

**МИНОБРНАУКИ РОССИИ**  
**Ярославский государственный университет им. П.Г. Демидова**

Институт фундаментальной и прикладной химии

УТВЕРЖДАЮ

Декан факультета биологии и экологии



О.А. Маракаев  
«19» мая 2023 г.

**Рабочая программа**  
**«Экспериментальные методы анализа и контроля качества лекарственных форм»**

Направление подготовки  
04.03.01 Химия

Направленность (профиль)  
«Медицинская и фармацевтическая химия»

Форма обучения  
очная

Программа одобрена  
на заседании института  
протокол № 7 от «17» апреля 2023 года

Программа одобрена  
НМК факультета биологии и экологии  
протокол № 8 от «28» апреля 2023 года

Ярославль

### 1. Цели освоения дисциплины

Целью освоения дисциплины является формирование у студентов систематизированного представления о современных экспериментальных методах контроля качества в фармацевтической промышленности, видах контроля качества, вариантах отбора проб и пробоподготовки, а также аспектах организации аналитического контроля на фармацевтическом предприятии.

### 2. Место дисциплины в структуре образовательной программы

Данная дисциплина относится к части образовательной программы, формируемой участниками образовательных отношений Блока 1. Шифр в соответствии с учебным планом Б1.В.12.

Курс тесно связан и опирается на такие дисциплины, как неорганическая, аналитическая, органическая, общая и физическая химия, биохимия, химическая технология, а также математические дисциплины (в том числе «Математические методы в химии»).

Знания и навыки, полученные при изучении дисциплины необходимы для выполнения выпускной работы, в научно-производственной и проектной деятельности, а также для продолжения обучения в магистратуре.

### 3. Планируемые результаты обучения по дисциплине, соотнесенные с планируемыми результатами освоения образовательной программы

Процесс изучения дисциплины направлен на формирование следующих элементов компетенций в соответствии с ФГОС ВО, ОП ВО и приобретения следующих знаний, умений, навыков и (или) опыта деятельности:

Формируемая компетенция (код и формулировка)	Индикатор достижения компетенции (код и формулировка)	Перечень планируемых результатов обучения
<b>Профессиональные компетенции</b>		
<b>ПК-1</b> Способен проводить НИР и НИОКР, выбирать и использовать технические средства и методы испытаний для решения исследовательских задач химической направленности, поставленных специалистом более высокой квалификации.	<b>ПК-1.1</b> Планирует отдельные стадии исследования при наличии общего плана НИР.	<b>Знать:</b> – стадии жизненного цикла лекарственного препарата; – этапы, цели, задачи и методы изысканий и фармацевтической разработки; – современные подходы к пробоподготовке; – физико-химические основы аналитических методов. <b>Уметь:</b> – планировать постановку химического, физического и биохимического эксперимента; – разрабатывать методические схемы анализа. <b>Владеть навыками:</b> – работы с программным обеспечением позволяющим вести планирование аналитического эксперимента.
	<b>ПК-1.2</b> Готовит элементы документации, проекты планов и программ отдельных этапов НИР.	<b>Знать:</b> – предъявляемые требования к документации НИР. <b>Уметь:</b> – оформлять протоколы исследований. <b>Владеть навыками:</b> – работы с документами, проектами планов и программ отдельных этапов НИР.

	<p><b>ПК-1.3</b> Выбирает технические средства реализации и методы испытаний (из набора имеющихся) для решения поставленных задач НИР.</p>	<p><b>Знать:</b> – современные подходы к пробоподготовке; – физико-химические основы аналитических методов, их преимущества и недостатки. <b>Уметь:</b> – подбирать необходимые подходы к анализу сырья, промежуточной и конечной продукции. <b>Владеть навыками:</b> – работы с документами, проектами планов и программ отдельных этапов НИР.</p>
	<p><b>ПК-1.4</b> Готовит объекты исследования.</p>	<p><b>Знать:</b> – современные подходы к пробоподготовке; <b>Уметь:</b> – планировать постановку химического, физического и биохимического эксперимента; – разрабатывать методические схемы анализа. <b>Владеть навыками:</b> – техники лабораторных работ.</p>
<p><b>ПК-2</b> Способен осуществлять разработку методов получения и контроля соединений с целевыми характеристиками под руководством специалиста более высокой квалификации.</p>	<p><b>ПК-2.3</b> Знает и может применять на практике современные экспериментальные методы для установления структуры органических соединений.</p>	<p><b>Знать:</b> – физико-химические основы аналитических методов, их возможности и ограничения; – основы структурного анализа химических соединений и их смесей. <b>Уметь:</b> – анализировать спектральную, хроматографическую и иную информацию для установления структуры органических соединений и их смесей. <b>Владеть навыками:</b> – техники лабораторных работ.</p>
<p><b>ПК-4</b> Способен организовать работу малочисленного трудового коллектива по решению текущих задач НИР и НИОКР с обеспечением безопасных условий работы.</p>	<p><b>ПК-4.1</b> Планирует и организует работу малочисленного трудового коллектива для решения конкретных узкопрофильных производственно-технологических или исследовательских задач.</p>	<p><b>Знать:</b> – требования к персоналу фармацевтического предприятия. <b>Уметь:</b> – организовывать работу коллектива; – планировать выполнение узкопрофильных производственно-технологических или исследовательских задач. <b>Владеть навыками:</b> – работы в коллективе.</p>
	<p><b>ПК-4.2</b> Обеспечивает соблюдение подчиненными работниками трудовой дисциплины, правил и норм техники безопасности и охраны труда, правил внутреннего трудового распорядка.</p>	<p><b>Знать:</b> – основные правила техники безопасности, охраны труда и трудовой дисциплины на фармацевтическом предприятии; – требования к персоналу фармацевтического предприятия. <b>Уметь:</b> – организовывать работу коллектива с соблюдением необходимых норм охраны труда и правил техники безопасности. <b>Владеть навыками:</b> – работы с соблюдением техники безопасности и трудовой дисциплины.</p>

	<p><b>ПК-4.3</b> Контролирует соблюдение требований нормативно-технической документации.</p>	<p><b>Знать:</b> – основные требования нормативно-технической документации фармацевтического предприятия. <b>Уметь:</b> – организовать работу коллектива в условиях соблюдения нормативно-технической документации фармацевтического предприятия; – контролировать работу коллектива в условиях соблюдения нормативно-технической документации фармацевтического предприятия. <b>Владеть навыками:</b> – работы с нормативно-технической документацией.</p>
	<p><b>ПК-4.4</b> Обеспечивает подразделения организации нормативными документами, организует их учет, систематизацию, техническую обработку и хранение.</p>	<p><b>Знать:</b> – перечень нормативной документации фармацевтического предприятия; – требования к организации учета, систематизации, обработки и хранения нормативной документации фармацевтического предприятия. <b>Уметь:</b> – разрабатывать и актуализировать нормативную документацию фармацевтического предприятия; – систематизировать нормативную документацию фармацевтического предприятия; – организовать требуемые условия хранения нормативной документации фармацевтического предприятия. <b>Владеть навыками:</b> – работы с нормативно-технической документацией предприятия.</p>
<p><b>ПК-5</b> Способен организовывать материально-техническое сопровождение НИР и НИОКР.</p>	<p><b>ПК-5.1</b> Осуществляет работы по планированию ресурсного обеспечения проведения научно-исследовательских и опытно-конструкторских работ.</p>	<p><b>Знать:</b> – основные этапы проведения НИР и ОКР. <b>Уметь:</b> – планировать ресурсное обеспечение для проведения научно-исследовательской и опытно-конструкторской работы. <b>Владеть навыками:</b> – научно-исследовательской и опытно-конструкторской работы.</p>

	<p><b>ПК-5.2</b> Организует работы по контролю точности оборудования, по подготовке и проведению аттестации и сертификации сырья, основных и вспомогательных материалов и выпускаемой продукции.</p>	<p><b>Знать:</b> – требования к квалификации оборудования; – требования к сырью, промежуточной и конечной продукции. <b>Уметь:</b> – организовывать работу по контролю точности оборудования, по подготовке и проведению аттестации и сертификации сырья, основных и вспомогательных материалов и выпускаемой продукции. <b>Владеть навыками:</b> – проведения квалификации оборудования, сертификации сырья, промежуточной и конечной продукции фармацевтического предприятия.</p>
<p><b>ПК-8</b> Способен осуществлять контроль качества сырья, компонентов и выпускаемой продукции фармацевтического и химического назначения, проводить паспортизацию товарной продукции.</p>	<p><b>ПК-8.1</b> Выполняет стандартные операции на высокотехнологическом оборудовании для характеристики сырья, промежуточной и конечной продукции фармацевтического и химического производства.</p>	<p><b>Знать:</b> – аппаратное оформление и принципы работы аналитических приборов. <b>Уметь:</b> выполнять стандартные операции на высокотехнологическом оборудовании для характеристики сырья, промежуточной и конечной продукции химического и фармацевтического производства. <b>Владеть навыками:</b> – работы на аналитическом оборудовании.</p>
	<p><b>ПК-8.2</b> Обрабатывает результаты измерений.</p>	<p><b>Знать:</b> – типы статистических данных; – особенности работы со спектральными данными; – подходы к статистической обработке данных, их преимущества и недостатки. <b>Уметь:</b> – планировать эксперимент, в том числе многофакторный; – приводить тот или иной тип данных в удобную или требуемую форму для последующей работы. <b>Владеть навыками:</b> – графического представления данных в том числе после их обработки; – работы с программным обеспечением, реализующим различные способы обработки данных.</p>
	<p><b>ПК-8.3</b> Составляет протоколы испытаний, паспорта химической продукции, отчеты о выполненной работе по заданной форме.</p>	<p><b>Знать:</b> – требования к оформлению протоколов испытаний; – требования к записям. <b>Уметь:</b> – составлять протоколы испытаний, паспорта химической продукции, отчеты о выполненной работе по заданной форме. <b>Владеть навыками:</b> – работы с нормативно-технической документацией.</p>

#### 4. Структура и содержание дисциплины

Общая трудоемкость дисциплины составляет 6 зачетных единиц, 216 acad.ч.

№ п/п	Темы (разделы) дисциплины, их содержание	Семестр	Виды учебных занятий, включая самостоятельную работу студентов, и их трудоемкость (в академических часах)					Формы текущего контроля успеваемости  Форма промежуточной аттестации (по семестрам)  Формы ЭО и ДОТ (при наличии)	
			Контактная работа						
			лекции	практические	лабораторные	консультации	аттестационные испытания		самостоятельная работа
1	Введение. Контроль качества в фармацевтическом производстве.	8	3	2		2		6	Опрос. Тестирование
2	Лекарственные формы. Их номенклатура и классификация.	8	3	2				6	Опрос. Тестирование
3	Основы химического анализа в фармацевтической отрасли.	8	5	10		2		10	Опрос. Тестирование.
4	Отбор проб и пробоподготовка.	8	6	12		1		10	Опрос. Тестирование.
5	Методы структурного анализа и подтверждения подлинности.	8	6	16		1		8	Опрос. Тестирование. Отчет о практической работе.
6	Количественные методы.	8	6	16		2		8	Опрос. Тестирование. Отчет о практической работе.
7	Физико-механические методы анализа твердых лекарственных форм.	8	4	8		1		4	Опрос. Тестирование.
8	БИК-спектроскопия.	8	6	12		2		8	Опрос. Тестирование. Отчет о практической работе.
						2	0,3	25,7	Зачёт
	<b>ИТОГО</b>		<b>39</b>	<b>78</b>		<b>13</b>	<b>0,3</b>	<b>85,7</b>	

#### 4.1 Информация о реализации дисциплины в форме практической подготовки

##### Информация о разделах дисциплины и видах учебных занятий, реализуемых в форме практической подготовки

№ п/п	Темы (разделы) дисциплины, их содержание	Семестр	Виды учебных занятий, включая самостоятельную работу студентов, и их трудоемкость (в академических часах)						Место проведения занятий в форме практической подготовки
			Контактная работа						
			лекции	практические	лабораторные	консультации	аттестационные испытания	самостоятельная работа	
1	Введение. Контроль качества в фармацевтическом производстве	8		2					Факультет биологии и экологии ЯрГУ
2	Лекарственные формы. Их номенклатура и классификация.	8		2					Факультет биологии и экологии ЯрГУ
3	Основы химического анализа в фармацевтической отрасли.	8		10					Факультет биологии и экологии ЯрГУ
4	Отбор проб и пробоподготовка.	8		12					Факультет биологии и экологии ЯрГУ
5	Методы структурного анализа и подтверждения подлинности.	8		16					Факультет биологии и экологии ЯрГУ
6	Количественные методы.	8		16					Факультет биологии и экологии ЯрГУ
7	Физико-механические методы анализа твердых лекарственных форм.	8		8					Факультет биологии и экологии ЯрГУ
8	БИК-спектроскопия.	8		12					Факультет биологии и экологии ЯрГУ
	<b>ИТОГО</b>			<b>78</b>					

#### Содержание разделов дисциплины

##### 1. Введение. Контроль качества в фармацевтическом производстве.

- 1.1. Составляющие качества лекарственного препарата.
- 1.2. Основные положения, регламентирующие контроль качества.
- 1.3. Государственная фармакопея РФ. Краткий анализ томов актуальной редакции. Ссылки на основные разбираемые в курсе аналитические методы.
- 1.4. Виды некачественной фармацевтической продукции.
- 1.5. Общие вопросы организации контроля качества на предприятии.

##### 2. Лекарственные формы. Их номенклатура и классификация.

- 2.1. Ряд ключевых определений. Общая информация, касающаяся лекарственных форм.

2.2. Классификации лекарственных форм: по наименованию ЛФ согласно НД, классификация по агрегатному состоянию, дисперсологическая классификация, по способу введения в организм, по способу высвобождения.

2.3. Классы вспомогательных веществ.

### **3. Основы химического анализа в фармацевтической отрасли.**

3.1. Уровни химического анализа.

3.2. Подлинность, дозировка, чистота как основные объективные показатели качества.

3.3. Способы установления структуры.

3.4. Способы подтверждения подлинности.

3.5. Способы определения содержания основного вещества.

3.6. Способы определения содержания примесей.

3.7. Нюансы применения отдельных групп аналитических методов для качественного и количественного анализа

### **4. Отбор проб и пробоподготовка.**

3.1. Отбор проб: выборка и генеральная совокупность, ошибки 1-го и 2-го рода, виды отбираемых проб, контрольные и архивные образцы.

3.2. Пробоподготовка, ее виды. Отдельные варианты пробоподготовки: Экстракция по Сокслету, ускоренная экстракция растворителями (ASE), твердофазное экстрагирование (SPE), мембранное фильтрование, вакуумная дистилляция.

3.4. Применение колоночной хроматографии (низкого и высокого давления) для очистки АФС.

3.5. Анализ на производстве и его основные стратегии: off-line, on-line, in-line, at-line.

### **5. Методы структурного анализа и подтверждения подлинности.**

5.1. Основные источники активных фармацевтических субстанций.

5.2. Подлинность и структурный анализ: соотношения понятий и задач.

5.3. Методы подтверждения подлинности: качественные реакции.

5.4. Методы подтверждения подлинности: физические методы.

5.5. Методы подтверждения подлинности: электрохимические методы.

5.6. Методы подтверждения подлинности: спектральные методы.

5.7. Методы подтверждения подлинности: разделительные методы и прочие методы. ВЭКЭ как перспективный метод аналитического контроля.

5.8. Основные подходы к определению структуры веществ. Анализ с эталоном и без эталона.

### **6. Количественные методы.**

6.1. Контроль точности дозирования.

6.2. Термические методы количественного анализа.

6.3. Методы атомной и молекулярной спектроскопии в количественном анализе.

6.4. Применение ТСХ и ВЭТСХ в количественном анализе.

6.5. Принципиальные отличия методических подходов при анализе основного вещества и микропримесей.

6.6. Способы нахождения концентрации.

### **7. Физико-механические методы анализа твердых лекарственных форм.**

7.1. Тест на растворение.

7.2. Тест на распадаемость.

7.3. Тест прочности на раздавливание.

7.4. Тест на истираемость.

7.5. Ситовой анализ.



## **8. БИК-спектроскопия.**

8.1. Основы метода. БИК-диапазон.

8.2. Модели для описания колебаний молекул. Природа обертонов и составных частот.

8.3. Качественный и количественный анализ. Хемометрика и метод главных компонент. Классификация.

8.4. Аппаратное оформление БИК-спектрометра.

8.5. Возможности метода БИК-спектроскопии, сравнение с другими колебательными методами.

8.6. Применение БИК-спектроскопии в лабораторном и производственном контроле.

## **5. Образовательные технологии, в том числе технологии электронного обучения и дистанционные образовательные технологии, используемые при осуществлении образовательного процесса по дисциплине**

В процессе обучения используются следующие образовательные технологии:

**Вводная лекция** – дает первое целостное представление о дисциплине и ориентирует студента в системе изучения данной дисциплины. Студенты знакомятся с назначением и задачами курса, его ролью и местом в системе учебных дисциплин и в системе подготовки в целом. Дается краткий обзор курса, история развития науки и практики, достижения в этой сфере, имена известных ученых, излагаются перспективные направления исследований. На этой лекции высказываются методические и организационные особенности работы в рамках данной дисциплины, а также дается анализ рекомендуемой учебно-методической литературы.

**Академическая лекция** – последовательное изложение учебного материала в виде монолога преподавателя с применением мультимедийных приложений. Возможно также общение со студентами при рассмотрении примеров и фактов, уже знакомых из смежных учебных дисциплин. Требования к академической лекции: современный научный уровень, информативность, убедительная аргументация, доступная и понятная речь, четкая структура и логика, наличие ярких примеров, научных доказательств, современных фактов.

**Практическое занятие** – занятие, посвященное освоению конкретных умений и навыков и закреплению полученных на лекции знаний.

**Консультации** – групповые занятия, являющиеся одной из форм контроля самостоятельной работы студентов.

**Электронный учебный курс «Экспериментальные методы анализа и контроля качества лекарственных форм»** в LMS Электронный университет Moodle ЯрГУ, в котором:

- представлены задания для самостоятельной работы обучающихся по темам дисциплины;
- осуществляется проведение отдельных мероприятий текущего контроля успеваемости студентов;
- представлены тексты лекций по отдельным темам дисциплины;
- представлены правила прохождения промежуточной аттестации по дисциплине;
- представлен список учебной литературы, рекомендуемой для освоения дисциплины;
- представлена информация о форме и времени проведения консультаций по дисциплине в режиме онлайн;
- представлена информация о формах синхронного и асинхронного взаимодействия между обучающимися и преподавателем в рамках изучения дисциплины.

## **6. Перечень лицензионного и (или) свободно распространяемого программного обеспечения, используемого при осуществлении образовательного процесса по дисциплине**

При осуществлении образовательного процесса используются:

- операционные системы семейства Microsoft Windows;
- программы Microsoft Office;
- программа Adobe Acrobat Reader;
- браузеры Mozilla Firefox, Google Chrome;
- надстройка Chemometrics Add-In для MS Excel;
- оболочка для статистического программирования R-studio.

## **7. Перечень современных профессиональных баз данных и информационных справочных систем, используемых при осуществлении образовательного процесса по дисциплине (при необходимости)**

При осуществлении образовательного процесса по дисциплине используются:

- автоматизированная библиотечно-информационная система «БУКИ-NEXT»  
[http://www.lib.uniyar.ac.ru/opac/bk\\_cat\\_find.php](http://www.lib.uniyar.ac.ru/opac/bk_cat_find.php)
- база спектральной информации «SpectraBase» <https://spectrabase.com/>

## **8. Перечень основной и дополнительной учебной литературы, ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет» (при необходимости), рекомендуемых для освоения дисциплины**

### **а) основная литература**

1. Организация и управление фармацевтической деятельностью : учебник для среднего профессионального образования / Е.Е. Чупандина, Г.Т. Глембоцкая, О.В. Захарова, Л.А. Лобутева. – Москва : Издательство Юрайт, 2021. – 257 с. – (Профессиональное образование). – ISBN 978-5-534-14278-5. – Текст : электронный // Образовательная платформа Юрайт [сайт]. – URL: <https://urait.ru/bcode/468224>
2. Государственная фармакопея Российской Федерации XIV издания <https://femb.ru/record/pharmacopea14>
3. Приказ Минпромторга № 916. «Об утверждении Правил организации производства и контроля качества лекарственных средств» (действующая редакция) <https://docs.cntd.ru/document/499029882>

### **б) дополнительная литература**

1. Физико-химические методы анализа : учебное пособие для вузов / В.Н. Казин [и др.] ; под редакцией Е.М. Плисса. – Москва : Издательство Юрайт, 2021. – 201 с. – (Высшее образование). – ISBN 978-5-534-14964-7. – Текст : электронный // Образовательная платформа Юрайт [сайт]. – URL: <https://urait.ru/bcode/485733>
2. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа: учебник для вузов: в 2 т / под ред. А.А. Ищенко; Гос. образовательное учреждение высш. проф. образования "Казанский гос. технолог. ун-т". – 2-е изд., испр. – М.: Академия, 2012. [http://lib.uniyar.ac.ru/opac/bk\\_cat\\_card.php?rec\\_id=1451532&cat\\_cd=YARSU](http://lib.uniyar.ac.ru/opac/bk_cat_card.php?rec_id=1451532&cat_cd=YARSU)

### **в) ресурсы сети «Интернет»**

1. Минздрав России: [www.rosminzdrav.ru](http://www.rosminzdrav.ru)
2. Росздравнадзор: [www.roszdravnadzor.ru](http://www.roszdravnadzor.ru)
3. Минпромторг России: [www.minpromtorg.gov.ru](http://www.minpromtorg.gov.ru)
4. Международная федерация фармацевтических производителей и ассоциаций: [www.ifpma.org/](http://www.ifpma.org/)
5. Всемирная организация здравоохранения (ВОЗ): [www.who.int/ru/](http://www.who.int/ru/)
6. PIC/S (Pharmaceutical Inspection Cooperation/Scheme): [www.picscheme.org](http://www.picscheme.org)
7. Международный совет по гармонизации ICH: [www.ich.org](http://www.ich.org)
8. Европейский директорат по качеству лекарственных средств и медицинской помощи EDQM (Европейская фармакопея): [www.edqm.eu](http://www.edqm.eu)
9. Ассоциация производителей фармацевтических субстанций APIC/CEFIC: [www.apic.cefic.org/publications/publications.html](http://www.apic.cefic.org/publications/publications.html)

## **9. Материально-техническая база, необходимая для осуществления образовательного процесса по дисциплине**

Материально-техническая база, необходимая для осуществления образовательного процесса по дисциплине включает в свой состав специальные помещения:


- учебные аудитории для проведения занятий лекционного типа;
- учебные аудитории для проведения практических занятий (семинаров);
- учебные аудитории для проведения групповых и индивидуальных консультаций;
- учебные аудитории для проведения текущего контроля и промежуточной аттестации;
- помещения для самостоятельной работы;
- помещения для хранения и профилактического обслуживания технических средств обучения.

Помещения для самостоятельной работы обучающихся оснащены компьютерной техникой с возможностью подключения к сети «Интернет» и обеспечением доступа в электронную информационно-образовательную среду организации.

Число посадочных мест в лекционной аудитории больше либо равно списочному составу потока, а в аудитории для лабораторных работ – списочному составу группы обучающихся.

Автор:

Доцент института  
фундаментальной и прикладной химии, к.х.н.

 А.С. Лебедев

**Приложение №1 к рабочей программе дисциплины  
«Экспериментальные методы анализа и контроля качества лекарственных форм»**

**Фонд оценочных средств  
для проведения текущего контроля успеваемости  
и промежуточной аттестации студентов  
по дисциплине**

**1. Типовые контрольные задания и иные материалы,  
используемые в процессе текущего контроля успеваемости**

**Типовые примеры заданий, выполняемых в ходе практических работ**

**Тема 1**

1. Назовите основные отличия фармацевтических препаратов от товаров повседневного спроса.
2. Охарактеризуйте, что значит субстандартный лекарственный препарат. Приведите примеры.
3. Охарактеризуйте понятие фальсифицированный лекарственный препарат. Назовите виды фальсификации.

**Тема 2**

1. Охарактеризуйте лекарственную форму порошки.
2. Охарактеризуйте лекарственную форму гранулы.
3. Охарактеризуйте лекарственную форму капсулы.
4. Перечислите основные вспомогательные вещества, выступающие в качестве консервантов.

**Тема 3**

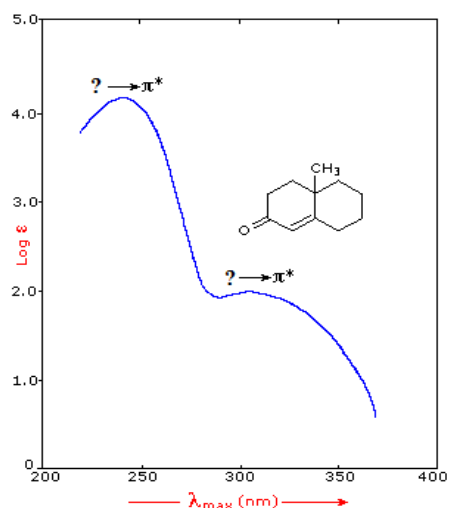
1. Чем установление структуры молекулы отличается от установления подлинности вещества.
2. Какие основные методы установления структуры вещества вам известны? На чем они основаны?
3. Исходя из состава лекарственного препарата назовите основные вещества и микропримеси. Какие методы вы будете для этого использовать?

**Тема 4**

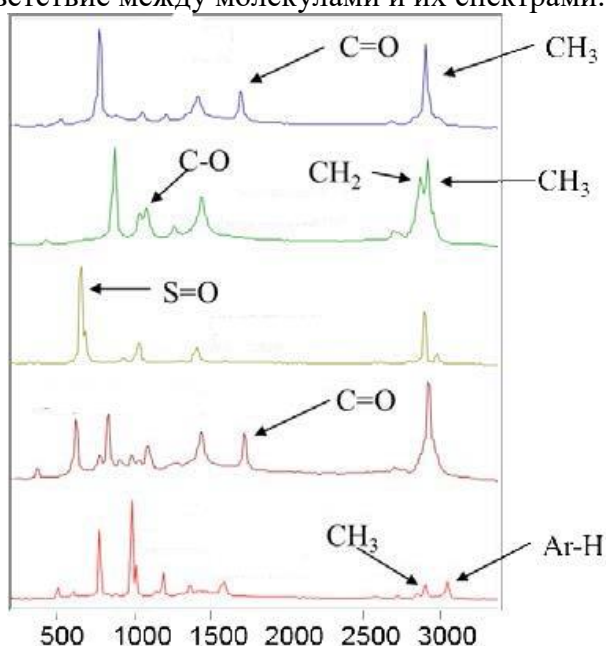
1. Перечислите способы отделения осадка от раствора.
2. Перечислите основные способы дегазации жидкостей.
3. Перечислите основные способы удаления липофильных компонентов.
4. Имеется смесь двух твердых субстанций, одна из которых хорошо растворима в дихлорметане, а другая нет. Какой способ разделения субстанций вы используете.

**Тема 5**

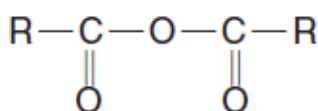
1. Получен УФ-Вид спектр, имеющий два максимума, отвечающих  $n \rightarrow \pi^*$  и  $\pi \rightarrow \pi^*$  переходам. Проведите их отнесение.



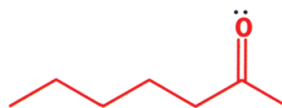
2. Даны Раман спектры 5-и веществ (этилацетат, диметилсульфоксид, ацетон, толуол, этанол). Установите соответствие между молекулами и их спектрами.

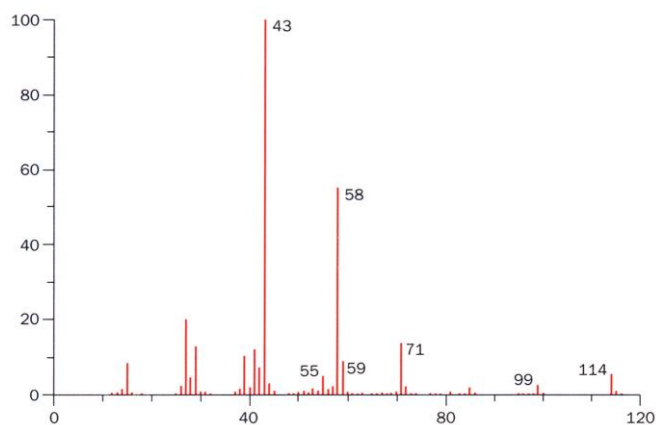


3. В инфракрасных спектрах карбонильная группа обычно наблюдается в виде одной сильной и резкой полосы поглощения. Однако в случае ангидридов карбоновых кислот наблюдаются два пика, хотя две карбонильные группы химически эквивалентны. Объясните этот факт, учитывая то, что вы знаете об ИК-поглощении первичных аминов.

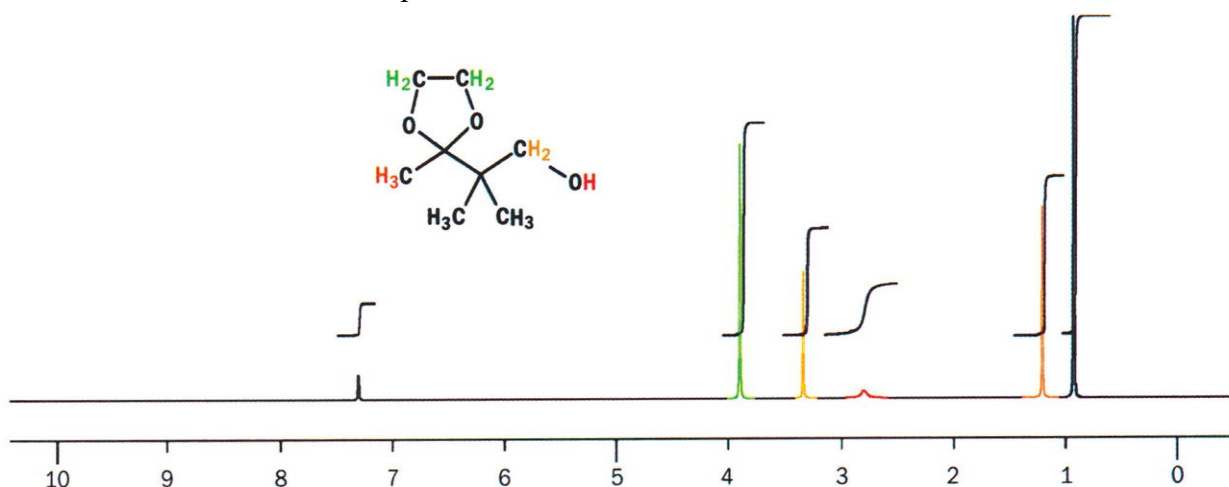


4. На рисунке приведен масс-спектр феромона опасности медоносной пчелы – гептан-2-она. Что откладывается по оси X и Y? Пик с массой 43 имеет наивысшую интенсивность и называется основным пиком (base peak). Относительно его измеряются интенсивности остальных пиков. Какую интенсивность имеет пик молекулярного иона на спектре? Какой частице соответствует пик с массой 43?

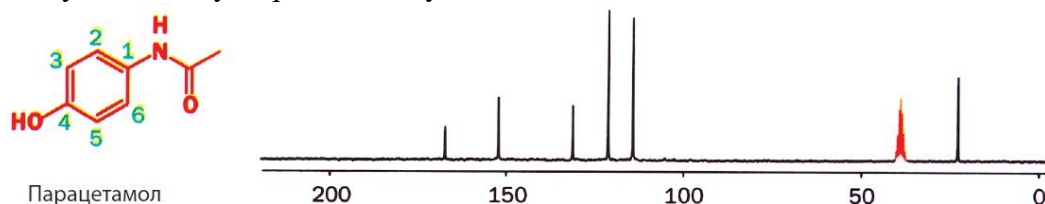




5. Дан  $^1\text{H}$  ЯМР спектр (2-метил-2-(2-метил-1,3-диоксолан-2-ил)-1-пропанола. Каковы основные характеристики (параметры) протонных спектров? Какие площади имеет каждый из сигналов на спектре?

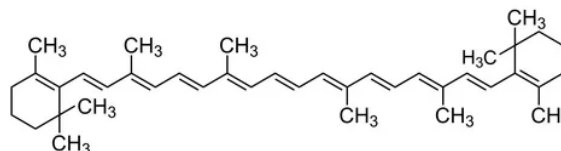


6. Парацетамол – популярное болеутоляющее средство с простой структурой. Это фенол с амидной группой в бензольном кольце. Проведите отнесение сигналов в его углеродном спектре. Почему 8 атомов углерода молекулы дают только 6 сигналов?



### Тема 6

1. В чем заключается сущность дифференциального термического анализа? Каковы требования, предъявляемые к материалу эталона? Какие условия теплового режима должны соблюдаться в процессе эксперимента?
2. Для термогравиметрического анализа был взят образец порошка сульфата магния массой 98 мг. Потеря в массе при температуре  $950^\circ\text{C}$  составила 35 мг. Рассчитать содержание в нем примесей.
3.  $\beta$ -каротин, пигмент, который отвечает за оранжевый цвет моркови, имеет  $\epsilon = 138\,000$  л/(моль\*см).



Образец  $\beta$ -каротина помещали в ячейку с длиной пути 1,0 см и подвергали УФ-облучению. Абсорбция составила 0,37. Чему равна концентрация  $\beta$ -каротина в образце?

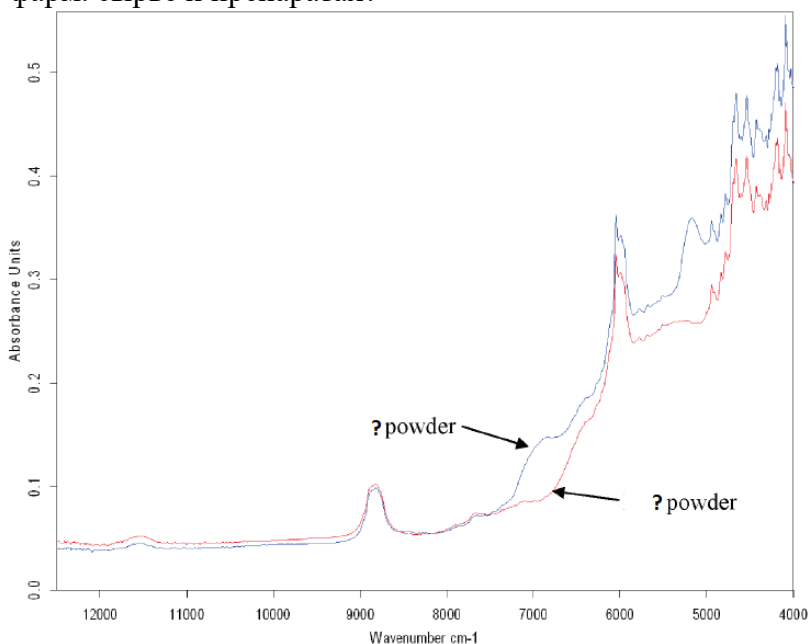
4. При определении карболовой кислоты в смеси методом газовой хроматографии площадь её пика сравнивали с площадью пика *o*-ксилола, который вводили в качестве стандарта. При этом были получены площади пиков: для стандартного образца, содержащего 25% карболовой кислоты,  $S$  (*o*-ксилола) = 25 мм<sup>2</sup>,  $S$  (карболовой кислоты) = 11 мм<sup>2</sup>; для исследуемого образца  $S$  (*o*-ксилола) = 22 мм<sup>2</sup>,  $S$  (карболовой кислоты) = 18,5 мм<sup>2</sup>. Определите содержание карболовой кислоты в исследуемом образце. Принять калибровочный коэффициент равным единице для обоих компонентов.

### Тема 7

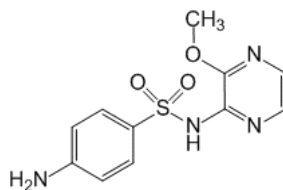
1. К каким лекарственным формам применяются физико-механические методы анализа?
2. Какой из методов физико-механического анализа применяется исключительно к порошкам?
3. В каком документе прописана базовая информация по проведению теста на истираемость?

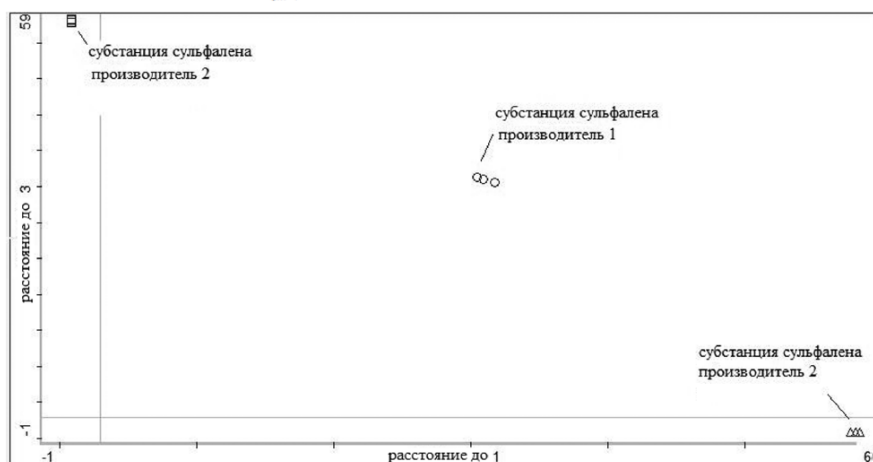
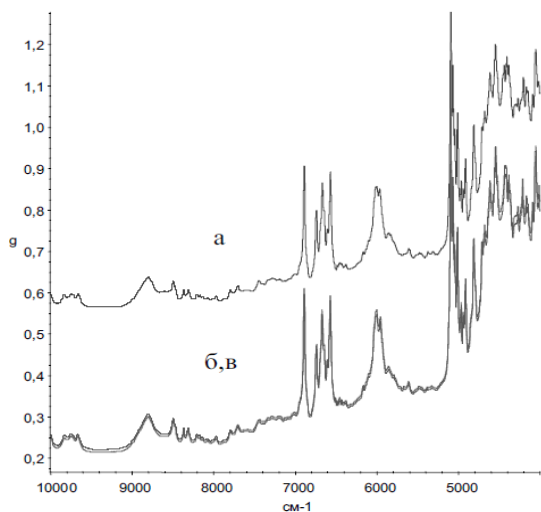
### Тема 8

1. Какие связи и какие типы колебаний характерны для БИК? Каково отношение интенсивностей фундаментальных полос и обертонов?
2. На спектре пропускания воды виден первый обертон около 1420 нм и очень интенсивная составная полоса около 1940 нм. На рисунке представлены 2 типа порошка фармацевтической субстанции: влажный и сухой. Какой спектр какому типу соответствует? Как в анализе с использованием БИК контролируют количественное содержание влаги в фарм. сырье и препаратах?



3. На БИК спектрах сульфалена от разных производителей (а-в) присутствуют обертоны: 4160-4380 см<sup>-1</sup>, 6000 см<sup>-1</sup>, 6570-6900 см<sup>-1</sup>. Колебания каких связей вызывают данные полосы?





Был проведен дискриминантный анализ и определены расстояния Махаланобиса (см. Рисунок). Можно ли достоверно различить три получившиеся группы субстанций?

### Типовые примеры заданий при проведении тестирований Тестирование по темам 1-3

1. Фармацевтическая система качества описана в...
  - А. Государственной фармакопее РФ
  - Б. ICH Q2
  - В. ICH E6
  - Г. ICH Q10
  - Д. ГОСТ Р ИСО 9004
  
2. Правила GMP HE регламентируют ...
  - А. Фармацевтическую терминологию
  - Б. Требования к биологической доступности препарата
  - В. Требования к зданиям и помещениям фармпроизводства
  - Г. Требования к персоналу
  - Д. Необходимость валидации
  
3. Растворы лекарственного вещества в концентрированном растворе сахара называют...
  - А. Экстрактами
  - Б. Сиропами
  - В. Настойками
  - Г. Линиментами



Д. Слизями

4. Выберите методы, позволяющие установить структуру или структурные фрагменты вещества.

- А. Гравиметрия
- Б. ИК-спектроскопия
- В. Масс-спектрометрия
- Г. ЯМР-спектроскопия
- Д. Колориметрия
- Е. Потенциометрия

#### Тестирование по теме 4

1. Одна из целей пробоподготовки – ...

- А. Получить репрезентативную выборку генеральной совокупности
- Б. Провести неразрушающий аналитический контроль
- В. Выявить градуировочную зависимость сигнала от концентрации
- Г. Снизить матричные эффекты

2. Отбору проб подлежат...

- А. Лекарственные препараты (серия)
- Б. Промежуточная продукция на критических стадиях процесса производства/изготовления (включая исходные компоненты)
- В. Вспомогательные в-ва
- Г. Упаковочные и печатные материалы
- Д. Все перечисленное

3. Перевод аналита в удобную для анализа форму называется...

- А. Отбором проб
- Б. Дериватизацией
- В. Дегазацией
- Г. Матричным эффектом
- Д. Валидацией

#### Тестирование по теме 5

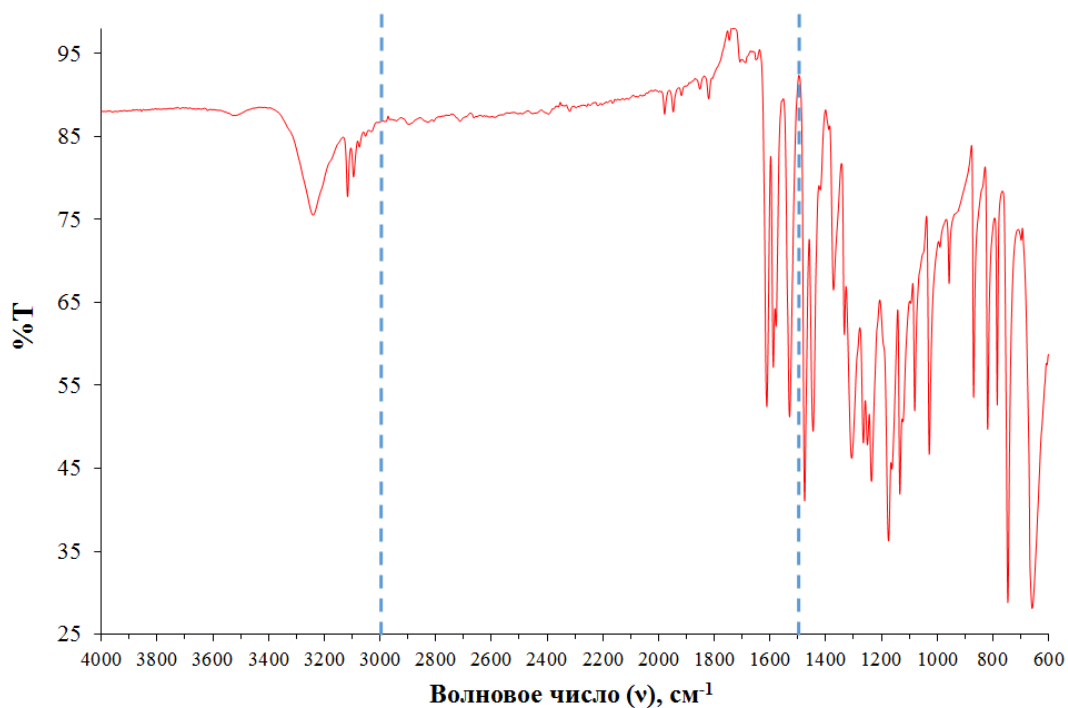
1. С помощью каких аналитических методов можно установить полиморфную модификацию активной фармацевтической субстанции

- А. Рентгеновская дифрактометрия
- Б. Электронная микроскопия
- В. ЯМР-спектроскопия
- Г. ИК-спектроскопия
- Д. БИК-спектроскопия
- Е. Спектрофотометрия

2. Радиологическое исследование содержания стронция-90 (Sr-90) можно отнести к ... типу анализа. (выпадающим списком)

- А. Изотопному
- Б. Элементному
- В. Функциональному
- Г. Молекулярному
- Д. Фазовому

3. Проанализируйте представленный ниже ИК-спектр



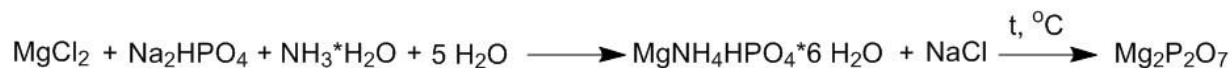
- А. Присутствует NO<sub>2</sub>-группа (нитрогруппа)
- Б. Присутствует OH-группа (гидроксильная группа)
- В. Присутствует NH<sub>2</sub>-группа (аминогруппа)
- Г. В структуре имеются sp<sup>3</sup>-атомы углерода (C-H)
- Д. В структуре имеются sp<sup>2</sup>-атомы углерода (C-H)
- Е. Присутствует C=O-группа (карбонильная группа)
- Ж. Присутствует C≡N-группа (нитрильная группа)
- З. Имеются двойные связи
- И. Присутствует ароматическая система

4. Наиболее часто для структурного анализа органических соединений используют ...

- А. 1H-ЯМР
- Б. 13C-ЯМР
- В. 12C-ЯМР
- Г. 16O-ЯМР
- Д. 14N-ЯМР

#### Тестирование по темам 6-7

1. Укажите гравиметрическую форму на следующей схеме:



- А. MgCl<sub>2</sub>
- Б. NaCl
- В. MgNH<sub>4</sub>HPO<sub>4</sub>·6H<sub>2</sub>O
- Г. Mg<sub>2</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub>

2. Какой газ не используют для атомно-абсорбционной спектроскопии?

- А. Ацетилен
- Б. Пропан
- В. Воздух

- Г. Закись азота
- Д. Азот
- Е. Метан

3. Какой из указанных методов является методом оценки биоэквивалентности для генериков (дженериков)?

- А. Тест на растворение
- Б. Тест на распадаемость
- В. Тест прочности на раздавливание
- Г. Тест на истираемость

4. Наиболее распространенным методом расчета концентрации аналита в образце является метод...

- А. Внешнего стандарта
- Б. Внутреннего стандарта
- В. Стандартной добавки
- Г. Сообщающихся сосудов

### Тестирование по теме 8

1. Техника диффузного отражения при реализации БИК-спектроскопии больше всего подходит для анализа...

- А. Порошков и твердых лекарственных форм
- Б. Жидких лекарственных форм и жидких образцов
- В. Мягких лекарственных форм
- Г. Газов и газообразных лекарственных форм

2. Техника пропускания при реализации БИК-спектроскопии больше всего подходит для анализа...

- А. Порошков и твердых лекарственных форм
- Б. Жидких лекарственных форм и жидких образцов
- В. Мягких лекарственных форм
- Г. Универсальная техника для любых образцов

3. Метод БИК-спектроскопии основан на ... э/м излучения

- А. Поглощении
- Б. Упругом рассеянии
- В. Неупругом рассеянии
- Г. Флуоресценции
- Д. Отражении

4. Для ближней ИК-спектроскопии характерно проявление ...

- А. Фундаментальных колебательных частот
- Б. Обертонов и составных частот
- В. Колебательно-вращательных переходов

Фонды оценочных средств по дисциплине предусматривают проверку индикаторов достижения компетенций

## Критерии оценивания результатов текущего контроля успеваемости

Форма текущего контроля успеваемости	Правила выставления оценки
Опрос	<ul style="list-style-type: none"> <li>- <i>Отлично</i> выставляется за полный ответ на поставленный вопрос с включением в содержание ответа рассказа (лекции) преподавателя, материалов учебников, дополнительной литературы без наводящих вопросов.</li> <li>- <i>Хорошо</i> выставляется за полный ответ на поставленный вопрос в объеме рассказа (лекции) преподавателя с включением в содержание ответа материалов учебников с четкими положительными ответами на наводящие вопросы преподавателя.</li> <li>- <i>Удовлетворительно</i> выставляется за ответ, в котором озвучено более половины требуемого материала, с положительным ответом на большую часть наводящих вопросов.</li> <li>- <i>Неудовлетворительно</i> выставляется за ответ, в котором озвучено менее половины требуемого материала или не озвучено главное в содержании вопроса с отрицательными ответами на наводящие вопросы, или обучающийся отказался от ответа без предварительного объяснения уважительных причин.</li> </ul>
Тест	<ul style="list-style-type: none"> <li>- <i>Отлично</i> выставляется за 85% правильных ответов и более.</li> <li>- <i>Хорошо</i> выставляется за 65% правильных ответов и более.</li> <li>- <i>Удовлетворительно</i> выставляется за 50% правильных ответов и более.</li> <li>- <i>Неудовлетворительно</i> выставляется при наличии менее 50% правильных ответов или при отказе обучающегося пройти тестовый контроль.</li> </ul>
Практическая работа	<ul style="list-style-type: none"> <li>- <i>Отлично</i> выставляется, если обучающийся имеет глубокие знания учебного материала по теме практической работы, показывает усвоение взаимосвязи основных понятий, используемых в работе, смог ответить на все уточняющие и дополнительные вопросы, демонстрирует знания теоретического и практического материала по теме практической работы, определяет взаимосвязи между показателями задачи, даёт правильный алгоритм решения, определяет междисциплинарные связи по условию задания.</li> <li>- <i>Хорошо</i> выставляется, если обучающийся показал знание учебного материала, усвоил основную литературу, смог ответить почти полно на все заданные дополнительные и уточняющие вопросы. Обучающийся демонстрирует знания теоретического и практического материала по теме практической работы, допуская незначительные неточности при решении задач, имея неполное понимание междисциплинарных связей при правильном выборе алгоритма решения задания.</li> <li>- <i>Удовлетворительно</i> выставляется, если обучающийся в целом освоил материал практической работы, ответил не на все уточняющие и дополнительные вопросы, обучающийся затрудняется с правильной оценкой предложенной задачи, даёт неполный ответ, требующий наводящих вопросов преподавателя, выбор алгоритма решения задачи возможен при наводящих вопросах преподавателя.</li> <li>- <i>Неудовлетворительно</i> выставляется обучающемуся, если он имеет существенные пробелы в знаниях основного учебного материала практической работы, который полностью не раскрыл.</li> </ul>

## 2. Список вопросов и (или) заданий для проведения промежуточной аттестации

### Список вопросов к зачету

1. Фальсифицированные, субстандартные и незарегистрированные лекарственные препараты, как составляющие некачественной продукции.
2. Контроль качества: функции и основные требования. Отдел контроля качества: принципы, структура, задачи, функции.
3. Понятия архивных и контрольных образцов.
4. Классификация лекарственных форм. Понятия лекарственной формы, активной фармацевтической субстанции, вспомогательных веществ, лекарственное средство.
5. Классификация вспомогательных веществ.
6. Классификация методов анализа по типам приборного оформления и уровням исследуемой структуры. Этапы химического анализа.
7. Качественный химический анализ. Основные подходы к качественному анализу.
8. Количественный химический анализ. Способы выражения концентрации.
9. Отбор проб: определение, функции. Понятия выборки и генеральной совокупности. Разновидности образцов. Методы отбора.
10. Пробоподготовка: определение, функции. Методы пробоподготовки.
11. Экстракция по Сокслету и твердофазная экстракция.
12. Мембранное фильтрование. Типы фильтрующих мембран. Ускоренная экстракция растворителями.
13. Вакуумная дистилляция. Роторные испарители. Прочие методы упаривания/концентрирования.
14. Ручное и автоматическое дозирование жидкостей. Принцип поверки пипет-дозаторов.
15. Стратегии анализа: off-line, on-line, in-line, at-line.
16. Схема аналитического прибора и его основные узлы.
17. Концентрация. Способы выражения концентраций. Перевод единиц измерения.
18. Колоночная хроматография как метод очистки АФС.
19. Подлинность и структурные анализ. Соотношение понятий.
20. Подходы для реализации количественных методик определения содержания основного вещества.
21. Подходы для реализации количественных методик определения содержания микропримесей. Виды и источники примесей.
22. Способы расчета концентрации аналитов.
23. Метод внешнего стандарта.
24. Применение методов атомной и молекулярной спектromетрии в количественном анализе.
25. ТСХ и ВЭТСХ в количественном анализе. Приборная реализация.
26. Методы и оборудование для физико-механического контроля твердых лекарственных форм.
27. Качественный анализ при помощи ИК-спектроскопии: функциональный анализ и идентификация. Рабочие диапазоны ИК-спектра MIR (быть готовым к анализу ИК-спектра). Количественный анализ и причины его затруднения.
28. БИК-спектроскопия. Основы метода, аппаратное оформление.
29. Применение БИК-спектроскопии в на фармацевтическом производстве. At-line вариант контроля производства.
30. Что такое хемометрика? Её задачи, примеры применения. PCA, как основа хемометрики.

## Оценка устного ответа на зачете

Устный ответ на зачете оценивается по 2 балльной системе.

Отметка «зачтено» ставится, если:

- знания отличаются глубиной и содержательностью, дается полный исчерпывающий ответ, как на основные вопросы к зачету, так и на дополнительные;
- студент свободно владеет научной терминологией;
- ответ студента структурирован, содержит анализ существующих теорий, научных школ, направлений и их авторов по вопросу билета;
- логично и доказательно раскрывает проблему, предложенную для решения;
- ответ характеризуется глубиной, полнотой и не содержит фактических ошибок;
- ответ иллюстрируется примерами, в том числе из собственной практики;
- студент демонстрирует умение аргументировано вести диалог и научную дискуссию.

Отметка «незачтено» ставится, если:

- обнаружено незнание или непонимание студентом сущностной части дисциплины;
- содержание вопросов билета не раскрыто, допускаются существенные фактические ошибки, которые студент не может исправить самостоятельно;
- на большую часть дополнительных вопросов по содержанию зачета студент затрудняется дать ответ или не дает верных ответов.

## **Приложение №2 к рабочей программе дисциплины «Экспериментальные методы анализа и контроля качества лекарственных форм»**

### **Методические указания для студентов по освоению дисциплины**

Основной формой изложения учебного материала по дисциплине «Экспериментальные методы анализа и контроля качества лекарственных форм» являются лекции с использованием презентаций. Это связано с тем, что учебный материал содержит большое число схем, таблиц, рисунков, которые затем используются студентами в самостоятельной работе при подготовке к занятиям. Очень важным компонентом занятий является практические работы, которые охватывают практически все основные разделы курса, и способствуют углублению и закреплению знаний, полученных студентами при прослушивании лекций.

Для проверки и контроля усвоения теоретического материала, приобретенных практических навыков в течение обучения проводятся мероприятия текущей аттестации в виде тестовых и контрольных работ, проверяются отчеты студентов при выполнении заданий на практических работах. В конце обучения планируется зачет, вопросы которого охватывают все разделы дисциплины.

### **Учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы студентов по дисциплине**

Для самостоятельной работы студентов рекомендуется использовать литературу, указанную в разделе 8 данной программы.

Также для подбора учебной литературы рекомендуется использовать ряд интернет-ресурсов:

1. [http://www.lib.uniyar.ac.ru/opac/bk\\_cat\\_find.php](http://www.lib.uniyar.ac.ru/opac/bk_cat_find.php) Электронная библиотека учебных материалов ЯрГУ: более 3000 полных текстов учебных и учебно-методических материалов по основным изучаемым дисциплинам, изданных в университете.
2. <https://urait.ru> Электронно-библиотечная система «Юрайт»: мультидисциплинарный ресурс (учебная, научная и художественная литература, периодика)
5. <http://window.edu.ru/catalog> Информационная система "Единое окно доступа к образовательным ресурсам": свободный доступ к интегральному каталогу образовательных интернет-ресурсов и к электронной библиотеке учебно-методических материалов для общего и профессионального образования.