

Документ подписан простой электронной подписью
Информация о владельце:
ФИО: Лужанин Владимир Геннадьевич
Должность: Ректор
Дата подписания: 01.12.2023 12:34:52
Уникальный программный ключ:
d56ba45a9b6e5c64a319e2c5ae3bb2c7db840af0

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Пермская государственная фармацевтическая академия»
Министерства здравоохранения Российской Федерации

Кафедра токсикологической химии

УТВЕРЖДЕНА
решением кафедры
Протокол от «02» июня 2023 г.
№ 9

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ ПО ВЫБОРУ

Б1.В.ДВ.03.03 Методы инструментальной хроматографии в анализе лекарственных и
наркотических средств

(индекс, наименование дисциплины в соответствии с учебным планом)

Б1.В.ДВ.03.03 МИХвАЛиНС

(индекс, краткое наименование дисциплины)

33.05.01 Фармация

(код, наименование направления подготовки (специальности))

Провизор

(квалификация)

Очная

(форма(ы) обучения)

5 лет

(нормативный срок обучения)

Год набора – 2024

Пермь, 2023 г.

Авторы–составители:

канд. фармацевт. наук, доцент кафедры токсикологической химии

Тумилович Е.Ю.

канд. фармацевт. наук, доцент кафедры токсикологической химии

Карпенко Ю.Н.

Заведующий кафедрой токсикологической химии д-р фармацевт. наук, профессор Малкова Т.Л.

СОДЕРЖАНИЕ

1. Перечень планируемых результатов обучения по дисциплине, соотнесенных с планируемыми результатами освоения ОПОП.....	4
2. Объем и место дисциплины в структуре ОПОП.....	4
3. Содержание и структура дисциплины	5
4. Фонд оценочных средств по дисциплине.....	6
5. Методические материалы для обучающихся по освоению дисциплины.....	9
6. Учебная литература для обучающихся по дисциплине.....	10
7. Материально-техническая база, информационные технологии, программное обеспечение и информационные справочные системы	10

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

Код компетенции	Наименование компетенции	Код индикатора достижения компетенции	Наименование индикатора достижения компетенции	Результаты обучения, соотнесенные с индикаторами достижения компетенций
ПК-4	Способен участвовать в мониторинге качества, эффективности и безопасности лекарственных средств и лекарственного растительного сырья, проводит заготовку ЛРС с учетом рационального использования ресурсов лекарственных растений	ИДПК-4.2	Проводит анализ фармацевтических субстанций, вспомогательных веществ и лекарственных форм экстенпорального изготовления и промышленного производства в соответствии со стандартами качества	На уровне знаний: знает основные механизмы разделения веществ и смесей в инструментальной хроматографии; знает пути использования хроматографических методов анализа на фармацевтических предприятиях, в системе государственного контроля качества лекарственных средств, в практике химико-токсикологического анализа знает приёмы качественного и количественного хроматографического анализа; На уровне умений: умеет работать с аналитическим хроматографическим оборудованием; умеет проводить подготовку разнохарактерных проб к хроматографическому анализу; умеет проводить испытания лекарственных средств согласно нормативной документации.

2. Объем и место дисциплины в структуре ОПОП

Дисциплина относится к части, формируемой участниками образовательных отношений, изучается на 4 курсе (7 семестре), в соответствии с рабочим учебным планом, общая трудоемкость

дисциплины в зачетных единицах составляет 2 з.е. (72 акад. часа).

3. Содержание и структура дисциплины

3.1. Структура дисциплины

№ п/п	Наименование разделов, тем	Объем дисциплины, час.					Форма текущего контроля успеваемости, промежуточной аттестации*
		Всего	Контактная работа обучающихся с преподавателем по видам учебных занятий			СР	
			Л	ЛЗ	ПЗ		
Очная форма обучения							
Семестр №5							
Раздел 1	Основные положения хроматографии	18	4	6		8	
Раздел 2	Высокоэффективная жидкостная хроматография	26	6	12		8	Т
Раздел 3	Газовая хроматография	28	8	12		8	Т
Промежуточная аттестация							Зачёт
Всего:		72	18	30		24	

*Примечание: * – формы текущего контроля успеваемости: тестирование (Т).*

3.2. Содержание дисциплины

Раздел 1. Основные положения хроматографии.

История развития хроматографических методов. Принципы и основы теории хроматографии. Элементы хроматографического процесса: удерживание, размывание, разделение. Основные термины и определения. Классификация хроматографических методов. Схема современного хроматографа. Элементы хроматограммы. Качественный и количественный анализ. Принципы идентификации. Способы расчета количественного содержания компонентов смеси.

Раздел 2. Жидкостная и высокоэффективная жидкостная хроматография.

Высокоэффективная жидкостная хроматография: основные варианты ВЭЖХ. Сорбенты и подвижные фазы для ВЭЖХ. Характеристика детекторов. Особенности диодноматричного детектирования. Основные принципы подбора условий разделения. Аппаратура для ВЭЖХ. Высокоэффективная жидкостная хроматография в фармацевтическом анализе: установление подлинности, чистоты и количественного содержания. Особенности качественного и количественного анализа многокомпонентных лекарственных препаратов. ВЭЖХ в химико-токсикологическом анализе, использование баз данных типа Базы данных «ВЭЖХ-УФ».

Раздел 3. Газовая хроматография.

Газовая хроматография. Общая характеристика метода. Хроматографические материалы. Типы хроматографических колонок. Аппаратурное оформление метода газовой хроматографии. Виды детекторов. Практические аспекты газовой хроматографии. Газовая хроматография в фармацевтическом анализе: установление подлинности, чистоты и количественного содержания.

Определение остаточных органических растворителей в субстанциях. Хроматомасс-спектрометрия. Аппаратурное оформление метода. Характеристика масс-селективного детектора. Методы ионизации. Газовая хроматография и хроматомасс-спектрометрия в химико-токсикологическом анализе. Определение этилового спирта в крови методом ГХ при экспертизе алкогольного опьянения. Использование библиотек масс-спектров для идентификации наркотических веществ при химико-токсикологических исследованиях.

4. Фонд оценочных средств по дисциплине

4.1. Формы и оценочные средства текущего контроля.

4.1.1. В ходе реализации дисциплины используются следующие формы текущего контроля успеваемости обучающихся: **тестирование.**

4.1.2. Оценочные средства текущего контроля успеваемости.

Пример тестового задания для контроля знаний по разделу 2 "Жидкостная и высокоэффективная жидкостная хроматография".

Вариант 1.

Выберите один или несколько правильных ответов.

1. Какой механизм разделения лежит в основе высокоэффективной жидкостной хроматографии:

1. распределение между газовой фазой и твердым сорбентом.
2. различная сорбционная способность веществ.
3. распределение между жидкостью (под давлением) и твердой фазой.
4. распределение между газовой фазой и высококипящей жидкостью.
5. обмен ионами между веществом и сорбентом.

2. Нормально-фазовая высокоэффективная жидкостная хроматография характеризуется:

1. полярной неподвижной фазой.
2. неполярной неподвижной фазой.
3. полярной подвижной фазой.
4. неполярной подвижной фазой.
5. удерживание веществ растет с увеличением их полярности.

3. Укажите виды детекторов, использующихся в высокоэффективной жидкостной хроматографии:

1. спектрофотометрический.
2. флуориметрический.
3. пламенно-ионизационный.
4. рефрактометрический.
5. амперометрический.

4. Что используется в качестве подвижной фазы в ионообменной хроматографии:

1. водные растворы кислот, оснований и солей.
2. смеси, содержащие неполярные растворители.
3. различные газообразные вещества.
4. хлороформ и гептан.

5. сверхкритические флюиды.

5. Отметьте особенности эксклюзионной хроматографии:

1. неподвижная фаза это сорбент.
2. неподвижная фаза – пористый полимер.
3. используется для разделения компонентов смеси по размеру.
4. в основе разделения лежит биоспецифическое взаимодействие лигандов и разделяемых веществ.
5. разделение веществ осуществляется за счет обратимой сорбции веществ ионогенными группами неподвижной фазы.

6. В аффинной хроматографии неподвижной фазой является:

1. пористый полимер.
2. ионообменные смолы.
3. твердый сорбент.
4. лиганды, иммобилизованные в сорбенте.
5. вода, адсорбированная на твердой поверхности.

7. Каким требованиям должны отвечать сорбенты в высокоэффективной жидкостной хроматографии:

1. большая удельная поверхность.
2. однородная поверхность.
3. высокая стоимость.
4. необратимое химическое взаимодействие с компонентами пробы.
5. низкая механическая прочность.

8. Идентификацию веществ в высокоэффективной жидкостной хроматографии проводят по:

1. времени удерживания.
2. показателю преломления.
3. объему удерживания.
4. величине m/z .
5. коэффициенту R_f .

9. Возможные варианты анализа при количественном определении методом ВЭЖХ:

1. метод внутреннего стандарта.
2. метод усреднённого стандарта.
3. метод абсолютной калибровки.
4. метод стандартных добавок.
5. метод нормализации площадей

10. Для каких веществ возможно определение методом ВЭЖХ-УФ без предварительной дериватизации:

1. морфин.
2. кофеин.
3. пахикарпин.

4. димедрол.
5. этанол.

4.1.3 Шкала оценивания для текущего контроля.

Зачтено – выставляется, если обучающийся правильно ответил на 5 и более вопросов.

Не зачтено – выставляется, если обучающийся правильно ответил менее чем на 5 вопросов.

4.2. Формы и оценочные средства промежуточной аттестации.

4.2.1. Промежуточная аттестация проводится в форме зачёта.

4.2.2. Оценочные средства для промежуточной аттестации.

Билет 1

1. Дайте определение терминам "Газ-носитель", "Нулевая линия".

2. Оцените качество жидкого экстракта травы Горца перечного по показателю "Спирт этиловый" на соответствие требованиям ФС.3.4.0002.18 (Опишите ход анализа, охарактеризуйте метод ГЖХ, произведите расчеты в соответствии с данными задачи и сделайте заключение о соответствии образца требованиям НД).

Данные для расчета:

объем этанола 95%, взятый для приготовления стандартного раствора – 5 мл;

объем экстракта, взятый для приготовления испытуемого раствора – 7 мл;

средняя площадь пика этанола на хроматограммах стандартного раствора – 80;

средняя площадь пика на хроматограммах испытуемого раствора – 87.

4.2.3 Шкала оценивания для промежуточной аттестации.

«зачтено» - обучающийся проявляет знание всего изученного программного материала, даёт правильные ответы на вопросы билета. Материал излагает последовательно и грамотно, обосновывает все положения своего ответа, приводит правильно написанные химические реакции. При ответе допускает небольшие неточности и единичные ошибки, которые оперативно и самостоятельно исправляет при уточняющих вопросах преподавателя.

«не зачтено» - обучающийся проявляет незнание основного программного материала, имеет существенные пробелы в изучении отдельных принципиальных вопросов, при ответе на теоретические вопросы и написании химических реакций допускает существенные ошибки, которые не может исправить даже по указанию преподавателя, на дополнительные вопросы не отвечает.

4.3. Соответствие оценочных средств промежуточной аттестации по дисциплине формируемым компетенциям

Код компетенции	Код индикатора достижения компетенции	Оценочные средства промежуточной аттестации	
		Опрос по билетам (теоретический вопрос)	Опрос по билетам (ситуационная задача)
ПК-4	ИДПК-4.2	+	+

4.4. Критерии оценки сформированности компетенций в рамках промежуточной аттестации по дисциплине

Код компетенции	Код индикатора достижения компетенции	Структурные элементы оценочных средств	Критерии оценки сформированности компетенции	
			Не сформирована	Сформирована
ПК-4	ИДПК-4.2	Опрос по билетам (теоретический вопрос)	Не знает основные механизмы разделения веществ и смесей в инструментальной хроматографии; пути использования хроматографических методов анализа; знает приёмы качественного и количественного хроматографического анализа.	Знает основные механизмы разделения веществ и смесей в инструментальной хроматографии; знает пути использования хроматографических методов анализа; знает приёмы качественного и количественного хроматографического анализа.
		Опрос по билетам (ситуационная задача)	Не умеет проводить испытания лекарственных средств согласно нормативной документации; интерпретировать результаты анализа	Умеет проводить испытания лекарственных средств согласно нормативной документации; интерпретировать результаты анализа

Компетенция считается сформированной на уровне требований к дисциплине в соответствии с образовательной программой, если по итогам применения оценочных средств промежуточной аттестации или их отдельных элементов результаты, демонстрируемые обучающимся, отвечают критерию сформированности компетенции. Если по итогам проведенной промежуточной аттестации хотя бы одна из компетенций не сформирована на уровне требований к дисциплине в соответствии с образовательной программой (результаты обучающегося не соответствуют критерию сформированности компетенции), обучающемуся выставляется оценка «не зачтено».

5. Методические материалы по освоению дисциплины

Методические материалы для обучающихся по дисциплине по выбору Б1.В.ДВ.3.5 «Методы инструментальной хроматографии в анализе лекарственных и наркотических средств» (полный комплект находится на кафедре токсикологической химии).

6. Учебная литература для обучающихся по дисциплине

6.1. Основная литература.

1. Государственная фармакопея Российской Федерации 14 издание. – В 4 т. – Москва, 2018. – Режим доступа: <https://femb.ru/record/pharmacopea14>.
2. Токсикологическая химия: метаболизм и анализ токсикантов / под ред. Калетиной Н.И., 2008. – М.: ГОЭТАР-Медиа. – 1016 с. : ил.
3. Токсикологическая химия. Метаболизм и анализ токсикантов [Электронный ресурс] : прил. к учеб. на компакт-диске. - М. : ГЭОТАР-Медиа, 2008. - 1 компакт-диск : ил.

6.2. Дополнительная литература.

1. Бёккер Юрген. Хроматография. Инструментальная аналитика : методы хроматографии и капиллярного электрофореза : пер. с нем. / Бёккер Юрген. - Москва : Техносфера, 2009. - 470 с. : ил. - (Мир химии). - Библиогр.: с. 454-468.
2. Гольберт, К.А. Введение в газовую хроматографию / К.А. Гольберт, М.С. Вигдергауз. – М. : Химия, 1990. – 352 с.
3. Гуськова, В.П. Хроматографические методы разделения и анализа [Электронный ресурс]: учеб. пособие / В.П. Гуськова, Л.С. Сизова. – Электрон. текстовые данные. – Кемеровский технологический институт пищевой промышленности (университет). – 2-е изд., испр. и доп. – Кемерово, 2015. – 158 с. – Режим доступа: <http://e-lib.kemtip.ru/uploads/04/ahe083.pdf>
4. Инструментальный анализ биологически активных веществ и лекарственных средств [Электронный ресурс] : учебное пособие / Г. Б. Слепченко, В. И. Дерябина, Т. М. Гиндуллина [и др.]. – Электрон. текстовые данные. – Томск : Томский политехнический университет, 2015. — 198 с. – 2227-8397. – Режим доступа: <http://www.iprbookshop.ru/55191.html>
5. Сычев, С.Н. Высокоэффективная жидкостная хроматография : аналитика, физическая химия, распознавание многокомпонентных систем : учебное пособие. – Санкт-Петербург ; Москва ; Краснодар : Лань, 2013. – 255 с. : ил. - (Учебники для вузов. Специальная литература).
6. Хмельницкий Р.А. Хроматомасс-спектрометрия / Р.А.Хмельницкий, Бродский Е.С. – Москва, 1984.

7. Материально-техническая база, информационные технологии, программное обеспечение и информационные справочные системы

Учебные аудитории для проведения занятий лекционного типа, семинарского типа, текущего контроля и промежуточной аттестации; помещение для самостоятельной работы; помещение для хранения и профилактического обслуживания учебного оборудования; лаборатории, оснащенные лабораторным оборудованием. Программное обеспечение Microsoft Office (Microsoft Word, Microsoft Excel, Microsoft PowerPoint и др.); база данных ВЭЖХ-УФ "БД-2003-500" (ООО ИХ ЭкоНова, г. Новосибирск); программное обеспечение хроматографического оборудования: Мультихром, Хроматэк Аналитик, LCSolution, LabSolution, MassHunter.

Мультимедийный комплекс (информационная машина для организации учебного процесса, монитор 17" ViewSonic, монитор ASUS 17" VB172D, монитор ASUS 19" VB191T, проектор видео мультимедийный Sanyo PLC-XR2200, рабочая станция (процессор), терминал доступа, терминальный клиент nComputing Office station (L130, L230), ноутбук Acer, доска маркерная, экран настенный, экран переносной на штативе); мультимедийные наглядные материалы.

Аналитический комплекс Милихром А-02 на базе высокоэффективного жидкостного хроматографа; аналитический комплекс Милихром А-02 с принтером LxmyRR Z-32; хроматограф "Шимадзу"; хроматомасс-спектрометр с тройным квадруполем; хроматограф "Кристалл 2000М"; газовый хроматограф "Хроматэк-Кристалл 5000"; анализатор наркотических и

сильнодействующих лекарственных средств; дозатор равновесного пара; микрошприцы; дозаторы 1-к м/доз 100-1000 мкл; дозаторы 1-канальные 1-5 мл; баня ультразвуковая для растворения веществ УЗВ-9,5 ТТИ; центрифуга СМ-50; система для вакуумной фильтрации, стекло, 47/50 мм (насос лабораторный вакуумный); вакуумный манифолд для ТФЭ на 10 картриджей с подставкой для 16 мм пробирок; шкаф вытяжной; рабочее место ТСХ; стол демонстрационный; стол журнальный; стол ученический 2-х местный; табурет; табурет (сиденье кож/зам, мет/каркас); стул п/м; кресло; шкаф с тумбой (вытяжной), раздевалка.

АННОТАЦИЯ РАБОЧЕЙ ПРОГРАММЫ ДИСЦИПЛИНЫ ПО ВЫБОРУ
Б1.В.ДВ.03.03 Методы инструментальной хроматографии в анализе лекарственных и
наркотических средств

Код и наименование направления подготовки, профиля: 33.05.01 Фармация

Квалификация (степень) выпускника: провизор

Форма обучения: очная

Формируемая компетенция:

ПК-4. Способен участвовать в мониторинге качества, эффективности и безопасности лекарственных средств и лекарственного растительного сырья, проводит заготовку ЛРС с учетом рационального использования ресурсов лекарственных растений.

ИДПК-4.2. Проводит анализ фармацевтических субстанций, вспомогательных веществ и лекарственных форм экстермпорального изготовления и промышленного производства в соответствии со стандартами качества.

Объем и место дисциплины в структуре ОПОП:

Дисциплина относится к части, формируемой участниками образовательных отношений, изучается на 4 курсе (7 семестре), в соответствии с рабочим учебным планом, общая трудоемкость дисциплины в зачетных единицах составляет 2 з.е. (72 акад. часа).

Содержание дисциплины:

Раздел 1. Основные положения хроматографии.

История развития хроматографических методов. Принципы и основы теории хроматографии. Элементы хроматографического процесса: удерживание, размывание, разделение. Основные термины и определения. Классификация хроматографических методов. Схема современного хроматографа. Элементы хроматограммы. Качественный и количественный анализ. Принципы идентификации. Способы расчета количественного содержания компонентов смеси.

Раздел 2. Жидкостная и высокоэффективная жидкостная хроматография .

Высокоэффективная жидкостная хроматография: основные варианты ВЭЖХ. Сорбенты и подвижные фазы для ВЭЖХ. Характеристика детекторов. Особенности диодноматричного детектирования. Основные принципы подбора условий разделения. Аппаратура для ВЭЖХ. Высокоэффективная жидкостная хроматография в фармацевтическом анализе: установление подлинности, чистоты и количественного содержания. Особенности качественного и количественного анализа многокомпонентных лекарственных препаратов. ВЭЖХ в химико-токсикологическом анализе, использование баз данных типа Базы данных «ВЭЖХ-УФ».

Раздел 3. Газовая хроматография.

Газовая хроматография. Общая характеристика метода. Хроматографические материалы. Типы хроматографических колонок. Аппаратурное оформление метода газовой хроматографии. Виды детекторов. Практические аспекты газовой хроматографии. Газовая хроматография в фармацевтическом анализе: установление подлинности, чистоты и количественного содержания. Определение остаточных органических растворителей в субстанциях. Хроматомасс-спектрометрия. Аппаратурное оформление метода. Характеристика масс-селективного детектора. Методы ионизации. Газовая хроматография и хроматомасс-спектрометрия в химико-токсикологическом анализе. Определение этилового спирта в крови методом ГХ при экспертизе алкогольного опьянения. Использование библиотек масс-спектров для идентификации наркотических веществ при химико-токсикологических исследованиях.

Формы текущего контроля и промежуточной аттестации: тестирование.

Промежуточная аттестация – зачет.