

МІНІСТЕРСТВО ОХОРОНИ ЗДОРОВ'Я УКРАЇНИ
ОДЕСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ МЕДИЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ

Кафедра фармацевтичної хімії та технології ліків



ЗАТВЕРДЖУЮ

Проректор з науково-педагогічної роботи

Едуард БУРЯЧКІВСЬКИЙ

01 вересня 2025 року

МЕТОДИЧНІ РЕКОМЕНДАЦІЇ
ДО ПРАКТИЧНИХ ЗАНЯТЬ ЗДОБУВАЧІВ ВИЩОЇ ОСВІТИ IV КУРСУ
З НАВЧАЛЬНОЇ ДИСЦИПЛІНИ

Навчальна дисципліна

Фізико-хімічні методи досліджень в аналітичній хімії
(назва навчальної дисципліни)

Рівень вищої освіти: другий (магістерський)

Галузь знань: 22 «Охорона здоров'я»

Спеціальність: 226 «Фармація, промислова фармація»

Спеціалізація: 226.01 «Фармація»

Освітньо-професійна програма: Фармація, промислова фармація

Затверджено:

Засіданням кафедри фармацевтичної хімії та технології ліків
Одеського національного медичного університету

Протокол № 1 від “29” серпня 2025 р.

Розробники:

Доцент закладу вищої освіти кафедри фармацевтичної хімії та технології ліків, к.хім.н. Христина ГОЛУБЧИК, старший викладач закладу вищої освіти кафедри фармацевтичної хімії та технології ліків, Олексій НІКІТИН, старший викладач закладу вищої освіти кафедри фармацевтичної хімії та технології ліків, PhD у фармації, Іван ШИШКІН.

Рецензенти:

(вказати прізвища, ім'я, по-батькові, наукові ступені, вчені звання та посади рецензентів, рецензентів має бути не менше двох осіб, один рецензент є внутрішнім науково-педагогічним працівником Університету з інших кафедр, другий рецензент є зовнішнім науково-педагогічним працівником з іншого закладу вищої освіти)

Рекомендовано до друку Предметною цикловою методичною комісією з фармацевтичних дисциплін Одеського національного медичного університету

Протокол № 1 від “29” серпня 2025 р.

Рекомендовано до друку Центральною координаційною методичною радою Одеського національного медичного університету

Протокол № ____ від “ ____ ” _____ 20__ р.

Рекомендовано до друку рішенням Вченої ради Одеського національного медичного університету

Протокол № ____ від “ ____ ” _____ 20__ р.

ПРАКТИЧНЕ ЗАНЯТТЯ 1

«Фізичні і фізико-хімічні методи досліджень лікарських засобів»

Мета: Сформувати у здобувачів системне уявлення про фізичні та фізико-хімічні методи аналізу лікарських засобів, їх класифікацію, принципи дії та області застосування у фармацевтичному аналізі. Навчити обирати адекватний метод дослідження залежно від природи лікарської субстанції та поставленої аналітичної задачі (ідентифікація, кількісне визначення, контроль чистоти). Розвинути навички інтерпретації експериментальних даних і оцінки точності та відтворюваності результатів.

Основні поняття (перелік питань): Класифікація фізичних і фізико-хімічних методів аналізу. Переваги та обмеження інструментальних методів у фармацевтичному аналізі. Основні метрологічні характеристики методів (точність, правильність, відтворюваність, чутливість, специфічність). Поняття калібрування та валідації аналітичних методик. Роль фізико-хімічних методів у контролі якості лікарських засобів. Вибір методу аналізу залежно від властивостей лікарської речовини. Джерела похибок і способи їх мінімізації. Фармакопейні вимоги до аналітичних методів.

План:

1. Контроль опорного рівня знань

1. Під час контролю якості лікарської субстанції аналітик використовує метод, що базується на вимірюванні фізичних властивостей речовини без зміни її хімічного складу. Який із наведених методів належить до фізичних?

- A. Рефрактометрія
- B. Титриметрія
- C. Гравіметрія
- D. Осадження
- E. Комплексонометрія

2. При виборі методу аналізу лікарської речовини необхідно враховувати її здатність поглинати електромагнітне випромінювання. Який метод є найбільш доцільним для кількісного визначення таких речовин?

A. Спектрофотометрія

B. Полярографія

C. Потенціометрія

D. Кондуктометрія

E. Гравіметрія

3. Під час валідації аналітичної методики оцінюють її здатність давати результати, близькі до істинного значення. Яка характеристика відповідає цьому визначенню?

A. Правильність

B. Відтворюваність

C. Прецизійність

D. Чутливість

E. Лінійність

4. У процесі аналізу отримано близькі між собою результати при багаторазових вимірюваннях однієї проби. Яка характеристика методу оцінюється у цьому випадку?

A. Відтворюваність

B. Специфічність

C. Селективність

D. Межа виявлення

E. Робочий діапазон

5. При визначенні концентрації лікарської речовини використовують калібрувальний графік. Яка залежність лежить в основі побудови такого графіка у спектрофотометрії?

A. Лінійна залежність між оптичною густиною та концентрацією

B. Логарифмічна залежність між концентрацією та часом

C. Експоненціальна залежність між масою і об'ємом

- D. обернена залежність між концентрацією і температурою
- E. Квадратична залежність між сигналом і концентрацією
6. Аналітик визначає лікарську речовину у присутності домішок, які не впливають на результат аналізу. Яка характеристика методу описує цю властивість?
- A. Специфічність
- B. Чутливість
- C. Відтворюваність
- D. Точність
- E. Лінійність
7. Під час проведення аналізу отримано систематично завищені результати. Який тип похибки має місце?
- A. Систематична похибка
- B. Випадкова похибка
- C. Груба похибка
- D. Інструментальна похибка
- E. Статистична похибка
8. При аналізі лікарської речовини необхідно визначити мінімальну кількість, яку можна надійно виявити методом. Який параметр характеризує цю здатність?
- A. Межа виявлення
- B. Точність
- C. Відтворюваність
- D. Лінійність
- E. Робочий діапазон
9. Під час контролю якості лікарських засобів часто застосовують декілька методів одночасно. Яка основна причина такого підходу?
- A. Підвищення достовірності результатів аналізу
- B. Зменшення часу аналізу
- C. Зниження вартості дослідження

D. Спрощення методики

E. Зменшення впливу температури

10. Аналітична методика використовується для кількісного визначення лікарської речовини в широкому діапазоні концентрацій із збереженням лінійності. Яка характеристика методу це описує?

A. Робочий діапазон

B. Специфічність

C. Межа виявлення

D. Точність

E. Селективність

2. Обговорення теоретичних питань для перевірки базових знань за темою

- 1) Поясніть сутність фізичних і фізико-хімічних методів аналізу, їх місце у фармацевтичному контролі якості та відмінності від класичних хімічних методів.
- 2) Охарактеризуйте класифікацію фізико-хімічних методів аналізу з прикладами застосування у фармації.
- 3) Розкрийте поняття точності, правильності, відтворюваності та специфічності аналітичного методу та їх значення для оцінки якості лікарських засобів.
- 4) Поясніть принципи калібрування аналітичних методів і побудови калібрувальних залежностей.
- 5) Обґрунтуйте критерії вибору методу аналізу залежно від хімічної природи лікарської речовини.
- 6) Охарактеризуйте основні джерела похибок у фізико-хімічному аналізі та способи їх мінімізації.
- 7) Розкрийте значення валідації аналітичних методик у фармацевтичній практиці.
- 8) Поясніть роль фізико-хімічних методів у стандартизації лікарських засобів.

- 9) Наведіть приклади комплексного використання кількох методів для аналізу однієї речовини.
- 10) Обґрунтуйте значення фармакопейних вимог при застосуванні аналітичних методів.

3. Формування професійних вмінь та практичних навичок

Задача 1. Визначення концентрації за законом Бугера–Ламберта–Бера. Під час спектрофотометричного аналізу розчину лікарської речовини оптична густина становить 0,420. Молярний коефіцієнт поглинання $\epsilon = 8400 \text{ л} \cdot \text{моль}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$, товщина кювети 1 см. Завдання: Розрахувати молярну концентрацію розчину. Вказати, які фактори можуть впливати на точність результату.

Задача 2. Рефрактометричне визначення концентрації. Показник заломлення розчину становить 1,3620. Згідно з калібрувальною залежністю: 1% $\rightarrow$ 1,3330; 5% $\rightarrow$ 1,3480; 10% $\rightarrow$ 1,3640. Завдання: Визначити приблизну концентрацію розчину. Обґрунтувати доцільність використання рефрактометрії для цього аналізу.

Задача 3. Поляриметричний аналіз. Оптичне обертання розчину становить $+5,2^\circ$. Довжина трубки – 1 дм. Питоме обертання речовини $[\alpha] = +52^\circ$. Завдання: Обчислити концентрацію розчину (%). Пояснити, для яких лікарських речовин застосовується цей метод.

Задача 4. Оцінка похибки вимірювання. При визначенні концентрації лікарської речовини отримано три значення: 0,98%; 1,02%; 1,00%. Завдання: Обчислити середнє значення. Оцінити відтворюваність результатів. Визначити, чи є метод достатньо точним для фармацевтичного аналізу.

Задача 5. Вибір аналітичного методу. Необхідно визначити: а) концентрацію барвника в розчині; б) вміст іонів натрію; в) ідентифікувати органічну сполуку за функціональними групами. Завдання: Обрати оптимальний фізико-хімічний метод для кожного випадку. Обґрунтувати свій вибір.

Задача 5. Вибір аналітичного методу. Необхідно визначити: а)

концентрацію барвника в розчині; б) вміст іонів натрію; в) ідентифікувати органічну сполуку за функціональними групами. Завдання: Обрати оптимальний фізико-хімічний метод для кожного випадку. Обґрунтувати свій вибір.

Задача 6. Аналіз впливу факторів на результат. Під час спектрофотометричного аналізу студент отримав занижені результати. Відомо, що: використано брудну кювету; довжина хвилі вибрана не на максимумі поглинання; розчин містить домішки. Завдання: Пояснити, як кожен фактор впливає на результат. Запропонувати способи усунення похибок. Вказати, який фактор є найбільш критичним.

4. Підведення підсумків:

У результаті заняття узагальнено роль фізичних і фізико-хімічних методів як основи сучасного фармацевтичного аналізу. Встановлено, що правильний вибір методу визначається природою лікарської речовини, необхідною чутливістю та специфічністю. Підкреслено значення метрологічних характеристик і валідації методик для забезпечення достовірності результатів. Акцентовано увагу на необхідності комплексного підходу до аналізу, поєднання кількох методів та критичної оцінки отриманих даних відповідно до фармакопейних вимог.

Список рекомендованої літератури:

Основна

1. Державна Фармакопея України : в 3 т. / Укр. наук. фармакопейний центр якості лікарських засобів. – 2-ге вид. – Х. : Держ. п-во «Укр. наук. фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2015. – Т. 1. – 1128 с.
2. Державна Фармакопея України / Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Доповнення 1. – Харків: Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2016. – 360 с.

3. Державна фармакопея України / Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Доповнення 2. – Харків: Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2018. – 336 с.
4. Державна фармакопея України / Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Доповнення 3. – Харків: Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2018. – 416 с.
5. Фармацевтичний аналіз лікарських засобів : навчальний посібник до семінарських занять провізорів-інтернів спеціальності «Загальна фармація» / Г. Г. Берест, О. К. Єренко, О. О. Малюгіна, І. Ф. Дуюн. – Запоріжжя: ЗДМУ, 2019. – 166 с.
6. Безуглий П.О. Фармацевтична хімія / П.О. Безуглий, І.С. Гриценко, І.В. Українець та ін. – Вінниця: НОВА КНИГА, 2018. – 552 с.
7. Речицький О.Н. Аналіз лікарських препаратів. Лабораторний практикум/ О.Н. Речицький, С.Ф. Решнова, О.В. Сидоренко, С.Ю. Кот, В.А. В.А. Філіппова. – Херсон: ХДУ, 2017. – 84 с.

Додаткова

1. Фармацевтична хімія : підруч. для студ. вищ. фармац. навч. закл. і фармац. ф-тів вищ. мед. навч. закл. III-IV рівнів акредитації / П.О.Безуглий, І. С. Гриценко, І. В. Українець [та ін.]; за заг. ред. П. О. Безуглого. – Вид. 2-ге, випр., доопрац. – Вінниця : Нова книга, 2011. – 560 с.
2. Фармацевтичний аналіз : навч. посіб. для студ. вищ. навч. закл. / П. О. Безуглий, В. А. Георгіянц, І. С. Гриценко [та ін.] ; за заг. ред. В. А. Георгіянц. – Х. : НФаУ : Золоті сторінки, 2013. – 552 с.

3. Належні практики у фармації : практикум для студ. вищ. мед. і фармац. навч. закл. IV рівнів акредитації. / Н. І. Гудзь [та ін.] ; за ред. Т. Г. Калинюка. – Вінниця : Нова книга, 2013. – 368 с.
4. Салухіна Н. Г. Стандартизація та сертифікація товарів і послуг: Підручник / Н. Г. Салухіна, О. М. Язвінська. — К. : Центр учбової літератури, 2010. — 336 с.
5. Іващенко О.Д. Хімія і методи дослідження сировини і матеріалів [Текст] : навчальний посібник для ВНЗ / О.Д. Іващенко, Ю.Б. Нікозять, В.І. Дмитренко – К.:Знання, 2011. – 606с.
6. Шевряков М.В., Повстяной М.В., Рябініна Г.О. Практикум з аналітичної хімії. Кількісний аналіз / М.В. Шевряков, М.В. Повстяной, Г.О. Рябініна. – Херсон: ХДУ, 2013. – 26 с.

Інтернет-ресурси

https://library.udpu.edu.ua/library_files/6363_10.pdf

http://library.dnu.dp.ua/Metodichki/analit_chimija.pdf

[https://www.pharmencyclopedia.com.ua/article/372/fiziko-ximichni-metodi-](https://www.pharmencyclopedia.com.ua/article/372/fiziko-ximichni-metodi-analizu)

[analizu https://studopedia.com.ua/1_144512_fiziko-himichni-metodi-analizu.html](https://studopedia.com.ua/1_144512_fiziko-himichni-metodi-analizu.html)

https://studopedia.com.ua/view_metodanaliz.php?id=3

ПРАКТИЧНЕ ЗАНЯТТЯ 2

«Термічні методи аналізу»

Мета: Ознайомити здобувачів із теоретичними основами термічних методів аналізу (термогравіметрія, диференційно-термічний аналіз, диференційна скануюча калориметрія), їх фізичною суттю та аналітичними можливостями. Навчити визначати термічну стабільність, склад, наявність кристалізаційної води та домішок у лікарських речовинах. Сформувати вміння аналізувати термограми та робити висновки щодо якості лікарських субстанцій.

Основні поняття (перелік питань): Загальна характеристика термічних методів аналізу. Термогравіметричний аналіз (TGA): принцип і застосування. Диференціально-термічний аналіз (DTA). Диференціальна сканувальна калориметрія (DSC). Типи термічних ефектів (ендотермічні та екзотермічні процеси). Поняття термічної стабільності лікарських речовин. Визначення вологи, летких компонентів, домішок. Фактори, що впливають на результати термічного аналізу.

План:

1. Контроль опорного рівня знань

1. При дослідженні лікарської субстанції методом термогравіметрії визначають зміну маси зразка залежно від температури. Який параметр безпосередньо вимірюється в цьому методі?

- A. Зміна маси зразка
- B. Зміна об'єму зразка
- C. Електрична провідність
- D. Оптична густина
- E. Потенціал електрода

2. У процесі диференціально-термічного аналізу (DTA) реєструється різниця температур між зразком і еталоном. Яка інформація отримується в результаті цього аналізу?

- A. Теплові ефекти (ендо- та екзотермічні процеси)
 - B. Зміна маси речовини
 - C. Електропровідність
 - D. Оптичні властивості
 - E. Кислотність середовища
3. Під час DSC-аналізу лікарської речовини спостерігається ендотермічний пік. Який процес найімовірніше відповідає цьому ефекту?
- A. Плавлення речовини
 - B. Окиснення
 - C. Розклад з виділенням тепла
 - D. Полімеризація
 - E. Кристалізація
4. На термогравіметричній кривій спостерігається втрата маси при температурі до 120 °C. Який процес найбільш імовірно відбувається?
- A. Видалення адсорбованої або кристалізаційної води
 - B. Повний розклад речовини
 - C. Окиснення
 - D. Полімеризація
 - E. Кристалізація
5. При аналізі термограми лікарської речовини важливим є контроль швидкості нагрівання. Як впливає її збільшення?
- A. Зміщує піки до вищих температур
 - B. Зменшує температуру процесів
 - C. Не впливає на результати
 - D. Зменшує інтенсивність сигналу до нуля
 - E. Призводить до зникнення піків
6. Який термічний метод є найбільш інформативним для визначення ентальпії фазових переходів?
- A. Диференціальна сканувальна калориметрія (DSC)
 - B. Термогравіметрія (TGA)

- C. Поляриметрія
- D. Рефрактометрія
- E. Кондуктометрія

7. У процесі термічного аналізу виявлено декілька стадій втрати маси. Що це може свідчити?

- A. Про складну будову речовини або наявність домішок
- B. Про абсолютну чистоту речовини
- C. Про відсутність води
- D. Про стабільність речовини
- E. Про відсутність термічних ефектів

8. При дослідженні стабільності лікарських засобів термічні методи дозволяють визначити:

- A. Температуру початку розкладу
- B. Оптичну активність
- C. Розчинність у воді
- D. Значення рН
- E. Іонну силу розчину

9. Який фактор найбільше впливає на результати термічного аналізу?

- A. Атмосфера (інертна або окиснювальна) під час нагрівання
- B. Колір зразка
- C. Об'єм розчину
- D. Освітлення лабораторії
- E. Час доби проведення аналізу

10. Термічні методи широко застосовуються у фармацевтичному аналізі для:

- A. Оцінки стабільності та складу лікарських речовин
- B. Визначення запаху
- C. Оцінки смаку
- D. Визначення кольору
- E. Оцінки розміру частинок візуально

2. Обговорення теоретичних питань для перевірки базових знань за темою

- 1) Поясніть загальний принцип термічних методів аналізу та їх значення у фармації.
- 2) Охарактеризуйте термогравіметричний аналіз та його можливості у визначенні складу речовин.
- 3) Поясніть принцип диференціально-термічного аналізу та його відмінність від DSC.
- 4) Розкрийте сутність диференціальної сканувальної калориметрії та її застосування.
- 5) Поясніть природу ендотермічних і екзотермічних ефектів та їх відображення на термограмах.
- 6) Обґрунтуйте значення термічної стабільності лікарських речовин.
- 7) Охарактеризуйте вплив швидкості нагрівання на результати аналізу.
- 8) Поясніть можливість визначення домішок за допомогою термічних методів.
- 9) Наведіть приклади використання термічного аналізу у фармацевтичній розробці.
- 10) Оцініть переваги та обмеження термічних методів аналізу.

3. Формування професійних вмінь та практичних навичок

Задача 1. Визначення вмісту води за TGA. Під час термогравіметричного аналізу маса зразка зменшилась з 100,0 мг до 92,0 мг при нагріванні до 150 °C. Завдання: Розрахувати масову частку води (%) у зразку. Пояснити, який процес відбувається у цьому температурному діапазоні. Обґрунтувати значення цього показника для якості лікарської субстанції.

Задача 2. Інтерпретація термограми. На DTA-кривій лікарської речовини спостерігаються: ендотермічний пік при 120 °C; екзотермічний пік при 250 °C. Завдання: Пояснити природу кожного ефекту. Визначити, який процес відповідає плавленню, а який – розкладу. Оцінити термічну стабільність

речовини.

Задача 3. Визначення кількості домішок. Під час TGA встановлено: перша втрата маси – 3% (до 100 °C); друга – 7% (100–300 °C). Завдання: Інтерпретувати кожен етап втрати маси. Визначити можливу природу домішок. Зробити висновок щодо чистоти зразка.

Задача 4. Вплив швидкості нагрівання. Два аналізи однієї речовини: при 5 °C/хв → пік плавлення 140 °C; при 20 °C/хв → пік 150 °C. Завдання: Пояснити причину зміщення температури. Вказати, який режим є більш точним. Обґрунтувати важливість стандартизації умов.

Задача 5. DSC-аналіз лікарської речовини. На DSC-кривій виявлено: чіткий ендотермічний пік при 135 °C; слабкий ендотермічний пік при 128 °C. Завдання: Пояснити можливу наявність двох піків. Визначити, чи може це свідчити про поліморфізм. Обґрунтувати значення цього явища для фармації.

Задача 6. Сумісність компонентів. Проведено DSC-аналіз: речовина А має пік плавлення 150 °C; речовина В – 160 °C; суміш А+В → один широкий пік при 140 °C. Завдання: Пояснити зміну термограми у суміші. Зробити висновок щодо сумісності компонентів. Вказати можливі наслідки для лікарської форми.

4. Підведення підсумків:

Систематизовано знання про термічні методи як інструмент дослідження стабільності, складу та чистоти лікарських речовин. Встановлено, що аналіз термограм дозволяє ідентифікувати фізико-хімічні процеси (плавлення, дегідратація, розклад). Підкреслено важливість контролю експериментальних умов (швидкість нагрівання, атмосфера) для отримання коректних результатів. Зроблено висновок про високу інформативність методів при контролі якості та розробці лікарських форм.

Список рекомендованої літератури:

Основна

1. Державна Фармакопея України : в 3 т. / Укр. наук. фармакопейний центр якості лікарських засобів. – 2-ге вид. – Х. : Держ. п-во «Укр. наук. фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2015. – Т. 1. – 1128 с.
2. Державна Фармакопея України / Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Доповнення 1. – Харків: Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2016. – 360 с.
3. Державна фармакопея України / Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Доповнення 2. – Харків: Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2018. – 336 с.
4. Державна фармакопея України / Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Доповнення 3. – Харків: Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2018. – 416 с.
5. Фармацевтичний аналіз лікарських засобів : навчальний посібник до семінарських занять провізорів-інтернів спеціальності «Загальна фармація» / Г. Г. Берест, О. К. Єренко, О. О. Малюгіна, І. Ф. Дуюн. – Запоріжжя: ЗДМУ, 2019. – 166 с.
6. Безуглий П.О. Фармацевтична хімія / П.О. Безуглий, І.С. Гриценко, І.В. Українець та ін. – Вінниця: НОВА КНИГА, 2018. – 552 с.
7. Речицький О.Н. Аналіз лікарських препаратів. Лабораторний практикум/ О.Н. Речицький, С.Ф. Решнова, О.В. Сидоренко, С.Ю. Кот, В.А. В.А. Філіппова. – Херсон: ХДУ, 2017. – 84 с.

Додаткова

1. Фармацевтична хімія : підруч. для студ. вищ. фармац. навч. закл. і фармац. ф-тів вищ. мед. навч. закл. III-IV рівнів акредитації /

- П.О.Безуглий, І. С. Гриценко, І. В. Українець [та ін.]; за заг. ред. П. О. Безуглого. – Вид. 2-ге, випр., доопрац. – Вінниця : Нова книга, 2011. – 560 с.
2. Фармацевтичний аналіз : навч. посіб. для студ. вищ. навч. закл. / П. О. Безуглий, В. А. Георгіянц, І. С. Гриценко [та ін.] ; за заг. ред. В. А. Георгіянц. – Х. : НФаУ : Золоті сторінки, 2013. – 552 с.
 3. Належні практики у фармації : практикум для студ. вищ. мед. і фармац. навч. закл. IV рівнів акредитації. / Н. І. Гудзь [та ін.] ; за ред. Т. Г. Калинюка. – Вінниця : Нова книга, 2013. – 368 с.
 4. Салухіна Н. Г. Стандартизація та сертифікація товарів і послуг: Підручник / Н. Г. Салухіна, О. М. Язвінська. — К. : Центр учбової літератури, 2010. — 336 с.
 5. Іващенко О.Д. Хімія і методи дослідження сировини і матеріалів [Текст] : навчальний посібник для ВНЗ / О.Д. Іващенко, Ю.Б. Нікозять, В.І. Дмитренко – К.:Знання, 2011. – 606с.
 6. Шевряков М.В., Повстяной М.В., Рябініна Г.О. Практикум з аналітичної хімії. Кількісний аналіз / М.В. Шевряков, М.В. Повстяной, Г.О. Рябініна. – Херсон: ХДУ, 2013. – 26 с.

Інтернет-ресурси

https://library.udpu.edu.ua/library_files/6363_10.pdf

http://library.dnu.dp.ua/Metodichki/analit_chimija.pdf

<https://www.pharmencyclopedia.com.ua/article/372/fiziko-ximichni-metodi-analizu>

https://studopedia.com.ua/1_144512_fiziko-himichni-metodi-analizu.html

https://studopedia.com.ua/view_metodanaliz.php?id=3

ПРАКТИЧНЕ ЗАНЯТТЯ 3

«Термічний аналіз»

Мета: Поглибити знання здобувачів щодо практичного застосування термічного аналізу у фармації. Навчити проводити експериментальне визначення температур фазових переходів, дегідратації, розкладу лікарських речовин. Сформувати навички обробки результатів термічного аналізу, побудови та інтерпретації термічних кривих, а також використання отриманих даних для ідентифікації та стандартизації лікарських засобів.

Основні поняття (перелік питань): Основні типи термограм (TG, DTG, DTA, DSC). Інтерпретація термограм. Визначення температур фазових переходів. Поліморфізм лікарських речовин. Кінетика термічного розкладу. Оцінка сумісності компонентів лікарських форм. Визначення складу складних систем. Практичне застосування термічного аналізу у фармації..

План:

1. Контроль опорного рівня знань

1. При аналізі TG-кривої лікарської речовини спостерігається поступове зменшення маси з підвищенням температури. Який параметр безпосередньо відображає ця крива?

- A. Залежність маси зразка від температури
- B. Залежність теплового ефекту від часу
- C. Залежність потенціалу від температури
- D. Залежність оптичної густини від довжини хвилі
- E. Залежність провідності від концентрації

2. На DTG-кривій спостерігається пік при температурі 250 °C. Що він характеризує?

- A. Максимальну швидкість втрати маси
- B. Початок розкладу
- C. Кінець процесу

- D. Температуру плавлення
 - E. Температуру кипіння
3. На DSC-кривій зафіксовано ендотермічний пік. Який процес найбільш імовірно відповідає цьому явищу?
- A. Плавлення речовини
 - B. Окиснення
 - C. Полімеризація
 - D. Кристалізація
 - E. Розклад з виділенням тепла
4. При аналізі термограми встановлено, що перша втрата маси відбувається до 120 °C. Що це найімовірніше означає?
- A. Видалення води або летких компонентів
 - B. Повний розклад речовини
 - C. Окиснення органічної сполуки
 - D. Кристалізація
 - E. Полімеризація
5. Якщо одна й та сама лікарська речовина має різні температури плавлення на DSC-кривих, це свідчить про:
- A. Поліморфізм
 - B. Окиснення
 - C. Гідроліз
 - D. Іонізацію
 - E. Адсорбцію
6. Який параметр визначають за положенням піка на DSC-кривій?
- A. Температуру фазового переходу
 - B. Концентрацію речовини
 - C. Оптичну густину
 - D. Електропровідність
 - E. Потенціал електрода
7. При аналізі суміші двох речовин на DSC-кривій з'являється новий

пiк, вiдсутній у вихiдних компонентах. Це свiдчить про:

- A. Взаємодiю компонентiв
- B. Вiдсутнiсть взаємодiї
- C. Пiдвищення чистоти
- D. Зменшення температури
- E. Випадкову похибку

8. Температура, при якiй починається розклад речовини, називається:

- A. Температурою початку розкладу
- B. Температурою плавлення
- C. Температурою кипiння
- D. Температурою кристалiзацiї
- E. Температурою конденсацiї

9. Який метод дозволяє визначити кiнетичнi параметри термiчного розкладу?

- A. Термогравiметричний аналiз (TG/DTG)
- B. Поляриметрiя
- C. Рефрактометрiя
- D. Спектрофотометрiя
- E. Кондуктометрiя

10. При збiльшеннi швидкостi нагрiвання на термограмi пiки змiщуються:

- A. У бiк вищих температур
- B. У бiк нижчих температур
- C. Не змiнюються
- D. Зникають
- E. Роздвоюються

11. Яка область термограми використовується для визначення втрати маси?

- A. TG-крива

- В. DSC-крива
- С. DTA-крива
- Д. ЯМР-спектр
- Е. УФ-спектр

12. Наявність кількох піків на DSC-кривій однієї речовини може свідчити про:

- А. Наявність домішок або поліморфних форм
- В. Абсолютну чистоту
- С. Відсутність фазових переходів
- Д. Постійність структури
- Е. Відсутність взаємодій

13. Який параметр визначається за площею піка на DSC-кривій?

- А. Ентальпія процесу
- В. Концентрація
- С. Потенціал
- Д. Провідність
- Е. Об'єм

14. Термічний аналіз застосовується у фармації для оцінки:

- А. Стабільності лікарських засобів
- В. Запаху речовини
- С. Смаку препарату
- Д. Кольору розчину
- Е. Осмотичного тиску

15. Який фактор найбільше впливає на форму термограми?

- А. Швидкість нагрівання та атмосфера аналізу
- В. Колір зразка
- С. Форма посудини
- Д. Освітлення
- Е. Час доби

2. Обговорення теоретичних питань для перевірки базових знань за

темою

- 1) Поясніть сутність термограм різних типів (TG, DTG, DTA, DSC) та їх інформативність.
- 2) Охарактеризуйте етапи інтерпретації термограм.
- 3) Поясніть методи визначення температур фазових переходів.
- 4) Розкрийте поняття поліморфізму та його значення у фармації.
- 5) Поясніть можливості термічного аналізу для виявлення домішок.
- 6) Охарактеризуйте кінетичні параметри термічного розкладу.
- 7) Поясніть застосування термічного аналізу для оцінки сумісності компонентів.
- 8) Розкрийте значення методу у дослідженні стабільності лікарських засобів.
- 9) Наведіть приклади практичного використання термічного аналізу.
- 10) Оцініть обмеження методу та можливі похибки.

3. Формування професійних вмінь та практичних навичок

Задача 1. Інтерпретація TG/DTG-кривих. Під час термічного аналізу зразка отримано: перша втрата маси: 5% при 80-120 °C; друга втрата маси: 20% при 200-300 °C; На DTG-кривій спостерігаються два піки, що відповідають цим діапазонам. Завдання: Інтерпретувати кожен етап втрати маси. Визначити, які процеси відбуваються (волога, розклад тощо). Зробити висновок щодо складу речовини.

Задача 2. Визначення температури плавлення за DSC. На DSC-кривій речовини зафіксовано чіткий ендотермічний пік при 156 °C. Завдання: Пояснити природу цього піку. Вказати, як визначається температура плавлення з DSC-кривої. Обґрунтувати значення цього параметра для ідентифікації речовини.

Задача 3. Поліморфні модифікації. Для однієї лікарської речовини отримано: зразок 1: DSC-пік при 140 °C; зразок 2: DSC-пік при 150 °C. Завдання: Пояснити різницю у температурах. Визначити, чи свідчить це про

поліморфізм. Оцінити вплив цього явища на біодоступність препарату.

Задача 4. Кінетика термічного розкладу. При нагріванні речовини встановлено: початок розкладу – 220 °С; максимальна швидкість – 250 °С. Завдання: Пояснити різницю між цими температурами. Вказати, яка з них визначається за DTG-кривою. Обґрунтувати значення цих параметрів для стабільності лікарського засобу.

Задача 5. Аналіз сумісності компонентів. DSC-дослідження показало: речовина А: пік 130 °С; речовина В: пік 145 °С; суміш: новий пік при 120 °С і відсутність початкових піків. Завдання: Інтерпретувати отримані результати. Визначити, чи є взаємодія між компонентами. Оцінити можливість спільного використання у лікарській формі.

Задача 6. Визначення складу гідрату. Зразок втрачає 9% маси при 100–150 °С. Відомо, що речовина є кристалогідратом. Завдання: Пояснити природу втрати маси. Розрахувати кількість молекул води (якщо молекулярна маса безводної речовини – 180 г/моль). Зробити висновок щодо складу сполуки.

4. Підведення підсумків:

Закріплено навички інтерпретації термограм та встановлення стадій термічних перетворень. Визначено значення термічного аналізу для виявлення поліморфізму, оцінки сумісності компонентів і стабільності лікарських засобів. Підкреслено можливість кількісної оцінки складу та кінетики процесів. Акцентовано увагу на застосуванні методу у фармацевтичній розробці та стандартизації.

Список рекомендованої літератури:

Основна

1. Державна Фармакопея України : в 3 т. / Укр. наук. фармакопейний центр якості лікарських засобів. – 2-ге вид. – Х. : Держ. п-во «Укр. наук. фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2015. – Т. 1. – 1128 с.
2. Державна Фармакопея України / Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. –

- Доповнення 1. – Харків: Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2016. – 360 с.
3. Державна фармакопея України / Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Доповнення 2. – Харків: Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2018. – 336 с.
4. Державна фармакопея України / Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Доповнення 3. – Харків: Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2018. – 416 с.
5. Фармацевтичний аналіз лікарських засобів : навчальний посібник до семінарських занять провізорів-інтернів спеціальності «Загальна фармація» / Г. Г. Берест, О. К. Єренко, О. О. Малюгіна, І. Ф. Дуюн. – Запоріжжя: ЗДМУ, 2019. – 166 с.
6. Безуглий П.О. Фармацевтична хімія / П.О. Безуглий, І.С. Гриценко, І.В. Українець та ін. – Вінниця: НОВА КНИГА, 2018. – 552 с.
7. Речицький О.Н. Аналіз лікарських препаратів. Лабораторний практикум/ О.Н. Речицький, С.Ф. Решнова, О.В. Сидоренко, С.Ю. Кот, В.А. В.А. Філіппова. – Херсон: ХДУ, 2017. – 84 с.

Додаткова

1. Фармацевтична хімія : підруч. для студ. вищ. фармац. навч. закл. і фармац. ф-тів вищ. мед. навч. закл. III-IV рівнів акредитації / П.О.Безуглий, І. С. Гриценко, І. В. Українець [та ін.]; за заг. ред. П. О. Безуглого. – Вид. 2-ге, випр., доопрац. – Вінниця : Нова книга, 2011. – 560 с.

2. Фармацевтичний аналіз : навч. посіб. для студ. вищ. навч. закл. / П. О. Безуглий, В. А. Георгіянц, І. С. Гриценко [та ін.] ; за заг. ред. В. А. Георгіянц. – Х. : НФаУ : Золоті сторінки, 2013. – 552 с.
3. Належні практики у фармації : практикум для студ. вищ. мед. і фармац. навч. закл. IV рівнів акредитації. / Н. І. Гудзь [та ін.] ; за ред. Т. Г. Калинюка. – Вінниця : Нова книга, 2013. – 368 с.
4. Салухіна Н. Г. Стандартизація та сертифікація товарів і послуг: Підручник / Н. Г. Салухіна, О. М. Язвінська. — К. : Центр учбової літератури, 2010. — 336 с.
5. Іващенко О.Д. Хімія і методи дослідження сировини і матеріалів [Текст] : навчальний посібник для ВНЗ / О.Д. Іващенко, Ю.Б. Нікозять, В.І. Дмитренко – К.:Знання, 2011. – 606с.
6. Шевряков М.В., Повстяной М.В., Рябініна Г.О. Практикум з аналітичної хімії. Кількісний аналіз / М.В. Шевряков, М.В. Повстяной, Г.О. Рябініна. – Херсон: ХДУ, 2013. – 26 с.

Інтернет-ресурси

https://library.udpu.edu.ua/library_files/6363_10.pdf

http://library.dnu.dp.ua/Metodichki/analit_chimija.pdf

[https://www.pharmencyclopedia.com.ua/article/372/fiziko-ximichni-metodi-](https://www.pharmencyclopedia.com.ua/article/372/fiziko-ximichni-metodi-analizu)

[analizu https://studopedia.com.ua/1_144512_fiziko-himichni-metodi-analizu.html](https://studopedia.com.ua/1_144512_fiziko-himichni-metodi-analizu.html)

https://studopedia.com.ua/view_metodanaliz.php?id=3

ПРАКТИЧНЕ ЗАНЯТТЯ 4

«Електрохімічні методи аналізу»

Мета: Сформувати у здобувачів знання про електрохімічні методи аналізу (потенціометрія, кондуктометрія, вольтамперометрія) та їх застосування у фармацевтичній практиці. Навчити визначати концентрацію іонів, кислотно-основні властивості та електролітну поведінку лікарських речовин. Розвинути навички роботи з електрохімічним обладнанням та інтерпретації потенціометричних і вольтамперометричних кривих.

Основні поняття (перелік питань): Класифікація електрохімічних методів аналізу. Основи електродних процесів. Потенціометрія: принцип методу, рН-метрія. Типи електродів (індикаторні, порівняння). Кондуктометрія та її застосування. Вольтамперометрія та полярографія. Кулонометрія. Джерела похибок в електрохімічних вимірюваннях.

План:

1. Контроль опорного рівня знань

1. Який параметр безпосередньо вимірюється при потенціометричному аналізі лікарських засобів?

- A. Різниця потенціалів між електродами
- B. Оптична густина
- C. Масова частка речовини
- D. Температура плавлення
- E. Швидкість реакції

2. Який електрод використовується як індикаторний при визначенні рН розчинів лікарських речовин?

- A. Скляний електрод
- B. Срібно-хлоридний електрод
- C. Каломельний електрод
- D. Платиновий електрод

Е. Водневий електрод

3. Значення рН розчину дорівнює 3. Яка характеристика цього розчину є правильною?

А. Кисле середовище

В. Лужне середовище

С. Нейтральне середовище

Д. Буферне середовище

Е. Ізотонічне середовище

4. Який закон описує залежність електродного потенціалу від концентрації іонів?

А. Рівняння Нернста

В. Закон Бера

С. Закон Ома

Д. Закон Рауля

Е. Закон Дальтона

5. Який метод базується на вимірюванні електричної провідності розчину?

А. Кондуктометрія

В. Потенціометрія

С. Полярографія

Д. Кулонометрія

Е. Спектрофотометрія

6. При розведенні розчину електроліту його електропровідність:

А. Зменшується

В. Збільшується

С. Не змінюється

Д. Стає нульовою

Е. Різко зростає

7. Який метод дозволяє визначати концентрацію речовини за кількістю електрики, витраченої на її перетворення?

- A. Кулонометрія
 - B. Потенціометрія
 - C. Кондуктометрія
 - D. Поляриметрія
 - E. Рефрактометрія
8. Який процес лежить в основі вольтамперометричного аналізу?
- A. Залежність струму від прикладеного потенціалу
 - B. Залежність температури від часу
 - C. Залежність маси від об'єму
 - D. Залежність оптичної густини від концентрації
 - E. Залежність тиску від температури
9. У потенціометричному титруванні точка еквівалентності визначається за:
- A. Різкою зміною потенціалу
 - B. Зміною кольору
 - C. Зміною запаху
 - D. Осадженням речовини
 - E. Виділенням газу
10. Який фактор найбільше впливає на точність потенціометричних вимірювань?
- A. Калібрування електродів
 - B. Колір розчину
 - C. Об'єм посудини
 - D. Освітлення
 - E. Час проведення аналізу
11. Який електрод використовується як електрод порівняння?
- A. Каломельний електрод
 - B. Скляний електрод
 - C. Іон-селективний електрод
 - D. Вуглецевий електрод

Е. Мембранний електрод

12. При наявності сторонніх іонів у розчині результати потенціометричного аналізу можуть бути спотворені через:

А. Інтерференцію

В. Адсорбцію

С. Іонізацію

Д. Гідроліз

Е. Дисоціацію

13. Який параметр характеризує здатність методу визначати лише одну речовину у присутності інших?

А. Селективність

В. Точність

С. Лінійність

Д. Чутливість

Е. Відтворюваність

14. Який тип електродів застосовують для визначення конкретних іонів у розчині?

А. Іон-селективні електроди

В. Металеві електроди

С. Платинові електроди

Д. Вугільні електроди

Е. Інертні електроди

15. Електрохімічні методи у фармацевтичному аналізі застосовуються для:

А. Визначення концентрації іонів і лікарських речовин

В. Визначення кольору розчину

С. Оцінки запаху

Д. Визначення температури плавлення

Е. Оцінки густини

2. Обговорення теоретичних питань для перевірки базових знань за

темою

- 1) Поясніть загальні принципи електрохімічних методів аналізу.
- 2) Охарактеризуйте електродні процеси та їх роль у формуванні аналітичного сигналу.
- 3) Розкрийте сутність потенціометрії та її застосування у визначенні рН.
- 4) Поясніть будову та принцип дії електродів.
- 5) Охарактеризуйте кондуктометричний метод аналізу.
- 6) Поясніть принципи вольтамперометрії та її аналітичні можливості.
- 7) Розкрийте сутність кулонометрії.
- 8) Поясніть вплив іонної сили та сторонніх іонів на результати аналізу.
- 9) Наведіть приклади застосування електрохімічних методів у фармації.
- 10) Оцініть переваги та недоліки електрохімічних методів.

3. Формування професійних вмінь та практичних навичок

Задача 1. Визначення рН розчину. Концентрація іонів водню в розчині становить $3,2 \cdot 10^{-4}$ моль/л. Завдання: Розрахувати рН розчину. Визначити, чи є розчин кислим, нейтральним чи лужним. Пояснити значення цього показника для лікарських засобів.

Задача 2. Потенціометричне визначення. Під час вимірювання потенціалу отримано значення 0,236 В. Стандартний потенціал електрода – 0,200 В. Температура – 25 °С. Завдання: Пояснити, від чого залежить електродний потенціал. Вказати, чи зростає концентрація визначуваного іона. Обґрунтувати застосування потенціометрії у фармації.

Задача 3. Кондуктометричний аналіз. Провідність розчину становить 2,5 мСм/см. Після розведення у 2 рази – 1,3 мСм/см. Завдання: Пояснити зміну провідності при розведенні. Визначити тип електроліту (сильний чи слабкий). Обґрунтувати застосування методу.

Задача 4. Вольтамперометрія. На вольтамперограмі спостерігається пік струму при потенціалі -0,45 В. Завдання: Пояснити природу пікового струму. Вказати, як визначається концентрація речовини. Оцінити чутливість методу.

Задача 5. Кулонометричне визначення. Для повного електролізу речовини витрачено 965 Кл електрики. Завдання: Визначити кількість речовини (моль), що прореагувала. Пояснити зв'язок між зарядом і кількістю речовини. Обґрунтувати точність кулонометрії.

Задача 6. Вплив сторонніх іонів. При визначенні іонів кальцію потенціометричним методом отримано завищені результати через наявність іонів магнію. Завдання: Пояснити причину похибки. Запропонувати способи усунення інтерференції. Вказати, як підвищити селективність методу.

4. Підведення підсумків:

Узагальнено принципи електрохімічних методів та їх значення для швидкого і точного визначення іонів і лікарських речовин. Встановлено залежність аналітичного сигналу від концентрації та умов вимірювання. Підкреслено важливість правильного вибору електродів і калібрування приладів. Зроблено висновок про високу чутливість і доступність методів, а також необхідність урахування впливу сторонніх іонів і похибок.

Список рекомендованої літератури:

Основна

1. Державна Фармакопея України : в 3 т. / Укр. наук. фармакопейний центр якості лікарських засобів. – 2-ге вид. – Х. : Держ. п-во «Укр. наук. фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2015. – Т. 1. – 1128 с.
2. Державна Фармакопея України / Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Доповнення 1. – Харків: Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2016. – 360 с.
3. Державна фармакопея України / Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Доповнення 2. – Харків: Державне підприємство «Український

- науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2018. – 336 с.
4. Державна фармакопея України / Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Доповнення 3. – Харків: Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2018. – 416 с.
 5. Фармацевтичний аналіз лікарських засобів : навчальний посібник до семінарських занять провізорів-інтернів спеціальності «Загальна фармація» / Г. Г. Берест, О. К. Єренко, О. О. Малюгіна, І. Ф. Дуюн. – Запоріжжя: ЗДМУ, 2019. – 166 с.
 6. Безуглий П.О. Фармацевтична хімія / П.О. Безуглий, І.С. Гриценко, І.В. Українець та ін. – Вінниця: НОВА КНИГА, 2018. – 552 с.
 7. Речицький О.Н. Аналіз лікарських препаратів. Лабораторний практикум/ О.Н. Речицький, С.Ф. Решнова, О.В. Сидоренко, С.Ю. Кот, В.А. В.А. Філіппова. – Херсон: ХДУ, 2017. – 84 с.

Додаткова

1. Фармацевтична хімія : підруч. для студ. вищ. фармац. навч. закл. і фармац. ф-тів вищ. мед. навч. закл. III-IV рівнів акредитації / П.О.Безуглий, І. С. Гриценко, І. В. Українець [та ін.]; за заг. ред. П. О. Безуглого. – Вид. 2-ге, випр., доопрац. – Вінниця : Нова книга, 2011. – 560 с.
2. Фармацевтичний аналіз : навч. посіб. для студ. вищ. навч. закл. / П. О. Безуглий, В. А. Георгіянц, І. С. Гриценко [та ін.] ; за заг. ред. В. А. Георгіянц. – Х. : НФаУ : Золоті сторінки, 2013. – 552 с.
3. Належні практики у фармації : практикум для студ. вищ. мед. і фармац. навч. закл. IV рівнів акредитації. / Н. І. Гудзь [та ін.] ; за ред. Т. Г. Калинюка. – Вінниця : Нова книга, 2013. – 368 с.

4. Салухіна Н. Г. Стандартизація та сертифікація товарів і послуг: Підручник / Н. Г. Салухіна, О. М. Язвінська. — К. : Центр учбової літератури, 2010. — 336 с.
5. Іващенко О.Д. Хімія і методи дослідження сировини і матеріалів [Текст] : навчальний посібник для ВНЗ / О.Д. Іващенко, Ю.Б. Нікозять, В.І. Дмитренко – К.:Знання, 2011. – 606с.
6. Шевряков М.В., Повстяной М.В., Рябініна Г.О. Практикум з аналітичної хімії. Кількісний аналіз / М.В. Шевряков, М.В. Повстяной, Г.О. Рябініна. – Херсон: ХДУ, 2013. – 26 с.

Інтернет-ресурси

https://library.udpu.edu.ua/library_files/6363_10.pdf

http://library.dnu.dp.ua/Metodichki/analit_chimija.pdf

[https://www.pharmencyclopedia.com.ua/article/372/fiziko-ximichni-metodi-](https://www.pharmencyclopedia.com.ua/article/372/fiziko-ximichni-metodi-analizu)

[analizu https://studopedia.com.ua/1_144512_fiziko-himichni-metodi-analizu.html](https://studopedia.com.ua/1_144512_fiziko-himichni-metodi-analizu.html)

https://studopedia.com.ua/view_metodanaliz.php?id=3

ПРАКТИЧНЕ ЗАНЯТТЯ 5

«Методи, які ґрунтуються на вимірюванні поглинання електромагнітного випромінювання»

Мета: Ознайомити здобувачів із теоретичними основами спектральних методів аналізу, що базуються на поглинанні електромагнітного випромінювання (УФ, видима та ІЧ області). Сформулювати розуміння законів світлопоглинання, зокрема закону Бугера–Ламберта–Бера, та їх практичного застосування. Навчити проводити якісний та кількісний аналіз лікарських засобів за спектрами поглинання та оцінювати достовірність отриманих результатів.

Основні поняття (перелік питань): Природа електромагнітного випромінювання. Взаємодія світла з речовиною. Закон Бугера-Ламберта-Бера. Поняття оптичної густини та пропускання. Спектри поглинання. Кількісний аналіз за допомогою спектрофотометрії. Побудова калібрувального графіка. Джерела похибок у спектрофотометрії.

План:

1. Контроль опорного рівня знань

1. Під час спектрофотометричного аналізу лікарської речовини встановлено, що оптична густина розчину прямо пропорційна його концентрації за умови сталої довжини хвилі та товщини кювети. Який закон лежить в основі цієї залежності?

- A. Закон Бугера–Ламберта–Бера
- B. Закон Нернста
- C. Закон Ома
- D. Закон Рауля
- E. Закон Фарадея

2. У лабораторії проводять кількісне визначення субстанції методом УФ-спектрофотометрії. Аналітик обирає довжину хвилі, що відповідає

максимуму поглинання речовини. Яка основна причина такого вибору?

- A. Забезпечення максимальної чутливості та точності аналізу
- B. Зменшення часу аналізу
- C. Зниження вартості дослідження
- D. Зменшення температурного впливу
- E. Спрощення калібрування

3. При визначенні концентрації лікарської речовини за спектрофотометричними даними необхідно, щоб залежність “оптична густина – концентрація” була лінійною. Яка умова є обов’язковою для виконання цього?

- A. Розчин має бути розбавленим і однорідним
- B. Розчин повинен бути концентрованим
- C. Використання непрозорої кювети
- D. Відсутність світла
- E. Використання високої температури

4. У процесі аналізу встановлено, що при збільшенні концентрації речовини відбувається відхилення від лінійності калібрувального графіка. Яка найбільш імовірна причина цього явища?

- A. Надмірна концентрація розчину
- B. Низька температура
- C. Відсутність домішок
- D. Використання стандартного розчину
- E. Наявність прозорої кювети

5. Аналітик визначає концентрацію лікарської речовини за допомогою калібрувального графіка. Яка основна вимога до стандартних розчинів при його побудові?

- A. Вони повинні охоплювати діапазон концентрацій досліджуваного зразка
- B. Вони повинні мати максимальну концентрацію
- C. Вони повинні бути кольоровими

- D. Вони повинні бути концентрованими
 - E. Вони повинні мати різну температуру
6. Під час вимірювання оптичної густини використовується “бланк”.
Яка його основна функція?
- A. Компенсація поглинання розчинника та кювети
 - B. Збільшення оптичної густини
 - C. Зменшення концентрації
 - D. Підвищення температури
 - E. Зміна довжини хвилі
7. У спектрофотометричному аналізі мутний розчин дає завищені значення оптичної густини. Чим це пояснюється?
- A. Розсіюванням світла частинками
 - B. Зменшенням концентрації
 - C. Зниженням температури
 - D. Відсутністю поглинання
 - E. Зміною довжини хвилі
8. Під час вимірювання використано подряпану кювету, що призвело до похибки. Який характер цієї похибки?
- A. Систематична похибка
 - B. Випадкова похибка
 - C. Груба похибка
 - D. Статистична похибка
 - E. Теоретична похибка
9. Який параметр визначається як логарифм відношення інтенсивності падаючого світла до інтенсивності світла, що пройшло через розчин?
- A. Оптична густина
 - B. Пропускання
 - C. Інтенсивність
 - D. Частота

- Е. Довжина хвилі
10. При проведенні аналізу було неправильно обрано довжину хвилі (не λ_{max}). До чого це призведе?
- А. Зниження точності та чутливості методу
 - В. Підвищення точності
 - С. Збільшення концентрації
 - Д. Відсутності сигналу
 - Е. Зникнення спектра
11. Який фактор найбільше впливає на правильність результатів спектрофотометричного аналізу?
- А. Чистота розчину та відсутність домішок
 - В. Колір лабораторного столу
 - С. Об'єм посудини
 - Д. Освітлення
 - Е. Час проведення аналізу
12. У спектрі лікарської речовини спостерігається максимум поглинання при 275 нм. Яке значення має цей параметр?
- А. Використовується для ідентифікації речовини
 - В. Визначає температуру плавлення
 - С. Вказує на масу молекули
 - Д. Визначає густину
 - Е. Вказує на рН
13. Який фактор може спричинити відхилення від закону Бугера–Ламберта–Бера?
- А. Хімічна взаємодія речовини у розчині
 - В. Використання чистого розчинника
 - С. Вибір λ_{max}
 - Д. Калібрування приладу
 - Е. Використання стандартів
14. При аналізі лікарської речовини спостерігається накладання

спектрів двох компонентів. Яка проблема виникає?

- A. Зниження специфічності методу
- B. Підвищення точності
- C. Зменшення похибки
- D. Підвищення чутливості
- E. Покращення лінійності

15. Спектрофотометрія широко застосовується у фармації, оскільки вона дозволяє:

- A. Швидко і точно визначати концентрацію лікарських речовин
- B. Визначати температуру плавлення
- C. Оцінювати запах
- D. Визначати густину
- E. Визначати механічні властивості

2. Обговорення теоретичних питань для перевірки базових знань за темою

- 1) Поясніть природу електромагнітного випромінювання та його взаємодію з речовиною.
- 2) Розкрийте сутність закону Бугера-Ламберта-Бера.
- 3) Поясніть поняття оптичної густини та пропускання.
- 4) Охарактеризуйте спектри поглинання.
- 5) Поясніть методику кількісного аналізу за спектрофотометрією.
- 6) Розкрийте принцип побудови калібрувального графіка.
- 7) Поясніть вплив довжини хвилі на результати аналізу.
- 8) Охарактеризуйте джерела похибок у спектрофотометрії.
- 9) Наведіть приклади застосування методу у фармації.
- 10) Оцініть обмеження методу.

3. Формування професійних вмінь та практичних навичок

Задача 1. Розрахунок концентрації за оптичною густиною. Оптична густина розчину лікарської речовини дорівнює 0,600. Молярний коефіцієнт

поглинання $\varepsilon = 12000 \text{ л} \cdot \text{моль}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$, товщина кювети 1 см. Завдання: Розрахувати молярну концентрацію розчину. Пояснити, який закон використовується для розрахунку. Вказати умови його застосування.

Задача 2. Побудова калібрувального графіка. Для стандартних розчинів отримано дані:

Концентрація (мг/л) Оптична густина

2	0,10
4	0,21
6	0,31
8	0,42

Оптична густина досліджуваного розчину – 0,35. Завдання: Побудувати калібрувальну залежність (описово). Визначити концентрацію невідомого розчину. Оцінити лінійність залежності.

Задача 3. Визначення пропускання. Оптична густина розчину становить 0,301. Завдання: Розрахувати пропускання (%). Пояснити зв'язок між оптичною густиною і пропусканням. Вказати, який показник більш зручний для кількісного аналізу.

Задача 4. Вплив довжини хвилі. При вимірюванні розчину отримано: при 250 нм $\rightarrow A = 0,45$; при 270 нм $\rightarrow A = 0,62$; при 300 нм $\rightarrow A = 0,30$. Завдання: Визначити довжину хвилі максимуму поглинання. Пояснити, чому вимірювання проводять саме при λ_{max} . Оцінити вплив вибору довжини хвилі на точність.

Задача 5. Аналіз похибок. Під час спектрофотометричного аналізу отримано занижені значення. Відомо, що: кювета була подряпана; розчин мутний; використано неправильний бланк. Завдання: Пояснити вплив кожного фактора на результат. Визначити, який фактор є найбільш критичним. Запропонувати способи усунення похибок.

Задача 6. Ідентифікація речовини за спектром. Дано спектр речовини з максимумом поглинання при 280 нм. Відомо, що: речовина А: $\lambda_{\text{max}} = 260 \text{ нм}$; речовина В: $\lambda_{\text{max}} = 280 \text{ нм}$; речовина С: $\lambda_{\text{max}} = 310 \text{ нм}$. Завдання: Визначити досліджувану речовину. Пояснити принцип ідентифікації. Оцінити

можливість помилки при наявності домішок.

4. Підведення підсумків:

Сформовано цілісне розуміння спектрофотометричних методів як універсального інструменту кількісного аналізу. Підтверджено практичне значення закону Бугера-Ламберта-Бера для визначення концентрації. Узагальнено підходи до побудови калібрувальних залежностей і оцінки точності. Акцентовано увагу на впливі сторонніх факторів (домішки, довжина хвилі, розчинник) на результати аналізу.

Список рекомендованої літератури:

Основна

1. Державна Фармакопея України : в 3 т. / Укр. наук. фармакопейний центр якості лікарських засобів. – 2-ге вид. – Х. : Держ. п-во «Укр. наук. фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2015. – Т. 1. – 1128 с.
2. Державна Фармакопея України / Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Доповнення 1. – Харків: Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2016. – 360 с.
3. Державна фармакопея України / Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Доповнення 2. – Харків: Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2018. – 336 с.
4. Державна фармакопея України / Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Доповнення 3. – Харків: Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2018. – 416 с.

5. Фармацевтичний аналіз лікарських засобів : навчальний посібник до семінарських занять провізорів-інтернів спеціальності «Загальна фармація» / Г. Г. Берест, О. К. Єренко, О. О. Малюгіна, І. Ф. Дуюн. – Запоріжжя: ЗДМУ, 2019. – 166 с.
6. Безуглий П.О. Фармацевтична хімія / П.О. Безуглий, І.С. Гриценко, І.В. Українець та ін. – Вінниця: НОВА КНИГА, 2018. – 552 с.
7. Речицький О.Н. Аналіз лікарських препаратів. Лабораторний практикум/ О.Н. Речицький, С.Ф. Решнова, О.В. Сидоренко, С.Ю. Кот, В.А. В.А. Філіппова. – Херсон: ХДУ, 2017. – 84 с.

Додаткова

1. Фармацевтична хімія : підруч. для студ. вищ. фармац. навч. закл. і фармац. ф-тів вищ. мед. навч. закл. III-IV рівнів акредитації / П.О.Безуглий, І. С. Гриценко, І. В. Українець [та ін.]; за заг. ред. П. О. Безуглого. – Вид. 2-ге, випр., доопрац. – Вінниця : Нова книга, 2011. – 560 с.
2. Фармацевтичний аналіз : навч. посіб. для студ. вищ. навч. закл. / П. О. Безуглий, В. А. Георгіянц, І. С. Гриценко [та ін.] ; за заг. ред. В. А. Георгіянц. – Х. : НФаУ : Золоті сторінки, 2013. – 552 с.
3. Належні практики у фармації : практикум для студ. вищ. мед. і фармац. навч. закл. IV рівнів акредитації. / Н. І. Гудзь [та ін.] ; за ред. Т. Г. Калинюка. – Вінниця : Нова книга, 2013. – 368 с.
4. Салухіна Н. Г. Стандартизація та сертифікація товарів і послуг: Підручник / Н. Г. Салухіна, О. М. Язвінська. — К. : Центр учбової літератури, 2010. — 336 с.
5. Іващенко О.Д. Хімія і методи дослідження сировини і матеріалів [Текст] : навчальний посібник для ВНЗ / О.Д. Іващенко, Ю.Б. Нікозять, В.І. Дмитренко – К.:Знання, 2011. – 606с.
6. Шевряков М.В., Повстяной М.В., Рябініна Г.О. Практикум з аналітичної хімії. Кількісний аналіз / М.В. Шевряков, М.В. Повстяной, Г.О. Рябініна. – Херсон: ХДУ, 2013. – 26 с.

Інтернет-ресурси

https://library.udpu.edu.ua/library_files/6363_10.pdf

http://library.dnu.dp.ua/Metodichki/analit_chimija.pdf

<https://www.pharmencyclopedia.com.ua/article/372/fiziko-ximichni-metodi-analizu>

https://studopedia.com.ua/1_144512_fiziko-himichni-metodi-analizu.html

https://studopedia.com.ua/view_metodanaliz.php?id=3

ПРАКТИЧНЕ ЗАНЯТТЯ 6

«Абсорбційна спектрофотометрія в інфрачервоній області спектру»

Мета: Сформувати у здобувачів знання щодо принципів ІЧ-спектроскопії та її ролі в ідентифікації лікарських речовин. Навчити аналізувати ІЧ-спектри, визначати функціональні групи, встановлювати структуру органічних сполук та виявляти домішки. Розвинути практичні навички підготовки зразків та роботи з ІЧ-спектрофотометром.

Основні поняття (перелік питань): Природа ІЧ-випромінювання. Коливальні переходи молекул. Характеристичні частоти функціональних груп. Будова ІЧ-спектрофотометра. Методи підготовки зразків (таблетки KBr, плівки тощо). Інтерпретація ІЧ-спектрів. Ідентифікація лікарських речовин за ІЧ-спектрами. Фармакопейне застосування ІЧ-спектроскопії.

План:

1. Контроль опорного рівня знань

1. При ідентифікації лікарської речовини методом ІЧ-спектроскопії аналізують коливальні переходи в молекулі. Яка ділянка спектра є найбільш інформативною для цього методу?

- A. Інфрачервона область
- B. Ультрафіолетова область
- C. Видима область
- D. Рентгенівська область
- E. Радіохвильова область

2. У ІЧ-спектрі лікарської речовини спостерігається інтенсивна смуга поглинання при 1700 см^{-1} . Якій функціональній групі вона відповідає?

- A. Карбонільній групі ($\text{C}=\text{O}$)
- B. Гідроксильній групі ($\text{O}-\text{H}$)
- C. Аміногрупі ($\text{N}-\text{H}$)
- D. Алкановому зв'язку ($\text{C}-\text{C}$)
- E. Галогену ($\text{C}-\text{Cl}$)

3. У спектрі спостерігається широка смуга в області $3200\text{--}3600\text{ см}^{-1}$. Яка функціональна група найімовірніше присутня?

- A. Гідроксильна група ($\text{O}-\text{H}$)
- B. Карбонільна група
- C. Алкенова група
- D. Ефірний зв'язок
- E. Ароматичне кільце

4. ІЧ-спектроскопія широко використовується у фармації для ідентифікації речовин. Яка основна причина цього?

- A. Кожна речовина має унікальний спектр ("відбиток пальця")
- B. Метод дешевий
- C. Метод швидкий
- D. Метод не потребує калібрування
- E. Метод не потребує підготовки зразка

5. Яка область ІЧ-спектра називається "пальцевою областю"?

- A. $600\text{--}1500\text{ см}^{-1}$
- B. $1500\text{--}4000\text{ см}^{-1}$
- C. $200\text{--}600\text{ см}^{-1}$
- D. $4000\text{--}6000\text{ см}^{-1}$
- E. $100\text{--}200\text{ см}^{-1}$

6. У спектрі лікарської речовини з'явилась додаткова смуга, відсутня у стандарті. Що це найімовірніше означає?

- A. Наявність домішок

- В. Підвищення температури
 - С. Зменшення концентрації
 - Д. Відсутність функціональних груп
 - Е. Зміну довжини хвилі
7. Який метод підготовки зразків найчастіше використовується для твердих речовин в ІЧ-спектроскопії?
- А. Таблетування з KBr
 - В. Розчинення у воді
 - С. Осадження
 - Д. Титрування
 - Е. Центрифугування
8. Чому ІЧ-спектроскопія є менш придатною для кількісного аналізу порівняно з УФ-спектрофотометрією?
- А. Складність точного вимірювання інтенсивності смуг
 - В. Відсутність спектрів
 - С. Низька температура
 - Д. Відсутність поглинання
 - Е. Простота методу
9. У спектрі карбонової кислоти спостерігається широка смуга в області $2500\text{--}3300\text{ см}^{-1}$. Чим це пояснюється?
- А. Водневим зв'язуванням
 - В. Іонізацією
 - С. Окисненням
 - Д. Відновленням
 - Е. Полімеризацією
10. Який фактор найбільше впливає на положення смуг в ІЧ-спектрі?
- А. Хімічна природа функціональних груп
 - В. Колір зразка
 - С. Об'єм посудини
 - Д. Освітлення

Е. Час аналізу

11. У спектрі спостерігається смуга при 2250 см^{-1} . Який тип зв'язку це характеризує?

А. Потрійний зв'язок (наприклад, $\text{C}\equiv\text{N}$ або $\text{C}\equiv\text{C}$)

В. Одинарний зв'язок

С. Подвійний зв'язок

Д. Іонний зв'язок

Е. Водневий зв'язок

12. Який параметр визначає інтенсивність смуги поглинання в ІЧ-спектрі?

А. Зміна дипольного моменту під час коливання

В. Температура

С. Об'єм

Д. Концентрація

Е. Тиск

13. При порівнянні спектра зразка зі стандартом фармакопея вимагає:

А. Ідентичності основних смуг поглинання

В. Ідентичності кольору

С. Ідентичності маси

Д. Ідентичності температури

Е. Ідентичності густини

14. Який фактор може призвести до спотворення ІЧ-спектра?

А. Наявність вологи у зразку

В. Відсутність світла

С. Низька температура

Д. Малий об'єм

Е. Відсутність кисню

15. ІЧ-спектроскопія застосовується у фармацевтичному аналізі для:

А. Ідентифікації структури лікарських речовин

В. Визначення рН

- С. Оцінки смаку
- Д. Визначення густини
- Е. Визначення температури кипіння

2. Обговорення теоретичних питань для перевірки базових знань за темою

- 1) Поясніть природу ІЧ-випромінювання.
- 2) Охарактеризуйте коливальні переходи у молекулах.
- 3) Поясніть зв'язок між функціональними групами і частотами поглинання.
- 4) Розкрийте будову ІЧ-спектрофотометра.
- 5) Охарактеризуйте методи підготовки зразків.
- 6) Поясніть принцип інтерпретації ІЧ-спектрів.
- 7) Наведіть приклади ідентифікації речовин.
- 8) Поясніть роль ІЧ-спектроскопії у фармакопеї.
- 9) Охарактеризуйте джерела похибок.
- 10) Оцініть переваги і недоліки методу.

3. Формування професійних вмінь та практичних навичок

Задача 1. Ідентифікація функціональних груп. В ІЧ-спектрі лікарської речовини спостерігаються смуги поглинання: 3400 см^{-1} (широка); 1700 см^{-1} (інтенсивна); 1200 см^{-1} . Завдання: Визначити можливі функціональні групи. Пояснити природу кожної смуги. Зробити припущення щодо класу сполуки.

Задача 2. Відмінність між спиртом і карбоновою кислотою. Дано два ІЧ-спектри: Спектр А: широка смуга $3200\text{--}3600\text{ см}^{-1}$; Спектр Б: широка смуга $2500\text{--}3300\text{ см}^{-1}$ + пік 1700 см^{-1} . Завдання: Визначити, який спектр відповідає спирту, а який — карбоновій кислоті. Пояснити відмінності у спектрах. Обґрунтувати практичне значення цього розрізнення.

Задача 3. Ідентифікація лікарської речовини. Дано ІЧ-спектр із такими характеристиками: 1600 см^{-1} (ароматичне кільце); 1500 см^{-1} ; $750\text{--}900\text{ см}^{-1}$. Завдання: Визначити наявність ароматичної системи. Пояснити значення

“пальцевої області”. Обґрунтувати можливість ідентифікації речовини.

Задача 4. Аналіз чистоти речовини. ІЧ-спектр субстанції відповідає стандарту, але додатково з’явився слабкий пік при 1720 см^{-1} . Завдання: Пояснити можливу природу цього піку. Визначити, чи свідчить це про домішку. Оцінити відповідність речовини фармакопейним вимогам.

Задача 5. Вплив підготовки зразка. При аналізі однієї речовини отримано різні спектри: метод KBr $\rightarrow$ чіткі піки; рідка плівка $\rightarrow$ розмиті піки. Завдання: Пояснити причину відмінностей. Оцінити вплив методу підготовки на результат. Визначити, який метод є більш точним.

Задача 6. Визначення типу зв’язку. В ІЧ-спектрі спостерігаються: 2250 см^{-1} ; 1650 см^{-1} . Завдання: Визначити, які типи зв’язків відповідають цим смугам. Пояснити різницю між кратними зв’язками в ІЧ-спектрі. Обґрунтувати значення цього аналізу для ідентифікації лікарських речовин.

4. Підведення підсумків:

Узагальнено знання про ІЧ-спектроскопію як високоспецифічний метод ідентифікації лікарських речовин. Встановлено зв’язок між положенням смуг поглинання та функціональними групами. Закріплено навички інтерпретації спектрів і підготовки зразків. Підкреслено значення методу у фармакопейному аналізі та контролі якості субстанцій.

Список рекомендованої літератури:

Основна

1. Державна Фармакопея України : в 3 т. / Укр. наук. фармакопейний центр якості лікарських засобів. – 2-ге вид. – Х. : Держ. п-во «Укр. наук. фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2015. – Т. 1. – 1128 с.
2. Державна Фармакопея України / Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Доповнення 1. – Харків: Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2016. – 360 с.

3. Державна фармакопея України / Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Доповнення 2. – Харків: Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2018. – 336 с.
4. Державна фармакопея України / Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Доповнення 3. – Харків: Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2018. – 416 с.
5. Фармацевтичний аналіз лікарських засобів : навчальний посібник до семінарських занять провізорів-інтернів спеціальності «Загальна фармація» / Г. Г. Берест, О. К. Єренко, О. О. Малюгіна, І. Ф. Дуюн. – Запоріжжя: ЗДМУ, 2019. – 166 с.
6. Безуглий П.О. Фармацевтична хімія / П.О. Безуглий, І.С. Гриценко, І.В. Українець та ін. – Вінниця: НОВА КНИГА, 2018. – 552 с.
7. Речицький О.Н. Аналіз лікарських препаратів. Лабораторний практикум/ О.Н. Речицький, С.Ф. Решнова, О.В. Сидоренко, С.Ю. Кот, В.А. В.А. Філіппова. – Херсон: ХДУ, 2017. – 84 с.

Додаткова

1. Фармацевтична хімія : підруч. для студ. вищ. фармац. навч. закл. і фармац. ф-тів вищ. мед. навч. закл. III-IV рівнів акредитації / П.О.Безуглий, І. С. Гриценко, І. В. Українець [та ін.]; за заг. ред. П. О. Безуглого. – Вид. 2-ге, випр., доопрац. – Вінниця : Нова книга, 2011. – 560 с.
2. Фармацевтичний аналіз : навч. посіб. для студ. вищ. навч. закл. / П. О. Безуглий, В. А. Георгіянц, І. С. Гриценко [та ін.] ; за заг. ред. В. А. Георгіянц. – Х. : НФаУ : Золоті сторінки, 2013. – 552 с.

3. Належні практики у фармації : практикум для студ. вищ. мед. і фармац. навч. закл. IV рівнів акредитації. / Н. І. Гудзь [та ін.] ; за ред. Т. Г. Калинюка. – Вінниця : Нова книга, 2013. – 368 с.
4. Салухіна Н. Г. Стандартизація та сертифікація товарів і послуг: Підручник / Н. Г. Салухіна, О. М. Язвінська. — К. : Центр учбової літератури, 2010. — 336 с.
5. Іващенко О.Д. Хімія і методи дослідження сировини і матеріалів [Текст] : навчальний посібник для ВНЗ / О.Д. Іващенко, Ю.Б. Нікозять, В.І. Дмитренко – К.:Знання, 2011. – 606с.
6. Шевряков М.В., Повстяной М.В., Рябініна Г.О. Практикум з аналітичної хімії. Кількісний аналіз / М.В. Шевряков, М.В. Повстяной, Г.О. Рябініна. – Херсон: ХДУ, 2013. – 26 с.

Інтернет-ресурси

https://library.udpu.edu.ua/library_files/6363_10.pdf

http://library.dnu.dp.ua/Metodichki/analit_chimija.pdf

[https://www.pharmencyclopedia.com.ua/article/372/fiziko-ximichni-metodi-](https://www.pharmencyclopedia.com.ua/article/372/fiziko-ximichni-metodi-analizu)

[analizu https://studopedia.com.ua/1_144512_fiziko-himichni-metodi-analizu.html](https://studopedia.com.ua/1_144512_fiziko-himichni-metodi-analizu.html)

https://studopedia.com.ua/view_metodanaliz.php?id=3

ПРАКТИЧНЕ ЗАНЯТТЯ 7

«Методи, які ґрунтуються на використанні магнітного поля»

Мета: Ознайомити здобувачів із методами аналізу, що базуються на взаємодії речовини з магнітним полем (зокрема ядерний магнітний резонанс). Сформувані розуміння фізичних основ ЯМР-спектроскопії та її значення у встановленні структури лікарських сполук. Навчити інтерпретувати спектри ЯМР та застосовувати отримані дані для ідентифікації і контролю якості лікарських засобів.

Основні поняття (перелік питань): Основи ядерного магнітного резонансу (ЯМР). Поняття хімічного зсуву. Спін-спінова взаємодія. Інтенсивність сигналів у ЯМР. Інтерпретація ЯМР-спектрів. Визначення структури органічних сполук. Застосування ЯМР у фармацевтичному аналізі. Переваги та обмеження методу.

План:

1. Контроль опорного рівня знань

1. Ядерний магнітний резонанс використовується для дослідження структури лікарських речовин завдяки взаємодії ядер атомів із зовнішнім магнітним полем. Який тип ядер найчастіше аналізують у фармацевтичній практиці?

- A. Ядра протонів (^1H)
- B. Ядра електронів
- C. Ядра кисню (^{16}O)
- D. Ядра неону
- E. Ядра аргону

2. У ^1H ЯМР-спектрі сигнал зміщується в бік більших значень δ (ppm). Що це означає?

- A. Дешилдування протонів (зменшення електронної густини)
- B. Підвищення електронної густини

- C. Відсутність взаємодії
 - D. Зменшення маси
 - E. Підвищення температури
3. У ЯМР-спектрі спостерігається сигнал у діапазоні 6–8 ppm. Які протони відповідають цьому сигналу?
- A. Ароматичні протони
 - B. Алкільні протони
 - C. Протони води
 - D. Протони аміногрупи
 - E. Протони спиртів
4. Інтегральна інтенсивність сигналу у ^1H ЯМР-спектрі відображає:
- A. Кількість протонів певного типу
 - B. Масу молекули
 - C. Температуру
 - D. Об'єм розчину
 - E. Частоту випромінювання
5. У спектрі спостерігається дублет. Що це означає?
- A. Наявність одного сусіднього протона
 - B. Відсутність сусідніх протонів
 - C. Наявність трьох сусідніх протонів
 - D. Наявність чотирьох сусідніх протонів
 - E. Повну відсутність взаємодії
6. Яке правило описує кратність розщеплення сигналів у ЯМР?
- A. Правило $n+1$
 - B. Закон Бера
 - C. Закон Нернста
 - D. Закон Фарадея
 - E. Закон Рауля
7. Сигнал при 0–2 ppm у ^1H ЯМР-спектрі найчастіше відповідає:
- A. Алкільним протонам

- В. Ароматичним протонам
 - С. Альдегідним протонам
 - Д. Карбоновим кислотам
 - Е. Амідним протонам
8. Який параметр визначає положення сигналу в ЯМР-спектрі?
- А. Хімічний зсув
 - В. Інтенсивність світла
 - С. Температура кипіння
 - Д. Оптична густина
 - Е. Провідність
9. При зміні розчинника положення сигналу змінилося. Це пояснюється:
- А. Впливом середовища на електронну густину
 - В. Зміною маси молекули
 - С. Випаровуванням речовини
 - Д. Зміною об'єму
 - Е. Впливом світла
10. У спектрі лікарської речовини з'явився додатковий сигнал, відсутній у стандарті. Це свідчить про:
- А. Наявність домішки
 - В. Підвищення температури
 - С. Відсутність протонів
 - Д. Зменшення концентрації
 - Е. Відсутність сигналу
11. ЯМР-спектроскопія дозволяє визначити:
- А. Будову молекули
 - В. Температуру плавлення
 - С. Густину
 - Д. Запах
 - Е. Колір

12. Сигнал у вигляді триплету вказує на наявність:
- A. Двох сусідніх протонів
 - B. Одного сусіднього протона
 - C. Трьох сусідніх протонів
 - D. Чотирьох сусідніх протонів
 - E. Відсутності сусідів
13. Який фактор найбільше впливає на точність ЯМР-аналізу?
- A. Однорідність магнітного поля
 - B. Колір зразка
 - C. Об'єм розчину
 - D. Освітлення
 - E. Час доби
14. ЯМР-метод широко застосовується у фармації для:
- A. Ідентифікації та контролю чистоти лікарських речовин
 - B. Визначення рН
 - C. Оцінки смаку
 - D. Визначення температури
 - E. Оцінки густини
15. Сигнал при 9–10 ppm у ^1H ЯМР-спектрі характерний для:
- A. Альдегідних протонів
 - B. Алкільних протонів
 - C. Ароматичних протонів
 - D. Аміногруп
 - E. Спиртів

2. Обговорення теоретичних питань для перевірки базових знань за темою

- 1) Поясніть фізичні основи ядерного магнітного резонансу.
- 2) Розкрийте поняття хімічного зсуву.
- 3) Поясніть спин-спінову взаємодію.

- 4) Охарактеризуйте інтенсивність сигналів.
- 5) Поясніть інтерпретацію ЯМР-спектрів.
- 6) Розкрийте можливості визначення структури.
- 7) Поясніть застосування у фармацевтичному аналізі.
- 8) Охарактеризуйте вплив розчинника.
- 9) Наведіть приклади використання.
- 10) Оцініть обмеження методу.

3. Формування професійних вмінь та практичних навичок

Задача 1. Інтерпретація хімічного зсуву. У ^1H ЯМР-спектрі речовини спостерігаються сигнали: $\delta = 1,2 \text{ ppm}$; $\delta = 3,5 \text{ ppm}$; $\delta = 7,2 \text{ ppm}$. Завдання: Визначити типи протонів, що відповідають цим сигналам. Пояснити природу хімічного зсуву. Зробити висновок про можливу структуру речовини.

Задача 2. Інтегральна інтенсивність сигналів. У спектрі отримано три сигнали з інтегральними значеннями: 3 : 2 : 1. Завдання: Визначити співвідношення протонів у молекулі. Пояснити значення інтегральної кривої. Запропонувати можливий фрагмент структури.

Задача 3. Спін-спінова взаємодія. У спектрі спостерігається сигнал у вигляді триплету та квартету. Завдання: Пояснити причину розщеплення сигналів. Визначити кількість сусідніх протонів. Запропонувати фрагмент молекули, що відповідає цим сигналам.

Задача 4. Вплив розчинника. При зміні розчинника положення сигналу змінилося з $2,5 \text{ ppm}$ до $3,0 \text{ ppm}$. Завдання: Пояснити причину зміщення сигналу. Охарактеризувати вплив полярності розчинника. Вказати, як це враховується при аналізі.

Задача 5. Ідентифікація лікарської речовини. Дано спектри: речовина А: сигнали в ароматичній області ($6-8 \text{ ppm}$); речовина Б: сигнали тільки в аліфатичній області ($0-3 \text{ ppm}$); Досліджуваний зразок має сигнали в області 7 ppm . Завдання: Визначити досліджувану речовину. Пояснити принцип ідентифікації. Оцінити можливість наявності домішок.

Задача 6. Аналіз чистоти. У ЯМР-спектрі речовини, окрім основних сигналів, з'явився додатковий сигнал при 1,0 ppm. Завдання: Пояснити можливу природу додаткового сигналу. Визначити, чи свідчить це про домішку. Оцінити придатність речовини для фармацевтичного використання.

4. Підведення підсумків:

Систематизовано знання про методи магнітного резонансу як інструмент структурного аналізу. Встановлено значення параметрів ЯМР (хімічний зсув, мультиплетність) для ідентифікації будови сполук. Підкреслено високу інформативність методу при дослідженні чистоти та домішок. Зроблено висновок про ключову роль ЯМР у сучасній фармацевтичній хімії.

Список рекомендованої літератури:

Основна

1. Державна Фармакопея України : в 3 т. / Укр. наук. фармакопейний центр якості лікарських засобів. – 2-ге вид. – Х. : Держ. п-во «Укр. наук. фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2015. – Т. 1. – 1128 с.
2. Державна Фармакопея України / Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Доповнення 1. – Харків: Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2016. – 360 с.
3. Державна фармакопея України / Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Доповнення 2. – Харків: Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2018. – 336 с.
4. Державна фармакопея України / Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Доповнення 3. – Харків: Державне підприємство «Український

- науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2018. – 416 с.
5. Фармацевтичний аналіз лікарських засобів : навчальний посібник до семінарських занять провізорів-інтернів спеціальності «Загальна фармація» / Г. Г. Берест, О. К. Єренко, О. О. Малюгіна, І. Ф. Дуюн. – Запоріжжя: ЗДМУ, 2019. – 166 с.
 6. Безуглий П.О. Фармацевтична хімія / П.О. Безуглий, І.С. Гриценко, І.В. Українець та ін. – Вінниця: НОВА КНИГА, 2018. – 552 с.
 7. Речицький О.Н. Аналіз лікарських препаратів. Лабораторний практикум/ О.Н. Речицький, С.Ф. Решнова, О.В. Сидоренко, С.Ю. Кот, В.А. В.А. Філіппова. – Херсон: ХДУ, 2017. – 84 с.

Додаткова

1. Фармацевтична хімія : підруч. для студ. вищ. фармац. навч. закл. і фармац. ф-тів вищ. мед. навч. закл. III-IV рівнів акредитації / П.О.Безуглий, І. С. Гриценко, І. В. Українець [та ін.]; за заг. ред. П. О. Безуглого. – Вид. 2-ге, випр., доопрац. – Вінниця : Нова книга, 2011. – 560 с.
2. Фармацевтичний аналіз : навч. посіб. для студ. вищ. навч. закл. / П. О. Безуглий, В. А. Георгіянц, І. С. Гриценко [та ін.] ; за заг. ред. В. А. Георгіянц. – Х. : НФаУ : Золоті сторінки, 2013. – 552 с.
3. Належні практики у фармації : практикум для студ. вищ. мед. і фармац. навч. закл. IV рівнів акредитації. / Н. І. Гудзь [та ін.] ; за ред. Т. Г. Калинюка. – Вінниця : Нова книга, 2013. – 368 с.
4. Салухіна Н. Г. Стандартизація та сертифікація товарів і послуг: Підручник / Н. Г. Салухіна, О. М. Язвінська. — К. : Центр учбової літератури, 2010. — 336 с.
5. Іващенко О.Д. Хімія і методи дослідження сировини і матеріалів [Текст] : навчальний посібник для ВНЗ / О.Д. Іващенко, Ю.Б. Нікозять, В.І. Дмитренко – К.:Знання, 2011. – 606с.

6. Шевряков М.В., Повстяной М.В., Рябініна Г.О. Практикум з аналітичної хімії. Кількісний аналіз / М.В. Шевряков, М.В. Повстяной, Г.О. Рябініна. – Херсон: ХДУ, 2013. – 26 с.

Інтернет-ресурси

https://library.udpu.edu.ua/library_files/6363_10.pdf

http://library.dnu.dp.ua/Metodichki/analit_chimija.pdf

<https://www.pharmencyclopedia.com.ua/article/372/fiziko-ximichni-metodi-analizu>

https://studopedia.com.ua/1_144512_fiziko-himichni-metodi-analizu.html

https://studopedia.com.ua/view_metodanaliz.php?id=3

ПРАКТИЧНЕ ЗАНЯТТЯ 8

«Хроматографія»

Мета: Сформувати у здобувачів теоретичні основи хроматографічних методів аналізу, їх класифікацію, механізми розподілу речовин між фазами. Навчити визначати склад багатокомпонентних сумішей, оцінювати чистоту лікарських засобів та проводити кількісний аналіз. Розвинути навички розрахунку хроматографічних параметрів (час утримування, коефіцієнт розподілу, ефективність колонки).

Основні поняття (перелік питань): Суть хроматографічного розділення. Класифікація хроматографічних методів. Рухома і нерухома фази. Механізми розділення (адсорбція, розподіл, іонний обмін). Хроматографічні параметри (R_f , t_R , N , R_s). Ефективність і селективність. Якісний і кількісний аналіз. Застосування у фармації.

План:

1. Контроль опорного рівня знань

1. У лабораторії контролю якості лікарських засобів проводять аналіз суміші двох речовин методом рідинної хроматографії. Відомо, що одна речовина сильніше взаємодіє з нерухомою фазою, ніж інша. Який з наведених висновків є правильним щодо часу утримування цих речовин?

- A. Речовина, що сильніше взаємодіє з нерухомою фазою, має більший час утримування
- B. Речовина, що слабше взаємодіє, має більший час утримування
- C. Обидві речовини мають однаковий час утримування
- D. Час утримування не залежить від взаємодії з фазами
- E. Час утримування залежить лише від температури
2. Під час хроматографічного аналізу визначають час утримування аналізованої речовини та час виходу несорбованого компонента. Який параметр дозволяє оцінити ступінь утримування речовини в колонці?
- A. Коефіцієнт утримування (k')
- B. Коефіцієнт розчинності
- C. Оптична густина
- D. Константа швидкості
- E. Індекс рефракції
3. Аналітик отримав два піки на хроматограмі, які частково перекриваються. Який параметр необхідно розрахувати для оцінки якості розділення цих компонентів?
- A. Роздільна здатність (R_s)
- B. Коефіцієнт розчинності
- C. Концентрацію
- D. Оптичну густину
- E. Потенціал
4. При проведенні аналізу лікарської речовини методом хроматографії встановлено, що піки мають значну ширину. Який параметр характеризує ефективність хроматографічної колонки у цьому випадку?
- A. Кількість теоретичних тарілок (N)
- B. Температура кипіння
- C. Оптична густина
- D. Електропровідність
- E. Константа рівноваги

5. У процесі розробки методики аналізу лікарської речовини необхідно підвищити розділення двох близьких компонентів. Який із наведених підходів є найбільш ефективним?

- A. Зміна складу рухомої фази
- B. Зменшення об'єму проби
- C. Зміна кольору розчину
- D. Зменшення освітлення
- E. Використання іншого посуду

6. Під час аналізу встановлено, що час утримування речовини значно зменшився після збільшення швидкості рухомої фази. Яке пояснення цього явища є правильним?

- A. Зменшення часу контакту речовини з нерухомою фазою
- B. Збільшення маси речовини
- C. Підвищення температури плавлення
- D. Зміна кольору речовини
- E. Відсутність взаємодії

7. У хроматографічному аналізі лікарських засобів часто використовують калібрувальні графіки для кількісного визначення. Який параметр найчастіше використовується для побудови такої залежності?

- A. Площа піка
- B. Час утримування
- C. Температура
- D. Об'єм
- E. Тиск

8. Під час аналізу суміші лікарських речовин виявлено, що один компонент має дуже малий час утримування і виходить разом із фронтом розчинника. Який висновок можна зробити?

- A. Речовина практично не взаємодіє з нерухомою фазою
- B. Речовина має високу адсорбцію
- C. Речовина є дуже полярною

- D. Речовина має велику молекулярну масу
 - E. Речовина нестабільна
9. У процесі аналізу спостерігається асиметрія піка (хвіст). Яка найбільш імовірна причина цього явища?
- A. Вторинні взаємодії з нерухомою фазою
 - B. Відсутність речовини
 - C. Низька температура
 - D. Відсутність детектора
 - E. Зміна кольору
10. При проведенні хроматографічного аналізу необхідно забезпечити відтворюваність часу утримування. Який фактор є критичним для цього?
- A. Стабільність умов аналізу (температура, склад рухомої фази)
 - B. Колір розчину
 - C. Освітлення лабораторії
 - D. Об'єм посудини
 - E. Час доби
11. Під час аналізу лікарської речовини методом хроматографії отримано кілька піків, хоча очікувався один. Що це найімовірніше означає?
- A. Наявність домішок або продуктів розкладу
 - B. Підвищення температури
 - C. Зменшення концентрації
 - D. Відсутність речовини
 - E. Помилку оператора
12. При розрахунку кількості теоретичних тарілок отримано низьке значення. Який висновок є правильним?
- A. Колонка має низьку ефективність
 - B. Колонка має високу ефективність
 - C. Метод не працює
 - D. Речовина не визначається
 - E. Дані некоректні

13. У процесі оптимізації методу аналітик змінює тип нерухомої фази. Яка мета цього?

- A. Зміна селективності розділення
- B. Зменшення температури
- C. Зміна кольору
- D. Зменшення об'єму
- E. Підвищення тиску

14. При проведенні аналізу лікарської речовини методом хроматографії використовується внутрішній стандарт. Яка основна мета його застосування?

- A. Підвищення точності кількісного визначення
- B. Зменшення часу аналізу
- C. Зміна кольору
- D. Підвищення температури
- E. Зменшення об'єму

15. У фармацевтичному аналізі хроматографія широко застосовується завдяки своїй універсальності. Яка основна перевага цього методу?

- A. Можливість одночасного якісного та кількісного аналізу складних сумішей
- B. Визначення лише кольору
- C. Визначення лише температури
- D. Визначення лише густини
- E. Визначення лише запаху

2. Обговорення теоретичних питань для перевірки базових знань за темою

- 1) Поясніть принцип хроматографічного розділення.
- 2) Охарактеризуйте класифікацію методів.
- 3) Розкрийте роль рухомої і нерухомої фаз.
- 4) Поясніть механізми розділення.

- 5) Охарактеризуйте параметри (t_R , R_s , N).
- 6) Поясніть ефективність і селективність.
- 7) Розкрийте принцип кількісного аналізу.
- 8) Поясніть інтерпретацію хроматограм.
- 9) Наведіть приклади застосування.
- 10) Оцініть обмеження.

3. Формування професійних вмінь та практичних навичок

Задача 1. Визначення коефіцієнта утримування (k'). Час утримування речовини $t_R = 5,0$ хв, час виходу несорбованої речовини $t_0 = 1,0$ хв. Завдання: Розрахувати коефіцієнт утримування k' . Оцінити ступінь утримування речовини. Пояснити значення цього параметра.

Задача 2. Розрахунок роздільної здатності (R_s) Дано: $t_{R1} = 4,0$ хв; $t_{R2} = 5,5$ хв; ширина піків: $w_1 = 0,5$ хв, $w_2 = 0,6$ хв. Завдання: Розрахувати роздільну здатність R_s . Оцінити якість розділення. Вказати мінімальне значення R_s для повного розділення.

Задача 3. Кількість теоретичних тарілок (N). Для речовини: $t_R = 6,0$ хв; ширина піка на половині висоти $w_{1/2} = 0,3$ хв. Завдання: Розрахувати кількість теоретичних тарілок N . Пояснити значення цього параметра. Оцінити ефективність колонки.

Задача 4. Якісний аналіз за часом утримування. Відомо: стандарт А: $t_R = 3,2$ хв; стандарт В: $t_R = 4,8$ хв; зразок: піки при 3,2 хв і 4,8 хв. Завдання: Ідентифікувати компоненти зразка. Пояснити принцип якісного аналізу. Вказати можливі джерела помилки.

Задача 5. Вплив умов хроматографування. При зміні швидкості рухомої фази: з 1 мл/хв $\rightarrow t_R = 6,0$ хв; до 2 мл/хв $\rightarrow t_R = 3,5$ хв. Завдання: Пояснити зміну часу утримування. Оцінити вплив на роздільну здатність. Визначити оптимальні умови.

Задача 6. Кількісний аналіз. Площа піка стандарту – 500 од., концентрація – 10 мг/л. Площа піка зразка – 750 од. Завдання: Розрахувати

концентрацію речовини у зразку. Пояснити принцип кількісного аналізу. Вказати умови застосування методу.

4. Підведення підсумків:

Узагальнено принципи хроматографічного розділення та фактори, що впливають на ефективність процесу. Закріплено розуміння основних параметрів (час утримування, ефективність, роздільна здатність). Підкреслено універсальність методу для якісного і кількісного аналізу. Акцентовано увагу на необхідності оптимізації умов розділення для досягнення достовірних результатів.

Список рекомендованої літератури:

Основна

1. Державна Фармакопея України : в 3 т. / Укр. наук. фармакопейний центр якості лікарських засобів. – 2-ге вид. – Х. : Держ. п-во «Укр. наук. фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2015. – Т. 1. – 1128 с.
2. Державна Фармакопея України / Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Доповнення 1. – Харків: Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2016. – 360 с.
3. Державна фармакопея України / Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Доповнення 2. – Харків: Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2018. – 336 с.
4. Державна фармакопея України / Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Доповнення 3. – Харків: Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2018. – 416 с.

5. Фармацевтичний аналіз лікарських засобів : навчальний посібник до семінарських занять провізорів-інтернів спеціальності «Загальна фармація» / Г. Г. Берест, О. К. Єренко, О. О. Малюгіна, І. Ф. Дуюн. – Запоріжжя: ЗДМУ, 2019. – 166 с.
6. Безуглий П.О. Фармацевтична хімія / П.О. Безуглий, І.С. Гриценко, І.В. Українець та ін. – Вінниця: НОВА КНИГА, 2018. – 552 с.
7. Речицький О.Н. Аналіз лікарських препаратів. Лабораторний практикум/ О.Н. Речицький, С.Ф. Решнова, О.В. Сидоренко, С.Ю. Кот, В.А. В.А. Філіппова. – Херсон: ХДУ, 2017. – 84 с.

Додаткова

1. Фармацевтична хімія : підруч. для студ. вищ. фармац. навч. закл. і фармац. ф-тів вищ. мед. навч. закл. III-IV рівнів акредитації / П.О.Безуглий, І. С. Гриценко, І. В. Українець [та ін.]; за заг. ред. П. О. Безуглого. – Вид. 2-ге, випр., доопрац. – Вінниця : Нова книга, 2011. – 560 с.
2. Фармацевтичний аналіз : навч. посіб. для студ. вищ. навч. закл. / П. О. Безуглий, В. А. Георгіянц, І. С. Гриценко [та ін.] ; за заг. ред. В. А. Георгіянц. – Х. : НФаУ : Золоті сторінки, 2013. – 552 с.
3. Належні практики у фармації : практикум для студ. вищ. мед. і фармац. навч. закл. IV рівнів акредитації. / Н. І. Гудзь [та ін.] ; за ред. Т. Г. Калинюка. – Вінниця : Нова книга, 2013. – 368 с.
4. Салухіна Н. Г. Стандартизація та сертифікація товарів і послуг: Підручник / Н. Г. Салухіна, О. М. Язвінська. — К. : Центр учбової літератури, 2010. — 336 с.
5. Іващенко О.Д. Хімія і методи дослідження сировини і матеріалів [Текст] : навчальний посібник для ВНЗ / О.Д. Іващенко, Ю.Б. Нікозять, В.І. Дмитренко – К.:Знання, 2011. – 606с.
6. Шевряков М.В., Повстяной М.В., Рябініна Г.О. Практикум з аналітичної хімії. Кількісний аналіз / М.В. Шевряков, М.В. Повстяной, Г.О. Рябініна. – Херсон: ХДУ, 2013. – 26 с.

Інтернет-ресурси

https://library.udpu.edu.ua/library_files/6363_10.pdf

http://library.dnu.dp.ua/Metodichki/analit_chimija.pdf

<https://www.pharmencyclopedia.com.ua/article/372/fiziko-ximichni-metodi-analizu>

https://studopedia.com.ua/1_144512_fiziko-himichni-metodi-analizu.html

https://studopedia.com.ua/view_metodanaliz.php?id=3

ПРАКТИЧНЕ ЗАНЯТТЯ 9

«Площинна (планарна) хроматографія»

Мета: Ознайомити здобувачів із принципами тонкошарової та паперової хроматографії. Навчити виконувати розділення компонентів сумішей, визначати значення R_f та ідентифікувати лікарські речовини. Сформувати практичні навички підготовки пластин, нанесення проб, вибору рухомої фази та візуалізації зон.

Основні поняття (перелік питань): Принцип тонкошарової хроматографії (TLC). Паперова хроматографія. Значення коефіцієнта R_f . Вибір сорбенту і розчинника. Методи виявлення речовин. Кількісний аналіз у TLC. Порівняльний аналіз зразків. Практичне застосування у фармації.

План:

1. Контроль опорного рівня знань

1. У лабораторії фармацевтичного контролю якості проводять ідентифікацію лікарської речовини методом тонкошарової хроматографії (ТШХ). Після розвитку хроматограми відстань, яку пройшла досліджувана речовина, становить 3,0 см, а фронт розчинника – 6,0 см. Який параметр розраховується для характеристики рухливості речовини на пластинці?

A. Коефіцієнт утримування (R_f)

B. Час утримування

C. Коефіцієнт розчинності

D. Оптична густина

Е. Електропровідність

2. Під час аналізу лікарського препарату методом ТШХ аналітик порівнює значення R_f досліджуваної речовини зі стандартом. Яка основна умова забезпечує коректність такого порівняння?

А. Проведення аналізу в однакових умовах (та сама пластинка, розчинник, температура)

В. Використання різних розчинників

С. Зміна температури під час аналізу

Д. Використання різних пластинок

Е. Зміна освітлення

3. У процесі аналізу виявлено, що значення R_f досліджуваної речовини значно збільшилось після зміни складу рухомої фази на більш полярну. Яке пояснення цього явища є правильним?

А. Збільшилась розчинність речовини в рухомій фазі

В. Зменшилась маса речовини

С. Змінилась температура плавлення

Д. Зменшилась концентрація

Е. Відсутня взаємодія

4. Під час виконання ТШХ аналітик спостерігає розмиті та нечіткі плями на хроматограмі. Яка найбільш імовірна причина цього явища?

А. Надмірна кількість нанесеної проби або висока вологість

В. Висока температура плавлення

С. Низька концентрація речовини

Д. Відсутність домішок

Е. Використання стандарту

5. У фармацевтичному аналізі ТШХ часто використовують для контролю чистоти лікарських речовин. Який критерій свідчить про наявність домішок?

А. Поява додаткових плям на хроматограмі

В. Зміна кольору пластинки

- C. Зменшення розміру плями
- D. Відсутність руху речовини
- E. Зміна температури

6. Під час аналізу лікарської речовини методом ТШХ отримано однакові значення R_f для двох різних сполук. Який висновок є найбільш правильним?

- A. Ідентифікація лише за R_f є недостатньою і потребує додаткового підтвердження
- B. Речовини ідентичні
- C. Речовини мають однакову масу
- D. Речовини є ізомерами
- E. Метод є неточним

7. У процесі аналізу аналітик використовує ультрафіолетову лампу для виявлення плям на хроматограмі. Який принцип лежить в основі цього методу детекції?

- A. Поглинання або флуоресценція речовин під дією УФ-випромінювання
- B. Випаровування речовини
- C. Зміна температури
- D. Осадження речовини
- E. Зміна маси

8. Під час виконання ТШХ встановлено, що речовина практично не рухається з місця нанесення ($R_f \approx 0$). Яке пояснення цього явища є найбільш імовірним?

- A. Сильна взаємодія з нерухомою фазою
- B. Висока леткість речовини
- C. Низька температура
- D. Відсутність розчинника
- E. Зменшення концентрації

9. У процесі аналізу встановлено, що речовина рухається разом із

фронтом розчинника ($R_f \approx 1$). Який висновок є правильним?

- A. Речовина майже не взаємодіє з нерухомою фазою
- B. Речовина сильно адсорбується
- C. Речовина має велику молекулярну масу
- D. Речовина нестабільна
- E. Речовина є домішкою

10. Під час кількісного аналізу методом ТШХ оцінюють інтенсивність плям. Який параметр використовується для цього найчастіше?

- A. Площа або інтенсивність плями
- B. Температура
- C. Об'єм
- D. Тиск
- E. Час

11. У фармацевтичній практиці важливо забезпечити відтворюваність результатів ТШХ. Який фактор є критичним для цього?

- A. Контроль умов хроматографування (вологість, температура, склад розчинника)
- B. Колір розчину
- C. Освітлення лабораторії
- D. Тип посуду
- E. Час доби

12. Під час аналізу лікарського препарату методом ТШХ використовується система розчинників. Яка її основна функція?

- A. Забезпечення розділення компонентів суміші
- B. Зміна кольору
- C. Підвищення температури
- D. Зменшення об'єму
- E. Збільшення маси

13. При проведенні ТШХ аналітик використовує стандартний зразок. Яка основна мета цього?

- A. Ідентифікація досліджуваної речовини шляхом порівняння
- B. Зменшення часу аналізу
- C. Зміна кольору
- D. Підвищення температури
- E. Зменшення похибки

14. Під час аналізу лікарської речовини методом ТШХ спостерігається накладання плям. Яка проблема виникає у цьому випадку?

- A. Зниження роздільної здатності методу
- B. Підвищення точності
- C. Зменшення похибки
- D. Підвищення чутливості
- E. Відсутність сигналу

15. Метод тонкошарової хроматографії широко застосовується у фармації завдяки своїй простоті та ефективності. Яка його основна перевага?

- A. Швидка і доступна ідентифікація та контроль домішок
- B. Визначення температури плавлення
- C. Визначення густини
- D. Оцінка смаку
- E. Визначення запаху

2. Обговорення теоретичних питань для перевірки базових знань за темою

- 1) Поясніть принцип ТШХ.
- 2) Охарактеризуйте паперову хроматографію.
- 3) Поясніть значення R_f .
- 4) Розкрийте вибір фаз.
- 5) Поясніть методи детекції.
- 6) Охарактеризуйте кількісний аналіз.
- 7) Поясніть вплив умов експерименту.
- 8) Наведіть приклади застосування.

9) Поясніть інтерпретацію результатів.

10) Оцініть обмеження.

3. Формування професійних вмінь та практичних навичок

Задача 1. Розрахунок коефіцієнта R_f . Відстань, яку пройшла речовина – 4,5 см. Відстань фронту розчинника – 9,0 см. Завдання: Розрахувати значення R_f . Пояснити фізичний зміст цього показника. Вказати допустимі межі R_f .

Задача 2. Ідентифікація речовин. Дано: стандарт А: $R_f = 0,30$; стандарт В: $R_f = 0,65$; зразок: плями з $R_f = 0,30$ і $0,65$. Завдання: Ідентифікувати компоненти зразка. Пояснити принцип якісного аналізу в ТШХ. Оцінити можливість помилки.

Задача 3. Вплив розчинника. При використанні іншої рухомої фази значення R_f збільшилось з 0,40 до 0,70. Завдання: Пояснити причину зміни R_f . Охарактеризувати вплив полярності розчинника. Визначити, який варіант є кращим для розділення.

Задача 4. Кількісний аналіз у ТШХ. Інтенсивність плями стандарту – 100 од., концентрація – 5 мг/мл. Інтенсивність плями зразка – 150 од. Завдання: Розрахувати концентрацію речовини у зразку. Пояснити принцип кількісного аналізу. Вказати обмеження методу.

Задача 5. Вплив умов проведення. При підвищеній вологості повітря отримано розмиті плями. Завдання: Пояснити причину цього явища. Оцінити вплив умов експерименту. Запропонувати способи покращення результату.

Задача 6. Аналіз чистоти речовини. На хроматограмі зразка спостерігаються: одна основна пляма ($R_f = 0,50$); дві додаткові слабкі плями. Завдання: Пояснити наявність додаткових плям. Оцінити чистоту речовини. Визначити, чи відповідає вона фармакопейним вимогам.

4. Підведення підсумків:

Закріплено принципи проведення тонкошарової хроматографії та інтерпретації результатів. Встановлено значення коефіцієнта R_f як характеристики речовини. Підкреслено роль правильного вибору фаз і методів

виявлення. Зроблено висновок про ефективність методу для швидкої ідентифікації та контролю домішок.

Список рекомендованої літератури:

Основна

1. Державна Фармакопея України : в 3 т. / Укр. наук. фармакопейний центр якості лікарських засобів. – 2-ге вид. – Х. : Держ. п-во «Укр. наук. фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2015. – Т. 1. – 1128 с.
2. Державна Фармакопея України / Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Доповнення 1. – Харків: Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2016. – 360 с.
3. Державна фармакопея України / Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Доповнення 2. – Харків: Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2018. – 336 с.
4. Державна фармакопея України / Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Доповнення 3. – Харків: Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2018. – 416 с.
5. Фармацевтичний аналіз лікарських засобів : навчальний посібник до семінарських занять провізорів-інтернів спеціальності «Загальна фармація» / Г. Г. Берест, О. К. Єренко, О. О. Малюгіна, І. Ф. Дуюн. – Запоріжжя: ЗДМУ, 2019. – 166 с.
6. Безуглий П.О. Фармацевтична хімія / П.О. Безуглий, І.С. Гриценко, І.В. Українець та ін. – Вінниця: НОВА КНИГА, 2018. – 552 с.

7. Речицький О.Н. Аналіз лікарських препаратів. Лабораторний практикум/ О.Н. Речицький, С.Ф. Решнова, О.В. Сидоренко, С.Ю. Кот, В.А. В.А. Філіппова. – Херсон: ХДУ, 2017. – 84 с.

Додаткова

1. Фармацевтична хімія : підруч. для студ. вищ. фармац. навч. закл. і фармац. ф-тів вищ. мед. навч. закл. III-IV рівнів акредитації / П.О.Безуглий, І. С. Гриценко, І. В. Українець [та ін.]; за заг. ред. П. О. Безуглого. – Вид. 2-ге, випр., доопрац. – Вінниця : Нова книга, 2011. – 560 с.
2. Фармацевтичний аналіз : навч. посіб. для студ. вищ. навч. закл. / П. О. Безуглий, В. А. Георгіянц, І. С. Гриценко [та ін.] ; за заг. ред. В. А. Георгіянц. – Х. : НФаУ : Золоті сторінки, 2013. – 552 с.
3. Належні практики у фармації : практикум для студ. вищ. мед. і фармац. навч. закл. IV рівнів акредитації. / Н. І. Гудзь [та ін.] ; за ред. Т. Г. Калинюка. – Вінниця : Нова книга, 2013. – 368 с.
4. Салухіна Н. Г. Стандартизація та сертифікація товарів і послуг: Підручник / Н. Г. Салухіна, О. М. Язвінська. — К. : Центр учбової літератури, 2010. — 336 с.
5. Іващенко О.Д. Хімія і методи дослідження сировини і матеріалів [Текст] : навчальний посібник для ВНЗ / О.Д. Іващенко, Ю.Б. Нікозять, В.І. Дмитренко – К.:Знання, 2011. – 606с.
6. Шевряков М.В., Повстяной М.В., Рябініна Г.О. Практикум з аналітичної хімії. Кількісний аналіз / М.В. Шевряков, М.В. Повстяной, Г.О. Рябініна. – Херсон: ХДУ, 2013. – 26 с.

Інтернет-ресурси

https://library.udpu.edu.ua/library_files/6363_10.pdf

http://library.dnu.dp.ua/Metodichki/analit_chimija.pdf

<https://www.pharmencyclopedia.com.ua/article/372/fiziko-ximichni-metodi-analizu>

https://studopedia.com.ua/1_144512_fiziko-himichni-metodi-analizu.html

https://studopedia.com.ua/view_metodanaliz.php?id=3

ПРАКТИЧНЕ ЗАНЯТТЯ 10

«Рідинна хроматографія. Високоєфективна рідинна хроматографія»

Мета: Сформувати у здобувачів знання про принципи рідинної хроматографії та ВЕРХ (HPLC), їх переваги у фармацевтичному аналізі. Навчити проводити якісний та кількісний аналіз лікарських засобів із використанням сучасного хроматографічного обладнання. Розвинути навички оптимізації умов аналізу, інтерпретації хроматограм та оцінки точності результатів.

Основні поняття (перелік питань): Принцип рідинної хроматографії. Будова ВЕРХ-системи. Типи колонок і сорбентів. Режими елюювання (ізократичний, градієнтний). Детектори у ВЕРХ. Основні параметри розділення. Кількісний аналіз. Системна придатність.

План:

1. Контроль опорного рівня знань

1. У лабораторії контролю якості лікарських засобів проводять кількісне визначення активної фармацевтичної інгредієнтної речовини методом високоєфективної рідинної хроматографії. Після введення проби в систему аналітик фіксує час виходу піка досліджуваної речовини, який становить 6,5 хв, при цьому час виходу несорбованого компонента дорівнює 1,5 хв. Який параметр необхідно розрахувати для оцінки ступеня взаємодії речовини з нерухомою фазою?

- A. Коефіцієнт утримування (k'), який визначається як відношення різниці між часом утримування і мертвим часом до мертвого часу
- B. Оптичну густину розчину
- C. Константу швидкості реакції
- D. Індекс рефракції
- E. Коефіцієнт дифузії

2. Під час проведення ВЕРХ-аналізу лікарського препарату аналітик спостерігає, що два піки на хроматограмі частково перекриваються, що

ускладнює їх ідентифікацію та кількісне визначення. Який параметр необхідно розрахувати для оцінки ступеня розділення цих компонентів?

- A. Роздільна здатність (R_s), яка характеризує ступінь розділення двох сусідніх піків
- B. Час утримування
- C. Площа піка
- D. Концентрація речовини
- E. Температура аналізу

3. У процесі аналізу лікарської речовини методом ВЕРХ аналітик визначає кількість теоретичних тарілок для оцінки ефективності колонки. Який висновок є правильним при отриманні високого значення цього параметра?

- A. Колонка має високу ефективність і забезпечує вузькі та добре розділені піки
- B. Колонка непридатна для аналізу
- C. Речовина нестабільна
- D. Метод не працює
- E. Потрібно змінити детектор

4. Під час оптимізації методу ВЕРХ аналітик змінює склад рухомої фази, збільшуючи частку органічного розчинника. Після цього спостерігається зменшення часу утримування аналізованої речовини. Яке пояснення цього явища є найбільш обґрунтованим?

- A. Зменшення взаємодії речовини з нерухомою фазою внаслідок підвищення елююючої сили рухомої фази
- B. Збільшення молекулярної маси речовини
- C. Зменшення температури аналізу
- D. Зміна кольору розчину
- E. Зменшення концентрації

5. У процесі кількісного аналізу лікарської речовини методом ВЕРХ аналітик використовує метод зовнішнього стандарту. Яка основна умова

забезпечує точність такого визначення?

- A. Використання стандартних розчинів з відомими концентраціями, що охоплюють діапазон концентрацій досліджуваних зразків
- B. Використання лише одного стандарту
- C. Використання концентрованих розчинів
- D. Проведення аналізу без калібрування
- E. Зміна температури

6. Під час проведення ВЕРХ-аналізу аналітик спостерігає асиметричні піки з вираженим “хвостом”. Яка найбільш імовірна причина цього явища?

- A. Вторинні взаємодії речовини з активними центрами нерухомої фази
- B. Відсутність речовини
- C. Низька температура
- D. Висока швидкість потоку
- E. Відсутність детектора

7. У процесі аналізу лікарської речовини методом ВЕРХ використовується ультрафіолетовий детектор. Який принцип лежить в основі його роботи?

- A. Вимірювання поглинання електромагнітного випромінювання речовиною
- B. Вимірювання температури
- C. Визначення маси речовини
- D. Визначення тиску
- E. Визначення густини

8. Під час аналізу встановлено, що один із компонентів суміші має дуже малий коефіцієнт утримування і виходить практично разом із мертвим об'ємом. Який висновок є найбільш правильним?

- A. Речовина майже не взаємодіє з нерухомою фазою
- B. Речовина сильно адсорбується

- C. Речовина має високу молекулярну масу
- D. Речовина нестабільна
- E. Речовина є домішкою

9. У процесі ВЕРХ-аналізу лікарського препарату аналітик змінює швидкість потоку рухомої фази. Який вплив це має на час утримування речовини?

- A. Збільшення швидкості потоку призводить до зменшення часу утримування
- B. Збільшення швидкості потоку не впливає на час утримування
- C. Збільшення швидкості потоку збільшує час утримування
- D. Час утримування залежить лише від температури
- E. Час утримування залежить лише від детектора

10. У фармацевтичному аналізі для оцінки придатності хроматографічної системи використовують показники системної придатності. Який параметр є одним із основних критеріїв такої оцінки?

- A. Роздільна здатність між піками
- B. Колір розчину
- C. Об'єм проби
- D. Освітлення
- E. Час доби

11. Під час аналізу лікарського засобу методом ВЕРХ аналітик використовує градієнтне елюювання. Яка основна мета застосування цього режиму?

- A. Покращення розділення компонентів із різною полярністю
- B. Зменшення об'єму проби
- C. Зміна кольору
- D. Зменшення температури
- E. Підвищення тиску

12. У процесі аналізу аналітик змінює тип нерухомої фази (наприклад, з нормальної на обернено-фазову хроматографію). Яка мета цього кроку?

A. Зміна селективності розділення компонентів

B. Зменшення температури

C. Зміна кольору

D. Зменшення об'єму

E. Підвищення тиску

13. Під час кількісного аналізу методом ВЕРХ аналітик використовує внутрішній стандарт. Яка основна перевага цього підходу?

A. Компенсація варіацій об'єму введення та умов аналізу, що підвищує точність результатів

B. Зменшення часу аналізу

C. Зміна кольору

D. Підвищення температури

E. Зменшення тиску

14. Під час аналізу лікарської речовини методом ВЕРХ отримано кілька піків, хоча очікувався один. Який висновок є найбільш обґрунтованим?

A. Наявність домішок або продуктів деградації

B. Підвищення температури

C. Зменшення концентрації

D. Відсутність речовини

E. Помилка детектора

15. Метод вискоєфективної рідинної хроматографії широко застосовується у фармацевтичному аналізі. Яка його основна перевага?

A. Висока точність, чутливість і можливість аналізу складних сумішей лікарських речовин

B. Визначення температури плавлення

C. Визначення густини

D. Оцінка смаку

E. Визначення запаху

2. Обговорення теоретичних питань для перевірки базових знань за темою

- 1) Поясніть принцип ВЕРХ.
- 2) Охарактеризуйте будову системи.
- 3) Розкрийте типи колонок.
- 4) Поясніть режими елюювання.
- 5) Охарактеризуйте детектори.
- 6) Поясніть параметри розділення.
- 7) Розкрийте кількісний аналіз.
- 8) Поясніть системну придатність.
- 9) Наведіть приклади застосування.
- 10) Оцініть переваги.

3. Формування професійних вмінь та практичних навичок

Задача 1. Розрахунок коефіцієнта утримування (k'). Час утримування речовини $t_R = 7,5$ хв, час мертвого об'єму $t_0 = 1,5$ хв. Завдання: Розрахувати коефіцієнт утримування k' . Оцінити ступінь утримування. Вказати оптимальний діапазон значень k' .

Задача 2. Розрахунок роздільної здатності (R_s). Дано: $t_{R1} = 5,0$ хв; $t_{R2} = 6,2$ хв; ширини піків: $w_1 = 0,4$ хв, $w_2 = 0,5$ хв. Завдання: Розрахувати R_s . Оцінити, чи досягнуто повного розділення. Запропонувати способи покращення розділення.

Задача 3. Кількість теоретичних тарілок (N). Для піка: $t_R = 8,0$ хв; $w_{1/2} = 0,25$ хв. Завдання: Розрахувати N . Пояснити значення ефективності колонки. Вказати фактори, що впливають на N .

Задача 4. Кількісний аналіз методом зовнішнього стандарту. Площа піка стандарту – 400 од., концентрація – 20 мг/л. Площа піка зразка – 600 од. Завдання: Розрахувати концентрацію речовини у зразку. Пояснити принцип методу зовнішнього стандарту. Вказати його обмеження.

Задача 5. Вплив складу рухомої фази. При збільшенні частки органічного розчинника: час утримування зменшився з 10 хв до 6 хв. Завдання: Пояснити причину зміни t_R . Оцінити вплив на селективність. Визначити

оптимальні умови аналізу.

Задача 6. Системна придатність. При аналізі отримано: $R_s = 1, 2$; асиметрія піка = 1,8. Завдання: Оцінити якість хроматографічної системи. Визначити, чи відповідає вона вимогам. Запропонувати способи покращення параметрів.

4. Підведення підсумків:

Систематизовано знання про ВЕРХ як один із найточніших методів аналізу лікарських засобів. Закріплено розуміння будови системи та факторів, що впливають на розділення. Підкреслено значення оптимізації умов аналізу та контролю системної придатності. Зроблено висновок про провідну роль ВЕРХ у фармакопейному аналізі.

Список рекомендованої літератури:

Основна

1. Державна Фармакопея України : в 3 т. / Укр. наук. фармакопейний центр якості лікарських засобів. – 2-ге вид. – Х. : Держ. п-во «Укр. наук. фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2015. – Т. 1. – 1128 с.
2. Державна Фармакопея України / Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Доповнення 1. – Харків: Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2016. – 360 с.
3. Державна фармакопея України / Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Доповнення 2. – Харків: Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2018. – 336 с.
4. Державна фармакопея України / Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Доповнення 3. – Харків: Державне підприємство «Український

- науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2018. – 416 с.
5. Фармацевтичний аналіз лікарських засобів : навчальний посібник до семінарських занять провізорів-інтернів спеціальності «Загальна фармація» / Г. Г. Берест, О. К. Єренко, О. О. Малюгіна, І. Ф. Дуюн. – Запоріжжя: ЗДМУ, 2019. – 166 с.
 6. Безуглий П.О. Фармацевтична хімія / П.О. Безуглий, І.С. Гриценко, І.В. Українець та ін. – Вінниця: НОВА КНИГА, 2018. – 552 с.
 7. Речицький О.Н. Аналіз лікарських препаратів. Лабораторний практикум/ О.Н. Речицький, С.Ф. Решнова, О.В. Сидоренко, С.Ю. Кот, В.А. В.А. Філіппова. – Херсон: ХДУ, 2017. – 84 с.

Додаткова

1. Фармацевтична хімія : підруч. для студ. вищ. фармац. навч. закл. і фармац. ф-тів вищ. мед. навч. закл. III-IV рівнів акредитації / П.О.Безуглий, І. С. Гриценко, І. В. Українець [та ін.]; за заг. ред. П. О. Безуглого. – Вид. 2-ге, випр., доопрац. – Вінниця : Нова книга, 2011. – 560 с.
2. Фармацевтичний аналіз : навч. посіб. для студ. вищ. навч. закл. / П. О. Безуглий, В. А. Георгіянц, І. С. Гриценко [та ін.] ; за заг. ред. В. А. Георгіянц. – Х. : НФаУ : Золоті сторінки, 2013. – 552 с.
3. Належні практики у фармації : практикум для студ. вищ. мед. і фармац. навч. закл. IV рівнів акредитації. / Н. І. Гудзь [та ін.] ; за ред. Т. Г. Калинюка. – Вінниця : Нова книга, 2013. – 368 с.
4. Салухіна Н. Г. Стандартизація та сертифікація товарів і послуг: Підручник / Н. Г. Салухіна, О. М. Язвінська. — К. : Центр учбової літератури, 2010. — 336 с.
5. Іващенко О.Д. Хімія і методи дослідження сировини і матеріалів [Текст] : навчальний посібник для ВНЗ / О.Д. Іващенко, Ю.Б. Нікозять, В.І. Дмитренко – К.:Знання, 2011. – 606с.

6. Шевряков М.В., Повстяной М.В., Рябініна Г.О. Практикум з аналітичної хімії. Кількісний аналіз / М.В. Шевряков, М.В. Повстяной, Г.О. Рябініна. – Херсон: ХДУ, 2013. – 26 с.

Інтернет-ресурси

https://library.udpu.edu.ua/library_files/6363_10.pdf

http://library.dnu.dp.ua/Metodichki/analit_chimija.pdf

<https://www.pharmencyclopedia.com.ua/article/372/fiziko-ximichni-metodi-analizu>

https://studopedia.com.ua/1_144512_fiziko-himichni-metodi-analizu.html

https://studopedia.com.ua/view_metodanaliz.php?id=3

ПРАКТИЧНЕ ЗАНЯТТЯ 11

«Газова хроматографія Гібридні газохроматографічні системи»

Мета: Ознайомити здобувачів із принципами газової хроматографії та сучасних гібридних систем (ГХ-МС). Сформувати розуміння процесів розділення летких речовин та методів їх детектування. Навчити ідентифікувати компоненти сумішей, визначати домішки та проводити кількісний аналіз. Розвинути навички інтерпретації хроматограм і мас-спектрів для забезпечення контролю якості лікарських засобів.

Основні поняття (перелік питань): Принцип газової хроматографії. Газ-носій та його властивості. Типи колонок (капілярні, набивні). Детектори (FID, TCD тощо). Температурне програмування. Ідентифікація речовин за часом утримування. ГХ-МС (газова хроматографія-мас-спектрометрія). Застосування у фармацевтичному аналізі..

План:

1. Контроль опорного рівня знань

1. У лабораторії контролю якості лікарських засобів проводять аналіз летких домішок методом газової хроматографії. Після інжекції проби аналітик спостерігає, що один із компонентів має значно більший час утримування порівняно з іншими. Яке пояснення цього явища є найбільш

обґрунтованим?

- A. Речовина має нижчу леткість та сильніше взаємодіє з нерухомою фазою колонки
- B. Речовина має високу леткість і швидко проходить через колонку
- C. Речовина не взаємодіє з нерухомою фазою та рухається з газом-носієм
- D. Речовина має дуже малу молекулярну масу і швидко елююється
- E. Речовина розкладається під час проходження через колонку

2. Під час оптимізації газохроматографічного аналізу аналітик підвищує температуру термостата колонки, після чого спостерігає зменшення часу утримування всіх компонентів суміші. Яке пояснення цього явища є найбільш правильним?

- A. Підвищення температури збільшує леткість речовин і зменшує їх взаємодію з нерухомою фазою
- B. Підвищення температури знижує швидкість руху газу-носія у колонці
- C. Підвищення температури викликає збільшення молекулярної маси речовин
- D. Підвищення температури сприяє адсорбції речовин на нерухомій фазі
- E. Підвищення температури повністю руйнує структуру аналізованих сполук

3. При проведенні газової хроматографії аналітик використовує гелій як газ-носіє. Яка основна причина вибору саме такого газу для аналітичного процесу?

- A. Газ є хімічно інертним, має високу чистоту та забезпечує стабільний потік у системі
- B. Газ активно реагує з аналізованими речовинами і підвищує чутливість методу
- C. Газ має високу густину, що сповільнює рух компонентів у колонці

D. Газ легко конденсується і дозволяє зменшити об'єм проби

E. Газ змінює полярність нерухомої фази під час аналізу

4. У процесі аналізу лікарської субстанції методом газової хроматографії отримано два піки, які частково перекриваються. Який показник необхідно оцінити для визначення якості розділення цих компонентів?

A. Роздільна здатність, що характеризує ступінь відокремлення піків один від одного

B. Оптичну густину розчину, що визначає інтенсивність поглинання світла

C. Температуру плавлення речовини, що характеризує її фізичні властивості

D. Концентрацію розчину, що впливає на кількість введеної проби

E. Електропровідність середовища, що визначає рух заряджених частинок

5. Під час кількісного аналізу летких домішок методом газової хроматографії аналітик використовує площу піка як аналітичний сигнал. Яке твердження є найбільш коректним щодо цього підходу?

A. Площа піка пропорційна кількості речовини, що дозволяє виконувати кількісне визначення

B. Площа піка залежить лише від температури колонки і не пов'язана з концентрацією

C. Площа піка визначає лише час утримування речовини в колонці

D. Площа піка не має аналітичного значення при газовій хроматографії

E. Площа піка залежить виключно від швидкості газу-носія

6. Аналітик змінює швидкість потоку газу-носія під час газохроматографічного аналізу лікарської речовини. Який вплив матиме збільшення швидкості потоку на час утримування компонентів?

A. Час утримування зменшується через швидше проходження

компонентів через колонку

- B. Час утримування збільшується через посилення адсорбції на нерухомій фазі
- C. Час утримування залишається незмінним незалежно від швидкості потоку
- D. Час утримування залежить тільки від температури, а не від швидкості потоку
- E. Час утримування збільшується через збільшення об'єму проби

7. У газовій хроматографії широко використовується полум'яно-іонізаційний детектор для аналізу органічних сполук. Який принцип лежить в основі його роботи?

- A. Іонізація органічних речовин у полум'ї з подальшим вимірюванням електричного струму
- B. Поглинання світла речовиною у видимій області спектра
- C. Визначення маси молекул за допомогою магнітного поля
- D. Вимірювання температури під час проходження речовини через колонку
- E. Реєстрація зміни електропровідності розчину після детекції

8. Під час вибору типу колонки для газової хроматографії аналітик надає перевагу капілярній колонці замість набивної. Яка основна перевага такого вибору?

- A. Вища ефективність розділення завдяки більшій кількості теоретичних тарілок
- B. Зменшення часу аналізу за рахунок збільшення об'єму проби
- C. Можливість роботи при нижчих температурах без втрати сигналу
- D. Зниження вартості аналізу за рахунок дешевших матеріалів
- E. Збільшення розміру піків для полегшення їх візуалізації

9. У процесі аналізу лікарської речовини методом газової хроматографії аналітик спостерігає асиметричні піки з вираженим "хвостом". Яка найбільш імовірна причина цього явища?

A. Вторинні взаємодії речовини з активними центрами нерухомої фази колонки

B. Надмірна швидкість газу-носія, що спричиняє розширення піків

C. Відсутність детектора у системі хроматографа

D. Надто низька температура, що призводить до конденсації речовини

E. Використання занадто малої кількості проби для аналізу

10. У газовій хроматографії з мас-спектрометричним детектором аналітик отримує мас-спектр із характерними піками фрагментації. Яке значення має цей спектр для аналітичного процесу?

A. Дає змогу визначити молекулярну масу та фрагменти для ідентифікації структури речовини

B. Використовується лише для визначення температури кипіння аналізованих сполук

C. Показує зміну кольору речовини під час іонізації в приладі

D. Дає інформацію лише про концентрацію без структурних даних

E. Використовується виключно для визначення електропровідності

11. У процесі аналізу складної суміші летких компонентів аналітик застосовує температурне програмування колонки. Яка основна мета цього підходу?

A. Забезпечення ефективного розділення компонентів із різною леткістю в межах одного аналізу

B. Зменшення об'єму проби та скорочення часу підготовки зразка

C. Зміна кольору речовин для полегшення їх візуалізації

D. Підвищення електропровідності газу-носія в колонці

E. Зменшення впливу атмосферного тиску на результати аналізу

12. Під час аналізу лікарського препарату методом газової хроматографії аналітик отримав декілька піків замість одного очікуваного. Який висновок є найбільш логічним?

A. У зразку присутні домішки або продукти деградації лікарської

речовини

- В. В аналізі використано неправильну довжину хвилі детектора
- С. Відбулося зниження температури навколишнього середовища
- Д. Газ-носії повністю втратив свою інертність під час аналізу
- Е. Відбулося випаровування всієї проби ще до введення в колонку

13. У кількісному аналізі методом газової хроматографії аналітик використовує внутрішній стандарт для підвищення точності результатів. Яка основна функція внутрішнього стандарту?

- А. Компенсація варіацій об'єму введення проби та змін умов проведення аналізу
- В. Зменшення температури аналізу та стабілізація колонки
- С. Зміна полярності нерухомої фази для кращого розділення
- Д. Збільшення часу утримування всіх компонентів суміші
- Е. Підвищення інтенсивності сигналу за рахунок флуоресценції

14. Під час розробки методики газохроматографічного аналізу аналітик підбирає нерухому фазу колонки. Яка основна мета цього етапу?

- А. Забезпечення селективного розділення компонентів суміші відповідно до їх фізико-хімічних властивостей
- В. Зменшення тиску в системі для запобігання руйнуванню колонки
- С. Підвищення температури кипіння аналізованих речовин
- Д. Зміна кольору компонентів для полегшення детекції
- Е. Зменшення швидкості руху газу-носія у колонці

15. Газова хроматографія та гібридні методи, такі як газова хроматографія з мас-спектрометрією, широко застосовуються у фармацевтичному аналізі. Яка їх основна перевага?

- А. Висока чутливість, селективність і можливість аналізу складних сумішей летких речовин
- В. Визначення температури плавлення лікарських речовин у твердому стані
- С. Оцінка органолептичних властивостей лікарських препаратів

Д. Визначення густини та в'язкості розчинів лікарських засобів

Е. Аналіз біологічної активності лікарських речовин *in vivo*

2. Обговорення теоретичних питань для перевірки базових знань за темою

- 1) Поясніть принцип газової хроматографії.
- 2) Охарактеризуйте газ-носій.
- 3) Розкрийте типи колонок.
- 4) Поясніть роботу детекторів.
- 5) Охарактеризуйте температурне програмування.
- 6) Поясніть ідентифікацію речовин.
- 7) Розкрийте принцип ГХ-МС.
- 8) Поясніть кількісний аналіз.
- 9) Наведіть приклади застосування.
- 10) Оцініть обмеження.

3. Формування професійних вмінь та практичних навичок

Задача 1. Розрахунок коефіцієнта утримування (k'). Час утримування компонента $t_R = 4,5$ хв, час виходу несорбованої речовини $t_0 = 1,0$ хв. Завдання: Розрахувати коефіцієнт утримування k' . Оцінити ступінь утримування речовини. Вказати оптимальні значення k' для газової хроматографії.

Задача 2. Вплив температури колонки. При підвищенні температури колонки: t_R зменшився з 6,0 хв до 3,5 хв. Завдання: Пояснити причину зміни часу утримування. Оцінити вплив температури на леткість речовин. Вказати ризики надто високої температури.

Задача 3. Ідентифікація за часом утримування. Дано: стандарт А: $t_R = 2,8$ хв; стандарт В: $t_R = 4,2$ хв; зразок: піки при 2,8 хв і 4,2 хв. Завдання: Ідентифікувати компоненти зразка. Пояснити принцип якісного аналізу. Вказати фактори, що впливають на точність ідентифікації.

Задача 4. Кількісний аналіз. Площа піка стандарту – 300 од.,

концентрація – 15 мг/л. Площа піка зразка – 450 од. Завдання: Розрахувати концентрацію речовини у зразку. Пояснити принцип кількісного аналізу в ГХ. Вказати обмеження методу.

Задача 5. Інтерпретація мас-спектра (ГХ-МС). У мас-спектрі спостерігається: молекулярний іон $m/z = 58$; фрагмент $m/z = 43$. Завдання: Визначити можливу молекулярну масу речовини. Пояснити природу фрагментації. Запропонувати можливий клас сполуки.

Задача 6. Вплив типу газу-носія. При заміні гелію на азот: час аналізу збільшився піки стали ширшими. Завдання: Пояснити вплив газу-носія на ефективність. Оцінити зміну швидкості аналізу. Обґрунтувати вибір оптимального газу-носія.

4. Підведення підсумків:

Узагальнено принципи газової хроматографії як методу аналізу летких речовин. Встановлено значення параметрів системи (температура, газ-носії, тип детектора). Підкреслено високу ефективність гібридних систем (ГХ-МС) для ідентифікації складних сумішей. Акцентовано увагу на широкому застосуванні методу у фармацевтичному аналізі та контролі домішок.

Список рекомендованої літератури:

Основна

1. Державна Фармакопея України : в 3 т. / Укр. наук. фармакопейний центр якості лікарських засобів. – 2-ге вид. – Х. : Держ. п-во «Укр. наук. фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2015. – Т. 1. – 1128 с.
2. Державна Фармакопея України / Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Доповнення 1. – Харків: Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2016. – 360 с.
3. Державна фармакопея України / Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. –

- Доповнення 2. – Харків: Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2018. – 336 с.
4. Державна фармакопея України / Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів». – 2-е вид. – Доповнення 3. – Харків: Державне підприємство «Український науковий фармакопейний центр якості лікарських засобів», 2018. – 416 с.
 5. Фармацевтичний аналіз лікарських засобів : навчальний посібник до семінарських занять провізорів-інтернів спеціальності «Загальна фармація» / Г. Г. Берест, О. К. Єренко, О. О. Малюгіна, І. Ф. Дуюн. – Запоріжжя: ЗДМУ, 2019. – 166 с.
 6. Безуглий П.О. Фармацевтична хімія / П.О. Безуглий, І.С. Гриценко, І.В. Українець та ін. – Вінниця: НОВА КНИГА, 2018. – 552 с.
 7. Речицький О.Н. Аналіз лікарських препаратів. Лабораторний практикум/ О.Н. Речицький, С.Ф. Решнова, О.В. Сидоренко, С.Ю. Кот, В.А. В.А. Філіппова. – Херсон: ХДУ, 2017. – 84 с.

Додаткова

1. Фармацевтична хімія : підруч. для студ. вищ. фармац. навч. закл. і фармац. ф-тів вищ. мед. навч. закл. III-IV рівнів акредитації / П.О.Безуглий, І. С. Гриценко, І. В. Українець [та ін.]; за заг. ред. П. О. Безуглого. – Вид. 2-ге, випр., доопрац. – Вінниця : Нова книга, 2011. – 560 с.
2. Фармацевтичний аналіз : навч. посіб. для студ. вищ. навч. закл. / П. О. Безуглий, В. А. Георгіянц, І. С. Гриценко [та ін.] ; за заг. ред. В. А. Георгіянц. – Х. : НФаУ : Золоті сторінки, 2013. – 552 с.
3. Належні практики у фармації : практикум для студ. вищ. мед. і фармац. навч. закл. IV рівнів акредитації. / Н. І. Гудзь [та ін.] ; за ред. Т. Г. Калинюка. – Вінниця : Нова книга, 2013. – 368 с.

4. Салухіна Н. Г. Стандартизація та сертифікація товарів і послуг: Підручник / Н. Г. Салухіна, О. М. Язвінська. — К. : Центр учбової літератури, 2010. — 336 с.
5. Іващенко О.Д. Хімія і методи дослідження сировини і матеріалів [Текст] : навчальний посібник для ВНЗ / О.Д. Іващенко, Ю.Б. Нікозять, В.І. Дмитренко – К.:Знання, 2011. – 606с.
6. Шевряков М.В., Повстяной М.В., Рябініна Г.О. Практикум з аналітичної хімії. Кількісний аналіз / М.В. Шевряков, М.В. Повстяной, Г.О. Рябініна. – Херсон: ХДУ, 2013. – 26 с.

Інтернет-ресурси

https://library.udpu.edu.ua/library_files/6363_10.pdf

http://library.dnu.dp.ua/Metodichki/analit_chimija.pdf

[https://www.pharmencyclopedia.com.ua/article/372/fiziko-ximichni-metodi-](https://www.pharmencyclopedia.com.ua/article/372/fiziko-ximichni-metodi-analizu)

[analizu https://studopedia.com.ua/1_144512_fiziko-himichni-metodi-analizu.html](https://studopedia.com.ua/1_144512_fiziko-himichni-metodi-analizu.html)

https://studopedia.com.ua/view_metodanaliz.php?id=3