

Документ подписан простой электронной подписью
Информация о владельце:
ФИО: Лужанин Владимир Геннадьевич
Должность: исполняющий обязанности ректора
Дата подписания: 30.01.2023 13:26:46
Уникальный программный ключ: «Пермская государственная фармацевтическая академия»
4f6042f92f26818253a667205646475b03807ac6

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«Пермская государственная фармацевтическая академия»
Министерства здравоохранения Российской Федерации**

Кафедра токсикологической химии

УТВЕРЖДЕНЫ
решением кафедры
Протокол от «07» июня 2022 г.
№ 10

МЕТОДИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ ПО ДИСЦИПЛИНЕ

Б1.В.ДВ.7.2. Хроматографические методы очистки и анализа лекарственных средств

Направление подготовки: 18.03.01 Химическая технология
Профиль программы: Химическая технология лекарственных средств

Год набора: 2023

Пермь, 2022 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. Поэтому контроль над систематической работой обучающихся находится в центре внимания кафедр.

Обучающимся необходимо:

- перед каждой лекцией просматривать 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 или если разобраться в материале не удаётся, следует обратиться к преподавателю по завершении лекционного занятия или на лабораторных занятиях.

2. Рекомендации по подготовке к лабораторным занятиям

Обучающимся следует:

- приносить с собой рекомендованную преподавателем литературу к конкретному занятию;
- до очередного практического занятия по рекомендованным литературным источникам проработать теоретический материал соответствующей темы занятия и отработать 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 понимании.

Вопросы для самопроверки

Вопросы для самопроверки по разделу 1 «Основные положения хроматографии»:

1. Открытие хроматографического метода. Опыты М.С.Цвета.
2. На каких принципах основана хроматография?
3. Возможности хроматографических методов, цели и задачи, преимущества и недостатки.
4. Классификация хроматографических методов по агрегатному состоянию фаз хроматографической системы; по цели; по конфигурации разделяющей системы; по механизму разделения веществ.
5. Основные элементы хроматографического процесса: удерживание, размывание, разделение. От чего зависит удерживание?
6. Теория теоретических тарелок.
7. Теория размывания хроматографических пиков. Уравнение Ван-Деемтера.
8. Из каких основных элементов состоит хроматограмма? Какую информацию можно из неё получить?
9. Способы интегрирования хроматографических пиков.
10. Основные блоки газового и жидкостного хроматографов.
11. В чем разница между моноблоковым и блочным строением хроматографа. Плюсы и минусы этих конфигураций.
12. Параметры хроматограммы, использующиеся для качественного определения (время удерживания, объем удерживания), и принципы идентификации веществ.

13. Параметры хроматограммы, использующиеся для количественного определения (площадь и высота пика), и способы количественного расчета.

14. Охарактеризуйте метод внешнего стандарта (абсолютной калибровки), используемый для количественного определения.

15. Что такое внутренний стандарт, требования к внутреннему стандарту.

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

17. Охарактеризуйте понятие пригодности хроматографической системы в колоночной хроматографии. По каким параметрам проводится тест на пригодность хроматографической системы.

Вопросы для самопроверки по разделу 2 «Тонкослойная хроматография»:

1. Основные понятия тонкослойной хроматографии, пути применения.
2. Камеры и пластинки для ТСХ.
3. Виды сорбентов. Нормально-фазная и обращенно-фазная ТСХ.
4. Подвижные фазы для ТСХ. Элюотропные ряды, принципы подбора фаз.
5. Этапы проведения исследования методом ТСХ.
6. Подготовка образцов к исследованию методом ТСХ.
7. Способы нанесения проб на пластину, оборудование для нанесения проб (микрошприцы, микропипетки, автоматические дозаторы, вспомогательное оборудование).
8. Способы детектирования.
9. Метод ВЭТСХ: характеристика, отличия, преимущества перед ТСХ.
10. Идентификация веществ на хроматограмме: величины R_f , R_{st} факторы, влияющие на R_f . Использование свидетелей (метчиков), интерпретация результатов.
11. Использование ТСХ для очистки испытуемых веществ.
12. Использование ТСХ для определения посторонних примесей в лекарственных средствах.
13. Варианты количественного определения при анализе методом ТСХ (планиметрия, денситометрия). Устройство денситометра.
14. По каким параметрам проводится тест на пригодность хроматографической системы в ТСХ?

Вопросы для самопроверки по разделу 3 «Жидкостная и высокоэффективная жидкостная хроматография»:

1. Обоснование и основы метода высокоэффективной жидкостной хроматографии.
2. Основные варианты ВЭЖХ: нормально-фазный и обращенно-фазный – особенности и отличия.
3. Сорбенты (сорбенты с привитыми фазами, поверхностно-пористые, монолитные и др.) и подвижные фазы для жидкостной хроматографии.
4. Характеристика детекторов; диодноматричное, флуориметрическое и рефрактометрическое детектирование.
5. Принципы и возможности использования масс-детектора в ВЭЖХ.
6. Основные принципы подбора условий разделения.
7. Ион-парная хроматография: определение, особенности, основные ион-парные реагенты.
8. Хроматография гидрофильного взаимодействия (HILIC).

9. Аппаратура для ВЭЖХ: виды приборов, основные и дополнительные блоки хроматографа.

10. Современные насосные системы для ВЭЖХ.

11. Способы ввода проб (инжекторы, автоинжекторы, микрошприцы).

12. Препаративный вариант метода: принципы, особенности аппаратурного оформления.

13. Качественный анализ методом ВЭЖХ (время и объем удерживания, УФ-спектры, масс-спектры, интерпретация результатов).

14. Количественный анализ методом ВЭЖХ (площадь пика, методы внутреннего стандарта, метод абсолютной калибровки).

15. Высокоэффективная жидкостная хроматография в фармацевтическом анализе: установление подлинности, чистоты и количественного содержания.

16. По каким параметрам проводится тест на пригодность хроматографической системы в ВЭЖХ?

17. Твердофазная экстракция как метод подготовки проб к хроматографическому анализу.

18. Основные методы ТФЭ: одностадийная, двухстадийная и трёхстадийная очистка.

19. Удерживающая и неудерживающая твердофазная экстракция.

20. Оборудование для ТФЭ: колонка (картридж/патрон), вакуумный насос, манифолд.

21. Основные этапы проведения процесса твердофазной экстракции.

22. Преимущества ТФЭ в сравнении с жидкостно-жидкостной экстракцией.

23. Основы метода ионообменной хроматографии.

24. Варианты использования ионообменной хроматографии, используемое оборудование.

25. Ионообменная хроматография как метод анализа.

26. Ионообменная хроматография как метод очистки.

27. Применяемые в методе подвижные фазы.

28. Катиониты и аниониты - характеристика и классификация.

29. Ионная хроматография.

30. Ионэксклюзионная хроматография.

31. Гелевая фильтрация (эксклюзионная хроматография): основы и варианты метода, аппаратурное оформление.

32. Характеристика и классификация гелей.

33. Применение метода для разделения белковых фракций.

34. Детекторы, применяемые в эксклюзионной хроматографии.

35. Порядок идентификации и количественного определения веществ данным методом.

36. Аффинная хроматография. Принципы и основы, аппаратурное оформление.

37. Пути использования метода для очистки и выделения биологически активных веществ в производстве лекарственных средств.

Вопросы для самопроверки по разделу 4 «Газовая хроматография»:

1. Обоснование и основы метода газовой хроматографии; теоретические предпосылки и достоинства метода.

2. Газо-адсорбционная и газо-жидкостная хроматография.

3. Аппаратурное оформление метода газовой хроматографии, основные блоки прибора.

4. Виды систем ввода проб в газовой хроматографии (автоматическое и ручное дозирование, микрошприцы, газовые краны).

5. Объекты и их подготовка к исследованию методом ГЖХ.

6. Статический паро-фазный анализ.

7. Динамический паро-фазный анализ.
8. Виды подвижных (газы-носители) и неподвижных фаз (неподвижные жидкие фазы), требования к ним.
9. Характеристика насадочных колонок (размеры, материалы, НЖФ, способы использования). Характеристика и основные требования к твердому носителю.
10. Характеристика капиллярных колонок (размеры, материалы, НЖФ, способы использования).
11. Виды, принципиальное устройство и характеристики детекторов.
12. Основные элементы хроматограммы (хроматографический пик, его высота, ширина и площадь, нулевая линия). Основные хроматографические параметры.
13. Качественный анализ методом ГЖХ.
14. Количественный анализ методом ГЖХ.
15. ГЖХ как метод определения остаточных органических растворителей.
16. Понятие и основные методы дериватизации веществ.
17. Характеристика газо-жидкостной хроматографии с масс-селективным детектированием.
18. Ионизация электронным ударом и другие методы ионизации в ГХ/МС.
19. Квадрупольный масс-анализатор.
20. Другие виды масс-анализаторов – ионная ловушка, времяпролетный.
21. Принцип детектирования ионов.
22. По каким параметрам проводится тест на пригодность хроматографической системы в ГЖХ?

3. Рекомендации по подготовке к тестированию

Тест – система стандартизированных заданий, позволяющая автоматизировать процедуру измерения уровня знаний и умений обучающегося.

При помощи данного оценочного средства осуществляется контроль и управление процессом приобретения обучающимися необходимых знаний, умений и владений, определенных ФГОС по соответствующему направлению подготовки в качестве результатов освоения учебной дисциплины.

Тестирование предполагает обобщение изученного обучающимися материала, применение полученных знаний, навыков и умений при решении конкретного задания путем соотнесения правильного(ых) ответа(ов) с сформулированным проблемным вопросом. Тестирование за короткий временной промежуток позволяет выявить успешность освоения обучающимися материалов дисциплины.

Вариант теста – совокупность заданий, сориентированных на определение уровня усвоения дисциплины. В варианте теста содержится 30 вопросов, охватывающих материал всей изучаемой дисциплины, что позволяет провести оценку приобретенных знаний обучающихся.

При подготовке к тестированию обучающемуся рекомендуется применять и использовать:

- лекционные материалы дисциплины,
- информацию, полученную в ходе лабораторных занятий,
- результаты самостоятельной работы обучающегося при подготовке к занятиям,
- знания, приобретенные обучающимися на ранее изученных дисциплинах.

Перед началом решения варианта теста преподаватель инструктирует обучающихся о цели тестирования, о порядке его прохождения, алгоритме решения теста, времени, отведенном для решения варианта теста.

Этапы решения теста обучающимся:

1. внимательное прочтение/прослушивание инструкции к варианту теста,
 2. внимательное прочтение вопроса теста, формирование понимания сути (проблемы) вопроса теста,
 3. внимательное прочтение предлагаемых ответов на тест,
 4. соотнесение предлагаемых ответов с проблематикой вопроса теста,
 5. выбор ответа(ов) на вопрос теста,
 6. решение всех заданий в предлагаемом варианте теста,
 7. проверка варианта теста на возможные ошибки, исправление ошибок.
- После решения варианта теста он передается преподавателю для оценивания результата.

4. 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 его 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.