

ОДЕСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ МЕДИЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ

Кафедра фармацевтичної хімії
(назва кафедри)

ЗАТВЕРДЖУЮ
Завідувач кафедри

 (Володимир ГЕЛЬМБОЛЬДТ)

ПІБ

« 27 » серпня 2021 р.


МЕТОДИЧНА РОЗРОБКА ПРАКТИЧНОГО ЗАНЯТТЯ

Курс II рік підготовки докторів філософії Факультет фармацевтичний

Навчальна дисципліна Інструментальні методи в фармацевтичному аналізі
(назва навчальної дисципліни)

Практичне заняття № 22 Тема: Рідинна хроматографія. Колонкова низького тиску, високоефективна, капілярна, тонкошарова, паперова.

Практичне заняття розробив:
завідувач кафедри

 (Володимир ГЕЛЬМБОЛЬДТ)

підпис

ПІБ

Практичне заняття обговорено на
методичній нараді кафедри
«27» серпня 2021 р.

Протокол № 1

Практичне заняття № 22

Тема: Рідинна хроматографія. Колонкова низького тиску, високоефективна, капілярна, тонкошарова, паперова.

Мета: Ознайомитися з основними принципами рідинної хроматографії, колонкової низького тиску, високоефективної, капілярної, тонкошарової та паперової хроматографії.

Основні поняття: інструментальний аналіз, хроматографія

Обладнання: наочний матеріал, мультимедійний проектор

Навчальний час: 2 години

План

I. Організаційний момент (привітання, перевірка присутніх, повідомлення теми, мети заняття, мотивація студентів щодо вивчення теми).

II. Контроль опорних знань (письмова робота, письмове тестування, фронтальне опитування тощо):

2.1. Вимоги до теоретичної готовності студентів до виконання практичних занять

Здобувач повинен знати:

- основні поняття і закони, що лежать в основі різноманітних інструментальних методів аналізу;
- основні принципи та можливості застосування на практиці поширених інструментальних методів хімічного аналізу;
- методи, прийоми і способи виконання фізико-хімічного аналізу для встановлення якісного складу і кількісних визначень;
- методи розділення речовин (хімічні, хроматографічні, екстракційний);
- основи математичної статистики стосовно оцінки правильності та відтворюваності результатів аналізу;
- правила техніки безпеки при роботі в хімічній лабораторії;
- роль і значення інструментальних методів у фармації, в практичній діяльності провізора;
- основні літературні джерела, довідкову літературу

Здобувач повинен вміти:

- працювати з основними типами приладів, використовуваними в аналізі (фотоелектроколориметри, спектрофотометри, потенціометри, кондуктометри, поляриметри тощо);
- вибирати при аналізі реальних об'єктів оптимальний інструментальний метод якісного і кількісного аналізу речовини;
- проводити розділення катіонів та аніонів хроматографічними методами;

- проводити лабораторні дослідження, пояснювати суть конкретних реакцій і їх аналітичні ефекти, оформляти звітну документацію за експериментальними даними;
- виконувати вихідні обчислення, підсумкові розрахунки з використанням статистичної обробки результатів кількісного аналізу;
- самостійно працювати з навчальною і довідковою літературою.

Перелік дидактичних одиниць:

- текст підручників
- банк тестових завдань

2.2. Питання (тестові завдання, задачі, клінічні ситуації) для перевірки базових знань за темою заняття:

1. Які переваги двовимірної хроматографії перед одновимірною паперовою чи ТШХ?
2. Як ідентифікувати плями органічних сполук у методі ТШХ?
3. Як виконують кількісний аналіз у методі ТШХ?
4. Як визначають R_f у методі БХ та ТШХ? Від чого залежить величина R_f та які умови потрібно підтримувати постійними під час проведення експерименту?
5. Як можна визначити концентрації компонентів суміші після поділу методом ПХ чи ТШХ?
6. Як виконується якісний аналіз за допомогою площинних варіантів хроматографії – БХ та ТШХ?
7. Якими способами проба аналізованої суміші речовин вводиться у хроматографічну установку у паперовій хроматографії?
8. Чому у методі ТШХ необхідно герметично закривати камеру з розчинником та пластинкою під час підйому фронту розчинника?
9. Як виявляють та ідентифікують компоненти на паперових і тонкошарових хроматограмах?
10. Які галузі застосування, переваги та недоліки тонкошарової хроматографії?

III. Формування професійних вмінь, навичок:

1.1. зміст завдань

1. Для хроматографічного визначення міді на папері імпрегнованої діетилдітіокарбамінатом свинцю методом осадової хроматографії приготували три стандартні розчини. Для цього наважку $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ масою 0,6254 г розчинили в колбі об'ємом 100 мл. Потім з цієї колби взяли 10,0, 15,0 та 20,0 мл розчину і розбавили в колбах на 50 мл. Досліджуваний розчин розбавили в колбі на 50,0 мл.

Визначити вміст міді в досліджуваному розчині (г), якщо висота піків пофарбованих зон для стандартних розчинів дорівнюють 27,8, 40,2 та 65,1 мм, а для досліджуваного розчину 52,1 мм.

2. Для хроматографічного визначення нікелю на папері просоченої розчином диметилглюксиму, приготували три стандартні розчини. Для цього наважку $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ масою 0,2000 г розчинили у мірній колбі на 50 мл. Потім із цієї колби взяли 5,0; 10,0 та 20,0 мл і розбавили в колбах на 50 мл. Досліджуваний розчин також розбавили у мірній колбі на 50 мл. Побудувати калібрувальний графік і визначити вміст нікелю (мг) у досліджуваному розчині, якщо ширина пофарбованих зон стандартних розчинів дорівнює 20,5; 36,0 та 66,4, а ширина забарвленої зони досліджуваного розчину дорівнює 33,0.

3. При розділенні суміші бензойної (1) і параамінобензойної кислот (2) методом хроматографії в тонкому шарі в потоці суміші гексану та ацетону встановлені значення рухливостей R_f , рівні 0,54 та 0,30 відповідно. Обчислити відносні значення коефіцієнтів рухливості обох кислот, якщо стандарту – ортохлорбензойної кислоти – $R_f = 0,48$.

1.2. рекомендації (інструкції) щодо виконання завдань

№	Основні завдання	Вказівки	Відповіді
1	2	3	4
1	Рідинна та площинна хроматографія	Хроматографія	Аналітична хімія. Підручник для вищих навчальних закладів / А.С. Алемасова, В.М. Зайцев, Л.Я. Єнальєва, Н.Д. Щепіна, С.М. Гождзінський / Під ред. В.М. Зайцева. – Донецьк: ДонНУ, 2009. – 415 с.

1.3. вимоги до результатів роботи, в т.ч. до оформлення;

IV. Підведення підсумків

У результаті заняття здобувач ознайомився з основними принципами рідинної хроматографії, колонкової низького тиску, високоефективної, капілярної, тонкошарової та паперової хроматографії.

Список рекомендованої літератури

1. Фізико-хімічні методи аналізу: Навчальний посібник / В.К. Зінчук, Г.Д. Левицька, Л.О. Дубенська – Львів: Видавничий центр ЛНУ імені Івана Франка, 2008. – 362 с.
2. Аналітична хімія: підручник для студентів напряму «Фармація» і «Біотехнологія» ВНЗ / Н. К. Федущак, Ю. І. Бідніченко, С. Ю. Крамаренко, В. О. Калібабчук [та ін.]. – Вінниця : Нова Книга, 2012. – 640 с.

Методична розробка практичного заняття, ОПП «Фармація», II рік підготовки докторів філософії, фармацевтичний факультет, Дисципліна: «Інструментальні методи в фармацевтичному аналізі»

3. Державна Фармакопея України: в 3 т. / ДП «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Х. : Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2015. – Т. 1. – 1128 с.
4. Державна Фармакопея України: в 3 т. / ДП «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Х. : Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2014. – Т. 2. – 724 с.
5. Державна Фармакопея України: в 3 т. / ДП «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Х. : Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2014. – Т. 3. – 732 с.
6. Аналітична хімія : Якісний та кількісний аналіз; навчальний конспект лекцій / В. В. Болотов, О. М. Свєтнікова, М. Ю. Голік, К. В. Динник, Т. В. Жукова, М. А. Зареченський, О. Г. Кизим, С. В. Колісник, Т. А. Костіна, О. Є. Микитенко, В. П. Мороз, І. Ю. Петухова, Ю. В. Сич, Л. Ю. Клименко; за загальною редакцією проф. Болотова В. В. – Вінниця : Нова книга, 2011. – 424 с.
7. Аналітична хімія : навч. довідк. посіб. для студ. вищ. навч. закл. / В. В. Болотов, О. А. Євтіфєєва, Т. В. Жукова, Л. Ю. Клименко, О. Є. Микитенко, В. П. Мороз, І. Ю. Петухова; за заг. ред. В. В. Болотова. – Х.: НФаУ, 2014. – 320 с.
8. Аналітична хімія. Підручник для вищих навчальних закладів / А.С. Алемасова, В.М. Зайцев, Л.Я. Єнальєва, Н.Д. Щепіна, С.М. Гождзінський / Під ред. В.М. Зайцева. – Донецьк: ДонНУ, 2009. – 415 с.
9. Аналітична хімія та інструментальні методи аналізу / В. Малишев, А. Габ, Д. Шахнін. - Університет "Україна", 2018, - 396 с.
10. Аналітична хімія. Задачі та вправи /. М. Бильченко, Р. Пшеничний. – Університетська книга., 2015. – 205 с.
11. Іонний обмін та іонообмінна хроматографія / В. О. Мінаєва. – Черкаси: Вид. від. ЧНУ імені Богдана Хмельницького, 2013. – 128 с