перейти к другим тестам, а затем вернуться к сложному.

– сложные задания можно решить, последовательно исключая те ответы, которые явно не подходят. Метод исключения позволяет в итоге сконцентрировать внимание на одном-двух вероятных вариантах.

– обязательно оставьте время для проверки ответов, чтобы избежать возможных ошибок (примерно 1/3-1/4 запланированного времени).

#### **4. Рекомендации по подготовке к итоговому тестированию.**

Зачёт является заключительным этапом изучения дисциплины и преследует цель проверить полученные обучающимся теоретические знания. Зачет проводится в форме итогового тестирования. Использование тестов позволяет оценить знание фактического материала и умение логически мыслить.

Готовиться к итоговому тестированию необходимо последовательно, с учетом вопросов для самопроверки и ранее пройденных тестов.

При подготовке к итоговому тестированию обучающемуся необходимо:

– выяснить условия тестирования: количество тестовых заданий, структуру теста, количество времени на выполнение тестов, систему оценки результатов.

– рационально распланировать время, исходя из общего объема вопросов, вынесенных на зачет, так, чтобы за предоставленный для подготовки срок можно было равномерно распределить приблизительно равное количество вопросов для ежедневного повторения.

– проработать информационный материал по дисциплине: как основную учебную литературу, так и справочную, дополнительную литературу. Не следует просто заучивать раздел учебника или пособия, необходимо понять логику изложенного материала.

– при возникновении затруднений, необходимо обратиться за разъяснениями к преподавателю.

– последний день (либо часть его) необходимо выделить для дополнительного повторения всего объема вопросов в целом (это позволит перепроверить усвоение материала).

#### **5. Рекомендации по работе с литературой.**

Любая форма самостоятельной работы обучающегося (подготовка к лабораторному занятию, тестированию и др.) начинается с изучения соответствующей литературы, как в библиотеке, так и дома.

Рекомендации обучающемуся:

– выбранный источник литературы целесообразно внимательно просмотреть; следует ознакомиться с оглавлением, прочитать аннотацию и предисловие; целесообразно её пролистать, рассмотреть иллюстрации, таблицы, диаграммы, приложения; такое поверхностное ознакомление позволит узнать, какие главы следует читать внимательно, а какие прочитать быстро;

– в книге, учебном пособии, журнале, которые принадлежат самому обучающемуся, ключевые позиции можно выделять маркером или делать пометки на полях; при работе с Интернет-источником целесообразно также выделять важную информацию;

– если книга, учебное пособие или журнал не являются собственностью обучающегося, то целесообразно записывать номера страниц, которые привлекли внимание, позже следует вернуться к ним, перечитать или переписать нужную информацию; физическое действие по записыванию помогает прочно заложить данную информацию в «банк памяти».

Выделяются следующие виды записей при работе с литературой:

Конспект – краткая схематическая запись основного содержания научной работы. Целью является не переписывание литературного источника, а выявление системы доказательств, основных выводов. Конспект должен сочетать полноту изложения с краткостью.

Цитата – точное воспроизведение текста. Заключается в кавычки. Точно указывается страница источника.

Тезисы – концентрированное изложение основных положений прочитанного материала.

Аннотация – очень краткое изложение содержания прочитанной работы.

Резюме – наиболее общие выводы и положения работы, её концептуальные итоги.

Записи в той или иной форме не только способствуют пониманию и усвоению изучаемого материала, но и помогают вырабатывать навыки ясного изложения в письменной форме тех или иных теоретических вопросов.