


# 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 Фторидні компоненти засобів лікування та профілактики карієсу

(назва навчальної дисципліни)

Практичне заняття № 15 Тема: ЯМР-спектроскопія, Мас-спектроскопія, визначення температури плавлення та кипіння.

(назва теми)

Практичне заняття розробив:  
Завідувач кафедри

  
(Володимир ГЕЛЬМБОЛЬДТ)

підпис

ПІБ

Практичне заняття обговорено на  
методичній нараді кафедри  
«27» серпня 2021 р.  
Протокол № 1

## Практичне заняття № 15

**Тема:** ЯМР-спектроскопія, Мас-спектроскопія, визначення температури плавлення та кипіння.

**Мета:** Узагальнити основні шляхи синтезу амонієвих гексафторосилікатів.

**Основні поняття:** ЯМР-спектроскопія, мас-спектроскопія, температура плавлення, температура кипіння.

**Обладнання:** наочний матеріал, мультимедійний проектор.

**Навчальний час:** 4 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: температури плавлення загальних основ гексафторосилікатів, методики проведення мас-спектроскопії.
- Вміти: розшифровувати мас-спекти, ЯМР-спектри, розраховувати температуру кипіння.

Дидактичні одиниці: підручник; банк тестових завдань.

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

1. На якому явищі ґрунтується метод ЯМР-спектроскопії?
2. Які ядра атомів можуть викликати сигнал у спектрах ЯМР?
3. Що називається резонансною частотою ядра?
4. Що називається часом спін-решіткової релаксації?
5. Що називається хімічним зрушенням сигналу ЯМР? У яких одиницях вимірюється хімічне зрушення?
6. Чим викликано розщеплення сигналу ЯМР?
7. Що відображає інтенсивність мультиплет?
8. Які протони називаються магнітно-еквівалентними?
9. Що називається спінової системою?

1. Хімічний зсув вимірюється в ...

- A. см
- B. кг
- C. м.д.
- D. м

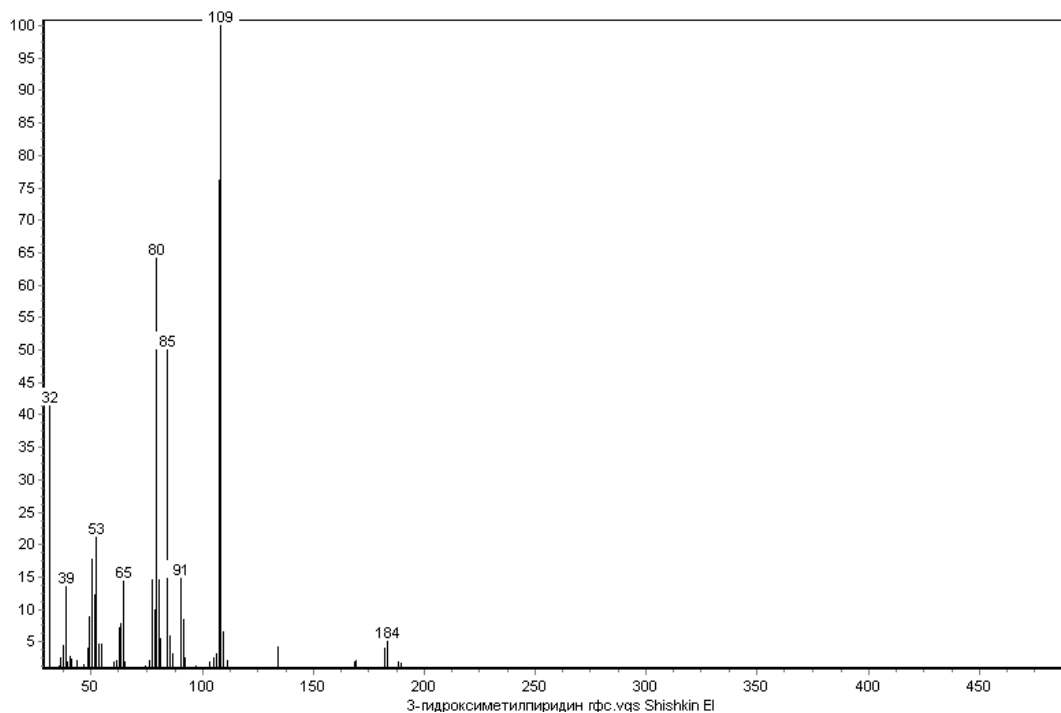
2. У спектроскопії ЯМР високої роздільної здатності – такі головні джерела інформації про будову й динаміку молекул:

- A. хімічний зсув; константи спін-спінової взаємодії;
- B. фізичний зсув; константи спін-спінової взаємодії;

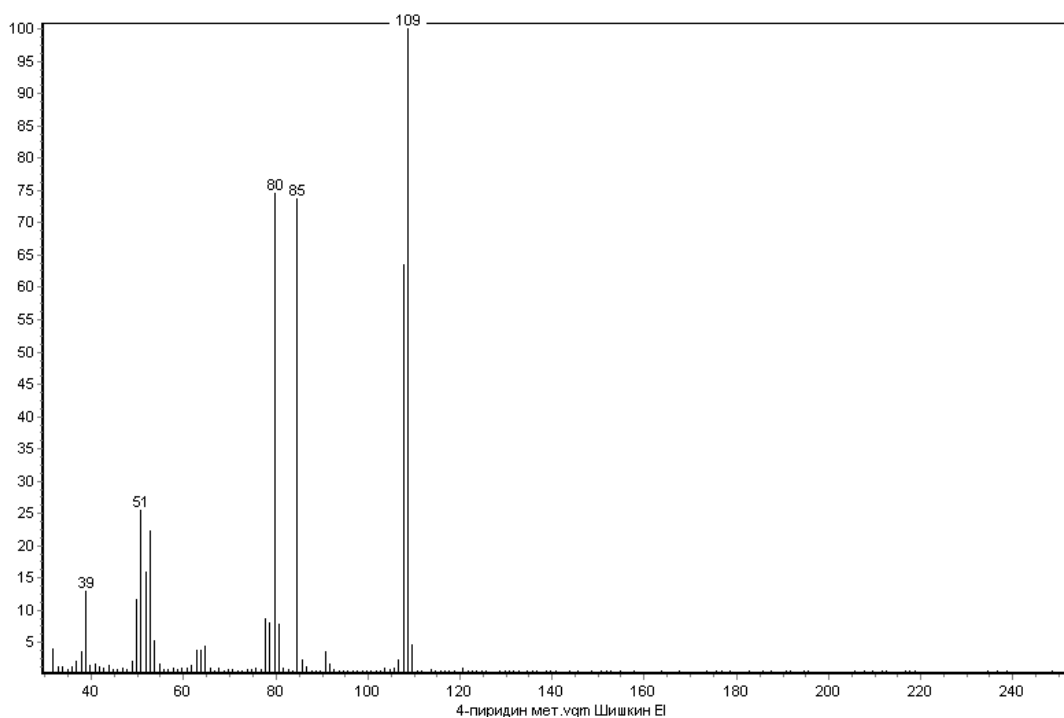
- С. біологічний зсув; константи спін-спінової взаємодії.
3. Мас-спектроскопія – це ... .
- А. метод дослідження речовини шляхом визначення мас-іонів цієї речовини і їхньої кількості;
- В. фізико-хімічний метод дослідження розчинів і твердих тіл, заснований на випромінюванні спектрів поглинання;
- С. метод, заснований на вимірюванні поглинання монохроматичного випромінювання атомами елемента, який визначається в газовій фазі після атомізації в полум'ї або графітовій печі з використанням монохроматичного джерела світла;
- Д. метод, заснований на вимірюванні розсіяння світла часточками світла дисперсної системи.
4. Мас-спектрометр – це ....
- А. прилад для вимірювання кута обертання площини поляризації монохроматичного світла в оптично активних речовинах;
- В. прилад для випромінювання показника заломлення речовин;
- С. оптичний прилад для отримання і одночасної реєстрації спектру випромінювання;
- Д. прилад для розділу і онізованих частинок речовини за їхніми масами.
5. Чутливість у мас-спектрометрії – це....
- А. величина, що показує відношення абсолютної похибки до дійсного значення вимірюваної величини;
- В. величина, що приймається за дійсне значення;
- С. величина, що показує, яку кількість речовини потрібно ввести в маспектрометр для того, щоб її можна було із високою мірою достовірності виявити;
- Д. це межа, яка визначає значущі та незначущі відмінності.

III. Формування професійних вмінь, навичок:

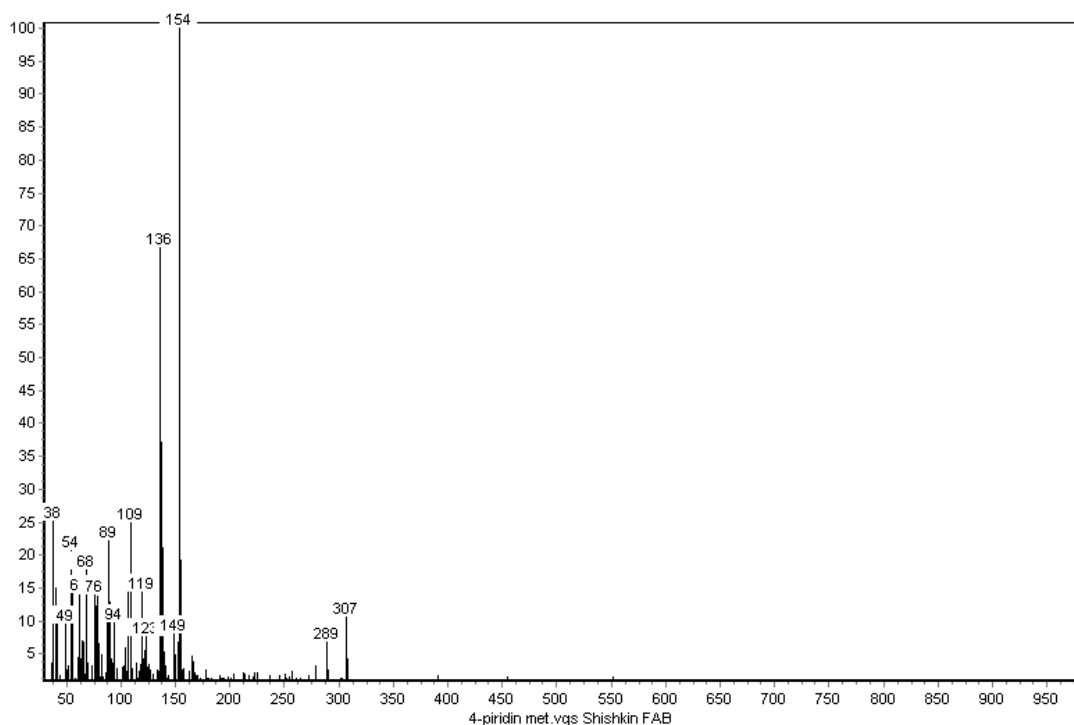
- 1.1. Задача 1. Розшифрувати мас-спектр 3-гідроксиметилпіридинію гексафторосилікату:



Задача 2. Розшифрувати мас-спектр 4-гідроксиметилпіридинію гексафторосилікату:



Задача 3. Розшифрувати мас-спектр 4-гідроксиметилпіридинію гексафторосилікату:



1.2. Рекомендації (інструкції) щодо виконання завдань:

№/№	Основні завдання	Вказівки	Відповіді
1	2	3	4
1.	Методи синтезу «онієвих» гексафторосилікатів.	Написати основні реакції синтезу «онієвих» гексафторосилікатів.	Гельмбольдт В.О. «Онієві» фторосилікати: структура, властивості, застосування. – Одеса: Астропринт, 2012. – 160 с.

1.3. Вимоги до результатів роботи, в т.ч. до оформлення: Індивідуальний бланк відповідей на тестові завдання (бланк додається).

IV. Підведення підсумків.

У результаті заняття здобувач ознайомився з ЯМР-спектрами, Мас-спектрами, визначенням температури плавлення та кипіння амонієвих гексафторосилікатів.

Список рекомендованої літератури

1. Державна Фармакопея України: в 3 т. / Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». — 2-е вид. — Харків: Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2016.
2. Фармацевтична хімія / П.О. Безуглий, В.А. Георгіянц, І.С. Гриценко, І.В. та ін.: за ред. П.О. Безуглого. – Вінниця: Нова книга, 2017. – 456 с.

3. Фармацевтичний аналіз: Навч. посіб. для студ. вищ. фармац. навч. закл. III-IV рівнів акредитації / П.О. Безуглий, В.О. Грудько, С.Г. Леонова та ін.; За ред. П.О. Безуглого. – Х.: Вид-во НФАУ; Золоті сторінки, 2001- 240 с.
4. Лікарські засоби у стоматології: посібник / Л. Н. Максимовська, П. И. Рощина. – М.: Медицина, 2000. – 240 с.
5. Гексафторосилікати з гетероциклічними катіонами: фізико-хімічні властивості та фармакологічна активність / В. О. Гельмбольдт, В. Є. Кузьмін, В. Ю. Анісімов, О. В. Продан // Одеський медичний журнал. – 2013. - №1. – С. 6-10
6. Гельмольдт В. О. Розчинність у воді «онієвих» гексафторосилікатів з гетероциклічними катіонами – потенційних антикарієсних і біоцидних препаратів / В. О. Гельмбольдт, Л. В. Короева // Одеський медичний журнал. – 2011. - № 6. – С. 11-13.
7. Гельмбольдт В.О., Анісімов В.Ю. Амонієві гексафторосилікати: новий тип антикарієсних агентів // Фарм. журн. – 2018. – № 5-6. – С. 48-69.
8. В.Ю. Анісімов, І.О. Шишкін, В.О. Гельмбольдт, А.П. Левицький. *Вісник фармації*. 2017, № 4(78), 75-83.
9. Gelmboldt V.O., Anisimov V.Yu., Shyshkin I.O. et al. Synthesis, crystal structures, properties and caries prevention efficiency of 2-, 3-, 4-carboxymethylpyridinium hexafluorosilicates // J. Fluor. Chem. – 2018. – V. 205, № 1. – P. 15-21.
10. Gelmboldt V.O., Anisimov V.Yu., Shyshkin I.O., Fonari M.S., Kravtsov V.Ch. Synthesis, structure, and anticaries activity of 2-amino-4,6-dihydroxypyrimidinium hexafluorosilicate // *Pharm. Chem. J.* – 2018. – V. 52, № 7. – P. 606-610. (*scopus*)
11. Gelmboldt V.O., Shyshkin I.O., Fonari M.S., Kravtsov V.Ch. Synthesis, crystal structure and some properties of 4-hydroxymethylpyridinium hexafluorosilicate // *J. Struct. Chem.* – 2019. – V. 60, № 7. – P. 1150-1155. (*scopus*)
12. Gelmboldt V.O., Shyshkin I.O., Anisimov V.Yu., Fonari M.S., Kravtsov V.Ch. *Bis(3-hydroxymethylpyridinium) hexafluorosilicate monohydrate as a new potential anticaries agent: Synthesis, crystal structure and pharmacological properties* // *J. Fluorine Chem.* – 2020. – V. 235. Article 109547. (*scopus*)
13. Шишкін І.О., Анісімов В.Ю., Гельмбольдт В.О. Деякі властивості гексафторосилікатів 3,5-дизаміщених похідних 1,2,4-триазолу // *Фармацевтичний часопис*. – 2016. – № 4. – С. 21-23.
14. Гельмбольдт В.О., Анісімов В.Ю., Шишкін І.О. Синтез октенідину гексафторосилікату – нового потенційного карієспрофілактичного і антибактеріального агента // *Фармацевтичний часопис*. – 2017. – № 3. – С. 13-16.
15. Шишкін І.О., Тимчишин О.Л., Гельмбольдт В.О. Гостра токсичність 4-карбоксиметилпіридинію гексафторосилікату // *Фарм. часопис*. – 2018. – № 3. – С. 80-84.

16. Приступа Б.В., Шишкін І.О., Рожковський Я.В., Гельмбольдт В.О. Оцінка протизапальної активності 2-, 3-, 4-карбоксиметилпіридинію гексафторосилікатів на каррагінановій моделі запалення // Фарм. журнал. – 2019. – № 4. – С. 82-87.
17. Продан О.В., Анісімов В.Ю., Кузьмін В.Є., Гельмбольдт В.О. Оцінка біологічної активності функціоналізованих піридинів і дипіридинів як потенційних компонентів карієспротекторних агентів // Одеський мед. журн. – 2015. – № 3 (149). – С. 25-29.
18. Effect of ammonium hexafluorosilicate application for arresting caries treatment on demineralized primary tooth enamel / Y. Hosoya, K. Tadokore, H. Otani [et al.] // J. Oral Science. – 2013. – Vol. 55, № 2. – P. 115–121.
19. Ammonium hexafluorosilicate elicits calcium phosphate precipitation and shows continuous dentin tubule occlusion/ T. Suge, A. Kawasaki, K. Ishikawa [et al.] // Dent. Mater. – 2008. – Vol. 24, № 2. – P. 192–198.
20. V.O. Gelmboldt, V.Ch. Kravtsov, M.S. Fonari. *J. Fluorine Chem.*, 2019, 221, 91-102.
21. T. Suge, A. Kawasaki, K. Ishikawa, T. Matsuo, S. Ebisu. *Dent. Mater.* 2010, 26, 29-34.
22. T. Suge, A. Kawasaki, K. Ishikawa, T. Matsuo, S. Ebisu. *Dent. Mater.* 2008, 24, 192-198.
23. Принципові підходи до оцінки співвідношення користь/ризик при виборі лікарського засобу / О.П. Вікторов, В.І. Мальцев, Ж.А. Хоменко [та ін.] // Сучасні проблеми токсикології. – 2006. – №2. – С. 21-28
24. Доклінічне дослідження лікарських засобів: метод. рекомендації / під. ред. чл-кор. АМН України А.В. Стефанова. – К.: Авіценна, 2002. – 567 с.
25. Аналітична хімія кремнію / Л. В. Мишляева, В. В. Краснощеков. – М.: Наука, 1972. – 212 с.