

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
ОДЕСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
імені І. І. МЕЧНИКОВА
ФАКУЛЬТЕТ ХІМІЇ ТА ФАРМАЦІЇ

СУЧАСНІ АНАЛІТИЧНІ ЛАБОРАТОРНІ ПРАКТИКИ

ЕЛЕКТРОННІ МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ
до практичних занять та самостійної роботи
студентам факультету хімії та фармації

ОДЕСА
ОНУ
2022

УДК 543.6:543.05
C916

Автори:

Д. В. Снігур, кандидат хімічних наук, доцент кафедри аналітичної та токсикологічної хімії;

О. М. Гузенко, кандидат хімічних наук, доцент, доцент кафедри аналітичної та токсикологічної хімії;

О. М. Рахлицька, кандидат хімічних наук, доцент, доцент кафедри аналітичної та токсикологічної хімії;

Д. О. Барбалат, кандидат хімічних наук, викладач кафедри аналітичної та токсикологічної хімії;

О. М. Жуковецька, аспірант кафедри аналітичної та токсикологічної хімії.

Рецензенти:

Ю. В. Ішков, доктор хімічних наук, професор, завідувач кафедри органічної та фармацевтичної хімії Одеського національного університету імені І. І. Мечникова;

Н. Н. Муратов, кандидат хімічних наук, доцент, доцент кафедри хімічних технологій ДУ «Одеська політехніка».

*Рекомендовано вченою радою
факультету хімії та фармації ОНУ імені І. І. Мечникова.
Протокол № 7 від 12 квітня 2022 р.*

Сучасні аналітичні лабораторні практики [Електронний ресурс] : метод. вказівки до практичних занять та самостійної роботи студентам ф-ту хімії та фармації / Д. В. Снігур, О. М. Гузенко, О. М. Рахлицька, Д. О. Барбалат, О. М. Жуковецька. – Одеса : Одес. нац. ун-т ім. І. І. Мечникова, 2022. – 22 с. – 0,7 МБ

Методичні вказівки містять методики лабораторних робіт та питання для самоконтролю, які стануть у нагоді студентам факультету хімії та фармації ОНУ імені І. І. Мечникова другого (магістерського) рівня освіти, спеціальності 226 «Фармація, промислова фармація» при підготовці до практичних занять та самостійній роботі під час опанування курсу за вибором «Сучасні аналітичні лабораторні практики», а також при вивченні дисципліни «Фармакопейні методи аналізу» студентами спеціальності 102 «Хімія» першого (бакалаврського) рівня освіти.

УДК 543.6:543.05

- © Снігур Д. В., Гузенко О. М., Рахлицька О. М., Барбалат Д. О., Жуковецька О. М., 2022
- © Одеський національний університет імені І. І. Мечникова, 2022

ЗМІСТ

ВСТУП	4
Лабораторна робота № 1. Ідентифікація та кількісне визначення ціанокобаламіну спектрофотометричним методом.....	5
Лабораторна робота № 2. Визначення кількісного вмісту рибофлавіну (вітамін В₂) флуориметричним методом.....	7
Лабораторна робота № 3. Кількісне визначення етанолу в настоянці валеріани рефрактометричним методом.....	9
Лабораторна робота № 4. Кількісне визначення глюкози у 5 % розчині для інфузій рефрактометричним методом.....	10
Лабораторна робота № 5. Ідентифікація парацетамолу методом інфрачервоної спектроскопії.....	11
Лабораторна робота № 6. Визначення ступеня чистоти сахарози та лактози методом поляриметрії.....	13
Лабораторна робота № 7. Розділення та ідентифікація рутину та кверцетину методом тонкошарової хроматографії.....	14
Лабораторна робота № 8. Визначення кількісного вмісту натрій хлориду в ін'єкційному 0,02 % розчині ціанокобаламіну методом полуменевої атомно-емісійної спектрометрії.....	16
Перелік тем для самостійного опрацювання студентами.....	18
Перелік питань для підсумкового контролю.....	19
Список рекомендованої літератури.....	21

ВСТУП

Головним аспектом, пов'язаним з обігом лікарських засобів, є забезпечення їх ефективності. Саме забезпечення контролю ефективності лікарських засобів є первинною задачею держави у фармацевтичній сфері. В українському законодавстві «ефективність лікарського засобу» відповідає терміну «якість лікарського засобу». Відповідно до статті 1 Закону України «Про лікарські засоби», якість лікарського засобу – це сукупність властивостей, які надають лікарському засобу здатність задовольняти споживачів відповідно до свого призначення і відповідають вимогам, встановленим законодавством. З метою забезпечення ефективності (належної якості) лікарського засобу держава здійснює контроль протягом всього циклу існування лікарського засобу, починаючи з моменту його створення, виведення на ринок та протягом періоду його присутності на ринку.

З метою забезпечення ефективного контролю якості лікарських засобів держави створюють спеціальні органи і служби, впроваджують відповідні контрольні процедури та нормативи. В Україні, як і у більшості держав, механізм контролю якості лікарських засобів як в ході їх реєстрації, так і в ході їх обороту на території України, напрацьовувався роками.

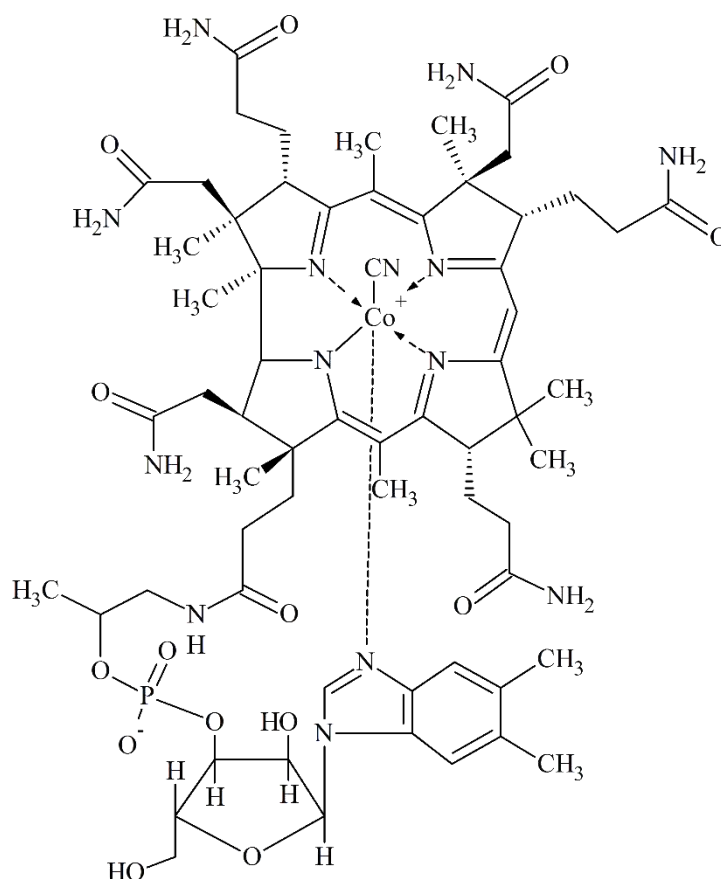
Дані методичні вказівки розроблені відповідно до програми курсу за вибором «Сучасна аналітична лабораторна практика» для студентів факультету хімії та фармації ОНУ імені І. І. Мечникова, які навчаються за спеціальністю 226 «Фармація, промислова фармація» та містять методики виконання лабораторних робіт. Дані методичні вказівки також стануть у нагоді студентам першого (бакалаврського) рівня освіти, які навчаються за спеціальністю 102 «Хімія» при опануванні дисципліни «Фармакопейні методи аналізу».

Лабораторна робота № 1

Ідентифікація та кількісне визначення ціанокобаламіну спектрофотометричним методом

Мета: оволодіти практичними навичками виконання спектрофотометричного кількісного аналізу лікарських засобів.

Об'єкт дослідження: ціанокобаламін (вітамін В₁₂), розчин 0,5 мг/мл.



Основним способом ідентифікації та визначення чистоти вітаміну В₁₂ служить його спектральна характеристика. Розчин препарату – прозора рідина від рожевого до яскраво-червоного кольору.

Розчин вітаміну В₁₂ повинен мати характерний спектр поглинання з максимумами при довжинах хвиль 278 нм та 361 нм (в

ультрафіолетовій області спектра) і при 548 нм (у видимій області спектра).

Характерною хімічною особливістю молекули ціанокобаламіну є наявність двох частин: нуклеотида, що представляє собою 5,6-диметилбензимідазол, зв'язаний з вуглеводнем – рибозою, що з'єднана зв'язком з фосфорною кислотою; кобаміда – центральної частини молекули, що представляє собою координаційний комплекс – амід шестиосновної кобамінової кислоти, що містить кобальт і ціаногрупу.

Матеріали та обладнання: спектрофотометр «Specord-UV-VIS», мірні колби, пробірки, піпетки.

Методика виконання роботи:

Ідентифікація за власним забарвленням розчину

Фотометричні методи визначення вітаміну В₁₂ засновані на реєстрації власного рожево-червоного забарвлення розчинів ціанокобаламіна, зумовленого наявністю кобальту в молекулі.

Розчин препарату концентрацією 0,02 мг/мл має максимуми поглинання при 278 ± 1 нм; 361 ± 1 нм і 548 ± 2 нм.

Відношення А при 361 нм до А при 548 нм (A_{361}/A_{548}) повинно бути від 3,0 до 3,4.

Відношення A_{361}/A_{278} повинно бути від 1,7 до 1,88.

Визначають оптичну густину розчину, який готують розведенням препарату ціанокобаломіну водою до вмісту близько 0,02 мг/мл в кюветі з товщиною шару 1 см при довжині хвилі: 278 ± 1 нм; 361 ± 1 нм і 548 ± 2 нм. Розчин порівняння – дистильована вода.

Кількісне визначення

Кількісно вітамін В₁₂ визначають спектрофотометричними методами за власним забарвленням розчину. Препарат розводять водою до вмісту вітаміну В₁₂ у розчині близько 0,02 мг/мл. Вимірюють оптичну густину отриманого розчину на спектрофотометрі в кюветі з товщиною шару 1 см при довжині хвилі: 361 ± 1 нм. Розчин порівняння – дистильована вода.

Вміст вітаміну В₁₂ обчислюють за формулою:

$$C = \frac{A \cdot M_r(B_{12}) \cdot V_k}{\epsilon_{361} \cdot l \cdot V}, \text{ мг/мл}$$

де A – оптична густина розчину при довжині хвилі 361 нм;

l – довжина світлопоглинаючого шару кювети;

ϵ_{361} – молярний коефіцієнт світлопоглинання ціанокобаламіну при довжині хвилі 361 нм, 27500 ;

V_k – об'єм мірної колби;

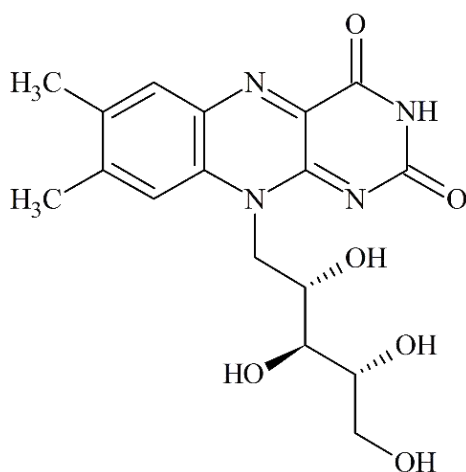
V – об'єм препарату (аліквота).

Лабораторна робота № 2

Визначення кількісного вмісту рибофлавіну (вітамін B₂) флуориметричним методом

Мета: отримати навички кількісного флуориметричного визначення вмісту вітаміну B₂ у розчині.

Об'єкт дослідження: рибофлавін (вітамін B₂), субстанція.



Визначення ґрунтується на вимірюванні величини інтенсивності флуоресценції рибофлавіну. Розчин рибофлавіну у воді забарвлений у жовтий колір, максимум поглинання при $\lambda = 450$ нм. Він флуоресціює жовто-зеленим світлом з максимумом випромінювання при 535 нм.

Матеріали та обладнання: флуориметр, мірні колби, пробірки, піпетки, кварцові кювети.

Методика виконання роботи:

Приготування стандартних розчинів

Розчин 1. Точну наважку рибофлавіну (0,08 г) переносять у мірну колбу об'ємом 100 мл, розчиняють у гарячій воді при нагріванні на водяній бані, охолоджують, доводять об'єм розчину водою до позначки. Ретельно перемішують. Концентрація – 0,8 мг/мл.

Розчин 2. В мірну колбу місткістю 100 мл відбирають піпеткою 5,0 мл розчину 1, доводять об'єм розчину водою до мітки. Концентрація в одержаному розчині 0,04 мг/мл або 40 мкг/мл.

Стандартні розчини (для побудування градуовального графіку) готують шляхом розбавлення розчину 2 в мірних колбах об'ємом 100 мл відповідно до таблиці 1, доводячи об'єм водою до мітки.

Таблиця 1

Приготування стандартних розчинів рибофлавіну

Номер розчину	Об'єм розчину 2, мл	Концентрація одержаного розчину, мкг/мл	Покази приладу
1	10,00	4,0	1,25
2	8,00	3,2	1,02
3	6,00	2,4	0,68
4	5,00	2,0	0,56
5	4,00	1,6	0,49
6	3,00	1,2	0,32
7	2,00	0,8	0,20

Вибір світлофільтрів:

- первинний світлофільтр (450 нм);
- вторинний світлофільтр (530 нм).

Вимірюють інтенсивність флуоресценції приготованих стандартних розчинів відносно води, одержані результати записують у таблицю і будують графік в координатах F – C, мкг/мл.

Визначення концентрації рибофлавіну в досліджуваному розчині

Досліджуваний розчин кількісно в об'ємі 10 мл переносять у мірну колбу об'ємом 100 мл, доводять об'єм розчину дистильованою водою до мітки, ретельно перемішують, вимірюють інтенсивність флуоресценції.

Лабораторна робота № 3

Кількісне визначення етанолу в настоянці валеріани рефрактометричним методом

Мета: отримати навички кількісного визначення вмісту етанолу в розчині після видалення екстрагованих речовин.

Об'єкт дослідження: водно-спиртова настоянка валеріани для внутрішнього застосування.

У медичній практиці широко використовуються лікарські форми, до складу яких входить етиловий спирт в різних концентраціях. Рефрактометричний метод дозволяє визначити його концентрацію в багатьох лікарських формах і настоянках, в яких концентрація спирту не перевищує 55 %.

Рефрактометричний метод визначення концентрації спирту в настоянках є експресним і полягає у видаленні екстрагованих речовин з настоянок за допомогою адсорбентів і подальшому визначенні показника заломлення.

Матеріали та обладнання: рефрактометр, піпетки Мора, конічні колби, мірні колби.

Методика виконання роботи:

У конічну колбу ємністю 50 мл піпеткою відбирають 10 мл води і 2,5 мл настоянки. Потім для адсорбції екстрактивних речовин додають 0,5-1 г алюміній оксиду, струшують протягом 3-5 хвилин, потім додають 0,5 г активованого вугілля і знову струшують 3-5 хвилин. Потім рідину фільтрують крізь складчастий фільтр в мірну колбу ємністю 25 мл. На призму рефрактометра наносять 3-5 крапель отриманого розчину і визначають показник заломлення. Далі при необхідності вносять температурну поправку, знаходять відповідну концентрацію спирту в таблиці і враховують розведення.

Показники заломлення водно-спиртових розчинів
(концентрація в об'ємних відсотках)

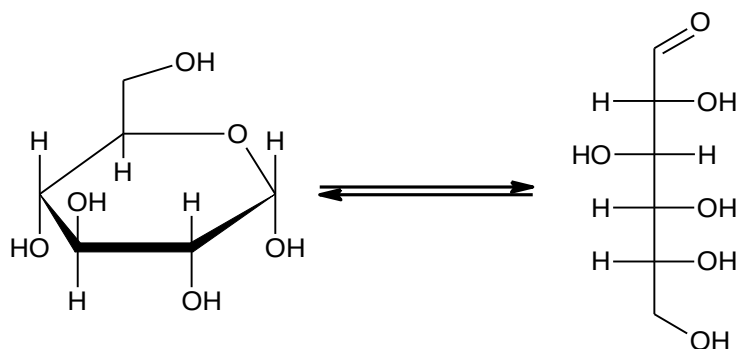
Концентрація спирту, % (об/об)	Показник заломлення при 20 °С	Поправка показника заломлення на 1 % спирту	Температурний коефіцієнт
0	1,33300		$1 \cdot 10^{-4}$
1	1,33345	$4,5 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-4}$
2	1,33400	$5,5 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-4}$
3	1,33444	$4,4 \cdot 10^{-4}$	$1,1 \cdot 10^{-4}$
4	1,33493	$4,9 \cdot 10^{-4}$	$1,1 \cdot 10^{-4}$
5	1,33535	$4,2 \cdot 10^{-4}$	$1,2 \cdot 10^{-4}$
6	1,33587	$5,2 \cdot 10^{-4}$	$1,2 \cdot 10^{-4}$
7	1,33641	$5,4 \cdot 10^{-4}$	$1,3 \cdot 10^{-4}$
8	1,33700	$5,9 \cdot 10^{-4}$	$1,3 \cdot 10^{-4}$
9	1,33760	$6,0 \cdot 10^{-4}$	$1,3 \cdot 10^{-4}$
10	1,33808	$4,8 \cdot 10^{-4}$	$1,4 \cdot 10^{-4}$

Лабораторна робота № 4

**Кількісне визначення глюкози у 5 % розчині для інфузій
рефрактометричним методом**

Мета: отримати навички кількісного визначення глюкози у розчині для інфузій методом рефрактометрії.

Об'єкт дослідження: Глюкоза, 5 %-ий розчин для інфузій – прозора безбарвна або ледь жовтувата рідина.



α -D-(+)-глюкопіранозна форма

D-(+)-альдогексозна форма

Матеріали та обладнання: рефрактометр, піпетки Мора, конічні колби, мірні колби.

Методика виконання роботи:

Досліджуваний розчин і склянку з водою поміщають у термостат. Витримують при температурі $20 \pm 0,5$ °C впродовж 30 хв.

На призму рефрактометра наносять декілька крапель води і за шкалою визначають показник заломлення. Витирають призму насухо, наносять на неї декілька краплин препарату, вимірюють показник заломлення, який визначають двічі, кожного разу беручи нову порцію препарату. Обчислюють середнє значення з двох визначень.

Вміст глюкози (X, г) в 1 мл препарату, в грамах обчислюють за формулою:

$$X = \frac{n - n_0}{0,00142 \cdot 100}$$

де n – показник заломлення лікарського засобу;

n_0 – показник заломлення води;

0,00142 – величина приросту показника заломлення при збільшенні концентрації глюкози на 1 %.

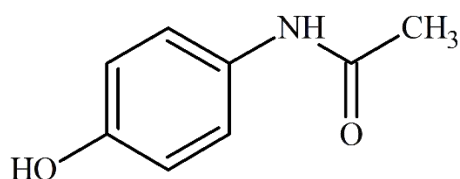
Вміст глюкози безводної ($C_6H_{12}O_6$) в 1 мл препарату повинен становити від 0,0485 до 0,0515 г.

Лабораторна робота № 5

Ідентифікація парацетамолу методом інфрачервоної спектроскопії

Мета: освоїти навички пробопідготовки зразків, отримання ІЧ-спектрів та аналізу спектральних даних.

Об'єкт дослідження: Парацетамол (пара-ацетиламінофенол), субстанція.



Визначення речовин методом інфрачервоної спектроскопії засноване на опроміненні досліджуваного зразка ІЧ-випромінюванням, при цьому відбувається його взаємодія з різними фрагментами молекули досліджуваної речовини, що призводить до утворення характерного спектра.

Матеріали та обладнання: ІЧ-спектрофотометр, калій бромід, вазелінова олія.

Методика виконання роботи:

Підготовка зразка пресуванням в диск з бромідом калію

Наважку твердого зразка парацетамолу масою близько 1-3 мг розтирають приблизно з 200 мг висушеного KBr. Отриману суміш пресують у диск під тиском.

Далі отриманий диск встановлюють у тримач для зразків приладу та знімають ІЧ-спектр. Інфрачервоний спектр є залежністю величини поглинання або пропускання від довжини хвилі або частоти коливань. Кожна речовина має в ІЧ-області від 4000 до 400 см^{-1} характерний набір смуг поглинання. Їхня кількість визначається поглинанням ІЧ-випромінювання окремими функціональними групами або коливаннями фрагментів органічної речовини.

Підготовка твердого зразка суспендуванням у вазеліновій олії

Невелика кількість досліджуваного зразка (5-20 мг) розтирають з 1-2 краплями імерсійної рідини (вазелінова олія). Отриману суспензію стискають між двома виготовленими з KBr пластинками, прозорими для інфрачервоного випромінювання.

Підготовлений зразок встановлюють у тримачі для зразків приладу та знімають ІЧ-спектр.

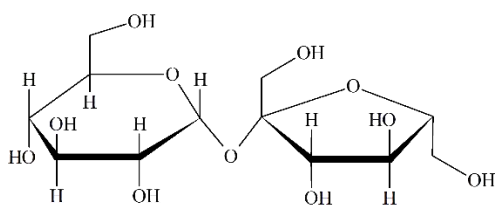
Отримані ІЧ-спектри повинні відповідати спектрам стандартних зразків за положенням та інтенсивністю характеристичних смуг поглинання.

Лабораторна робота № 6

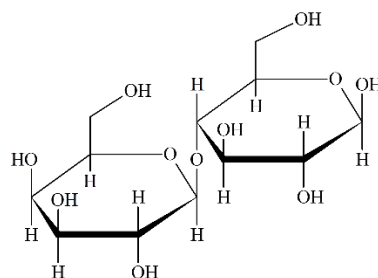
Визначення ступеня чистоти сахарози та лактози методом поляриметрії

Мета: освоїти навички визначення чистоти сполук за значеннями питомого кута обертання.

Об'єкти дослідження: сахароза, лактоза.



Сахароза



Лактоза

Визначення засноване на вимірюванні кута обертання (α) розчинів сахарози і лактози та розрахунку $[\alpha]_D^{20}$.

Матеріали та обладнання: поляриметр, піпетки Мора, конічні колби, мірні колби.

Методика виконання роботи:

Наважку речовини (5,00 г) переносять в мірну колбу ємністю 100 см³, розчиняють в дистильованій воді, доводять об'єм розчину до мітки та ретельно перемішують.

Вимірюють кут обертання готових розчинів.

В приладі використовується міжнародна шкала цукру (МШЦ), тому для переведення розрахунків в градуси необхідно значення за МШЦ помножити на 0,3462.

За рівнянням розраховують для кожної з речовин питомий кут обертання $[\alpha]_D^{20}$:

$$[\alpha]_D^{20} = \frac{\alpha \cdot 100}{l \cdot C}$$

де α – кут обертання, град;

l – товщина шару, дм;

C – концентрація розчину, г/100 см³.

Значення питомого кута обертання площини поляризації для деяких вуглеводів (в водних розчинах).

Оптично активна речовина	$[\alpha]_D^{20}$
Сахароза	+66,54
Лактоза	+55,30
Глюкоза	+52,74
Мальтоза	+137,50
Декстроза	+194,80

Лабораторна робота № 7

Розділення та ідентифікація рутину та кверцетину методом тонкошарової хроматографії

Мета: отримати навички хроматографічного розділення та ідентифікації речовин, що належать до класу флавоноїдів – рутину та кверцетину.

Об'єкти дослідження: кверцетин, рутин; квертин, аскорутин – готові лікарські форми.

Обов'язковою умовою для хроматографічного розділення є наявність двох фаз – рухомої та нерухомої. Поділ речовин цим методом відбувається за рахунок багаторазового повторення актів сорбції-десорбції.

Матеріали та обладнання: хроматографічна камера, пластини для ТШХ Sorbfil (або аналогічну), елюент: суміш н-бутанолу, льодяної оцтової кислоти, дистильованої води (4:1:1); пляшка об'ємом 200 мл, скляні капіляри, хроматоскоп.

Методика виконання роботи:

Приготування рухомої фази (системи для елюювання)

В одному флаконі змішують 100 мл н-бутанолу, 25 мл льодяної оцтової кислоти та 25 мл дистильованої води (4:1:1).

Підготовка камери і пластини для хроматографії

Хроматографічну камеру поміщають у витяжну шафу. На дно наливають елюент (рухому фазу) так, щоб його рівень був близько 0,5 см, щільно закривають кришкою і залишають для насичення на 2-2,5 години. Далі беруть пластину для хроматографії і наносять пробі речовин.

Нанесення проб речовин

На пластинку на відстані 1,5 см від краю простим олівцем наносять лінію – лінія старту.

На лінії старту позначають три треки:

- 1) для контрольного розчину, що містить суміш рутину та кверцетину;
- 2) для чистого розчину рутину;
- 3) для чистого розчину кверцетину.

Проби наносять за допомогою капілярів. У капіляр набирають невеликий об'єм розчину і нижнім отвором торкаються точки нанесення на відповідному треку.

Пластинку поміщають у камеру для хроматографії і спостерігають, як елюент починає підніматися вгору по шару сорбенту, захоплюючи за собою молекули речовин, що розділяються.

Експериментально встановлено, що для поділу рутину та кверцетину рухомій фазі достатньо пройти шлях близько 8-10 см, щоб відбувся якісний поділ речовин.

Після цього пластинку дістають із камери та простим олівцем відзначають лінію, до якої дійшов розчинник – лінія фінішу.

Пластину висушують у витяжній шафі до зникнення запаху розчинника. Оскільки визначувані речовини не мають забарвлення, отримують не проявлену хроматограму.

Проявлення хроматограми

Рутин і кверцетин здатні до флуоресценції в УФ-випромінюванні, тому для їх виявлення використовують ультрафіолетову лампу (фізичний спосіб проявлення).

Визначення якісних характеристик

Важливою характеристикою, що описує положення зони речовини на пластині (за сталих умов), є фактор утримування R_f , який розраховують за формулою:

$$R_f = \frac{l_{реч}}{l_{р-ка}}$$

де R_f – коефіцієнт (фактор) утримування – відношення відстані, пройденної плямою, до відстані, пройденної розчинником;

$l_{реч}$ – шлях, пройдений речовиною від лінії старту до центру плями, см;

$l_{р-ка}$ – шлях, пройдений розчинником від лінії старту до фронту елюенту, см.

Лабораторна робота № 8

Визначення кількісного вмісту натрій хлориду в ін'єкційному 0,02 % розчині ціанокобаламіну методом полуменевої атомно-емісійної спектроскопії

Мета: отримати навички визначення кількісного вмісту натрій хлориду в ін'єкційному розчині ціанокобаламіну методом полуменевої атомно-емісійної спектроскопії способом порівняння.

Об'єкт дослідження: 0,02 % розчин ціанокобаламіну.

Матеріали та обладнання: полумневий фотометр ПФМ-1 (або аналогічний), піпетки Мора, градуйовані піпетки, мірні колби.

Методика виконання роботи:

Підготовка до проведення визначення на полумневому фотометрі

Перед проведенням досліджень проводять калібрування приладу за стандартними розчинами визначення натрій-іонів відповідно до інструкції приладу.

Приготування стандартних розчинів

Розчин 1. Наважку натрій хлориду (0,90 г) поміщають у мірну колбу місткістю 100 мл, розчиняють в 50 мл води, доводять об'єм розчину водою до мітки, перемішують. Розчин А містить 3540,55 мг/л іонів натрію.

Стандартні розчини (для побудування градуювального графіку) готують шляхом розбавлення в мірних колбах об'ємом 100 мл розчину 1, відповідно вносячи його: 2, 4, 5, 6, 8 мл, доводять об'єми розчинів водою до мітки, перемішують. Термін придатності розчинів до 30 діб.

Визначення вмісту іонів натрію в препараті ціанокобаламіну

Аліквоту препарату об'ємом 4,0 мл поміщають у мірну колбу місткістю 100 мл, доводять об'єм розчину водою до мітки і перемішують.

Досліджуваний розчин. Аліквоту отриманого розчину об'ємом 5,0 мл поміщають у мірну колбу ємністю 100 мл, доводять об'єм розчину водою до мітки, перемішують.

Вимірюють поперемінно емісію досліджуваного розчину і розчину стандартного зразка (PC3Na) для визначення натрій-іонів на полуменовому фотометрі, виконуючи не менше п'яти паралельних вимірювань для кожного з розчинів.

Вміст натрій хлориду знаходять за градуювальним графіком

Вміст NaCl (натрію хлориду) в 1 мл препарату повинен бути від 0,0085 до 0,0095 г.

Перелік тем для самостійного опрацювання студентами

1. Взаємозв'язок всіх видів належних практик в системі забезпечення якості лікарських засобів.
2. Основні документи, що супроводжують впровадження правил належних практик у фармації.
3. Належна лабораторна практика. Основні напрями та етапи доклінічних випробувань лікарських засобів.
4. Виробництво і контроль якості лікарських засобів за стандартами якості. Управління якістю, вимоги до персоналу, обладнання.
5. Належна практика для національних лабораторій контролю якості лікарських засобів.
6. Забезпечення належних умов зберігання фармацевтичної продукції за категоріями зберігання. Основні аспекти, що забезпечують стабільність лікарських засобів.
7. Юридична та змістовна база правил Належної виробничої практики GMP.
8. Організація і ведення технологічного процесу, документація, контроль процесу виробництва, контроль якості готового продукту.
9. Аналітичний листок. Висновки щодо якості зразка лікарського засобу.
10. Стабільність як фактор якості лікарських засобів. Фізичні та хімічні процеси, що відбуваються при зберіганні лікарських засобів.

Перелік питань для підсумкового контролю

1. Сутність основних належних практик: GLP, GCP, GMP, GSP, GDP, GPP, GPCL.
2. Концепція і принципи належної практики дистрибуції (GDP). Сфера застосування.
3. Концепція належної аптечної практики (GPP). Сфера застосування.
4. Концепція належної лабораторної практики GLP та її принципи. Сфера застосування GLP.
5. Основні положення і вимоги GMP до системи управління якістю, контролю якості, персоналу, приміщень і устаткування, документації, виробництва продукції і проведення аналізів за контрактами, рекламациями, до порядку відгуку продукції і організації самоінспекцій.
6. Елементи системи забезпечення і контролю якості лікарських засобів згідно з GMP.
7. Основні вимоги Правил GMP до системи забезпечення і контролю якості. Валідація фармацевтичного виробництва згідно з GMP. 66
8. Визначення поняття «стабільність лікарського засобу».
9. Вимоги до умов зберігання різних груп лікарських засобів.
10. Умови зберігання і терміни придатності лікарських засобів, що виготовляються в аптеках.
11. Концепція належної практики для національних лабораторій контролю якості лікарських засобів – GPCL та її принципи. Сфера застосування GPCL.
12. Правила GPCL, що стосуються планування, проведення документального оформлення і правильної оцінки результатів, отриманих в ході лабораторних досліджень лікарських засобів.
13. Взаємозв'язок всіх видів належних практик в системі забезпечення якості ЛЗ.
14. Аналітичні можливості методі ІЧ-спектроскопії у фармацевтичному аналізі.
15. Аналітичні можливості методу спектрофотометрії в УФ та видимій ділянці спектру в фармацевтичному аналізі.

16. Аналітичні можливості методів рефрактометрії та поляриметрії в фармацевтичному аналізі.
17. Аналітичні можливості методу потенціометрії та її застосування в контролі якості лікарських засобів.
18. Аналітичні можливості та застосування в фармацевтичному аналізі хроматографічних методів.
19. Особливості використання та обмеження люмінесцентного методу в застосуванні до контролю якості лікарських засобів.
20. Титриметричний метод в контролі якості лікарських засобів.
21. Особливості використання титриметрії в неводних розчинах в фармацевтичному аналізі.
22. Методи атомної спектроскопії (ААС, АЕС, полумнева фотометрія) у фармацевтичному аналізі.

Список рекомендованої літератури

1. Захарія О. М., Чеботарьов О. М., Щербакова Т. М. Основи стандартизації та сертифікації : навчальний посібник. – Одеса : «Одес. нац. ун-т ім. І. І. Мечникова», 2014. - 104 с.
2. Чеботарьов О. М., Снігур Д. В. Метрологічні основи хімічного аналізу : підручник. – Одеса : «Одес. нац. ун-т ім. І. І. Мечникова», 2019. – 229 с.
3. Коркуна О. Я. Аналіз лікарських засобів. Лабораторний практикум : навчально-методичний посібник. – Львів: ЛНУ імені І. Франка, 2012. – 464 с.
4. 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.
5. 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.
6. 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», 2014. – Т. 2. – 724 с.
7. 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», 2014. – Т. 3. – 732 с.
8. Сметаніна К. І. Основи стандартизації та сертифікації лікарських засобів : навч. посіб. / К. І. Сметаніна. – Вінниця : Нова книга, 2010. – 420 с.
9. 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.

Навчальне видання

Снігур Денис Васильович
Гузенко Олена Михайлівна
Рахлицька Олена Михайлівна
Барбалат Дмитро Олександрович
Жуковецька Олена Михайлівна

СУЧАСНІ АНАЛІТИЧНІ ЛАБОРАТОРНІ ПРАКТИКИ

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ
до практичних занять та самостійної роботи
студентам факультету хімії та фармації

Електронне практичне видання

В авторській редакції

Затвердж. авт. 07.11.2022. Шрифт Times New Roman.
Обсяг 0,7 МБ. Зам. № 2527.

Видавець і виготовлювач
Одеський національний університет імені І. І. Мечникова
Свідоцтво суб'єкта видавничої справи ДК № 4215 від 22.11.2011 р.
65082, м. Одеса, вул. Єлісаветинська, 12, Україна
Тел.: (048) 723 28 39, e-mail: druk@onu.edu.ua