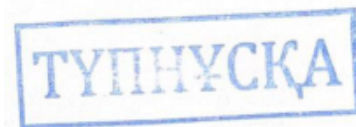


ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.1 из 65



МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ ДЛЯ ЛАБОРАТОРНЫХ ЗАНЯТИЙ

Дисциплина:	«Методы и оборудование фармацевтического анализа»
Код дисциплины:	MOFA 4301
Образовательная программа:	6B07201 «Технология фармацевтического производства»
Объем учебных часов/кредитов:	120 часов (4 кредита)
Курс:	4
Семестр:	7

Шымкент, 2023

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ  SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»	
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии	044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»	стр.2 из 65

Методические рекомендации для лабораторных занятий разработаны в соответствии с рабочей программой дисциплины (силлабусом) «Методы и оборудование фармацевтического анализа» и обсуждены на заседании кафедры.

Протокол №18 15.05.2023г.

Зав. кафедрой, профессор



Ордабаева С.К.

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.3 из 65

1. Тема: Анализ лекарственных средств спектрофотометрическим методом в УФ-области.

2. Цель: освоить практические навыки по проведению спектрофотометрического анализа.

3. Задачи обучения:

- дать обучающимся знания об основных принципах использования, порядке организации и проведения спектрофотометрического метода анализа;
- научить обучающихся проводить спектрофотометрический метод анализа.

4. Основные вопросы темы:

1. Спектральные методы анализа в УФ-, ИК- и видимой областях. Сущность методов.
2. Классификация оптических методов анализа. Принципы их классификации.
3. Применение, возможности и ограничения спектральных методов в анализе органических соединений.

5. Методы обучения и преподавания: контроль знаний, лабораторная работа в парах, написание и защита протокола анализа

На проведение лабораторного занятия отводится 150 минут, которые распределены следующим образом:

№ п/п	Этапы занятия	Время, мин
1	исходный контроль знаний по теме лабораторного занятия	15
2	выполнение лабораторной работы	50
3	написание и защита протокола	15
4	контроль знаний по теме лабораторного занятия	15
5	подведение итогов (выставление оценок)	5

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.4 из 65

Правила по технике безопасности при работе в химической лаборатории

Работа с небольшими количествами химических веществ снижает возможность несчастных случаев до минимума, но не исключает их полностью. Поэтому каждому работающему в химической лаборатории нужно знать и строго выполнять все правила техники безопасности.

1. При всех работах следует соблюдать осторожность, помня, что неаккуратность, невнимательность, недостаточное знание свойств веществ, с которыми ведется работа, могут повлечь за собой несчастный случай.

2. Если при проведении опыта разбился термометр и разлилась ртуть, ее нужно собрать при помощи специальной ловушки. Мельчайшие частицы ртути собирают кисточкой из белой жести. Поверхность стола или пола, на которой была ртуть, тщательно смачивают 20 % раствором хлорида железа (III).

3. Нагревать жидкость в пробирке следует постепенно, направляя отверстие пробирки в сторону от себя и от работающих рядом студентов, т. к. вследствие частичного нагрева может произойти выбрасывание жидкости.

4. Не наклоняться над пробиркой, в которой кипит жидкость.

5. Определение запаха каких бы то ни было веществ в лаборатории, даже если их количество очень мало, производят, направляя к себе пары или газ движением руки.

6. Никаких веществ в лаборатории не пробовать на вкус.

7. Все опыты с пахучими, а также с ядовитыми веществами (анилин, бром и т.д.) проводить в вытяжном шкафу.

8. Растворять серную кислоту в воде, приливая кислоту к воде по каплям, все время перемешивая раствор.

9. Разлитые кислоты или щелочи засыпать песком, нейтрализовать и только после этого проводить уборку.

10. Осколки разбитого стекла собирать при помощи щетки и совка.

11. При работе с газоотводной трубкой убирать горелку из-под пробирки с реакционной смесью следует только тогда, когда конец газоотводной трубки, опущенный в жидкость, удален из нее. Если убирать горелку преждевременно, то жидкость засосет в реакционную пробирку и может произойти разбрызгивание реакционной смеси на лицо и руки.

12. Работу с эфиром, бензолом, спиртом проводить вдали от огня.

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.5 из 65

Меры первой помощи при несчастных случаях

1. При термических ожогах пораженное место нужно смочить раствором танина в спирте или 2 % раствором перманганата калия.

2. При химических ожогах необходимо прежде всего удалить с кожи вещества, вызвавшие ожоги, затем обработать соответствующим образом:

а) при ожогах кислотами или щелочами промывают обожженное место сильной струей воды, затем нейтрализуют кислоту 1 % раствором гидрокарбоната натрия, а щелочь - 1 % раствором уксусной кислоты;

б) при ожоге бромом пораженное место обрабатывают 10-20 % раствором тиосульфата натрия, смывают его большим количеством воды, затем накладывают тампон, смоченный 5 % раствором мочевины; можно пораженное место промыть этиловым спиртом;

в) при ожоге жидким фенолом побелевший участок кожи растирают глицерином, пока не восстановится ее нормальный цвет, промывают водой, накладывают марлевый тампон, смоченный глицерином.

3. При химических ожогах глаз кислотой или щелочью необходимо обильно промыть глаз водой, используя специально глазную ванночку, затем 1 % раствором гидрокарбоната натрия, если попала кислота или 2 % раствором борной кислоты, если попала щелочь.

4. При порезах удаляют пинцетом из ранки осколки стекла, смазывают края раны спиртовым раствором йода, положив на рану стерильную повязку, забинтовывают.

5. При любом самом незначительном несчастном случае следует немедленно обратиться к преподавателю, не ограничиваясь самостоятельным принятием мер.

Лабораторная работа №1

Провести спектрофотометрическое определение таблеток левомецетина 0,25 по удельному показателю поглощения.

1. Методика определения по удельному показателю поглощения

1.1 Знакомство с инструкцией к спектрофотометру СФ-2000.

1.2 Снятие спектра поглощения раствора левомецетина (СО ГФ РК). Около 0,1 г (точная навеска) левомецетина растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 100 мл и доводят до метки водой (раствор А). 2 мл раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят до метки водой.

Полученный раствор наливают в кювету с рабочей толщиной 1см. Раствором сравнения служит вода дистиллированная. Измеряют значения

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.6 из 65

оптической плотности раствора препарата относительно раствора сравнения в области 220-290 нм. Данные оформляют в виде табл. 1.

Таблица 1 - Спектрофотометрические характеристики

препарат	λ , нм	D

По полученным данным строят график зависимости показателя поглощения от длины волны (спектр поглощения левомецетина). Спектр поглощения позволяет осуществить выбор длин волн для выполнения анализа лекарственных форм. Находят максимумы и минимумы поглощения раствора левомецетина в полученном УФ-спектре.

1.3 Установление удельного показателя поглощения левомецетина при 278 нм. Около 0,1г (точная навеска) левомецетина растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 100 мл и доводят до метки водой (раствор А). 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0 мл раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят до метки водой и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность растворов (как указано в 1.2) при 278 нм. Данные оформляют в виде табл. 2 и по полученным значениям рассчитывают удельный показатель поглощения препарата по формуле:

$$E_{1\text{cm}}^{1\%} = \frac{D}{C \times b},$$

где $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ - удельный показатель поглощения;

D - оптическая плотность;

b – рабочая длина кюветы.

Таблица 2 - Удельные показатели поглощения левомецетина

Концентрация препарата, %	$\lambda = 278$ нм	
	D	$E_{1\text{cm}}^{1\%}$

Полученные данные используют для расчета содержания препарата в лекарственной форме.

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.7 из 65

- 1.4 Спектрофотометрическое определение содержания левомецитина в таблетках. Точную навеску порошка 1 растертой таблетки помещают в мерную колбу вместимостью 250 мл, взбалтывают в течение 3-5 мин водой дистиллированной и доводят до метки водой. Фильтруют, отбрасывая первые 15 мл фильтрата. Помещают 2 мл фильтрата в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем раствора до метки водой и перемешивают. Измеряют оптическую плотность при 278 нм. Содержание левомецитина в таблетках рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{D \times V \times m_{cp}}{E_{1cm}^{1\%} \times m \times V_{ал}},$$

где m_{cp} - средняя масса лекарственной формы;
 m - масса лекарственной формы, взятая на анализ;
 $V_{ал}$ - объем аликвоты, мл;
 V - объем разведения навески препарата, мл.

Полученные данные сравнивают с допустимыми нормами отклонений и делают заключение о соответствии содержания препарата в лекарственной форме.

Лабораторная работа №2

Провести спектрофотометрическое определение таблеток левомецитина 0,25 методом калибровочного графика.

2. Методика определения по калибровочному графику

2.1 Построение калибровочного графика зависимости оптической плотности от концентрации левомецитина в растворе. Готовят серию из 6 растворов левомецитина с содержанием в пределах 0,0005-0,003 %: Около 0,1г левомецитина (точная навеска) растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 100 мл и доводят до метки водой (раствор А). 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0 мл раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят до метки водой и перемешивают.

Полученные растворы наливают в кюветы с рабочей толщиной 1см. Раствором сравнения служит вода дистиллированная. Измеряют значения оптической плотности растворов препарата относительно раствора сравнения при длине волны 278 нм. Данные оформляют в виде табл. 1.

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.8 из 65

Таблица 1 - Спектрофотометрические характеристики

Концентрация препарата, %	D

По полученным данным строят калибровочный график зависимости показателя поглощения от концентрации левомицетина. Калибровочный график позволяет определить количественное содержание левомицетина в лекарственной форме.

2.2 Спектрофотометрическое определение содержания левомицетина в таблетках. Точную навеску порошка 1 растертой таблетки помещают в мерную колбу вместимостью 250 мл, взбалтывают в течение 3-5 мин водой дистиллированной и доводят до метки водой. Фильтруют, отбрасывая первые 15 мл фильтрата. Помещают 2 мл фильтрата в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем раствора до метки водой и перемешивают. Измеряют оптическую плотность при 278 нм. Содержание левомицетина в таблетках находят по калибровочному графику.

Полученные данные сравнивают с допустимыми нормами отклонений и делают заключение о соответствии содержания препарата в лекарственной форме.

6. Литература

основная:

на русском языке

1. Анализ лекарственных препаратов, производных ароматических соединений: Ордабаева С.К.-Шымкент: Типография «Әлем».- 2012.-250 с.
2. Государственная фармакопея Республики Казахстан.-Алматы: Издательский дом «Жибек жолы».-2008.-Том 1.-592 с.
3. Государственная фармакопея Республики Казахстан.- Алматы: Издательский дом «Жибек жолы».-2009.-Том 2.-804 с.
4. Государственная фармакопея Республики Казахстан.-Алматы: Издательский дом «Жибек жолы».-2014.-Том 3.-864 с.
5. Руководство по инструментальным методам исследований при разработке и экспертизе качества лекарственных препаратов./ Под.ред. Быковского С.Н., проф., д.х.н. Василенко И.А., к.м.н. Харченко М.И.,

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.9 из 65

к.фарм.н. Белова А.Б., к.фарм.н. Шохина И.Е., к.п.н. Дориной Е.А. – М.
Изд-во Перо, 2014. – 656с.

на казахском языке

1. Дәріс кешені- Фармацевтикалық талдаудың әдістері мен құралдары пәні бойынша: дәріс кешені / фармацевтикалық және токсикологиялық химия кафедрасы. - Шымкент : ОҚМФА, 2016. - 92 бет
2. Қазақстан Республикасының Мемлекеттік фармакопеясы.-Алматы: «Жібек жолы» баспа үйі.-2008.-1 Т.-592 б.
3. Қазақстан Республикасының Мемлекеттік фармакопеясы.-Алматы: «Жібек жолы» баспа үйі.-2008.-2 Т.-792 б.
4. Қазақстан Республикасының Мемлекеттік фармакопеясы.-Алматы: «Жібек жолы» баспа үйі.-2014.-3 Т.-864 б.

электронные ресурсы:

1. Арзамасцев, А. П. Фармацевтическая химия [Электронный ресурс]: учеб. пособие / А. П. Арзамасцев. - Электрон. текстовые дан. (86,7 Мб). - М.: Изд. группа "ГЭОТАР-Медиа", 2011. - 640 с. эл. опт. диск (CD-ROM).
2. Харитонов, Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика - 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа [Электронный ресурс]: учебник / Ю. Я. Харитонов. - Электрон. текстовые дан. (43,1Мб). - М.: ГЭОТАР - Медиа, 2017
3. Харитонов, Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика - 1. Общие теоретические основы. Качественный анализ [Электронный ресурс]: учебник / Ю. Я. Харитонов. - Электрон. текстовые дан. (44,3Мб). - М.: ГЭОТАР - Медиа, 2017. -
4. Харитонов, Ю. Я. Аналитическая химия. Качественный анализ. Титриметрия [Электронный ресурс]: учебник / Ю. Я. Харитонов. - Электрон. текстовые дан. (39,9Мб). - М. : ГЭОТАР - Медиа, 2017.
5. Фармациядағы физикалық-химиялық әдістер. Мамандық: 5B110300- "Фармация" [Электронный ресурс] = Физико-хиические методы исследования. Специальность: 5B110300-"Фармация" = Physical and chemical im pharmacy, on the absorption of electromagnetig Radiation : әдістемелік ұсыныс / С. К. Ордабаева [ж. б.] ; ОҚМФА; Фармацевтикалық және токсикологиялық химия каф. - Электрон. текстовые дан. (8,72 Мб). - Шымкент : Б. ж., 2013. - эл. опт. диск

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.10 из 65

дополнительная:

1. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии : учеб. пособие/ под ред. А. П. Арзамасцева. - 3-е изд. перераб. и доп. ; Допущ. Департаментом мед. учрежд. и кадровой политики М-ва здравоохранения РФ. - М. : Медицина, 2001. - 384 с.: ил. - (Учеб. лит. для студ. фарм. вузов и фак.).
2. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии: учебное пособие / под ред. А. П. Арзамасцева. - М., 2004.-208с.
3. Практикум по физико-химическим методам анализа, под ред. О.М. Петрухина.-М., 1986.-316
4. Пилипенко А.Т., Пятницкий И.В. Аналитическая химия.-М., 1990-129с.
5. Физико-химические методы анализа под ред. Алесковского.-М., 1988-412с.
6. Юинг Г. Инструментальные методы химического анализа, пер. с англ..- М., 1989-415с.

7. Методическое обеспечение:

ссылка на лекцию:

<https://docs.google.com/document/d/1r1v1cGpnYmc2Jdkkul7Ad904EVBAa1BE/edit?usp=sharing&ouid=103428168790945926723&rtpof=true&sd=true>

8. Контроль:

1. Сущность спектральных методов в УФ-, видимой и ИК-областях. Какие интервалы длин волн характерны для каждой области?
2. Отличия в терминах «спектроскопия» и «спектрофотометрия».
3. Что такое спектр поглощения вещества? Что собой представляют спектры поглощения в УФ- и видимой областях?
4. Что собой представляют ИК-спектры?
5. Какие источники излучения используются для спектрофотометрии при работе в УФ-, видимой и ИК-областях спектра?
6. Единица измерения длины волны в УФ- и ИК-областях спектра.
7. Определение следующих терминов: пропускание, коэффициент пропускания, оптическая плотность, молярный коэффициент светопоглощения.
8. Дайте формулировку законов: закон Бера, Бугера-Ламберта и Бугера-Ламберта-Бера. Какой из них лежит в основе фотометрических методов анализа?
9. Чему равна оптическая плотность раствора при соблюдении основного закона светопоглощения?
10. Чем обусловлено избирательное поглощение света молекулами?

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.11 из 65

11. Какова роль хромофорных и ауксохромных группировок в молекуле при снятии спектров поглощения?
12. Определение следующих понятий: хромофор, батохромный, гипсохромный, гиперхромный, гипохромный эффекты.
13. На чем основано применение спектров в качественном и количественном анализе?
14. На чем основано определение концентрации растворов с помощью фотометрических методов анализа?
15. Основные этапы определения концентрации исследуемого раствора с помощью метода градуированного графика
16. Как осуществляют выбор интервала концентраций стандартных растворов при построении калибровочной кривой?
17. В каких случаях использование калибровочной кривой при определении концентрации исследуемого раствора недопустимо?
18. Преимущества метода градуировочного графика в сравнении с другими фотометрическими методами анализа?
19. На чем основано определение концентрации с помощью метода сравнения оптических плотностей стандартного и исследуемого растворов? Преимущества и недостатки этого метода.
20. Какими требованиями руководствуются при выборе кюветы для анализа?
21. В каких координатах строят калибровочный график? Каково его назначение?
22. Устройство спектрофотометра и принцип его работы.
23. Перечислите основные характеристики спектральных приборов.
24. Как получают в спектрофотометре монохроматический световой поток?
25. Из какого материала используют кюветы при работе в ультрафиолетовой и видимой областях спектра? Почему?
26. Основные правила работы с кюветами.
27. Какое устройство в спектрофотометре преобразует световую энергию в электрическую?
28. Последовательность операций при измерении оптической плотности на спектрофотометре в видимой и ультрафиолетовой области спектра.
29. Правила работы на СФ-2000.

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.12 из 65

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.13 из 65

1. Тема: Анализ лекарственных средств спектрофотометрическим методом в видимой области.

2. Цель: освоить практические навыки по проведению спектрофотометрического анализа.

3. Задачи обучения:

- дать обучающимся знания об основных принципах использования, порядке организации и проведения спектрофотометрического метода анализа;
- научить обучающихся проводить спектрофотометрический метод анализа.

4. Основные вопросы темы:

1. Сущность спектрального метода в видимой области. Какие интервалы длин волн характерны для данной области?
2. Что собой представляют спектры поглощения в видимой области?
3. Применение фотометрии в видимой области в анализе органических соединений.

5. Методы обучения и преподавания: контроль знаний, лабораторная работа в парах, написание и защита протокола анализа

На проведение лабораторного занятия отводится 150 минут, которые распределены следующим образом:

№ п/п	Этапы занятия	Время, мин
1	исходный контроль знаний по теме лабораторного занятия	15
2	выполнение лабораторной работы	50
3	написание и защита протокола	15
4	контроль знаний по теме лабораторного занятия	15
5	подведение итогов (выставление оценок)	5

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.14 из 65

Лабораторная работа №1

Провести фотометрическое
определение раствора рибофлавина 0,01%.

Методика определения

10 мл исследуемого раствора переносят в мерную колбу вместимостью 25 мл, доводят водой до метки и перемешивают. Измеряют оптическую плотность полученного раствора (D_1) при помощи фотоэлектроколориметра при длине волны 445 нм (синий светофильтр) в кювете с толщиной слоя 10 мм. В качестве контрольного раствора используют воду.

Параллельно измеряют оптическую плотность эталонного раствора (D_2), содержащего 0,004 % стандартного раствора рибофлавина.

Содержание рибофлавина в % (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{D_1 \cdot 0,04 \cdot 25 \cdot 10 \cdot 100}{D_2 \cdot 10 \cdot 100 \cdot 100} .$$

где D_1 - оптическая плотность испытуемого раствора;

D_2 - оптическая плотность стандартного раствора.

Приготовление стандартного раствора. 0,04 г (точная навеска) рибофлавина растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 100 мл на водяной бане при нагревании. После охлаждения объем раствора доводят до метки водой и перемешивают (раствор А).

10 мл раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100, доводят водой до метки и перемешивают.

Содержание рибофлавина в 1 мл лекарственной формы должно быть не менее 0.009 % и не более 0,011 %.

Лабораторная работа №2

Провести фотометрическое
определение рифампицина.

Методика определения

Около 0,1 г (точная навеска) субстанции рифампицина помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, растворяют в 50 мл спирта этилового, доводят объем раствора тем же растворителем до метки и перемешивают.

2 мл полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем раствора до метки фосфатным буферным раствором с рН 7,4 и перемешивают (испытуемый раствор).

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SKMA -1979- MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 () стр.15 из 65
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		

Измеряют оптическую плотность испытуемого раствора на спектрофотометре при длине волны 475 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм, используя в качестве раствора сравнения фосфатный буферный раствор с pH 7,4.

Содержание рифампицина (X) в субстанции, в процентах, вычисляют по формуле:

$$X = \frac{D \cdot 100 \cdot 100}{187 \cdot m \cdot 2}$$

где D - оптическая плотность испытуемого раствора;
 187 - удельный показатель поглощения ($E^{1\%}_{1\text{см}}$) рифампицина при длине волны 475 нм;
 m - масса навески субстанции, в граммах.

Содержание $C_{43}H_{58}N_4O_{12}$ (рифампицина) в субстанции должно быть не менее 97,0 % и не более 102,0 % в пересчете на сухое вещество.

6. Литература

основная:

на русском языке

1. Анализ лекарственных препаратов, производных ароматических соединений: Ордабаева С.К.-Шымкент: Типография «Әлем».- 2012.-250 с.
2. Государственная фармакопея Республики Казахстан.-Алматы: Издательский дом «Жибек жолы».-2008.-Том 1.-592 с.
3. Государственная фармакопея Республики Казахстан.- Алматы: Издательский дом «Жибек жолы».-2009.-Том 2.-804 с.
4. Государственная фармакопея Республики Казахстан.-Алматы: Издательский дом «Жибек жолы».-2014.-Том 3.-864 с.
5. Руководство по инструментальным методам исследований при разработке и экспертизе качества лекарственных препаратов./ Под.ред. Быковского С.Н., проф., д.х.н. Василенко И.А., к.м.н. Харченко М.И., к.фарм.н. Белова А.Б., к.фарм.н. Шохина И.Е., к.п.н. Дориной Е.А. – М. Изд-во Перо, 2014. – 656с.

на казахском языке

1. Дәріс кешені- Фармацевтикалық талдаудың әдістері мен құралдары пәні бойынша: дәріс кешені / фармацевтикалық және токсикологиялық химия кафедрасы. - Шымкент : ОҚМФА, 2016. - 92 бет

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.16 из 65

2. Қазақстан Республикасының Мемлекеттік фармакопеясы.-Алматы: «Жібек жолы» баспа үйі.-2008.-1 Т.-592 б.
3. Қазақстан Республикасының Мемлекеттік фармакопеясы.-Алматы: «Жібек жолы» баспа үйі.-2008.-2 Т.-792 б.
4. Қазақстан Республикасының Мемлекеттік фармакопеясы.-Алматы: «Жібек жолы» баспа үйі.-2014.-3 Т.-864 б.

электронные ресурсы:

1. Арзамасцев, А. П. Фармацевтическая химия [Электронный ресурс]: учеб. пособие / А. П. Арзамасцев. - Электрон. текстовые дан. (86,7 Мб). - М.: Изд. группа "ГЭОТАР-Медиа", 2011. - 640 с. эл. опт. диск (CD-ROM).
2. Харитонов, Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика - 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа [Электронный ресурс]: учебник / Ю. Я. Харитонов. - Электрон. текстовые дан. (43,1Мб). - М.: ГЭОТАР - Медиа, 2017
3. Харитонов, Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика - 1. Общие теоретические основы. Качественный анализ [Электронный ресурс]: учебник / Ю. Я. Харитонов. - Электрон. текстовые дан. (44,3Мб). - М.: ГЭОТАР - Медиа, 2017. -
4. Харитонов, Ю. Я. Аналитическая химия. Качественный анализ. Титриметрия [Электронный ресурс]: учебник / Ю. Я. Харитонов. - Электрон. текстовые дан. (39,9Мб). - М. : ГЭОТАР - Медиа, 2017.
5. Фармациядағы физикалық-химиялық әдістер. Мамандық: 5В110300- "Фармация" [Электронный ресурс] = Физико-химические методы исследования. Специальность: 5В110300-"Фармация" = Physical and chemical in pharmacy, on the absorption of electromagnetic Radiation : әдістемелік ұсыныс / С. К. Ордабаева [ж. б.] ; ОҚМФА; Фармацевтикалық және токсикологиялық химия каф. - Электрон. текстовые дан. (8,72 Мб). - Шымкент : Б. ж., 2013. - эл. опт. диск

дополнительная:

1. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии : учеб. пособие/ под ред. А. П. Арзамасцева. - 3-е изд. перераб. и доп. ; Допущ. Департаментом мед. учережд. и кадровой политики М-ва здравоохранения РФ. - М. : Медицина, 2001. - 384 с.: ил. - (Учеб. лит. для студ. фарм. вузов и фак.).
2. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии: учебное пособие / под ред. А. П. Арзамасцева. - М., 2004.-208с.

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.17 из 65

3. Практикум по физико-химическим методам анализа, под ред. О.М. Петрухина.-М., 1986.-316
4. Пилипенко А.Т., Пятницкий И.В. Аналитическая химия.-М., 1990-129с.
5. Физико-химические методы анализа под ред. Алесковского.-М., 1988-412с.
6. Юинг Г. Инструментальные методы химического анализа, пер. с англ..-М., 1989-415с.

7. 7. Методическое обеспечение:

ссылка на лекцию:

<https://docs.google.com/document/d/1r1v1cGpnYmc2Jdkkul7Ad904EVBAaIBE/edit?usp=sharing&ouid=103428168790945926723&rtfpof=true&sd=true>

8. Контроль:

1. Единица измерения длины волны в видимой области спектра.
2. Основной закон светопоглощения.
3. Чему равна оптическая плотность раствора при соблюдении основного закона светопоглощения?
4. Чем обусловлено избирательное поглощение света молекулами?
5. Какова роль хромофорных и ауксохромных группировок в молекуле при снятии спектров поглощения?
6. Определение следующих понятий: хромофор, батохромный, гипсохромный, гиперхромный, гипохромный эффекты.
7. На чем основано применение спектров в качественном и количественном анализе?
8. На чем основано определение концентрации растворов с помощью фотометрических методов анализа?
9. Основные этапы определения концентрации исследуемого раствора с помощью метода градуированного графика
10. Как осуществляют выбор интервала концентраций стандартных растворов при построении калибровочной кривой?
11. В каких случаях использование калибровочной кривой при определении концентрации исследуемого раствора недопустимо?
12. Преимущества метода градуировочного графика в сравнении с другими фотометрическими методами анализа?
13. На чем основано определение концентрации с помощью метода сравнения оптических плотностей стандартного и исследуемого растворов? Преимущества и недостатки этого метода.
14. Какими требованиями руководствуются при выборе кюветы для анализа?

OŃTÜSTİK QAZAQSTAN MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.18 из 65

15. В каких координатах строят калибровочный график? Каково его назначение?
16. Устройство спектрофотометра и принцип его работы.
17. Перечислите основные характеристики спектральных приборов.
18. Как получают в спектрофотометре монохроматический световой поток?
19. Из какого материала используют кюветы при работе в ультрафиолетовой и видимой областях спектра? Почему?
20. Основные правила работы с кюветами.
21. Какое устройство в спектрофотометре преобразует световую энергию в электрическую?
22. Последовательность операций при измерении оптической плотности на спектрофотометре в видимой и ультрафиолетовой области спектра.
23. Правила работы на КФК, СФ-2000.

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.19 из 65

1. Тема: Анализ лекарственных средств фотоколориметрическим методом.

2. Цель: освоить практические навыки по проведению фотоколориметрического анализа.

3. Задачи обучения:

- дать обучающимся знания об основных принципах использования, порядке организации и проведения фотоколориметрического метода анализа;
- научить обучающихся проводить фотоколориметрический метод анализа.

4. Основные вопросы темы:

1. Краткий исторический экскурс по спектральным методам анализа.
2. Сущность спектральных методов в УФ-, видимой и ИК-областях. Какие интервалы длин волн характерны для каждой области?
3. Что собой представляют спектры поглощения в УФ- и видимой областях?
4. Какова роль хромофорных и ауксохромных группировок в молекуле при снятии спектров поглощения?
5. Применение, возможности и ограничения спектральных методов в анализе органических соединений.

5. Методы обучения и преподавания: контроль знаний, лабораторная работа в парах, написание и защита протокола анализа

На проведение лабораторного занятия отводится 150 минут, которые распределены следующим образом:

№ п/п	Этапы занятия	Время, мин
1	исходный контроль знаний по теме лабораторного занятия	15
2	выполнение лабораторной работы	50
3	написание и защита протокола	15
4	контроль знаний по теме лабораторного занятия	15
5	подведение итогов (выставление оценок)	5

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.20 из 65

Лабораторная работа №1

Провести фотокolorиметрическое определение фурацилина.

1. Методика определения

1.1 Знакомство с инструкцией фотокolorиметра КФК

1.2 Количественное фотометрическое определение фурацилина.

Около 0,02 г (точная навеска) препарата переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, приливают 70-80 мл воды дистиллированной и нагревают на водяной бане при 70-80°C до полного растворения препарата. Полученный раствор охлаждают и доводят водой до метки (раствор А).

К 0,5 мл раствора А прибавляют 7,5 мл воды, 2 мл 0,1 М раствора гидроксида натрия и перемешивают. Через 20 мин измеряют оптическую плотность окрашенного раствора (D_1) с помощью фотокolorиметра в кювете с длиной рабочего слоя 3 мм при синем светофильтре. В качестве раствора сравнения используют воду.

Параллельно проводят реакцию с 0,5 мл 0,02%-ного стандартного раствора фурацилина и измеряют оптическую плотность полученного окрашенного раствора ($D_{ст}$).

Содержание фурацилина в % вычисляют по формуле

$$X = \frac{D_1 \cdot 0,02 \cdot 100 \cdot 0,5 \cdot 10 \cdot 100}{D_{ст} \cdot 0,02 \cdot 100 \cdot 0,5 \cdot 10}$$

Приготовление стандартного раствора. Около 0,02 г фурацилина (точная навеска), соответствующего требованиям ГФ РК, растворяют в 70-80 мл воды в мерной колбе вместимостью 100 мл при нагревании на водяной бане при 70-80°C. После охлаждения объем раствора доводят водой до метки.

Лабораторная работа №2

Провести фотокolorиметрическое определение новокаина.

2. Методика определения

Реактивы. Свежеприготовленный щелочной раствор гидроксиламина: смешивают 1 объем 13,9 % раствора гидроксиламина гидрохлорида и 2 объема 12 % раствора гидроксида натрия; 14 % раствор хлороводородной кислоты; 10 % раствор хлорида железа (III) в 0,1 М растворе хлороводородной кислоты.

Стандартный раствор. В 1 мл стандартного раствора содержится 1 мг новокаина.

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.21 из 65

Раствор сравнения: 0,4 мл щелочного раствора гидроксиламина гидрохлорида, 0,3 мл раствора хлороводородной кислоты, 0,5 мл раствора хлорида железа (III) и 14,8 мл воды.

2.1 Построение калибровочного графика. В ряд пробирок вносят соответственно 0,5, 0,6, 0,7, 0,8 и 0,9 мл стандартного раствора новокаина. Во все пробирки прибавляют воду до 1 мл, а затем по 0,4 мл щелочного раствора гидроксиламина. Далее проводят определение оптической плотности полученных растворов по вышеприведенной методике. Строят калибровочный график зависимости оптической плотности от концентрации новокаина в растворах.

2.2 Количественное фотометрическое определение новокаина. В пробирку вносят 1 мл раствора новокаина (от 0,5 до 0,9 мг препарата в пробе), прибавляют 0,4 мл щелочного раствора гидроксиламина. Жидкость взбалтывают и оставляют на 10-15 мин. Затем прибавляют 0,3 мл раствора хлороводородной кислоты, 0,5 мл раствора хлорида железа (III) и 13,8 мл воды. Оптическую плотность окрашенного в красный цвет раствора измеряют на фотоколориметре при зеленом светофильтре в кювете с толщиной слоя 2 см относительно раствора сравнения.

Содержание новокаина в лекарственной форме находят по калибровочному графику.

6. Литература

основная:

на русском языке

1. Анализ лекарственных препаратов, производных ароматических соединений: Ордабаева С.К.-Шымкент: Типография «Элем».- 2012.-250 с.
2. Государственная фармакопея Республики Казахстан.-Алматы: Издательский дом «Жибек жолы».-2008.-Том 1.-592 с.
3. Государственная фармакопея Республики Казахстан.- Алматы: Издательский дом «Жибек жолы».-2009.-Том 2.-804 с.
4. Государственная фармакопея Республики Казахстан.-Алматы: Издательский дом «Жибек жолы».-2014.-Том 3.-864 с.
5. Руководство по инструментальным методам исследований при разработке и экспертизе качества лекарственных препаратов./ Под.ред. Быковского С.Н., проф., д.х.н. Василенко И.А., к.м.н. Харченко М.И., к.фарм.н. Белова А.Б., к.фарм.н. Шохина И.Е., к.п.н. Дориной Е.А. – М. Изд-во Перо, 2014. – 656с.

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.22 из 65

на казахском языке

1. Дәріс кешені- Фармацевтикалық талдаудың әдістері мен құралдары пәні бойынша: дәріс кешені / фармацевтикалық және токсикологиялық химия кафедрасы. - Шымкент : ОҚМФА, 2016. - 92 бет
2. Қазақстан Республикасының Мемлекеттік фармакопеясы.-Алматы: «Жібек жолы» баспа үйі.-2008.-1 Т.-592 б.
3. Қазақстан Республикасының Мемлекеттік фармакопеясы.-Алматы: «Жібек жолы» баспа үйі.-2008.-2 Т.-792 б.
4. Қазақстан Республикасының Мемлекеттік фармакопеясы.-Алматы: «Жібек жолы» баспа үйі.-2014.-3 Т.-864 б.

электронные ресурсы:

1. Арзамасцев, А. П. Фармацевтическая химия [Электронный ресурс]: учеб. пособие / А. П. Арзамасцев. - Электрон. текстовые дан. (86,7 Мб). - М.: Изд. группа "ГЭОТАР-Медиа", 2011. - 640 с. эл. опт. диск (CD-ROM).
2. Харитонов, Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика - 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа [Электронный ресурс]: учебник / Ю. Я. Харитонов. - Электрон. текстовые дан. (43,1Мб). - М.: ГЭОТАР - Медиа, 2017
3. Харитонов, Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика - 1. Общие теоретические основы. Качественный анализ [Электронный ресурс]: учебник / Ю. Я. Харитонов. - Электрон. текстовые дан. (44,3Мб). - М.: ГЭОТАР - Медиа, 2017. -
4. Харитонов, Ю. Я. Аналитическая химия. Качественный анализ. Титриметрия [Электронный ресурс]: учебник / Ю. Я. Харитонов. - Электрон. текстовые дан. (39,9Мб). - М. : ГЭОТАР - Медиа, 2017.
5. Фармациядағы физикалық-химиялық әдістер. Мамандық: 5В110300-"Фармация" [Электронный ресурс] = Физико-химические методы исследования. Специальность: 5В110300-"Фармация" = Physical and chemical in pharmacy, on the absorption of electromagnetic Radiation : әдістемелік ұсыныс / С. К. Ордабаева [ж. б.] ; ОҚМФА; Фармацевтикалық және токсикологиялық химия каф. - Электрон. текстовые дан. (8,72 Мб). - Шымкент : Б. ж., 2013. - эл. опт. диск

дополнительная:

1. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии : учеб. пособие/ под ред. А. П. Арзамасцева. - 3-е изд. перераб. идоп. ; Допущ. Департаментом мед. учережд. и кадровой политики М-ва здравоохранения РФ. - М. : Медицина, 2001. - 384 с.: ил. - (Учеб. лит. для студ. фарм. вузов и фак.).

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 () стр.23 из 65
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		

2. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии: учебное пособие / под ред. А. П. Арзамасцева. - М., 2004.-208с.
3. Практикум по физико-химическим методам анализа, под ред. О.М. Петрухина.-М., 1986.-316
4. Пилипенко А.Т., Пятницкий И.В. Аналитическая химия.-М., 1990-129с.
5. Физико-химические методы анализа под ред. Алесковского.-М., 1988-412с.
6. Юинг Г. Инструментальные методы химического анализа, пер. с англ.-М., 1989-415с.

7. Методическое обеспечение:

ссылка на лекцию:

<https://docs.google.com/document/d/1r1v1cGpnYmc2Jdkkul7Ad904EVBAaIBE/edit?usp=sharing&ouid=103428168790945926723&rtpof=true&sd=true>

8. Контроль:

1. Какое явление лежит в основе фотоколориметрического анализа?
2. Какие величины связывает между собой закон Бугера-Ламберта-Бера?
3. Что такое оптическая плотность?
4. Перечислите основные узлы фотоэлектроколориметра и укажите их назначение.
5. Для чего используются фотометрические реагенты? Каким требованиям они должны отвечать?
6. Что такое светофильтры? Каково их назначение?
7. В чем заключается выбор светофильтра?
8. Какими требованиями руководствуются при выборе кюветы для анализа?
9. В каких координатах строят калибровочный график? Каково его назначение?
10. В чем заключается принципиальное отличие спектрофотометров от фотоэлектроколориметров?
11. Устройство спектрофотометра и принцип его работы.
12. Как получают в спектрофотометре монохроматический световой поток?
13. Для чего нужны светофильтры?
14. Как правильно выбрать рабочий светофильтр?
15. Из какого материала используют кюветы при работе в ультрафиолетовой и видимой областях спектра? Почему?
16. Основные правила работы с кюветами.
17. Какое устройство в спектрофотометре преобразует световую энергию в электрическую?

OŇTÜSTİK QAZAQSTAN MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.24 из 65

18. Последовательность операций при измерении оптической плотности на спектрофотометре в видимой и ультрафиолетовой области спектра.
19. Правила работы на СФ-2000.
20. Как осуществляется выбор рабочего светофильтра и кюветы?
21. Чем обусловлено избирательное поглощение света молекулами?
22. Единица измерения длины волны в УФ- и ИК-областях спектра.
23. Определение следующих терминов: пропускание, коэффициент пропускания, оптическая плотность, молярный коэффициент светопоглощения.
24. Дайте формулировку законов: закон Бера, Бугера-Ламберта и Бугера-Ламберта-Бера. Какой из них лежит в основе фотометрических методов анализа?
25. Чему равна оптическая плотность раствора при соблюдении основного закона светопоглощения?
26. Что такое спектр поглощения вещества?
27. Определение следующих понятий: хромофор, батохромный, гипсохромный, гиперхромный, гипохромный эффекты.
28. На чем основано определение концентрации растворов с помощью фотометрических методов анализа?
29. Основные этапы определения концентрации исследуемого раствора с помощью метода градуированного графика.
30. Как осуществляют выбор интервала концентраций стандартных растворов при построении калибровочной кривой?
31. В каких случаях использование калибровочной кривой при определении концентрации исследуемого раствора недопустимо?
32. Преимущества метода градуировочного графика в сравнении с другими фотометрическими методами анализа?
33. На чем основано определение концентрации с помощью метода сравнения оптических плотностей стандартного и исследуемого растворов? Преимущества и недостатки этого метода.
34. Как наиболее быстро подобрать светофильтр в фотоколориметрии для окрашенных жидкостей?
35. Можно ли использовать жёлтый светофильтр в фотометрическом определении рибофлавина по естественной окраске?
36. Для целей фотометрирования используется область длин волн:
 - а) соответствующая максимуму поглощения;
 - б) соответствующая минимуму поглощения;
 - в) соответствующая максимальной полуширине пика поглощения;
 - г) соответствующая минимальной полуширине пика поглощения.

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.25 из 65

1. Тема: Анализ лекарственных средств рефрактометрическим методом.

2. Цель: освоить практические навыки по проведению рефрактометрического метода

3. Задачи обучения:

- дать обучающимся знания об основных принципах использования, порядке организации и проведения анализа вещества рефрактометрическим методом;
- научить обучающихся проводить анализ вещества рефрактометрическим методом.

4. Основные вопросы темы:

1. Рефрактометрия. Краткие теоретические основы метода.
2. Общая характеристика рефрактометрического метода анализа.
3. Фактор показателя преломления, способ его определения, факторы, влияющие на его величину.
4. Применение рефрактометрии для идентификации лекарственных средств, для количественного анализа концентрированных растворов и лекарственных препаратов. Достоинства и недостатки метода.
5. Какие величины рассчитывают при рефрактометрии?

5. Методы обучения и преподавания: контроль знаний, лабораторная работа в парах, написание и защита протокола анализа.

На проведение лабораторного занятия отводится 150 минут, которые распределены следующим образом:

№ п/п	Этапы занятия	Время, мин
1	исходный контроль знаний по теме лабораторного занятия	15
2	выполнение лабораторной работы	50
3	написание и защита протокола	15
4	контроль знаний по теме лабораторного занятия	15
5	подведение итогов (выставление оценок)	5

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.26 из 65

РАБОЧЕЕ МЕСТО №1

Провести определение содержания лекарственных веществ в лекарственных формах рефрактометрическим методом:
 Раствор кальция хлорида 5 %
 Раствор магния сульфата 25 %
 Раствор кислоты аскорбиновой 5 %
 Раствор новокаина 0,5 %

Методика определения.

1.1 Знакомство с инструкцией к рефрактометру RL-2.

1.2 Определение фактора показателя преломления F для каждой из указанных лекарственных форм.

Для определения фактора готовят не менее пяти растворов точной концентрации с интервалом в 1 %. Измеряют значения показателей преломления и рассчитывают значения факторов по формуле

$$F = \frac{n - n_0}{C},$$

где n - показатель преломления раствора;

n_0 - показатель преломления воды (растворителя);

C - содержание раствора (для некоторых веществ фактор показателя преломления может изменяться с изменением их содержания), %.

1.3 Установление поправки на температуру. Рефрактометр, дистиллированную воду и один из испытуемых растворов выдерживают в помещении при одинаковой температуре в течение 30-40 мин. Измеряют температуру воды с точностью до $0,1^{\circ}\text{C}$. Определяют с помощью рефрактометра значение показателя преломления одного из указанных растворов. Рассчитывают поправку на температуру по формуле:

$$X = \frac{n - n_{20}}{20 - t},$$

где n – показатель преломления при температуре t ;

n_{20} - показатель преломления при 20°C ;

t – температура, при которой проводились измерения (если значение температуры отличается от 20°C на $5-7^{\circ}\text{C}$, то значение поправки должно быть около 0,0002).

1.4 Определение содержания лекарственных препаратов в испытуемых лекарственных формах. Испытуемый раствор и дистиллированную воду

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.27 из 65

выдерживают рядом с прибором в течение 30 мин для уравнивания температуры. Определяют значения показателей преломления воды и лекарственной формы. Рассчитывают содержание раствора лекарственного вещества по формуле:

$$C = \frac{n - n_0}{F},$$

Сначала для вычисления используют фактор для 1%-ного раствора и по приведенной формуле находят ориентировочное содержание препарата в растворе. Затем вычисления повторяют, используя при этом фактор показателя преломления для раствора с найденным содержанием препарата. Сравнивают полученные результаты с данными, которые находят по справочной таблице зависимости показателя преломления от содержания лекарственного препарата. При этом необходимо учитывать, что табличные данные рассчитаны для температуры 20⁰С. Если измерения выполняют при температуре, отличающейся от этого значения, то проводят расчет с учетом поправки на температуру:

$$n_{20} = n - (20 - t) 0,0002.$$

После внесения поправок, рассчитывают отклонения в содержании лекарственных препаратов и сравнивают с допустимыми нормами отклонений.

6. Литература

основная:

на русском языке

1. Анализ лекарственных препаратов, производных ароматических соединений: Ордабаева С.К.-Шымкент: Типография «Әлем».- 2012.-250 с.
2. Государственная фармакопея Республики Казахстан.-Алматы: Издательский дом «Жибек жолы».-2008.-Том 1.-592 с.
3. Государственная фармакопея Республики Казахстан.- Алматы: Издательский дом «Жибек жолы».-2009.-Том 2.-804 с.
4. Государственная фармакопея Республики Казахстан.-Алматы: Издательский дом «Жибек жолы».-2014.-Том 3.-864 с.
5. Руководство по инструментальным методам исследований при разработке и экспертизе качества лекарственных препаратов./ Под.ред. Быковского С.Н., проф., д.х.н. Василенко И.А., к.м.н. Харченко М.И., к.фарм.н. Белова А.Б., к.фарм.н. Шохина И.Е., к.п.н. Дориной Е.А. – М. Изд-во Перо, 2014. – 656с.

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.28 из 65

на казахском языке

1. Дәріс кешені- Фармацевтикалық талдаудың әдістері мен құралдары пәні бойынша: дәріс кешені / фармацевтикалық және токсикологиялық химия кафедрасы. - Шымкент : ОҚМФА, 2016. - 92 бет
2. Қазақстан Республикасының Мемлекеттік фармакопеясы.-Алматы: «Жібек жолы» баспа үйі.-2008.-1 Т.-592 б.
3. Қазақстан Республикасының Мемлекеттік фармакопеясы.-Алматы: «Жібек жолы» баспа үйі.-2008.-2 Т.-792 б.
4. Қазақстан Республикасының Мемлекеттік фармакопеясы.-Алматы: «Жібек жолы» баспа үйі.-2014.-3 Т.-864 б.

электронные ресурсы:

1. Арзамасцев, А. П. Фармацевтическая химия [Электронный ресурс]: учеб. пособие / А. П. Арзамасцев. - Электрон. текстовые дан. (86,7 Мб). - М.: Изд. группа "ГЭОТАР-Медиа", 2011. - 640 с. эл. опт. диск (CD-ROM).
2. Харитонов, Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика - 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа [Электронный ресурс]: учебник / Ю. Я. Харитонов. - Электрон. текстовые дан. (43,1Мб). - М.: ГЭОТАР - Медиа, 2017
3. Харитонов, Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика - 1. Общие теоретические основы. Качественный анализ [Электронный ресурс]: учебник / Ю. Я. Харитонов. - Электрон. текстовые дан. (44,3Мб). - М.: ГЭОТАР - Медиа, 2017. -
4. Харитонов, Ю. Я. Аналитическая химия. Качественный анализ. Титриметрия [Электронный ресурс]: учебник / Ю. Я. Харитонов. - Электрон. текстовые дан. (39,9Мб). - М. : ГЭОТАР - Медиа, 2017.
5. Фармациядағы физикалық-химиялық әдістер. Мамандық: 5В110300-"Фармация" [Электронный ресурс] = Физико-химические методы исследования. Специальность: 5В110300-"Фармация" = Physical and chemical in pharmacy, on the absorption of electromagnetic Radiation : әдістемелік ұсыныс / С. К. Ордабаева [ж. б.] ; ОҚМФА; Фармацевтикалық және токсикологиялық химия каф. - Электрон. текстовые дан. (8,72 Мб). - Шымкент : Б. ж., 2013. - эл. опт. диск

дополнительная:

1. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии : учеб. пособие/ под ред. А. П. Арзамасцева. - 3-е изд. перераб. и доп. ; Допущ. Департаментом мед. учрежд. и кадровой политики М-ва здравоохранения

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.29 из 65

РФ. - М. : Медицина, 2001. - 384 с.: ил. - (Учеб. лит. для студ. фарм. вузов и фак.).

2. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии: учебное пособие / под ред. А. П. Арзамасцева. - М., 2004.-208с.
3. Практикум по физико-химическим методам анализа, под ред. О.М. Петрухина.-М., 1986.-316
4. Пилипенко А.Т., Пятницкий И.В. Аналитическая химия.-М., 1990-129с.
5. Физико-химические методы анализа под ред. Алесковского.-М., 1988-412с.
6. Юинг Г. Инструментальные методы химического анализа, пер. с англ.-М., 1989-415с.

7. Методическое обеспечение:

ссылка на лекцию:

<https://docs.google.com/document/d/1r1v1cGpnYmc2Jdkkul7Ad904EVBAaIBE/edit?usp=sharing&oid=103428168790945926723&rtfpof=true&sd=true>

8. Контроль:

1. Какое явление лежит в основе рефрактометрического метода?
2. Устройство и принцип работы рефрактометра. Правила работы на рефрактометрах.
3. Что такое показатель преломления, от каких факторов зависит, по какой формуле рассчитывается?
4. Укажите формулу, учитывающую влияние температуры на показатель преломления, поясните ее?
5. Каковы способы расчета концентрации вещества в растворах, содержащих один или два компонента, многокомпонентных растворах?
6. Дайте понятие интерполяции и покажите на конкретном примере.
7. Способы расчета концентрации раствора при рефрактометрическом методе анализа.
8. Возможности метода и ограничения (преимущества и недостатки) при использовании в контроле качества лекарственных средств.
9. Способы расчета концентрации раствора при рефрактометрическом методе анализа.
10. При температуре 25°C показатель преломления раствора равен 1.3372, фактор показателя преломления 0,0016. Рассчитайте концентрацию раствора.
11. Рассчитайте концентрацию раствора кальция хлорида, пользуясь рефрактометрической таблицей, если показатель преломления раствора равен 1.3453. Табличные данные: $n = 1.3445 - 10\%$; $n = 1.3457 - 11.0\%$

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.30 из 65

12. Для определения фактора прироста показателя преломления (F) раствора глюкозы (безводной) приготовлены растворы с концентрацией: 1%. 3%. 5%, 10%. Показатели преломления растворов соответственно равны 1.3344, 1.3373, 1.3401, 1.3472. Рассчитайте фактор.
13. Приведите общую расчёта и сделайте заключение о качестве изготовления 5% раствора глюкозы, если n раствора - 1.3403, а воды - 1.3330. F глюкозы безводной - 0.00142. Содержание глюкозы в 1 мл должно быть от 0,0485 до 0,0515

ОҢТҮСТІК QAZAQSTAN MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ  SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»	
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии	044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»	стр.31 из 65

1. Тема: Анализ лекарственных средств методом тонкослойной хроматографии.

2. Цель: освоить практические навыки по проведению метода тонкослойной хроматографии.

3. Задачи обучения:

- дать обучающимся знания об основных принципах использования, порядке организации и проведения анализа вещества методом тонкослойной хроматографии;
- научить обучающихся проводить анализ вещества методом тонкослойной хроматографии.

4. Основные вопросы темы:

1. Тонкослойная хроматография (ТСХ). Сущность метода.
2. Требования к сорбенту. Выбор сорбента и подвижной фазы в зависимости от химического строения молекул.
3. Качественные параметры, используемые для идентификации органических соединений.
4. Возможности и ограничения применения ТСХ в анализе лекарственных средств.

5. Методы обучения и преподавания: контроль знаний, лабораторная работа в парах, написание и защита протокола анализа

На проведение лабораторного занятия отводится 150 минут, которые распределены следующим образом:

№ п/п	Этапы занятия	Время, мин
1	исходный контроль знаний по теме лабораторного занятия	15
2	выполнение лабораторной работы	50
3	написание и защита протокола	15
4	контроль знаний по теме лабораторного занятия	15
5	подведение итогов (выставление оценок)	5

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.32 из 65

Техника проведения эксперимента методом ТСХ

Основное оборудование для ТСХ. Для проведения анализа применяют пластины марки «Сорбфил» или «Силуфол» с УФ-индикатором: ПТСХ-АФ-В-УФ (с подложкой из алюминиевой фольги) или ПТСХ-П-В-УФ (с полимерной подложкой) размером 10×10 см или 10×15 см.

Хроматографическая камера 150×120×80 мм используется для пластин 10×10 см, камера 190×195×65 мм может использоваться как для пластин 10×10 см, так и 10×15 см.

Микрошприц применяется для нанесения анализируемых растворов на пластину.

Для ускоренной сушки пластин (как после нанесения анализируемых растворов, так и после хроматографирования) можно применять нагревательное устройство УСП-1.

Для определения положения пятен анализируемых веществ (детектирование) после хроматографирования применяется УФ-облучатель УФС-254/365 (ТУ 42154-004-16943778-99).

ПРИНЦИП ТСХ. На поверхности пластины осторожно, чтобы не повредить слой сорбента, намечают (например, карандашом) *линию старта* и *линию финиша*. На линию старта наносят (микрошприцем) пробу раствора испытуемого препарата и рядом пробу раствора сравнения. Раствор сравнения содержит образец искомого действующего вещества. После нанесения проб дают возможность испариться растворителю с поверхности пластины, после чего нижний край пластины (то есть со стороны линии старта) помещают в ПФ, заполняющую дно хроматографической камеры. ПФ представляет собой специально подобранный для конкретного случая растворитель или смесь растворителей. Под действием капиллярных сил ПФ самопроизвольно перемещается вдоль пластины от стартовой линии до линии финиша, увлекая за собой лекарственные вещества, содержащиеся в пробах. После достижения ПФ линии финиша хроматографирование прерывают, извлекая пластину из хроматографической камеры. Пластину высушивают и определяют положение пятен веществ на ее поверхности путем облучения пластины в УФ-камере.

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		
044 -55/ 15 ()		
стр.33 из 65		

Если пятно, полученное от испытуемого раствора, находится на одном

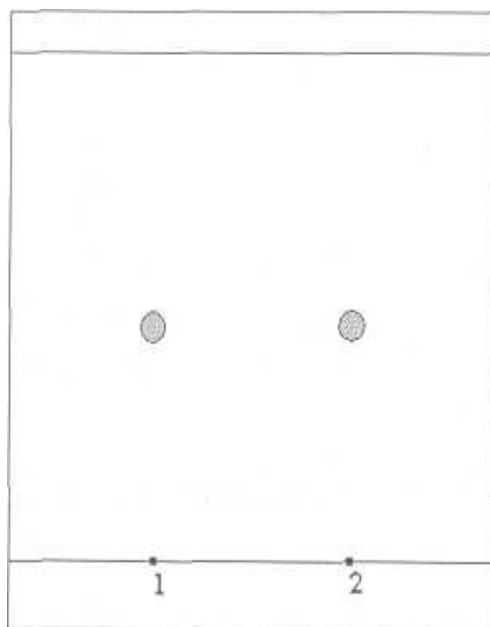


Рис. 1.

- 1- проба раствора сравнения;
 2- проба испытуемого раствора

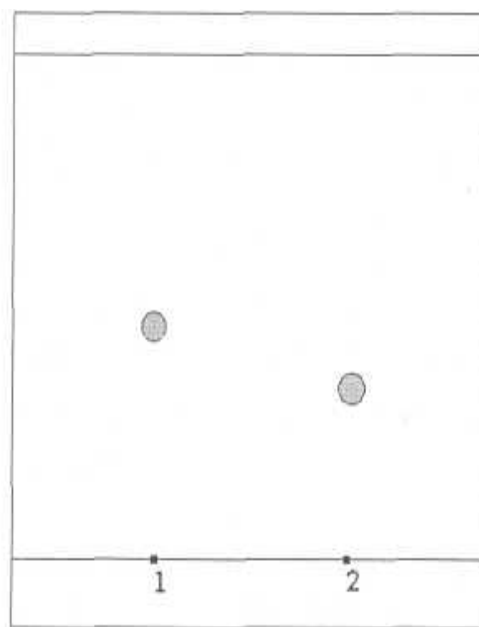


Рис. 2.

уровне с пятном от раствора сравнения, это с большой вероятностью означает, что данные растворы содержат одно и то же действующее вещество и это свидетельствует об обнаружении испытуемого вещества (рис. 1). Если же пятно от испытуемого раствора значительно отличается по положению от пятна раствора сравнения или вообще отсутствует, то это говорит об отсутствии испытуемого вещества (рис. 2).

Активация пластин. Для повышения точности анализов рекомендуется проводить активацию пластин. Для этого в хроматографическую камеру наливают ацетон или 10% раствор аммиака (30 мл для камеры 150×120×80 мм или 50 мл для камеры 190×195×65 мм). Пластины помещают в камеру и накрывают крышкой. Фронт растворителя должен достичь ее верхнего края. После этого пластину с помощью пинцета (необходимо избегать прикосновения руками к слою сорбента) извлекают из хроматографической камеры и высушивают с помощью устройства УСП-1 при температуре 100°C в течение 60 мин (или выдерживают в сушильном шкафу при температуре 100°C в течение 60 мин).

В том случае, если пластины не используют немедленно после активации, их хранят в эксикаторе над слоем осушителя (например, прокаленного кальция хлорида или высушенного силикагеля) или в плотно закрытом полиэтиленовом пакете.

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		044 -55/ 15 () стр.34 из 65

Примечание. Перед активацией в левом верхнем углу пластины карандашом рисуют стрелку (рис. 3), показывающую направление движения растворителя, чтобы при хроматографировании оно было таким же, как и при активации пластин.

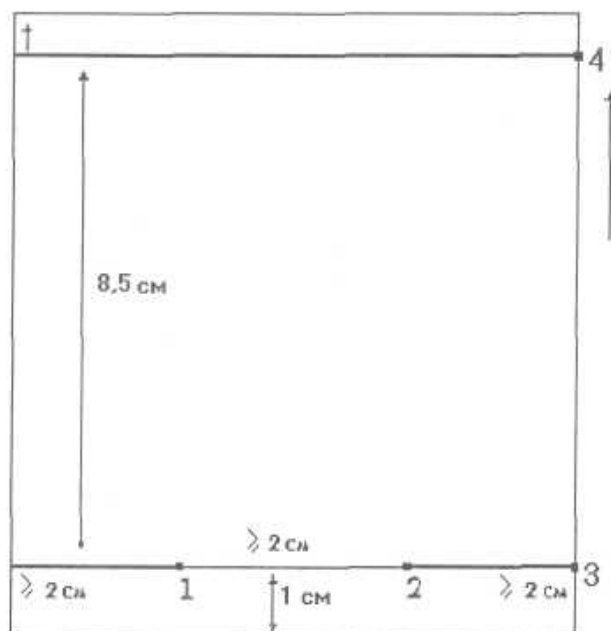


Рис. 3. Разметка пластины:

1 - проба раствора сравнения:

2 - проба испытуемого раствора;

Для ускорения анализа можно использовать две камеры: одну для активации пластин, другую - для последующего хроматографирования.

Приготовление подвижной фазы. В коническую колбу добавляют указанные в каждом конкретном случае растворители. Их добавление осуществляют при постоянном перемешивании для получения однородного прозрачного раствора. Дозирование компонентов ПФ следует проводить с помощью мерного цилиндра. Общий объем ПФ составляет около 30 мл для хроматографической камеры 150×120×80 мм и около 50 мл для хроматографической камеры 190×195×65 мм.

Готовить ПФ необходимо непосредственно перед проведением анализа. Заблаговременное приготовление ПФ (за день, за ночь) не допускается.

Использовать одну порцию ПФ для последовательного проведения двух и более анализов нельзя. В этом случае можно приготовить рассчитанный больший объем ПФ (с небольшим запасом) и для каждого анализа отбирать от него порцию 30 или 50 мл.

Насыщение хроматографической камеры. Перед хроматографированием необходимо проводить насыщение хроматографической камеры парами ПФ. Для этого приготовленную ПФ выливают в камеру, накрывают крышкой и выдерживают не менее 20 мин. Только после этого в камеру помещают пластину с нанесенными пробами.

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.35 из 65

Нанесение проб. Карандашом аккуратно, чтобы не повредить слой сорбента, помечают на активированной пластине линию старта на расстоянии 1 см от нижнего края пластины и линию финиша на расстоянии 8,5 см от линии старта (рис. 3) таким образом, чтобы направление движения ПФ было таким же, как и при активации пластины (метка в левом верхнем углу).

Пробы испытуемого раствора и раствора сравнения наносят на линию старта с помощью микрошприца, осторожно касаясь слоя сорбента. При этом пробы наносят таким образом, чтобы расстояние от места нанесения до левого (раствор сравнения) или правого (испытуемый раствор) края пластины составляло не менее 2 см. Расстояние между двумя соседними пятнами также должно быть не менее 2 см (рис. 3). Подобным образом на пластину 10×10 см или 10×15 см можно нанести, например, раствор сравнения и 3 испытуемых раствора, приготовленных из трех различных препаратов, содержащих одно действующее вещество (при массовых анализах).

При нанесении проб надо стремиться получать компактные «стартовые пятна» диаметром не более 4-5 мм, что повышает эффективность и четкость разделения. Для этого следует использовать дробное нанесение (по частям) с сушкой пластин до полного испарения растворителя.

Рекомендуется перед началом хроматографирования срезать углы в нижней части пластины на расстоянии 6-8 мм от края под углом 45° для обеспечения равномерного подъема фронта растворителя.

Примечание. Перед нанесением, между нанесениями, а также после нанесения проб микрошприц необходимо тщательно промывать в метиловом или этиловом спирте не менее 5 раз для предотвращения его загрязнения и смешения проб между собой.

При наличии на краях пластины сколов сорбционного слоя необходимо ровно обрезать эти повреждения острыми ножницами.

Развитие хроматограммы (хроматографирование). При хроматографировании камера должна находиться на устойчивой поверхности, исключающей ее колебания. Пластину с нанесенными пробами помещают с помощью пинцета в хроматографическую камеру, слегка отодвигая ее крышку, таким образом, чтобы уровень ПФ был ниже линии старта. Помещение пластины в камеру необходимо проводить аккуратно и быстро, по возможности как можно меньше отодвигая крышку, чтобы не нарушить установившееся при насыщении равновесие. Крышку камеры плотно закрывают и, более не двигая камеру, проводят хроматографирование до тех пор, пока фронт растворителя не дойдет до линии финиша. После этого пластину вынимают из камеры с помощью пинцета и помещают на предварительно нагретое устройство для

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		044 -55/ 15 () стр.36 из 65

сушки пластин УСП-1 (или сушильный шкаф), что обеспечивает ускоренное удаление растворителя с поверхности пластины.

Проявление хроматограммы (детектирование пятен). Пятна анализируемых веществ на поверхности пластины можно увидеть при ее облучении УФ-светом.

Высушенную пластину помещают в облучатель хроматографический УФС-254/365 и рассматривают пятна веществ в свете УФ-лампы при 254 нм.

РАБОЧЕЕ МЕСТО №1 Провести определение субстанции новокаина гидрохлорида методом тонкослойной хроматографии

Методика определения. 0,2 г субстанции новокаина гидрохлорида растворяют в 0,6 мл воды, затем разводим 96% спиртом до 10мл.

20 мкл (400мкг) исследуемого лекарственного препарата и 20 мкл раствор сравнения (0,2мкг анестезина), наносят на линию старта хроматографической пластинки, покрытую силикагелем 60 F254. Пластинку сушат на воздухе, затем помещают в хроматографическую камеру с безол-ацетоном (4:1) и хроматографируют. Когда неподвижная фаза достигает краев пластинки, ее вынимают из камеры, сушат, а затем исследуют на УФ - лампе при длине волны 254 нм.

Полученные хроматографические пятна исследуемого раствора не должны иметь посторонних примесей, и не отличаться интенсивностью и размерами от пятен раствора сравнения (не более 0,005%)

РАБОЧЕЕ МЕСТО №2 Провести определение субстанции метилурацила методом тонкослойной хроматографии

Методика определения. 0,1г субстанции растворяют в 1мл 96% спирта, затем разбавляем с 1мл воды.

Раствор сравнения. 0,5мл исследуемого раствора доводят до 250мл.

5 мкл(250 мкг) исследуемого раствора, 5 мкл (0,5 мкг) и 2,5 (0,25 мкг) раствора сравнения помещаем на линию старта хроматографической пластинки, покрытую силикагелем 60 F254. Пластинку сушим, затем помещаем в камеру со смесью холодной уксусной кислоты - воды-бутанола (1:1:4) и хроматографируем. Когда неподвижная фаза достигает линии финиша, пластинку вынимают из камеры, сушат, затем исследуют в УФ - свете при длине волны 254нм.

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.37 из 65

Полученные хроматографические пятна исследуемого раствора не должны иметь посторонних примесей, и не отличаться интенсивностью и размерами от пятен раствора сравнения (0,5) (не более 0,2 %). Если хроматографические пятна раствора сравнения четко видны (0,25 мкг), значит хроматография сделана правильно.

6. Литература

основная:

на русском языке

1. Анализ лекарственных препаратов, производных ароматических соединений: Ордабаева С.К.-Шымкент: Типография «Әлем».- 2012.-250 с.
2. Государственная фармакопея Республики Казахстан.-Алматы: Издательский дом «Жибек жолы».-2008.-Том 1.-592 с.
3. Государственная фармакопея Республики Казахстан.- Алматы: Издательский дом «Жибек жолы».-2009.-Том 2.-804 с.
4. Государственная фармакопея Республики Казахстан.-Алматы: Издательский дом «Жибек жолы».-2014.-Том 3.-864 с.
5. Руководство по инструментальным методам исследований при разработке и экспертизе качества лекарственных препаратов./ Под.ред. Быковского С.Н., проф., д.х.н. Василенко И.А., к.м.н. Харченко М.И., к.фарм.н. Белова А.Б., к.фарм.н. Шохина И.Е., к.п.н. Дориной Е.А. – М. Изд-во Перо, 2014. – 656с.

на казахском языке

1. Дәріс кешені- Фармацевтикалық талдаудың әдістері мен құралдары пәні бойынша: дәріс кешені / фармацевтикалық және токсикологиялық химия кафедрасы. - Шымкент : ОҚМФА, 2016. - 92 бет
2. Қазақстан Республикасының Мемлекеттік фармакопеясы.-Алматы: «Жібек жолы» баспа үйі.-2008.-1 Т.-592 б.
3. Қазақстан Республикасының Мемлекеттік фармакопеясы.-Алматы: «Жібек жолы» баспа үйі.-2008.-2 Т.-792 б.
4. Қазақстан Республикасының Мемлекеттік фармакопеясы.-Алматы: «Жібек жолы» баспа үйі.-2014.-3 Т.-864 б.

5. электронные ресурсы:

6. Арзамасцев, А. П. Фармацевтическая химия [Электронный ресурс]: учеб. пособие / А. П. Арзамасцев. - Электрон. текстовые дан. (86,7 Мб). - М.: Изд. группа "ГЭОТАР-Медиа", 2011. - 640 с. эл. опт. диск (CD-ROM).
7. Харитонов, Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика - 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.38 из 65

[Электронный ресурс]: учебник / Ю. Я. Харитонов. - Электрон. текстовые дан. (43,1Мб). - М.: ГЭОТАР - Медиа, 2017

8. Харитонов, Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика - 1. Общие теоретические основы. Качественный анализ [Электронный ресурс]: учебник / Ю. Я. Харитонов. - Электрон. текстовые дан. (44,3Мб). - М.: ГЭОТАР - Медиа, 2017. -
9. Харитонов, Ю. Я. Аналитическая химия. Качественный анализ. Титриметрия [Электронный ресурс]: учебник / Ю. Я. Харитонов. - Электрон. текстовые дан. (39,9Мб). - М. : ГЭОТАР - Медиа, 2017.
10. Фармациядағы физикалық-химиялық әдістер. Мамандық: 5B110300-"Фармация" [Электронный ресурс] = Физико-химические методы исследования. Специальность: 5B110300-"Фармация" = Physical and chemical in pharmacy, on the absorption of electromagnetic Radiation : әдістемелік ұсыныс / С. К. Ордабаева [ж. б.] ; ОКМФА; Фармацевтикалық және токсикологиялық химия каф. - Электрон. текстовые дан. (8,72 Мб). - Шымкент : Б. ж., 2013. - эл. опт. диск

дополнительная:

1. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии : учеб. пособие/ под ред. А. П. Арзамасцева. - 3-е изд. перераб. и доп. ; Допущ. Департаментом мед. учережд. и кадровой политики М-ва здравоохранения РФ. - М. : Медицина, 2001. - 384 с.: ил. - (Учеб. лит. для студ. фарм. вузов и фак.).
2. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии: учебное пособие / под ред. А. П. Арзамасцева. - М., 2004.-208с.
3. Практикум по физико-химическим методам анализа, под ред. О.М. Петрухина.-М., 1986.-316
4. Пилипенко А.Т., Пятницкий И.В. Аналитическая химия.-М., 1990-129с.
5. Физико-химические методы анализа под ред. Алесковского.-М., 1988-412с.
6. Юинг Г. Инструментальные методы химического анализа, пер. с англ.-М., 1989-415с.

7. Методическое обеспечение:

ссылка на лекцию:

<https://docs.google.com/document/d/1r1v1cGpnYmc2Jdkkul7Ad904EVBAaIBE/edit?usp=sharing&oid=103428168790945926723&rtpof=true&sd=true>

8. Контроль:

1. Как обнаруживают и идентифицируют компоненты на бумажных и тонкослойных хроматограммах?

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.39 из 65

2. Какие методы позволяют хроматографировать одновременно несколько образцов?
3. Механизмы сорбции (адсорбция, абсорбция), десорбции.
4. Классификация хроматографических методов по механизму разделения исследуемых веществ.
5. Классификация хроматографии по технике выполнения.
6. Основные стадии (этапы) проведения хроматографии в тонком слое сорбента.
7. Факторы, влияющие на воспроизводимость тонкослойной хроматографии.
8. Характеристики сорбентов, используемых в ТСХ.
9. Требования к пластинкам, используемым в ТСХ для нанесения сорбента.
10. Выбор сорбента для ТСХ.
11. Выбор подвижной фазы для ТСХ.
12. Хроматограмма. Способы обнаружения (детектирования) веществ на хроматограмме при ТСХ.
13. Качественные параметры ТСХ (R_f , R_s). Факторы, влияющие на значения R_f , R_s .
14. Хроматографическая камера. Приемы насыщения хроматографической камеры парами подвижной фазы.
15. Применение ТСХ для количественных измерений.
16. Возможности и ограничения применения метода ТСХ в фармации.

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.40 из 65

1. Тема: Анализ лекарственных средств методом высокоэффективной жидкостной хроматографии.

2. Цель: освоить практические навыки по проведению метода высокоэффективной жидкостной хроматографии

3. Задачи обучения:

- дать обучающимся знания об основных принципах использования, порядке организации и проведения анализа вещества методом высокоэффективной жидкостной хроматографии;
- научить обучающихся проводить анализ вещества методом высокоэффективной жидкостной хроматографии.

4. Основные вопросы темы:

1. Высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ). Сущность метода.
2. Классификация методов в зависимости: от масштаба используемых колонок; от механизма разделения; от природы неподвижной и подвижной фаз; от агрегатного состояния неподвижной фазы.
3. Выбор сорбента и подвижной фазы для ВЭЖХ.
4. Детекторы, используемые при ВЭЖХ.
5. Возможности и ограничения применения ВЭЖХ в фармации.

5. Методы обучения и преподавания: контроль знаний, лабораторная работа в парах, написание и защита протокола анализа

На проведение лабораторного занятия отводится 150 минут, которые распределены следующим образом:

№ п/п	Этапы занятия	Время, мин
1	исходный контроль знаний по теме лабораторного занятия	5
2	выполнение лабораторной работы	110
3	написание и защита протокола	15
4	контроль знаний по теме лабораторного занятия	15
5	подведение итогов (выставление оценок)	5

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.41 из 65

РАБОЧЕЕ МЕСТО №1

Провести качественное и количественное определение примесей салициловой кислоты в кислоте ацетилсалициловой методом обращенно-фазовой ВЭЖХ

Этапы работы:

1. Проведение хроматографирования растворов кислоты ацетилсалициловой (аспирина) и кислоты салициловой.
2. Качественный анализ хроматограммы аспирина и определение количества примеси салициловой кислоты.

Аппаратура, условия и объекты хроматографирования

1. Жидкостный хроматограф «Милихром».
2. Хроматографическая стальная колонка (62x2 мм), заполненная сорбентом с обращенной фазой (C_{18} с размером зерен 5 мкм).
3. Элюент - 40% раствор этанола в 1% растворе уксусной кислоты.
4. Скорость потока элюента - 50мкл/мин.
5. Детектор - спектрофотометрический.
6. Длина волны при записи хроматограммы - 280 нм.
7. Диапазон чувствительности - 0,8.
8. Скорость диаграммной ленты -180 мм/ч.
9. Ацетилсалициловая кислота (аспирин).
10. Салициловая кислота марки «х.ч.».
11. Растворы уксусной кислоты 1% и 5%.

Выполнение работы.

Перед началом работы подготовленную подвижную фазу надо дегазировать - освободить от растворенного воздуха, который нарушает нормальную работу хроматографа, вызывая дрейф нулевой линии, снижая уровень адсорбции. Дегазацию проводят потоком гелия через элюент в течение 3-5 минут

Приготовление растворов для хроматографирования. Для работы необходимы растворы салициловой кислоты концентрацией 1 мг/мл и аспирин с концентрацией 4 мг/мл, которые готовят по точной навеске, взятой на аналитических весах (необходимый объем раствора определяет преподаватель).

Растворителем является элюент - 40% раствор этанола в 1% растворе уксусной кислоты. Для приготовления подвижной фазы смешивают 40 мл этилового спирта и 60 мл 1% раствора уксусной кислоты, которую готовят

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.42 из 65

методом разбавления из ледяной уксусной кислоты. Для проведения хроматографирования готовят 5% раствор уксусной кислоты.

Проведение хроматографирования. Включают хроматограф согласно инструкции. Задают условия хроматографирования - длину волны, чувствительность, время измерения, скорость диаграммной ленты. Заполняют насос и колонку элюентом, задают скорость подачи элюента. Затем хроматографируют раствор аспирина и салициловой кислоты. Для этого в устройство для ввода пробы набирают 10 мкл 5% раствора уксусной кислоты (для создания оптимальной величины рН сорбции), 5 мкл раствора салициловой кислоты и 10 мкл 5% раствора уксусной кислоты. Проводят хроматографирование. Пик салициловой кислоты должен занимать не более 30% ширины диаграммной ленты. Если на хроматограмме пик будет значительно больше или меньше этой величины, то изменяют объем пробы или диапазон чувствительности. При уточненных условиях снимают две, три хроматограммы салициловой кислоты и ацетилсалициловой кислоты. Набор пробы раствора аспирина проводят таким же образом, как и салициловую кислоту. (На хроматограмме аспирина пик ацетилсалициловой кислоты «зашкален»).

Обработка результатов

1. Проводят идентификацию пика салициловой кислоты на хроматограмме аспирина по равенству времени удерживания на хроматограмме индивидуального компонента и в анализируемой пробе. Время удерживания t_R рассчитывают из хроматограммы

$$t_R = l_R / V,$$

где l_R - расстояние на хроматограмме от момента ввода пробы до вершины пика, см;

V - скорость движения диаграммной ленты, см./мин.

2. Рассчитывают содержание салициловой кислоты в аспирине. Вычисление содержания примеси основано на измерении высот пиков салициловой кислоты на хроматограмме индивидуального раствора салициловой кислоты (h_c , см) и анализируемого раствора (h_a , см). Так как концентрация раствора салициловой кислоты в стандартном растворе известна, то содержание салициловой кислоты в аспирине в процентах будет

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.43 из 65

$$C_{ca}\% = \frac{h_a C_c V_c}{h_c C_a^{исх} V_a} 100$$

где h_a - высота пика салициловой кислоты в анализируемом растворе ацетилсалициловой кислоты, см;

h_c - высота пика салициловой кислоты в стандартном растворе, см;

C_c - концентрация стандартного раствора салициловой кислоты мг/мл;

$C_a^{исх}$ - концентрация анализируемого раствора ацетилсалициловой кислоты, мл/мл;

V_c - объем пробы стандартного раствора салициловой кислоты, мкл;

V_a - объем пробы анализируемого раствора ацетилсалициловой кислоты, взятой для анализа, мкл;

Полученные данные заносят в таблицу и делают заключение о качестве лекарственного препарата - ацетилсалициловой кислоты.

Таблица 1 - Результаты определения содержания салициловой кислоты в ацетилсалициловой кислоте

N хр- мы	Салициловая кислота	C мл/мл	V, об.пр., см ³	h, см	h, ср. см	Ci, %	Ci ср, %
1 2 3	Стандартный раствор						
1 2 3	Анализируемый раствор						

6. Литература

основная:

на русском языке

1. Анализ лекарственных препаратов, производных ароматических соединений: Ордабаева С.К.-Шымкент: Типография «Әлем».- 2012.-250 с.
2. Государственная фармакопея Республики Казахстан.-Алматы: Издательский дом «Жибек жолы».-2008.-Том 1.-592 с.
3. Государственная фармакопея Республики Казахстан.- Алматы: Издательский дом «Жибек жолы».-2009.-Том 2.-804 с.

OÑTÜSTİK QAZAQSTAN MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.44 из 65

4. Государственная фармакопея Республики Казахстан.-Алматы: Издательский дом «Жибек жолы».-2014.-Том 3.-864 с.
5. Руководство по инструментальным методам исследований при разработке и экспертизе качества лекарственных препаратов./ Под.ред. Быковского С.Н., проф., д.х.н. Василенко И.А., к.м.н. Харченко М.И., к.фарм.н. Белова А.Б., к.фарм.н. Шохина И.Е., к.п.н. Дориной Е.А. – М. Изд-во Перо, 2014. – 656с.

на казахском языке

1. Дәріс кешені- Фармацевтикалық талдаудың әдістері мен құралдары пәні бойынша: дәріс кешені / фармацевтикалық және токсикологиялық химия кафедрасы. - Шымкент : ОҚМФА, 2016. - 92 бет
2. Қазақстан Республикасының Мемлекеттік фармакопеясы.-Алматы: «Жібек жолы» баспа үйі.-2008.-1 Т.-592 б.
3. Қазақстан Республикасының Мемлекеттік фармакопеясы.-Алматы: «Жібек жолы» баспа үйі.-2008.-2 Т.-792 б.
4. Қазақстан Республикасының Мемлекеттік фармакопеясы.-Алматы: «Жібек жолы» баспа үйі.-2014.-3 Т.-864 б.

электронные ресурсы:

1. Арзамасцев, А. П. Фармацевтическая химия [Электронный ресурс]: учеб. пособие / А. П. Арзамасцев. - Электрон. текстовые дан. (86,7 Мб). - М.: Изд. группа "ГЭОТАР-Медиа", 2011. - 640 с. эл. опт. диск (CD-ROM).
2. Харитонов, Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика - 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа [Электронный ресурс]: учебник / Ю. Я. Харитонов. - Электрон. текстовые дан. (43,1Мб). - М.: ГЭОТАР - Медиа, 2017
3. Харитонов, Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика - 1. Общие теоретические основы. Качественный анализ [Электронный ресурс]: учебник / Ю. Я. Харитонов. - Электрон. текстовые дан. (44,3Мб). - М.: ГЭОТАР - Медиа, 2017. -
4. Харитонов, Ю. Я. Аналитическая химия. Качественный анализ. Титриметрия [Электронный ресурс]: учебник / Ю. Я. Харитонов. - Электрон. текстовые дан. (39,9Мб). - М. : ГЭОТАР - Медиа, 2017.
5. Фармациядағы физикалық-химиялық әдістер. Мамандық: 5В110300-"Фармация" [Электронный ресурс] = Физико-химические методы исследования. Специальность: 5В110300-"Фармация" = Physical and chemical in pharmacy, on the absorption of electromagnetic Radiation : әдістемелік ұсыныс / С. К. Ордабаева [ж. б.] ; ОҚМФА; Фармацевтикалық және токсикологиялық химия каф. - Электрон. текстовые дан. (8,72 Мб). - Шымкент : Б. ж., 2013. - эл. опт. диск

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.45 из 65

дополнительная:

1. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии : учеб. пособие/ под ред. А. П. Арзамасцева. - 3-е изд. перераб. идоп. ; Допущ. Департаментом мед. учережд. и кадровой политики М-ва здравоохранения РФ. - М. : Медицина, 2001. - 384 с.: ил. - (Учеб. лит. для студ. фарм. вузов и фак.).
2. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии: учебное пособие / под ред. А. П. Арзамасцева. - М., 2004.-208с.
3. Практикум по физико-химическим методам анализа, под ред. О.М. Петрухина.-М., 1986.-316
4. Пилипенко А.Т., Пятницкий И.В. Аналитическая химия.-М., 1990-129с.
5. Физико-химические методы анализа под ред. Алесковского.-М., 1988-412с.
6. Юинг Г. Инструментальные методы химического анализа, пер. с англ.-М., 1989-415с.

7. Контроль:

1. Метод ВЭЖХ основан на ...
 - а) различной адсорбции компонентов смеси на твёрдом сорбенте;
 - б) различном распределении компонентов между двумя жидкими фазами при прохождении одной из них через колонку под давлением;
 - с) различном распределении компонентов смеси между потоком газа-носителя и твёрдым сорбентом, находящимся в колонке.
2. В блок-схему хроматографа в методе ВЭЖХ входят ...
 - а) сосуд для подвижной фазы, насос, фильтр, термостат, инжектор, колонка, детектор, самописец;
 - б) баллон с газом-носителем, испаритель, термостат, инжектор, колонка, детектор, самописец;
 - с) сосуд для неподвижной фазы, термостат, устройство для ввода пробы, колонка, детектор, самописец;
 - д) баллон с газом-носителем, инжектор, испаритель, насос, колонка, детектор, самописец.
3. Дозировку пробы осуществляют ...
 - а) шприцем;
 - б) автоматическим дозатором;
 - с) микропипеткой;
 - д) введением пробы в виде таблетки.

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.46 из 65

4. Сорбентом, применяемым в ВЭЖХ является ...
 - a) активированный уголь;
 - b) силасорб;
 - c) полисорб;
 - d) сепарон.

5. Материалом, из которого изготавливают колонки для ВЭЖХ является ...
 - a) стекло;
 - b) нержавеющей сталь;
 - c) алюминий;
 - d) тефлон.

6. Принцип, на котором основана работа рефрактометрического детектора - ...
 - a) излучение света;
 - b) люминесценция определяемых веществ;
 - c) поглощение света;
 - d) преломление света.

7. На эффективность разделения компонентов жидкостного хроматографа оказывает наибольшее влияние блок - ...
 - a) дозатор;
 - b) насос;
 - c) детектор;
 - d) колонка.

8. Идентификацию веществ при ГЖХ, ВЭЖХ проводят ...
 - a) по температуре кипения и диэлектрической проницаемости;
 - b) по площади хроматографического пика;
 - c) по времени удерживания, исследованию зон в колонке методами спектрального или химического анализа;
 - d) подключением спектрального анализатора к колонке.

9. Количественный анализ включает...
 - a) ввод пробы, расчет времени удерживания;
 - b) разделение, расчет состава смеси;
 - c) градуировку прибора, разделение, измерение площади пиков;
 - d) ввод пробы, разделение, расчет индекса удерживания.

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.47 из 65

10. В количественном анализе наиболее часто применяется параметр хроматографического пика - ...
 - a) высота пика;
 - b) ширина пика на уровне нулевой линии;
 - c) ширина пика на уровне полувысоты;
 - d) площадь пика.
11. Основным преимуществом УФ-детектора является ...
 - a) селективность;
 - b) возможность определения большого числа органических соединений;
 - c) низкий предел обнаружения;
 - d) стабильность нулевой линии.
12. Наиболее часто применяемым параметром удерживания является ...
 - a) абсолютное время;
 - b) относительное время;
 - c) относительный объем;
 - d) абсолютный объем.
13. Для автоматического вычисления площади пика применяется блок жидкостного хроматографа - ...
 - a) электронный усилитель;
 - b) самописец;
 - c) интегратор;
 - d) электрометр.
14. Преимуществом ВЭЖХ по сравнению с методом газожидкостной хроматографии является ...
 - a) низкий предел обнаружения;
 - b) возможность определения нелетучих и труднокипящих соединений;
 - c) селективность определения;
 - d) надежность прибора в эксплуатации.
15. Механизм разделения веществ в методе газожидкостной хроматографии заключается в ...
 - a) адсорбции на поверхности неподвижной фазы;
 - b) распределении между двумя несмешивающимися фазами;
 - c) обратимом обмене ионами между определяемым

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.48 из 65

- веществом, неподвижной и подвижной фазами;
- d) химическом взаимодействии определяемого вещества с подвижной фазой.
16. Блок-схемой газожидкостного хроматографа является ...
- сосуд для подвижной фазы, насос, колонка, детектор;
 - баллон с газом-носителем, инжектор, колонка, детектор, самописец;
 - баллон с газом-носителем, термостат, испаритель, инжектор, колонка, детектор, самописец;
 - сосуд для неподвижной фазы, термостат, инжектор, насос, колонка.
17. Параметром, характеризующим хроматографическую колонку является ...
- длина;
 - материал колонки;
 - химический состав твердого носителя;
 - природа неподвижной фазы.
18. Время удерживания - это время, прошедшее от начала ввода пробы до ...
- появления на выходе из колонки зоны соответствующего компонента с максимальной концентрацией;
 - начала сигнала детектора;
 - окончания сигнала детектора;
 - последнего максимального сигнала детектора.
19. Детектор предназначен для ...
- равномерного перемещения анализируемой пробы в колонке;
 - регистрации компонентов анализируемой смеси;
 - введения пробы в хроматограф;
 - полного разделения компонентов анализируемой пробы.
20. Основой качественного анализа в газовой хроматографии служит величина ...
- время удерживания;
 - высота пика;
 - площадь пика;
 - ширина пика.

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.49 из 65

21. Площадь хроматографического пика характеризует ...
 - a) качественный состав пробы;
 - b) количественное содержание отдельных компонентов в пробе;
 - c) содержание жидкой фазы в твердом носителе;
 - d) полноту разделения.

22. Газом-носителем в газовой хроматографии является...
 - a) газ, проходящий через ячейку катарометра одновременно с анализируемым газом;
 - b) анализируемая газовая смесь;
 - c) газ, используемый для перемещения анализируемой смеси вдоль колонки и ее разделения;
 - d) воздух.

23. Газо-адсорбционную хроматографию от газожидкостной отличает ...
 - a) аппаратное оформление;
 - b) механизм разделения;
 - c) объекты анализа;
 - d) детекторы.

24. В качестве газа-носителя в ГХ применяют ...
 - a) гелий;
 - b) воздух;
 - c) азот;
 - d) аргон;
 - e) пропан.

25. В фармацевтическом анализе ВЭЖХ, ГЖХ и ГХ применяют при ...
 - a) установлении подлинности лекарственных веществ;
 - b) испытании на чистоту;
 - c) исследовании сложных смесей;
 - d) количественном определении компонентов сложных смесей;
 - e) исследовании стабильности лекарственных веществ в процессе хранения.

17. Что такое мертвый объем колонки? Какие объемы он в себя включает?

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.50 из 65

18. Почему в хроматографическую колонку вводят обычно малые количества определяемых соединений?
19. Что такое относительный удерживаемый объем и относительное время удерживания?
20. Что такое стандартное отклонение хроматографического пика? В каких единицах измеряется эта величина?
21. Что является наиболее важной причиной размывания хроматографического пика?
22. Почему пик неудерживаемого компонента может быть асимметричным?
23. Как экспериментально определить высоту, эквивалентную теоретической тарелке?
24. Какая из теорий хроматографии дает основу для оптимизации хроматографического процесса?
25. Назовите три способа детектирования в газовой и жидкостной хроматографии.
26. Какие детекторы предпочтительнее в хроматографическом анализе – универсальные или селективные?
27. Величина сигнала каких детекторов в газовой хроматографии зависит от природы газа-носителя?
28. Почему при использовании в качестве детектора катарометра теплопроводность газа-носителя должна быть как можно большей?
29. Какие параметры хроматографического пика используют для количественного анализа?
30. Перечислите основные методы количественного хроматографического анализа. В каких случаях используют тот или иной метод?
31. В каких случаях в количественном хроматографическом анализе измеряют высоту пика, площадь пика?
32. Перечислите способы измерения площади хроматографического пика.
33. В каких координатах строят градуировочный график, чтобы некоторое изменение экспериментальных условий (температуры, скорости потока и др.) не оказывало влияния на количественное хроматографическое определение компонента?
34. Какие экспериментальные данные подтверждают, что исследователь проводит количественный хроматографический анализ в области линейности изотермы сорбции?
35. Какова роль подвижной фазы в газовой и жидкостной хроматографии?
36. Приведите примеры неподвижных фаз в газотвердофазной и газожидкостной хроматографии.
37. Какую неподвижную фазу в газожидкостной хроматографии называют селективной?

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.51 из 65

38. Приведите примеры неподвижных фаз в адсорбционной высокоэффективной жидкостной хроматографии.
39. Сравните размеры хроматографических колонок в газовой и высокоэффективной жидкостной хроматографии.
40. Сравните скорость потока подвижной фазы в газовой и жидкостной хроматографии.
41. Почему в жидкостной хроматографии предпочитают подвижные фазы с низкой вязкостью?
42. Сравните эффективность различных вариантов газовой и жидкостной хроматографии. Как ее повысить?
43. Как вычислить эффективность капиллярной колонки в хроматографии?
44. Как влияет диаметр капиллярной колонки на ее эффективность?
45. Что такое градиентное элюирование в газовой и жидкостной хроматографии?
46. Какие преимущества дает программирование температуры в газовой хроматографии?

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.52 из 65

1. Тема: Анализ лекарственных форм на тест «растворение».

2. Цель: освоить практические навыки по проведению тест «растворение»

3. Задачи обучения:

- дать обучающимся знания об основных принципах использования, порядке организации и проведения анализа лекарственных форм на тест «растворение»;
- научить обучающихся проводить анализ лекарственных форм на тест «растворение».

4. Основные вопросы темы:

Общие требования, предъявляемые к таблеткам по ГФ РК:

- растворение (2.9.3. Тест «растворение» для твердых дозированных форм);

1. Нормативные материалы по контролю качества лекарственных форм промышленного производства.
2. Требования предъявляемые к таблетированным лекарственным формам, спецификации качества таблеток.
3. Общие требования, предъявляемые к качеству драже. Спецификации качества драже.
4. Общие требования, предъявляемые к качеству капсул. Спецификации качества драже.
5. Особенности анализа таблетированных лекарственных форм.
6. Определение теста «Растворение», согласно требованиям ГФ РК?

5. Методы обучения и преподавания: контроль знаний, лабораторная работа в парах, написание и защита протокола анализа.

На проведение лабораторного занятия отводится 150 минут, которые распределены следующим образом:

№ п/п	Этапы занятия	Время, мин
1	исходный контроль знаний по теме лабораторного занятия	15
2	выполнение лабораторной работы	50
3	написание и защита протокола	15
4	контроль знаний по теме лабораторного занятия	15
5	подведение итогов (выставление оценок)	5

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.53 из 65

Рабочее место №1 Провести испытание таблеток фурагина 50мг по разделу:

- растворение.

Рабочее место №2

Провести испытание таблетки фталазола 500мг по разделу:

- растворение;

Рабочее место №3

Провести испытание таблеток левомицетина 0,5г по разделу:

- растворение.

Рабочее место №4

Провести испытание таблеток нитроксалина по разделу:

- растворение.

Этапы работы:

Проведение теста «растворение» для таблеток фурагина, фталазола, левомицетина и нитроксалина.

Аппаратура, условия и объекты для теста «растворение»

1. Прибор с лопастью или прибор с корзинкой.
2. Вода Р, 0,1М кислота хлороводородная, фосфатные буферные растворы с рН от 6,8 до 7,6.
3. Термометр.
4. Водяная баня $(37 \pm 0,5)^{\circ} \text{C}$.
5. Таблетки фурагина, фталазола, левомицетина и нитроксалина.

Выполнение работы.

Перед началом работы из подготовленной среды растворения удаляют растворенные газы, поскольку они могут вызвать образование пузырьков, которые существенно влияют на результаты.

Приготовление препарата для теста «растворения». Помещают одну единицу испытуемого препарата в прибор. Для прибора с лопастью: перед началом вращения лопасти помещают препарат на дно сосуда; твердые дозированные формы, которые при этом могут всплывать, помещают на дно сосуда горизонтально с помощью подходящего устройства.

Для прибора с корзинкой: препарат помещают в сухую корзинку, которую опускают в соответствующее положение перед началом вращения.

Проведение теста «растворения». Включают прибор согласно инструкции. Задают условия растворения - рН среды растворения, температуру $(37,0 \pm 0,5)^{\circ} \text{C}$, скорость вращения (обычно составляет 50 об/мин для лопасти и 100 об/мин – для корзинки), время, метод и объем отбираемого испытуемого раствора (не менее 500 мл) или условия для непрерывного

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.54 из 65

контроля, метод анализа, количество или количество требуемых активных ингредиентов, которые должны раствориться за указанное время.

Обработка результатов

При использовании прибора с лопастью или корзинкой отбор указанного объема или объемов проб проводят в указанное время или через указанные интервалы, илим непрерывно из области посередине между поверхностью среды растворения и верхней частью корзинки или лопасти на расстоянии не ближе 10 мм от стенки сосуда.

В тех случаях, когда регламентируется степень растворения только за один промежуток времени, тест может быть проведен и за более короткое время. Если же регламентируется степень растворения за два или более промежутка времени, отбор проб должен производиться без прекращения работы прибора в строго оговоренное время с точностью ($\pm 2\%$).

Проводят параллельно испытание для шести единиц испытуемого препарата. При отсутствии других указаний в частной статье, для каждой единицы испытуемого препарата за 45 мин в раствор должно перейти не менее 75% и не более 115% действующего вещества от его содержания, указанного в разделе «Состав».

6. Литература

основная:

на русском языке

1. Анализ лекарственных препаратов, производных ароматических соединений: Ордабаева С.К.-Шымкент: Типография «Әлем».- 2012.-250 с.
2. Государственная фармакопея Республики Казахстан.-Алматы: Издательский дом «Жибек жолы».-2008.-Том 1.-592 с.
3. Государственная фармакопея Республики Казахстан.- Алматы: Издательский дом «Жибек жолы».-2009.-Том 2.-804 с.
4. Государственная фармакопея Республики Казахстан.-Алматы: Издательский дом «Жибек жолы».-2014.-Том 3.-864 с.
5. Руководство по инструментальным методам исследований при разработке и экспертизе качества лекарственных препаратов./ Под.ред. Быковского С.Н., проф., д.х.н. Василенко И.А., к.м.н. Харченко М.И., к.фарм.н. Белова А.Б., к.фарм.н. Шохина И.Е., к.п.н. Дориной Е.А. – М. Изд-во Перо, 2014. – 656с.

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.55 из 65

на казахском языке

1. Дәріс кешені- Фармацевтикалық талдаудың әдістері мен құралдары пәні бойынша: дәріс кешені / фармацевтикалық және токсикологиялық химия кафедрасы. - Шымкент : ОҚМФА, 2016. - 92 бет
2. Қазақстан Республикасының Мемлекеттік фармакопеясы.-Алматы: «Жібек жолы» баспа үйі.-2008.-1 Т.-592 б.
3. Қазақстан Республикасының Мемлекеттік фармакопеясы.-Алматы: «Жібек жолы» баспа үйі.-2008.-2 Т.-792 б.
4. Қазақстан Республикасының Мемлекеттік фармакопеясы.-Алматы: «Жібек жолы» баспа үйі.-2014.-3 Т.-864 б.

электронные ресурсы:

1. Арзамасцев, А. П. Фармацевтическая химия [Электронный ресурс]: учеб. пособие / А. П. Арзамасцев. - Электрон. текстовые дан. (86,7 Мб). - М.: Изд. группа "ГЭОТАР-Медиа", 2011. - 640 с. эл. опт. диск (CD-ROM).
2. Харитонов, Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика - 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа [Электронный ресурс]: учебник / Ю. Я. Харитонов. - Электрон. текстовые дан. (43,1Мб). - М.: ГЭОТАР - Медиа, 2017
3. Харитонов, Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика - 1. Общие теоретические основы. Качественный анализ [Электронный ресурс]: учебник / Ю. Я. Харитонов. - Электрон. текстовые дан. (44,3Мб). - М.: ГЭОТАР - Медиа, 2017. -
4. Харитонов, Ю. Я. Аналитическая химия. Качественный анализ. Титриметрия [Электронный ресурс]: учебник / Ю. Я. Харитонов. - Электрон. текстовые дан. (39,9Мб). - М. : ГЭОТАР - Медиа, 2017.
5. Фармациядағы физикалық-химиялық әдістер. Мамандық: 5B110300-"Фармация" [Электронный ресурс] = Физико-химические методы исследования. Специальность: 5B110300-"Фармация" = Physical and chemical in pharmacy, on the absorption of electromagnetic Radiation : әдістемелік ұсыныс / С. К. Ордабаева [ж. б.] ; ОҚМФА; Фармацевтикалық және токсикологиялық химия каф. - Электрон. текстовые дан. (8,72 Мб). - Шымкент : Б. ж., 2013. - эл. опт. диск

дополнительная:

1. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии : учеб. пособие/ под ред. А. П. Арзамасцева. - 3-е изд. перераб. идоп. ; Допущ. Департаментом мед. учережд. и кадровой политики М-ва здравоохранения РФ. - М. : Медицина, 2001. - 384 с.: ил. - (Учеб. лит. для студ. фарм. вузов и фак.).

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 () стр.56 из 65
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		

2. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии: учебное пособие / под ред. А. П. Арзамасцева. - М., 2004.-208с.
3. Практикум по физико-химическим методам анализа, под ред. О.М. Петрухина.-М., 1986.-316
4. Пилипенко А.Т., Пятницкий И.В. Аналитическая химия.-М., 1990-129с.
5. Физико-химические методы анализа под ред. Алесковского.-М., 1988-412с.
6. Юинг Г. Инструментальные методы химического анализа, пер. с англ.-М., 1989-415с.

7. Методическое обеспечение:

ссылка на лекцию:

<https://docs.google.com/document/d/1r1v1cGpnYmc2Jdkkul7Ad904EVBAaIBE/edit?usp=sharing&ouid=103428168790945926723&rtpof=true&sd=true>

8. Контроль:

1. Особенности анализа таблетированных лекарственных форм.
2. Как определить среднюю массу таблеток?
3. Распадаемость таблеток, какие требования предъявляются к таблеткам, согласно ГФ XI по этому показателю?
4. Определения прочности таблеток на истирание согласно требованиям ГФ XI?
5. Определения теста «Растворение», согласно требованиям ГФ XI?
6. Определения талька по ГФ XI?
7. Определения содержания лекарственных веществ в таблетках?
8. Как проводят испытание однородности дозирования в таблетках?
9. Особенности анализа капсульных лекарственных форм?
10. Определения средней массы и отклонения от средней массы капсул?
11. Определения однородности дозирования капсульных лекарственных форм?
12. Определения распадаемости капсул?
13. Определения теста «Растворение» капсул?
14. Особенности анализа твердой лекарственной формы – драже.
15. Требования предъявляемые к качеству – драже.

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 () стр.57 из 65
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		

1. Тема: Анализ лекарственных форм на тесты «распадаемость», «истираемость».

2. Цель: освоить практические навыки по проведению тестов «распадаемость», «истираемость».

3. Задачи обучения:

- дать обучающимся знания об основных принципах использования, порядке организации и проведения анализа лекарственных форм на тесты «распадаемость», «истираемость».
- научить обучающихся проводить анализ лекарственных форм на тесты «распадаемость», «истираемость».

4. Основные вопросы темы:

Общие требования, предъявляемые к таблеткам по ГФ РК (2.9.1. Распадаемость таблеток и капсул. 2.9.7. Истираемость таблеток без оболочки.):

- истираемость;
- распадаемость;

16. Нормативные материалы по контролю качества лекарственных форм промышленного производства.
17. Требования предъявляемые к таблетированным лекарственным формам, спецификации качества таблеток.
18. Общие требования, предъявляемые к качеству драже. Спецификации качества драже.
19. Общие требования, предъявляемые к качеству капсул. Спецификации качества драже.
20. Особенности анализа таблетированных лекарственных форм.
21. Определение теста «Растворение», согласно требованиям ГФ РК?
22. Распадаемость таблеток, какие требования предъявляются к таблеткам, согласно ГФ РК по этому показателю?
23. Определение прочности таблеток на истирание согласно требованиям РК?

5. Методы обучения и преподавания: контроль знаний, лабораторная работа в парах, написание и защита протокола анализа

На проведение лабораторного занятия отводится 150 минут, которые распределены следующим образом:

ОҢТҮСТІК QAZAQSTAN MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ  SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»	
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии	044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»	стр.58 из 65

№ п/п	Этапы занятия	Время, мин
1	исходный контроль знаний по теме лабораторного занятия	15
2	выполнение лабораторной работы	50
3	написание и защита протокола	15
4	контроль знаний по теме лабораторного занятия	15
5	подведение итогов (выставление оценок)	5

Рабочее место №1 Таблетки фталазола 0,5г разделу:

- распадаемость;
- истираемость.

Рабочее место №2 Таблетки ампициллина тригидрата 0,25г разделу:

- распадаемость;
- истираемость.

Рабочее место №3 Таблетки фуразолидона 0,02г разделу:

- распадаемость;
- истираемость.

Рабочее место №4 Таблетки кислоты аскорбиновой 0,5г разделу:

- распадаемость;
- истираемость.

Рабочее место №5 Таблетки кислоты ацетилсалициловой 0,5г разделу:

- распадаемость;
- истираемость.

Этапы работы:

1. Проведение теста «распадаемость» для таблеток фталазола, ампициллина тригидрата, фуразолидона, кислоты аскорбиновой и кислоты ацетилсалициловой.
2. Проведение теста «истираемость» для таблеток фталазола, ампициллина тригидрата, фуразолидона, кислоты аскорбиновой и кислоты ацетилсалициловой.

Аппаратура, условия и объекты для проведения теста «распадаемость»

1. Тестер распадаемости таблеток PHARMA TEST.
2. Жесткая корзинка с сетчатым дном-подставкой (корзинка).
3. Шесть цилиндрических прозрачных трубок длиной $(77,5 \pm 2,5)$ мм, с внутренним диаметром 21,5 мм и толщиной стенки около 2 мм.
4. Частота поднимания и опускания корзинки в пределах 28-32 цикла в минуту на расстояние от 50 мм до 60 мм.

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.59 из 65

5. Температура жидкости от 35 °С до 39 °С.
6. Корзинку подвешивают в жидкость, указанную в соответствующих общих и частных статьях, в подходящем сосуде, предпочтительно в стакане вместимостью 1 л.
7. Тестер сыпучести таблеток EF-1W
8. Барабан с внутренним диаметром от 283 до 291 мм и глубиной от 36 до 40 мм.
9. Скорость вращения 25±1 об/мин
10. Фталазол.
11. Ампициллина тригидрата.
12. Фуразолидон.
13. Аскорбиновая кислота.
14. Ацетилсалициловая кислота (аспирин).

Выполнение работы по тесту «распадаемость» таблеток.

В каждую из шести трубок помещают одну таблетку или капсулу и, если указано, помещают диск; подвешивают корзинку в сосуд с жидкостью, указанной в общих и частных статьях.

Включают прибор по истечении указанного времени корзинку вынимают и исследуют состояние таблеток или капсул. Препарат выдерживает испытание, если же таблетки или капсулы распались.

Обработка результатов.

Образцы считают распавшимися, когда на сетке:

- а) нет остатка;
- б) есть остаток, состоящий из мягкой массы, не имеющей ощутимо твердого несмачиваемого ядра;
- в) есть только фрагменты покрытия (таблетки), или только фрагменты оболочки на сетке, или, если были использованы диски, фрагменты оболочки, прилипшие к нижней поверхности диска (капсулы).

Выполнение работы по тесту «истираемость» таблеток.

При массе одной таблетки менее 0,65 г для испытания берут 20 таблеток; при массе одной таблетки более 0,65 г - 10 таблеток. Таблетки помещают на сито номер 1000 и тщательно удаляют пыль посредством сжатого воздуха или мягкой кисточки. Таблетки взвешивают (точная навеска) и помещают в барабан. После 100 оборотов барабана таблетки извлекают и снова тщательно удаляют пыль. Если ни на одной из таблеток нет сколов или трещин, таблетки взвешивают с точностью до миллиграмма.

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.60 из 65

Обычно испытание проводят один раз. Если полученные результаты вызывают сомнение или потеря в массе превышает 1 %, испытание повторяют еще дважды и вычисляют среднее из трех измерений. При отсутствии других указаний в частной статье, потеря в массе должна быть не более 1 % от суммарной массы испытываемых таблеток.

При испытании таблеток с диаметром 13 мм и более для получения воспроизводимых результатов может возникнуть необходимость отрегулировать барабан таким образом, чтобы лежащие рядом таблетки не упирались друг в друга и имели возможность падать свободно. Обычно достаточно установить ось под углом 10^0 к основанию.

Обработка результатов

Истираемость выражают потерей в массе, вычисленной в процентах от исходной массы испытываемых таблеток.

Необходимо указать число таблеток, взятых для испытания.

6. Литература

основная:

на русском языке

- Анализ лекарственных препаратов, производных ароматических соединений: Ордабаева С.К.-Шымкент: Типография «Әлем».- 2012.-250 с.
- Государственная фармакопея Республики Казахстан.-Алматы: Издательский дом «Жибек жолы».-2008.-Том 1.-592 с.
- Государственная фармакопея Республики Казахстан.- Алматы: Издательский дом «Жибек жолы».-2009.-Том 2.-804 с.
- Государственная фармакопея Республики Казахстан.-Алматы: Издательский дом «Жибек жолы».-2014.-Том 3.-864 с.
- Руководство по инструментальным методам исследований при разработке и экспертизе качества лекарственных препаратов./ Под.ред. Быковского С.Н., проф., д.х.н. Василенко И.А., к.м.н. Харченко М.И., к.фарм.н. Белова А.Б., к.фарм.н. Шохина И.Е., к.п.н. Дориной Е.А. – М. Изд-во Перо, 2014. – 656с.

на казахском языке

1. Дәріс кешені- Фармацевтикалық талдаудың әдістері мен құралдары пәні бойынша: дәріс кешені / фармацевтикалық және токсикологиялық химия кафедрасы. - Шымкент : ОҚМФА, 2016. - 92 бет
2. Қазақстан Республикасының Мемлекеттік фармакопеясы.-Алматы: «Жібек жолы» баспа үйі.-2008.-1 Т.-592 б.
3. Қазақстан Республикасының Мемлекеттік фармакопеясы.-Алматы: «Жібек жолы» баспа үйі.-2008.-2 Т.-792 б.

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.61 из 65

4. Қазақстан Республикасының Мемлекеттік фармакопеясы.-Алматы: «Жібек жолы» баспа үйі.-2014.-3 Т.-864 б.

электронные ресурсы:

1. Арзамасцев, А. П. Фармацевтическая химия [Электронный ресурс]: учеб. пособие / А. П. Арзамасцев. - Электрон. текстовые дан. (86,7 Мб). - М.: Изд. группа "ГЭОТАР-Медиа", 2011. - 640 с. эл. опт. диск (CD-ROM).
2. Харитонов, Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика - 2. Количественный анализ. Физико-химические (инструментальные) методы анализа [Электронный ресурс]: учебник / Ю. Я. Харитонов. - Электрон. текстовые дан. (43,1Мб). - М.: ГЭОТАР - Медиа, 2017
3. Харитонов, Ю. Я. Аналитическая химия. Аналитика - 1. Общие теоретические основы. Качественный анализ [Электронный ресурс]: учебник / Ю. Я. Харитонов. - Электрон. текстовые дан. (44,3Мб). - М.: ГЭОТАР - Медиа, 2017. -
4. Харитонов, Ю. Я. Аналитическая химия. Качественный анализ. Титриметрия [Электронный ресурс]: учебник / Ю. Я. Харитонов. - Электрон. текстовые дан. (39,9Мб). - М. : ГЭОТАР - Медиа, 2017.
5. Фармациядағы физикалық-химиялық әдістер. Мамандық: 5В110300-"Фармация" [Электронный ресурс] = Физико-химические методы исследования. Специальность: 5В110300-"Фармация" = Physical and chemical in pharmacy, on the absorption of electromagnetic Radiation : әдістемелік ұсыныс / С. К. Ордабаева [ж. б.] ; ОКМФА; Фармацевтикалық және токсикологиялық химия каф. - Электрон. текстовые дан. (8,72 Мб). - Шымкент : Б. ж., 2013. - эл. опт. диск

дополнительная:

1. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии : учеб. пособие/ под ред. А. П. Арзамасцева. - 3-е изд. перераб. и доп. ; Допущ. Департаментом мед. учрежд. и кадровой политики М-ва здравоохранения РФ. - М. : Медицина, 2001. - 384 с.: ил. - (Учеб. лит. для студ. фарм. вузов и фак.).
2. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии: учебное пособие / под ред. А. П. Арзамасцева. - М., 2004.-208с.
3. Практикум по физико-химическим методам анализа, под ред. О.М. Петрухина.-М., 1986.-316
4. Пилипенко А.Т., Пятницкий И.В. Аналитическая химия.-М., 1990-129с.
5. Физико-химические методы анализа под ред. Алесковского.-М., 1988-412с.
6. Юинг Г. Инструментальные методы химического анализа, пер. с англ.-М., 1989-415с.

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.62 из 65

7. Методическое обеспечение:

ссылка на лекцию:

<https://docs.google.com/document/d/1r1v1cGpnYmc2Jdkkul7Ad904EVBAaIBE/edit?usp=sharing&oid=103428168790945926723&rtpof=true&sd=true>

8. Контроль:

1. Какие допустимые нормы отклонения таблеток весом 80 мг и менее?

- А) 10%
- Б) 20%
- В) 5%
- Г) 4%
- Д) 2%

2. Какие допустимые нормы отклонения таблеток весом более 80 мг, но менее 250 мг?

- А) 7,5%
- Б) 20%
- В) 5%
- Г) 4%
- Д) 2%

3. Какие допустимые нормы отклонения таблеток весом 250 мг и более?

- А) 5%
- Б) 20%
- В) 7,5%
- Г) 4%
- Д) 2%

4. С какой целью применяют скользящие и смазывающие вещества при приготовлении таблеток?

- А) улучшение текучести и уменьшения прилипания
- Б) улучшение текучести
- В) уменьшения прилипания
- Г) улучшения распадаемости
- Д) улучшения сыпучести

5. При отсутствии других указаний в частной статье какие нормы отклонения допускаются для определения средней массы таблеток

- А) 5%
- Б) 7%
- В) 10%
- Г) 3%

OŇTÜSTIK QAZAQSTAN MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.63 из 65

Д) 15%

6. В течение какой времени (мин) должны распадаться диспергируемые таблетки?

А) 3

Б) 5

В) 1

Г) 4

Д) 10

7. Сколько таблеток берут для определения истираемости таблеток без оболочки массой менее 0,65 г?

А) 20

Б) 5

В) 10

Г) 4

Д) 10

8. При какой температуре определяют распадаемость таблеток?

А) 15°C до 25°C

Б) 5°C до 15°C

В) 1°C до 10°C

Г) 5°C до 14°C

Д) 9°C до 13°C

9. Сколько процентов действующего вещества должны перейти в раствор за 45 мин при определении теста «Растворения» для таблеток?

А) не менее 75%

Б) не менее 85%

В) не менее 95%

Г) не менее 65%

Д) не менее 90%

10. Какую навеску порошка необходимо брать растертых таблеток (штук) для количественного определения?

А) не менее 20

Б) не менее 30

В) не менее 10

Г) не менее 5

Д) не менее 25

ОҢТҮСТІК ҚАЗАҚСТАН MEDISINA AKADEMIASY «Оңтүстік Қазақстан медицина академиясы» АҚ		 SOUTH KAZAKHSTAN MEDICAL ACADEMY АО «Южно-Казахстанская медицинская академия»
Кафедра фармацевтической и токсикологической химии		044 -55/ 15 ()
Методические рекомендации для лабораторных занятий по дисциплине «Методы и оборудование фармацевтического анализа»		стр.64 из 65