

Документ подписан простой электронной подписью
Информация о владельце:
ФИО: Ястребов Олег Александрович
Должность: Член
Дата подписания: 26.05.2023 12:48:39
Уникальный программный ключ:
ca953a0120d891083f939673078ef1a989dae18a

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования

«Российский университет дружбы народов имени Патриса Лумумбы»

Институт биохимической технологии и нанотехнологии (ИБХТН)

(наименование основного учебного подразделения (ОУП)-разработчика ОП ВО)

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ

«Инструментальные и химические методы в анализе биологически активных соединений и нанообъектов»

(наименование дисциплины/модуля)

Рекомендована МССН для направления подготовки/специальности:

28.04.01 «Нанотехнологии и микросистемная техника»

(код и наименование направления подготовки/специальности)

Освоение дисциплины ведется в рамках реализации основной профессиональной образовательной программы высшего образования (ОП ВО):

«Инновационные технологии и нанотехнологии в медицине, фармацевтике и биотехнологии»

(наименование (профиль/специализация) ОП ВО)

2023 г.

1. ЦЕЛЬ ОСВОЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ

Целью освоения дисциплины «Инструментальные и химические методы в анализе биологически активных соединений и нанообъектов» является освоение системного подхода к применению химических и инструментальных методов в контроле качества биологически активных соединений и нанообъектов.

2. ТРЕБОВАНИЯ К РЕЗУЛЬТАТАМ ОСВОЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ

Освоение дисциплины «Инструментальные и химические методы в анализе биологически активных соединений и нанообъектов» направлено на формирование у обучающихся следующих компетенций (части компетенций):

Таблица 2.1. Перечень компетенций, формируемых у обучающихся при освоении дисциплины (результаты освоения дисциплины)

Шифр	Компетенция	Индикаторы достижения компетенции (в рамках данной дисциплины)
УК-4	Способен применять современные коммуникативные технологии на государственном языке Российской Федерации и иностранном(ых) языке(ах) для академического и профессионального взаимодействия	УК-4.3. Представляет результаты академической и профессиональной деятельности на различных публичных мероприятиях включая международные, выбирая наиболее подходящий формат
ОПК-1	Способен ставить и решать инженерные и научно-технические задачи в области нанотехнологий и микросистемной техники и новых междисциплинарных направлениях на основе естественнонаучных и математических моделей	ОПК 1.2. Способен ставит и решать инженерные и нанотехнические задачи в профессиональной области
ОПК-2	Способен управлять профессиональной и иной деятельностью на основе применения знаний проектного и финансового менеджмента	ОПК 2.2. Владеет методами расчета экономической и ресурсоэффективной составляющей при выполнении исследовательской работы

ПК-1	Способен определить физико-химические свойства наноматериалов, их идентифицировать и дать оценку степени их потенциальной опасности согласно используемым в организации методикам.	ПК-1.1. Знает физико-химические методы анализа, основы квантовой механики и физической химии. ПК-1.3. Владеет навыками выбора теоретических и экспериментальных методов исследований
-------------	--	---

3. МЕСТО ДИСЦИПЛИНЫ В СТРУКТУРЕ ОП ВО

Дисциплина «Инструментальные и химические методы в анализе биологически активных соединений и нанобъектов» относится к профессиональному циклу и является обязательной дисциплиной вариативной части профиля.

В рамках ОП ВО обучающиеся также осваивают другие дисциплины и/или практики, способствующие достижению запланированных результатов освоения дисциплины «Инструментальные и химические методы в анализе биологически активных соединений и нанобъектов».

Таблица 3.1. Перечень компонентов ОП ВО, способствующих достижению запланированных результатов освоения дисциплины

Шифр	Наименование компетенции	Предшествующие дисциплины/модули, практики*	Последующие дисциплины/модули, практики*
ОПК-1	Способен ставить и решать инженерные и научно-технические задачи в области нанотехнологий и микросистемной техники и новых междисциплинарных направлениях на основе естественнонаучных и математических моделей	Микро- и наносистемы в технике и технологии	
ОПК-2	Способен управлять профессиональной и иной деятельностью на основе применения знаний проектного и финансового менеджмента		Охрана объектов интеллектуальной собственности
ОПК-7	Способен разрабатывать и актуализировать научно-техническую документацию в области нанотехнологий и микросистемной техники		Актуальные проблемы современной нанотехнологии, Нанотехнологии в медицине

* - заполняется в соответствии с матрицей компетенций и СУП ОП ВО

4. ОБЪЕМ ДИСЦИПЛИНЫ И ВИДЫ УЧЕБНОЙ РАБОТЫ

Общая трудоемкость дисциплины «Инструментальные и химические методы в анализе биологически активных соединений и нанообъектов» составляет 3 зачетных единиц.

Таблица 4.1. Виды учебной работы по периодам освоения ОП ВО для **ОЧНОЙ** формы обучения

Вид учебной работы	ВСЕГО, ак.ч.	Семестр(-ы)			
		1	2	3	4
Контактная работа, ак.ч.	54		54		
в том числе:					
Лекции (ЛК)	18		18		
Лабораторные работы (ЛР)	36		36		
Практические/семинарские занятия (СЗ)					
Самостоятельная работа обучающихся, ак.ч.	36		36		
Контроль (экзамен/зачет с оценкой), ак.ч.	18		18		
Общая трудоемкость дисциплины	ак.ч.	108	108		
	зач.ед.	3	3		

5. СОДЕРЖАНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Таблица 5.1. Содержание дисциплины (модуля) по видам учебной работы

Наименование раздела дисциплины	Содержание раздела (темы)	Вид учебной работы*
Раздел 1. Классификация методов анализа: химические методы анализа, инструментальные методы анализа.	Введение. Перечень основных химических и инструментальных методов анализа в контроле качества биологически активных соединений и нанообъектов. Классификация. Аналитический сигнал. Предел обнаружения. Область применения.	ЛК
Раздел 2. Методы для изучения физико-химических характеристик	Основные физико-химических характеристики: вязкость, растворимость, степень окраски жидкостей, прозрачность и степень мутности жидкостей, потеря в массе при высушивании, температура плавления, плотность, определение спирта этилового, рефрактометрия, поляриметрия, распределение частиц по размеру.	ЛК, ЛР
Раздел 3. Химические методы анализа. Качественный и количественный анализ.	Основные методы анализа. Подход к выбору адекватного метода анализа в зависимости от объекта и задачи исследования. Физические процессы, происходящие при протекании химических реакций. Константа равновесия, активность, коэффициент активности.	ЛК
Раздел 4. Гравиметрический метод анализа.	Общие положения. Старение осадков, загрязнение, промывание, фильтрование, высушивание и прокаливание осадков. Зависимость растворимости от стехиометрии.	ЛР
Раздел 5. Титриметрические методы анализа.	Классификация методов. Кислотно-основное и окислительно-восстановительное титрование. Титрование с электрохимическим детектированием	ЛР

Потенциометрия. Кулонометрия.	конечной точки титрования. Вычисление рН растворов электролитов. Применение методов в качественном и количественном анализе биологически активных соединений и нанообъектов. Вид аналитического сигнала - интегральный, дифференциальный.	
Раздел 6. Инструментальные методы анализа.	Классификация методов в зависимости от разнообразия физических свойств, имеющих определенную функциональную связь с количественным содержанием анализируемых веществ. Теоретические основы некоторых электрохимических, спектральных, ядерно-физических и хроматографических методов анализа.	ЛК
Раздел 7. Спектральные методы анализа.	Классификация методов, на основании избирательного поглощения электромагнитного излучения инфракрасного, видимого и ультрафиолетового диапазона однородными нерассеивающими системами — растворами, газами и тонкими пленками твердых веществ.	ЛК
Раздел 8. Спектроскопия в ультрафиолетовой и видимой и инфракрасной областях.	Фотометрические методы анализа в системе комплексного подхода к идентификации соединений. Применение данного вида спектроскопии в качественном и количественном анализе биологически активных соединений и нанообъектов. Характеристические полосы поглощения ИК спектров.	ЛК, ЛР
Раздел 11. Лазерная корреляционная спектроскопия.	Теории лазерная корреляционная спектроскопии. Светорассеяние. Спектроскопия кросс-корреляция фотонов. Анализ размера наночастиц. Анализ стабильности суспензий и эмульсий. Проверка корреляции. Пересчет данных. Применение метода в качественном анализе субстанций и нанообъектов.	ЛК, ЛР
Раздел 12. Микроскопия.	Основы оптической микроскопии. Принцип световой микроскопии. Применение метода в контроле качества биологически активных соединений и нанообъектов.	ЛР

* - заполняется только по **ОЧНОЙ** форме обучения: ЛК – лекции; ЛР – лабораторные работы; СЗ – семинарские занятия.

6. МАТЕРИАЛЬНО-ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Таблица 6.1. Материально-техническое обеспечение дисциплины

Тип аудитории	Оснащение аудитории	Специализированное учебное/лабораторное оборудование, ПО и материалы для освоения дисциплины (при необходимости)
Лекционная	Аудитория № 636 для проведения занятий лекционного типа, оснащенная комплектом специализированной мебели; доской (экраном) и техническими средствами мультимедиа презентаций.	Комплект специализированной мебели; технические средства: Мультимедийный проектор Everycom Ноутбук Lenovo Thinkpad L530 Intel Core i3-2370M_2.4GHz/DDR3 4 GB, 1шт Обеспечен выход в интернет. Комплект презентаций. Windows XP, Microsoft Office 2007, Microsoft Security Essentials
Семинарская	Аудитория № П-18 для проведения занятий семинарского типа, групповых и индивидуальных консультаций, текущего контроля и промежуточной аттестации, оснащенная комплектом специализированной мебели и техническими средствами мультимедиа презентаций.	Комплект специализированной мебели; технические средства: Мультимедийный проектор Everycom Ноутбук Lenovo Thinkpad L530 Intel Core i3-2370M_2.4GHz/DDR3 4 GB, 1шт Обеспечен выход в интернет. Комплект презентаций. Windows XP, Microsoft Office 2007, Microsoft Security Essentials
Практические занятия	Учебная лаборатория для проведения лабораторных занятий, лаб. П-13.	Оснащенность: комплект специализированной мебели; роторный испаритель RV8 IKA Werke GmbH. RV 8; pH-метр лабораторный АНИОН-4100 «Евростандарт ТП», г. Санкт - Петербург; ротационный вискозиметр Brookfield DV3TLV с поверкой (Страна происхождения США; Фирма

Тип аудитории	Оснащение аудитории	Специализированное учебное/лабораторное оборудование, ПО и материалы для освоения дисциплины (при необходимости)
		«Brookfield Engineering Laboratories, Inc»); ультразвуковой генератор И100-840; прибор экологического контроля «Биотокс-10М»; бидистиллятор стеклянный БС; весы аналитические РА64С «ОНАУС».
Практические занятия	Аудитория П-16 для проведения практических занятий, индивидуальных консультаций, текущего контроля и промежуточной аттестации, оснащенная комплектом специализированной мебели и оборудованием.	<u>Оснащение аудитории П-16:</u> Комплект специализированной мебели; технические средства: Прибор для количественного определения наночастиц Nanorhox PCCS; Спектрофотометр Lambda 950. вкл. Программное обеспечение для оборудования.
Аудитория для самостоятельной работы	Аудитория № 636 для самостоятельной работы обучающихся, оснащенная комплектом специализированной мебели и компьютером с доступом в ЭИОС.	Комплект специализированной мебели; технические средства: Мультимедийный проектор Everycom Ноутбук Lenovo Thinkpad L530 Intel Core i3-2370M_2.4GHz/DDR3 4 GB, 1шт Обеспечен выход в интернет. Комплект презентаций. Windows XP, Microsoft Office 2007, Microsoft Security Essentials

7. УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ И ИНФОРМАЦИОННОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Основная литература:

1. Тюкавкина Н.А. Биоорганическая химия: учебник // Н.А. Тюкавкина, Ю.И. Бауков, С.Э. Зурабян. – Москва : ГЭОТАР-Медиа, 2023. – 416 с. : ил.
2. Потенциометрия в анализе лекарственного растительного сырья и препаративного его основе: монография / А.И. Марахова [и др.] – М.: РУДН, 2015. – 132 с.
http://lib.rudn.ru/MegaPro2/UserEntry?Action=Rudn_FindDoc&id=443518&idb=0
3. Руководство по инструментальным методам исследований при разработке и экспертизе качества лекарственных препаратов. Под редакцией Быковского С.Н., Василенко И.А. и др. М.: Изд-во «Перо», 2014. 656 с.
4. Фотометрические методы в анализе лекарственного растительного сырья:

монография / А.И. Марахова [и др.] – М.: РУДН, 2015. – 132 с.
http://lib.rudn.ru/MegaPro2/UserEntry?Action=Rudn_FindDoc&id=444633&idb=0

Дополнительная литература:

1. Физико-химические методы анализа : практикум : учебное пособие / А.И. Марахова, В.Ю. Жилкина, В.В. Копылов, Кезимана Парфэ, Я.М. Станишевский, И.Е. Станишевская; под ред. А.И. Мараховой. – Москва: РУДН, 2019. – 281 с. : ил.
2. А.И. Марахова, А.А. Сорокина, В.Ю. Жилкина. Физико-химические методы в анализе лекарственного растительного сырья и препаратов на растительной основе – М.: Типография «Ваш формат», 2017. – 308 с.
3. Масс-спектрометрия: аппаратура, толкования приложения / Р. Экман, Е. Зильберинг, Э. Вестман-Бринкмальм, А. Край. – Москва: Техносфера, 2013. – 368 с. + 16 с. цв. вкл.
4. Устынюк Ю.А. Лекции по спектроскопии ядерного магнитного резонанса. Часть 1 (вводный курс). – Москва: Техносфера, 2020. – 288 с. + 4 с. цв. вкл.
5. Жилкина В.Ю. Лабораторный практикум по работе с прибором «Анализатор размеров частиц NANOPHOX»: учебное пособие // В.Ю. Жилкина, А.И. Марахова, Я.М. Станишевский. – Москва: РУДН, 2016. – 65 с. : ил.
6. Стойнова А.М. Лабораторный практикум по изучению методов термического анализа (ТГ, ДТА, ДСК): учебно-методическое пособие / А.М. Стойнова, Я.М. Станишевский – М.: РУДН, 2016. – 43 с. : ил.
7. Государственная Фармакопея Российской Федерации Изд. XIV. Ч.1 Методы анализа ЛС- 2018. Государственная Фармакопея Российской Федерации Изд. XIV. -2018. <https://femb.ru/record/pharmacopea14>
8. Комментарии к Руководству Европейского союза по надлежащей практике производства лекарственных средств для человека и применения в ветеринарии. Под редакцией Быковского С.Н., Василенко И.А., Максимова С.В. - М.: Изд-во «Перо»,2014. – 488 с.
9. Дворкин В.И. Метрология и обеспечение качества химического анализа: издание второе, исправленное и дополненное. – Москва: Техносфера, 2020. – 318 с.
10. Хроматографические метод анализа: учебное пособие / Ю.М. Серов [и др.]. – М.: РУДН, 2011. – 218 с.: ил.

Ресурсы информационно-телекоммуникационной сети «Интернет»:

1. ЭБС РУДН и сторонние ЭБС, к которым студенты университета имеют доступ на основании заключенных договоров:
 - Электронно-библиотечная система РУДН – ЭБС РУДН
<http://lib.rudn.ru/MegaPro/Web>
 - ЭБС «Университетская библиотека онлайн» <http://www.biblioclub.ru>
 - ЭБС Юрайт <http://www.biblio-online.ru>
 - ЭБС «Консультант студента» www.studentlibrary.ru
 - ЭБС «Лань» <http://e.lanbook.com/>
 - ЭБС «Троицкий мост»
2. Базы данных и поисковые системы:
 - электронный фонд правовой и нормативно-технической документации <http://docs.cntd.ru/>
 - поисковая система Яндекс <https://www.yandex.ru/>
 - поисковая система Google <https://www.google.ru/>
 - реферативная база данных SCOPUS

<http://www.elsevierscience.ru/products/scopus/>

- Федеральный институт промышленной собственности (ФИПС)
<https://new.fips.ru>

Учебно-методические материалы для самостоятельной работы обучающихся при освоении дисциплины/модуля:*

* - все учебно-методические материалы для самостоятельной работы обучающихся размещаются в соответствии с действующим порядком на странице дисциплины **в ТУИС!**

При проведении занятий и организации самостоятельной работы студентов используются традиционные технологии сообщающего обучения, предполагающие передачу информации в готовом виде, формирование учебных умений по образцу.

В рамках практических занятий реализуется взаимообучение слушателей курса - интерактивное обучение, в форме взаимоконтроля самостоятельной работы, совместного решения ситуационных задач, совместной разработки схем сложных процессов, обсуждения проблемных вопросов.

Самостоятельная работа студентов включает изучение основной и дополнительной литературы по данной дисциплине, подготовка выступлений на семинарах, подготовка творческих работ по вопросам иммунобиологических препаратов, их оформление в виде презентаций, а также подготовка и защита доклада по одной из предлагаемых тем.

8. ОЦЕНОЧНЫЕ МАТЕРИАЛЫ И БАЛЛЬНО-РЕЙТИНГОВАЯ СИСТЕМА ОЦЕНИВАНИЯ УРОВНЯ СФОРМИРОВАННОСТИ КОМПЕТЕНЦИЙ ПО ДИСЦИПЛИНЕ

Оценочные материалы и балльно-рейтинговая система оценивания уровня сформированности компетенций (части компетенций) по итогам освоения дисциплины «Инструментальные и химические методы в анализе биологически активных соединений и нанобъектов» представлены в Приложении к настоящей Рабочей программе дисциплины.

РАЗРАБОТЧИКИ:

доцент ИБХТН, к.фарм.н., В.Ю. Жилкина

РУКОВОДИТЕЛЬ ОУП:

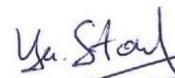
Директор ИБХТН, профессор д.х.н.



Я.М. Станишевский

РУКОВОДИТЕЛЬ ОП ВО:

Директор ИБХТН, профессор д.х.н.



Я.М. Станишевский

**ФГАОУ ВО «Российский университет дружбы народов»
Институт биохимической технологии и нанотехнологии (ИБХТН)**

ФОНД ОЦЕНОЧНЫХ СРЕДСТВ

ПО УЧЕБНОЙ ДИСЦИПЛИНЕ

Инструментальные и химические методы в анализе биологически активных соединений и нанообъектов
(наименование дисциплины)

28.04.01 Нанотехнологии и микросистемная техника
(код и наименование направления подготовки)

«Инновационные технологии и нанотехнологии в медицине, фармацевтике и биотехнологии»
(наименование профиля подготовки)

Магистр
Квалификация (степень) выпускника

Направление 28.04.01 «Нанотехнологии и микросистемная техника»

Профиль «Инновационные технологии и нанотехнологии в медицине, фармацевтике и биотехнологии»

Дисциплина «Инструментальные и химические методы в анализе биологически активных соединений и нанобъектов»

Код контролируемой компетенции	Контролируемый раздел дисциплины	ФОСы (формы контроля уровня освоения ООП)			Зачет
		Аудиторная работа		Самостоятельная работа	
		ЛР	КР	СУРС	
ПК-1	Определение основных физико-химических характеристики органических веществ и нанобъектов	5	10		30
	Гравиметрический метод анализа в количественном определении.	5			
	Титриметрия как фармакопейный метод для количественного определения дубильных веществ в ЛРС	5			
	Калибровка потенциометра. Измерение pH буферных растворов. Определение концентрации хлористоводородной кислоты.	5			
	Потенциометрия в количественном определении суммы органических кислот в лекарственном растительном сырье	5			
	Спектрофотометрия для качественного и количественного анализа БАВ и нанобъектов	5			
	Практическое применение метода ЯМР в фармацевтическом анализе				
	Применение масс-спектропии в анализе органических соединений				
	Применение ИК-спектропии в комплексной идентификации органических соединений				
	Анализатор размера частиц NANOPHOX. Принцип работы, спектроскопия кросс-корреляция фотонов		10		
	Анализ размера наночастиц в суспензиях и эмульсиях	5			
	Анализ стабильности суспензий и эмульсий	5			
	Определение фракционного состава суспензий и эмульсий. Проверка корреляции, работа в ручном режиме.	5			
	Микроскопия как фармакопейный метод контроля качества. Работа с инвертированным микроскопом.				
Приготовление микропрепарата и установление диагностических признаков различных морфологических групп ЛРС (листья, плоды, кора)	5				
Итого:					100

ЛР - лабораторные работы, КР – контрольные работы.

Вопросы для допуска и защиты лабораторных работ по модулям:

По дисциплине «Инструментальные и химические методы в анализе биологически активных соединений и нанобъектов»

Вопросы для допуска и защиты лабораторных работ по Блоку I

Лабораторная работа №1

1. Что такое вязкость?
2. Что отражает удельная вязкость?
3. Какие методы определения вязкости растворов предусматривает фармакопейный анализ?
4. Определение растворимости как метод оценки фармацевтических субстанций и вспомогательных веществ.
5. Какими методами проводят испытания на «цветность», «прозрачность» и «мутность» фармацевтических растворов? Что такое эталонные растворы?
6. С какой целью в фармакопейном анализе определяют потерю в массе при высушивании?
7. Определение плотности спирта в настойках.

Лабораторная работа №2

1. В чем суть гравиметрического метода анализа?
2. Опишите стандартные операции гравиметрического анализа, дайте им краткую характеристику.
3. Что такое отношение фон Веймарна? Поясните смысл каждой величины, входящей в это выражение.
4. Какую информацию относительно оптимальных условий осаждения можно извлечь из формулы фон Веймарна?
5. Что такое старение осадка и для чего оно необходимо?
6. Опишите оптимальные условия осаждения, позволяющие получить чистый и легко фильтрующийся осадок.
7. Что такое соосаждение? Перечислите виды соосаждения. Как можно предотвратить или устранить последствия соосаждения?
8. Почему необходимо промывать осадок после фильтрования?
9. Для чего в промывную жидкость добавляют электролит? Каковы требования к этому электролиту?
10. Назовите основные преимущества органических осадителей перед неорганическими.

Лабораторная работа №3

1. В чем суть титриметрического метода анализа?
2. Объясните что такое конечная точка титрования, в чем отличие от точки эквивалентности?
3. Объясните, с помощью чего детектируют конечную точку титрования.
4. Назовите методы титриметрического анализа в зависимости от типа реакции, лежащего в основе анализа.
5. Какие виды титрования применяются в фармацевтическом анализе? Приведите примеры.
6. Что такое индикаторы?
7. Что называют интервалом перехода окраски индикатора?
8. Как связаны константа кислотности и интервал перехода окраски индикатора?
9. Объясните, от чего зависит выбор индикатора для титрования?
10. От чего зависит выбор растворителя для титрования?

Лабораторная работа №4-5

1. Объясните суть потенциометрического титрования.
2. Что служит детектором точки эквивалентности при потенциометрии?
3. Что такое электрохимическая ячейка?
4. Что такое электролит?
5. Какие электроды применяются в потенциометрии?
6. Что представляет собой электрод?
7. Как генерируется потенциал электрода?
8. От чего зависит потенциал электрода индикаторного?
9. Что представляет собой кривая титрования?
10. Как с помощью кривой титрования установить точку эквивалентности?

Лабораторная работа №6

1. Объясните суть фотометрического метода
2. Объясните, почему рассеянные и поглощенные называются взаимно дополнительными лучами?
3. Какова природа возникновения цвета вещества?
4. Для исследования каких параметров, явлений и показателей может быть использован метод фотометрии?
5. Объясните принцип работы спектрофотометра.
6. Объясните правило выбора области фотометрирования.
7. На каком законе основано определение концентрации вещества с помощью метода фотометрии?
8. Чем объясняется необходимость использования кюветы сравнения?
9. В каких случаях возможны отклонения от закона Ламберта - Бугера – Бера?
10. Объясните принцип подбора светофильтров.

Вопросы для допуска и защиты лабораторных работ по Блоку II

Лабораторная работа №1

1. Какой метод лежит в основе работ прибора NANOPHOX?
2. Что такое спектроскопия кросс-корреляции фотонов (PCCS)? Принцип работы PCCS.
3. Схема устройства прибора NANOPHOX.
4. В каком диапазоне прибор осуществляет измерение размера частиц?
5. При какой длине волны осуществляется измерение?
6. Что является источником лазерного луча?
7. Требуется ли пробоподготовка образца (разбавление)?
8. Как установить откалиброван прибор или нет?
9. Для анализа каких систем применяется прибор?
10. Значения каких параметров необходимо знать для установления размера частиц методом динамического светорассеяния? Как установить параметры измерений?

Лабораторная работа №2

1. Что такое корреляционная функция, от чего она зависит?
2. Что представляет собой уравнение Стокса-Эйнштейна?
3. Какие программные способы предусмотрены для измерения стабильности исследуемой суспензии или эмульсии на приборе NANOPHOX?
4. Как выглядят дифференциальная и интегральная кривые если:
 - а. образец стабилен,
 - б. частицы агрегируют,
 - в. частицы седиментируют?
5. Что такое седиментация? Как можно установить данный процесс с помощью PCCS?
6. Что представляет собой процесс агрегации частиц?

7. Каким образом можно увеличить стабильность суспензий или эмульсий?
8. Какова зависимость коэффициента диффузии и времени затухания экспоненциальной временной корреляционной функции рассеянного света?

Лабораторная работа №3

1. Какие режимы оценки измерений устанавливает прибор?
2. Как осуществить автоматическую настройку наилучшего положения кюветы?
3. В чем различие при использовании методов NNLS и 2ND Kumulant?
4. Как устранить влияние крупной фракции на конечный результат измерения?
5. О чем свидетельствует увеличение времени затухания корреляционной функции рассеянного света?
6. Что может служить причиной низкой скорости счета кросс-корреляции фотонов?

Лабораторная работа №4

1. Микроскопия как метод фармакопейного анализа, где применяется?
2. Устройство оптического микроскопа.
3. Каким образом проводят оценку разрешающей способности объективов микроскопа?
4. В чем заключается принцип световой микроскопии?
5. Что такое поляризованный свет и для каких целей его можно применять в контроле качества биологических объектов и наноструктур?
6. Какие элементы управления и наводки фокуса предусмотрены в микроскопе?
7. Каким образом можно установить размер анализируемых объектов?
8. Какие способы приготовления микропрепаратов применяют для различных морфологических групп лекарственного растительного сырья (листья, плоды, кора, цветки, трава)?
9. Какие диагностические признаки идентифицируют для различных морфологических групп ЛРС?

ПРИМЕР БИЛЕТА ДЛЯ ЗАЩИТЫ ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЫ
дисциплины «Инструментальные и химические методы в анализе биологически активных соединений и нанообъектов»

Лабораторная работа №1

Время: 1 час

Группа _____ Ф.И.О. студента _____

Вариант № 1

1. В чем суть титриметрического метода анализа?
2. Какие виды титрования применяются в фармацевтическом анализе? Приведите примеры.
3. Что такое индикаторы?
4. От чего зависит выбор растворителя для титрования?
5. Объясните, с помощью чего детектируют конечную точку титрования.

Критерии оценки ответов на вопросы для защиты лабораторных работ:
Ответ на каждый вопрос оценивается от 0 до 1 баллов:

Критерии оценки ответа	Баллы		
	не соответствует критерию	частично соответствует критерию	полностью соответствует критерию
Ответ является верным	0	0,1	0,2
Обучающийся дает ответ без наводящих вопросов экзаменатора	0	0,1	0,2
Обучающийся не пользуется лабораторным журналом	0	0,1	0,2
Ответ показывает уверенное владение обучающего терминологическим и методологическим аппаратом дисциплины	0	0,1	0,2
Ответ показывает понимание обучающимся связей между предметом вопроса и другими разделами дисциплины и/или другими дисциплинами	0	0,1	0,2
Итого:	0	2,5	5

Шкала оценивания:

«Отлично» («5») – от 4,5 до 5 баллов.

«Хорошо» («4») – от 3,5 до 4,4 баллов.

«Удовлетворительно» («3») – от 2,5 до 3,4 баллов.

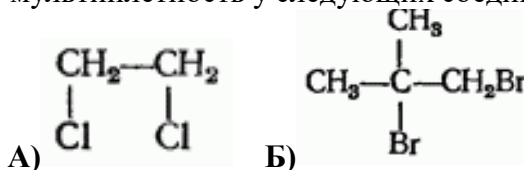
«Неудовлетворительно» («2») – 2,4 и менее баллов.

Примерные варианты контрольной работы. Блок I
По дисциплине «Инструментальные и химические методы в анализе биологически активных соединений и нанобъектов»

по темам: химические и инструментальные методы, применяемые в фармакопейном анализе

Вариант 1.

1. Рассчитайте значение рН в точках, соответствующих 0, 10, 90, 100 и 110% оттитрованности, прититровании 50 мл 0,1М раствора HCl раствором NaOH 0,1М. Изобразите кривую титрования. **(2 балла)**
2. Признаком выполнения закона Бугера–Ламберта–Бера является: **(2 балла)**
 - а) рост оптической плотности с увеличением концентрации;
 - б) уменьшение оптической плотности с увеличением концентрации;
 - в) линейная зависимость оптической плотности от концентрации, берущая начало в нулевой точке начала координат;
 - г) экспоненциальная зависимость между оптической плотностью и концентрацией.
3. На масс-спектре обнаружены следующие пики: M^+ : 124, $M+1$: 125, $M+2$: 126, с интенсивностями: 100; 8,6; 4,7% соответственно. Определите брутто формулу соединения. **(2 балла)**
4. Наблюдается ли расщепление сигнала в спектре ЯМР 1H , укажите, сколько типов сигналов и рассчитайте мультиплетность у следующих соединений: **(2 балла)**



5. Химический сдвиг протонов молекулы зависит от их химического окружения - на его величину влияют следующие факторы: **(2 балла)**
 - а) локальный вклад электронного облака вокруг протона.
 - б) эффекты соседних атомов и групп, которые могут изменять электронную плотность у протона.

Максимальное количество баллов – 10.

Критерии оценивания теста

«Отлично» («5») – 86% и более правильных ответов на тестовые задания.

«Хорошо» («4») – 69-85% правильных ответов на тестовые задания.

«Удовлетворительно» («3») – 51-68% правильных ответов на тестовые задания.

«Неудовлетворительно» («2») – 50% и менее правильных ответов на тестовые задания.

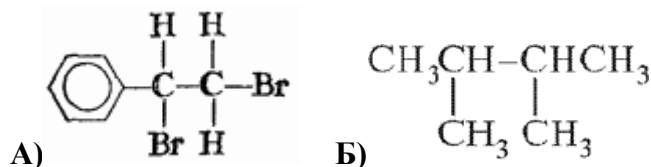
Вариант 2.

1. Рассчитайте значение рН в точках, соответствующих 0, 10, 90, 100 и 110% оттитрованности, прититровании 50 мл 0,1М раствора NaOH раствором HCl 0,1М. Изобразите кривую титрования. **(2 балла)**
2. Причина, по которой не фотометрируют растворы бесцветных веществ: **(2 балла)**
 - а) они поглощают все длины волн видимого излучения;
 - б) для них характерны большие отклонения от закона Бугера - Ламберта - Бера;
 - в) они не поглощают в видимой части спектра;
 - г) для них неизвестен коэффициент экстинкции.

3. На масс-спектре обнаружены следующие пики: M^+ : 84, $M+1$: 85, $M+2$: 86, с интенсивностями: 100; 5,2; 4,52% соответственно. Определите брутто формулу соединения.

(2 балла)

4. Наблюдается ли расщепление сигнала в спектре ЯМР 1H , укажите, сколько типов сигналов и рассчитайте мультиплетность у следующих соединений: (2 балла)



5. Мультиплетность сигнала: (2 балла)

- а) является результатом непрямого взаимодействия находящихся рядом протонов б) несет информацию о том, сколько протонов этот сигнал образуют
в) мультиплетность сигнала равна числу эквивалентных протонов, взаимодействующих с протонами этого типа плюс единица

Максимальное количество баллов – 10.

Критерии оценивания теста

«Отлично» («5») – 86% и более правильных ответов на тестовые задания.

«Хорошо» («4») – 69-85% правильных ответов на тестовые задания.

«Удовлетворительно» («3») – 51-68% правильных ответов на тестовые задания.

«Неудовлетворительно» («2») – 50% и менее правильных ответов на тестовые задания.

Вариант 3.

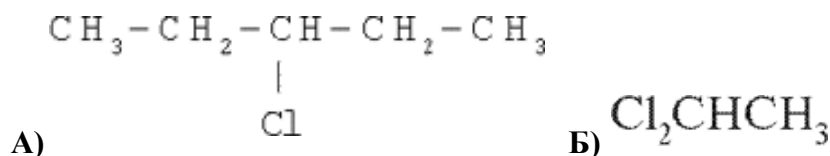
1. Рассчитайте значение pH в точках, соответствующих 0, 10, 100 и 110% оттитрованности, прититровании 100 мл 0,1M раствора HCl раствором NaOH 0,1M. Изобразите кривую титрования. (2 балла)

2. Молярный коэффициент экстинкции зависит от: (2 балла)
а) природы поглощающего вещества, температуры и давления;
б) природы поглощающего вещества, длины волны и температуры; в) длины волны, температуры и давления;
г) температуры, давления и концентрации поглощающего веществ.

3. На масс-спектре обнаружены следующие пики: M^+ : 88, $M+1$: 89, $M+2$: 90, с интенсивностями: 100; 3,42; 0,64% соответственно. Определите брутто формулу соединения.

(2 балла)

4. Наблюдается ли расщепление сигнала в спектре ЯМР 1H , укажите, сколько типов сигналов и рассчитайте мультиплетность у следующих соединений: (2 балла)



5. Чем больше энергия расщепления уровней в магнитном поле ΔE , тем: (2 балла)
а) больше будет разность заселенностей этих уровней

- б) меньше количество поглощаемой энергии
- в) меньше будет разность заселенностей этих уровней
- г) больше количество поглощаемой энергии

Максимальное количество баллов – 10.

Критерии оценивания теста

«Отлично» («5») – 86% и более правильных ответов на тестовые задания.

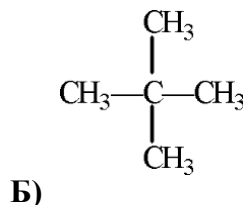
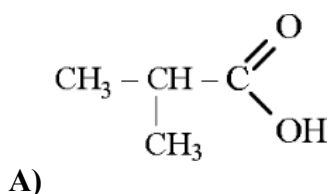
«Хорошо» («4») – 69-85% правильных ответов на тестовые задания.

«Удовлетворительно» («3») – 51-68% правильных ответов на тестовые задания.

«Неудовлетворительно» («2») – 50% и менее правильных ответов на тестовые задания.

Вариант 4.

1. Рассчитайте значение pH в точках, соответствующих 0, 50, 100 и 110% оттитрованности, при титровании 50 мл 0,1М раствора HCl раствором NaOH 0,1М. Изобразите кривую титрования. **(2 балла)**
2. Кювета сравнения должна быть заполнена: **(2 балла)**
 - а) анализируемым раствором;
 - б) водой;
 - в) органическим неокрашенным веществом;
 - г) аналогичным раствором, как и рабочая, но без анализируемого вещества.
3. На масс-спектре обнаружены следующие пики: M^+ : 112, $M+1$: 113, $M+2$: 114, $M+3$: 115, с интенсивностями: 100; 6,6; 32,7; 2,16% соответственно. Определите брутто формулу соединения. **(2 балла)**
4. Наблюдается ли расщепление сигнала в спектре ЯМР 1H , укажите, сколько типов сигналов и рассчитайте мультиплетность у следующих соединений: **(2 балла)**



5. Для установления конечной точки титрования при потенциометрии применяют: **(2 балла)**
 - а) Индикаторный электрод
 - б) Раствор индикатора

Максимальное количество баллов – 10.

Критерии оценивания теста

«Отлично» («5») – 86% и более правильных ответов на тестовые задания.

«Хорошо» («4») – 69-85% правильных ответов на тестовые задания.

«Удовлетворительно» («3») – 51-68% правильных ответов на тестовые задания.

«Неудовлетворительно» («2») – 50% и менее правильных ответов на тестовые задания.

Примерный вариант контрольной работы. Блок II
По дисциплине «Инструментальные и химические методы в анализе биологически активных соединений и нанобъектов»

по темам: нанобъекты, анализ размера наночастиц, оценка стабильности суспензий и эмульсий

Вариант 1.

1. Какие системы могут быть измерены на приборе NANOPHOX: **(1 балл)**
 - а) наносуспензии
 - б) растворы
 - в) наноэмульсии
 - г) нанокolloидные системы

2. Значения каких параметров необходимо знать для установления размера частиц методом динамического светорассеяния. **(1 балл)**
 - а) температура
 - б) вязкость
 - в) показатель преломления растворителя
 - г) все перечисленное

3. Метод динамического светорассеяния учитывает: **(2 балла)**
 - а) угловую зависимость интенсивности рассеяния
 - б) скорость диффузии частиц
 - в) гидродинамический диаметр частиц

4. Зависимость коэффициента диффузии от температуры в жидкостях можно определить с помощью: **(1 балл)**
 - а) уравнения Стокса-Эйнштейна
 - б) функции корреляции
 - в) уравнение Ланжевена

5. Увеличение времени затухания корреляционной функции рассеянного света отражает: **(2 балла)**
 - а) седиментацию частиц в анализируемой системе
 - б) коагуляцию частиц в анализируемой системе
 - в) стабильность анализируемой системы

6. Причиной низкой скорости счета кросс-корреляции фотонов может служить: **(1 балл)**
 - а) высокая концентрация частиц в анализируемой системе
 - б) низкая концентрация частиц в анализируемой системе
 - в) коагуляцию частиц в анализируемой системе

7. Получить данные о форме и размере наночастиц можно при помощи: **(1 балл)**
 - а) электронной сканирующей микроскопии
 - б) спектрофотометрии
 - в) методом светорассеяния

8. Наночастицы – это: **(1 балл)**
 - а) твердые объекты с внешними размерами во всех трех измерениях в нанодиапазоне, приблизительно от 1 нм до 1000 нм.
 - б) частицы, размер которых во всех измерениях не превышает 100 нм
 - в) наноэмульсии, суспензии и другие гетерогенные системы

г) частицы, размер которых хотя бы в одном измерении не превышает 100 нм

Максимальное количество баллов – 10.

Критерии оценивания теста

«Отлично» («5») – 86% и более правильных ответов на тестовые задания.

«Хорошо» («4») – 69-85% правильных ответов на тестовые задания.

«Удовлетворительно» («3») – 51-68% правильных ответов на тестовые задания.

«Неудовлетворительно» («2») – 50% и менее правильных ответов на тестовые задания.

Вариант 2.

1. На каком принципе основана работа устройства NANOPHOX: (1 балл)
 - а) Photon Correlation Spectroscopy (PCS)
 - б) Photon Cross Correlation Spectroscopy (PCCS)

2. Коэффициент диффузии: (2 балла)
 - а) прямо пропорционален времени затухания экспоненциальной временной корреляционной функции рассеянного света
 - б) обратно пропорционален времени затухания экспоненциальной временной корреляционной функции рассеянного света

3. Функция корреляции рассеянного света описывается уравнением: (1 балл)
а) $D = \frac{k_B T}{6\pi\eta R}$ б) $G(\tau) = \frac{\langle I_A(t) \cdot I_B(t + \tau) \rangle}{\langle I_A(t) \rangle \cdot \langle I_B(t) \rangle}$ в) $D = \lg \frac{I_0}{I} = \epsilon c l$

4. Укажите диапазон измерения прибора NANOPHOX: (1 балл)
 - а) 1 нм – 10 мкм
 - б) 1 нм – 100 нм
 - в) 1 нм – 1000 нм

5. Броуновское движение: (1 балл)
 - а) время затухания экспоненциальной временной корреляционной функции рассеянного света
 - б) упорядоченное движение частиц в жидкости или газе
 - в) беспорядочное движение частиц, вызываемое тепловым движением частиц
 - г) мера сопротивления течению жидкости под действием внешних сил

6. С помощью метода динамического светорассеяния можно: (1 балла)
 - а) установить размер нанотрубок
 - б) установить образование агрегатов в сыворотке крови
 - в) проводить стандартизацию лекарственных препаратов

7. Эмульсии – это лекарственная форма, состоящая из: (1 балла)
 - а) Диспергированной фазы в жидкой дисперсионной среде,
 - б) Тонко диспергированных, несмешивающихся жидкостей,
 - в) Макромолекул и макроионов, распределенных в жидкости,
 - г) Мицелл в жидкой дисперсионной среде

8. Метод динамического светорассеяния учитывает: (2 балла)
 - а) угловую зависимость интенсивности рассеяния
 - б) скорость диффузии частиц

в) гидродинамический диаметр частиц

Максимальное количество баллов – 10.

Критерии оценивания теста

«Отлично» («5») – 86% и более правильных ответов на тестовые задания.

«Хорошо» («4») – 69-85% правильных ответов на тестовые задания.

«Удовлетворительно» («3») – 51-68% правильных ответов на тестовые задания.

«Неудовлетворительно» («2») – 50% и менее правильных ответов на тестовые задания.

**Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
Российский университет дружбы народов
(РУДН)**

Институт биохимической технологии и нанотехнологии (ИБХТН)



**СУРС по дисциплине «Инструментальные и химические методы в анализе
биологически активных соединений и нанобъектов»**

Выполнил:

Проверил:

Содержание

ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА	3
ФОТОМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА	9
ЯМР СПЕКТРОСКОПИЯ	12
МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЯ	20

ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

1. Титриметрический метод анализа -

2. Момент титрования, когда количество добавленного титранта химически эквивалентно количеству _____ титруемого _____ вещества, называется _____

3. Экспериментально момент эквивалентности установить в общем случае невозможно, может быть зафиксирован лишь момент завершения химической реакции – _____; его устанавливают визуально или инструментально, с индикатором или без него (например, по собственной окраске титранта).

4. Заполните таблицу

В зависимости от вида используемой реакции различают несколько методов титриметрического анализа:

Метод титриметрического анализа	Вид реакции

5. Заполните таблицу

Способ титрования	Описание процесса
Прямое	
Обратное	
Заместительное	

6. Константа ионизации -

7. Согласно теории Бренстеда-Лоури, кислотой является вещество, способное _____, а основанием – вещество, способное _____.

8. Напишите уравнение диссоциации хлороводородной кислоты и выражение константы ионизации:

9. Чему равна константа ионизации (автопротолиза) воды:

10. В какой области рН (кислой, нейтральной или щелочной) лежит конечная точка титрования при титровании раствора:

- а) сильной кислоты сильным основанием;
- б) слабой кислоты сильным основанием;
- в) слабого основания сильной кислотой?

11. Какие соединения называют кислотно-основными индикаторами? Приведите примеры кислотно-основных индикаторов.

12. Что называют интервалом перехода окраски индикатора? Как связаны константа кислотности и интервал перехода окраски индикатора?

13. При использовании индикатора, у которого обе формы окрашены, один цвет отличается от другого, когда соотношения их концентраций _____, следовательно, мы видим цвет той формы, _____.

14. Потенциометрия –

15. Для любого рода электрохимических измерений необходима _____, составной частью которой является анализируемый раствор.

16. Потенциометрический метод основан на измерении _____ индикаторного электрода и электрода сравнения.

17. Электрод -

18. Стандартный электродный потенциал -

19. Потенциал электрода зависит от

20. По потенциалу _____ судят о концентрации определяемых ионов в растворе.

21. Напишите уравнение Гендерсона – Хессельбаха для индикатора, являющегося слабым основанием, и рассчитайте ширину диапазона рН, соответствующего изменению окраски индикатора.

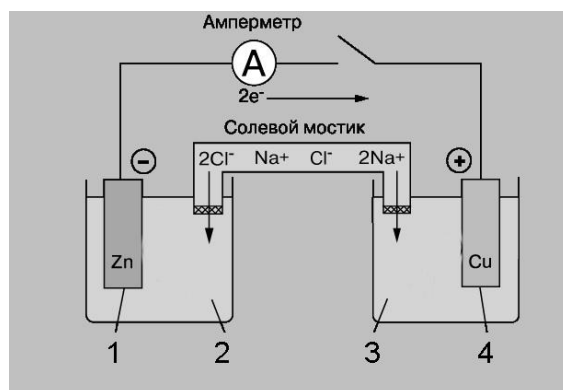
22. Укажите:

Катод –

Анод –

Электролит 1 –

Электролит 2 –



Напишите уравнения реакций, идущих на катоде и на аноде:

23. Рассчитайте значение рН после добавления 0, 10, 25, 30 мл раствора титранта (0,2 М НСl) к 50 мл 0,1 М NaOH.

24. Рассчитайте значение рН в точках, соответствующих 0,10, 90, 100 и 110% оттитрованности, при титровании 50 мл 0,1М раствора NaOH раствором НСl 0,1М.

25. Изобразите кривую титрования двухосновной кислоты H_2A гидроксидом натрия.

ФОТОМЕТРИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

1. Спектрофотометрия -

2. Связь между количеством поглощенного света и концентрацией поглощающих частиц выражается законом _____

3. Оптическая плотность выражается формулой:

$$\begin{array}{ll} \text{а) } A = \frac{I_0}{I_{\text{погл.}}}; & \text{б) } A = \frac{I_{\text{погл.}}}{I_0}; \\ \text{в) } A = \lg \frac{I_0}{I_{\text{погл.}}}; & \text{г) } A = \lg \frac{I_{\text{погл.}}}{I_0}. \end{array}$$

4. Признаком выполнения закона Бугера–Ламберта–Бера является:

- а) рост оптической плотности с увеличением концентрации;
- б) уменьшение оптической плотности с увеличением концентрации;
- в) линейная зависимость оптической плотности от концентрации, берущая начало в нулевой точке начала координат;
- г) экспоненциальная зависимость между оптической плотностью и концентрацией.

5. Для вещества голубого цвета следует поставить светофильтр

- а) фиолетовый;
- б) зеленый;
- в) желтый;
- в) красный.

6. Чем объясняется необходимость использования кюветы сравнения?

7. Если белый свет, падая на какое-либо вещество, полностью им рассеиваются, то такое вещество кажется нашему глазу _____. Если все падающие на тело лучи белого цвета им поглощаются, то тело кажется нам _____. Тела, поглощающие одни из падающих лучей и рассеивающие другие, кажутся нашему глазу _____

8. Поглощение веществом электромагнитного излучения определенной длины веществом определяется:

- а) распределением валентных электронов по энергии;
- б) интенсивностью электромагнитного излучения;
- в) спектральным составом белого цвета;
- г) независимостью экстинкции от концентрации вещества.

9. В каких случаях возможно отклонение от закона Бугера–Ламберта–Бера:

- а) слишком большое разбавление вещества растворителем;
- б) ионизация, ассоциация,
- в) комплексообразование, возникающие при повышенных концентрациях вещества;
- г) неправильный подбор светофильтра.

10. Молярный коэффициент экстинкции зависит от _____

11. Чем объясняется необходимость использования кюветы сравнения?

12. Окрашенные вещества поглощают излучение в _____ части спектра.
13. Какова природа возникновения цвета вещества?
14. Задача: Навеска п-нитроанилина массой 0,0325 г ($M=118,13$ г/моль) растворена в калиброванной мерной колбе вместимостью 50 мл. Из этого раствора отобрана аликвота 1 мл и разбавлена метиловым спиртом в мерной колбе вместимостью 100 мл. Оптическая плотность полученного раствора при длине 368 нм равна $A=0,804$. Длина кюветы 1 см. Рассчитайте значение молярного коэффициента поглощения и удельный показатель поглощения.

ЯМР СПЕКТРОСКОПИЯ

1. Ядерный магнитный резонанс -

2. Число групп сигналов говорит о том, _____. Химически эквивалентные протоны (с одинаковым окружением) поглощают _____.
3. Химическим сдвигом называют _____

4. Электроноакцепторные атомы и группы атомов вблизи поглощающего протона (через одну-две химические связи) сдвигают поглощение:
а) в область слабого поля
б) в область сильного поля
в) в область большего химического сдвига
г) в область меньшего химического сдвига
5. Релаксация - _____

6. Чем больше энергия расщепления уровней в магнитном поле ΔE , тем

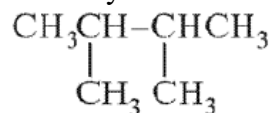
- а) больше будет разность заселенностей этих уровней
- б) меньше количество поглощаемой энергии
- в) меньше будет разность заселенностей этих уровней
- г) больше количество поглощаемой энергии

7. Для каких целей применяют ЯМР в органической химии:
- а) Доказательство строения органических соединений
 - б) Изотопный анализ
 - в) Конформационные исследования
 - г) Установление строения органических соединений
 - д) Элементный анализ

8. В чем суть спин-спинового взаимодействия в ЯМР спектре. Системы АХ и АВ:

Пример решения задач:

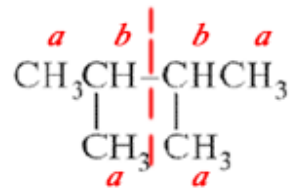
1. Наблюдается ли расщепление сигнала в спектре ЯМР ^1H 2,3–диметилбутана, укажите, сколько типов сигналов и рассчитайте мультиплетность:



Решение:

Поскольку молекула 2,3–диметилбутана зеркальна (состоит из 2х изопропильных групп), эквивалентные протоны: протоны 4-х метильных групп ($-\text{CH}_3$) и 2х метиновых групп ($-\text{CH}-$); 2 типа неэквивалентных протонов: $-\text{CH}-$ и $-\text{CH}_3$.

Сигналы эквивалентных протонов имеют одинаковый химический сдвиг и не расщепляются, а сигналы неэквивалентных протонов расщепляются соседними протонами. Т.о. число сигналов в спектре ПМР соответствует числу типов химически неэквивалентных протонов и на спектре мы наблюдаем 2 типа сигналов:

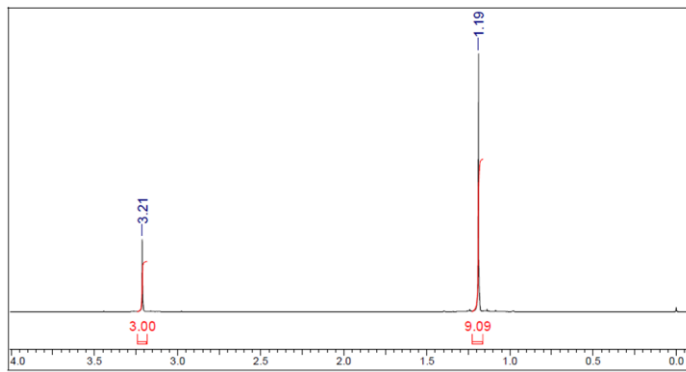


Мультиплетность (множественность) сигнала протона равна числу неэквивалентных соседних протонов (n) плюс один: $M=n+1$. Согласно правилу мультиплетности, мы узнаем сколько протонов находится по соседству.

Мультиплетность для каждого из сигналов равна:

- а) $M = 1+1 = 2$ (дуплет);
- б) $M = 6+1 = 7$ (гептет).

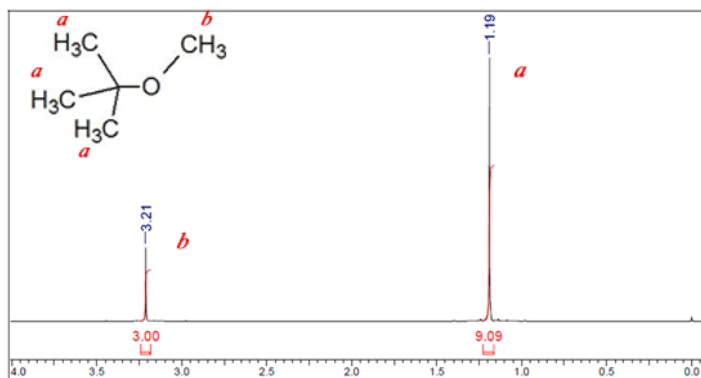
2. Установите структуру соединения. Интенсивность пиков соотносится как 3:9. Интенсивность каждого сигнала пропорциональна числу протонов каждого пика:



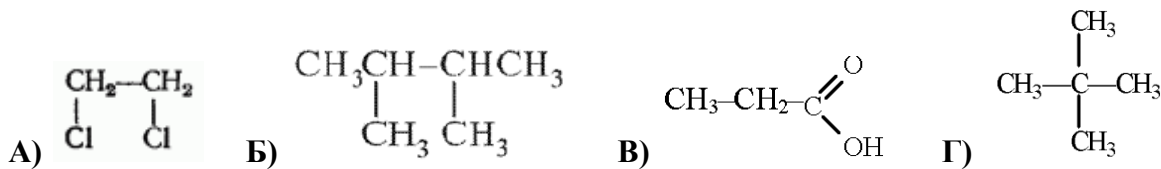
На спектре обнаружено 2 типа сигналов: синглет с интенсивностью 3 протона и синглет с интенсивностью 9 протонов. Поскольку сигналы не расщепляются соседними протонами, то можно говорить о том, что они находятся на расстоянии более 3-х химических связей, и мы наблюдаем на спектре одну линию – синглет.

Затем обращаем внимание на химический сдвиг сигналов. Сигнал с интенсивностью 9H находится в более сильном поле (**a**), там где, согласно корреляционной таблице химических сдвигов (**приложение 1**), проявляется сигнал протонной метильной группы (1.0 - 3.0 м.д.). А сигнал с интенсивностью 3H – в более слабом поле (**b**), где проявляется сигнал протонов эфирной группы (3.0 - 4.5 м.д.).

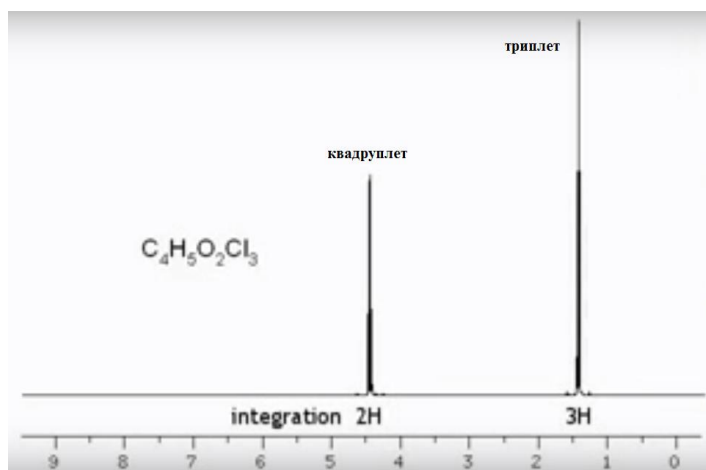
Т.о. мы можем предположить, что данный спектр соответствует метил-трет-бутиловому эфиру:



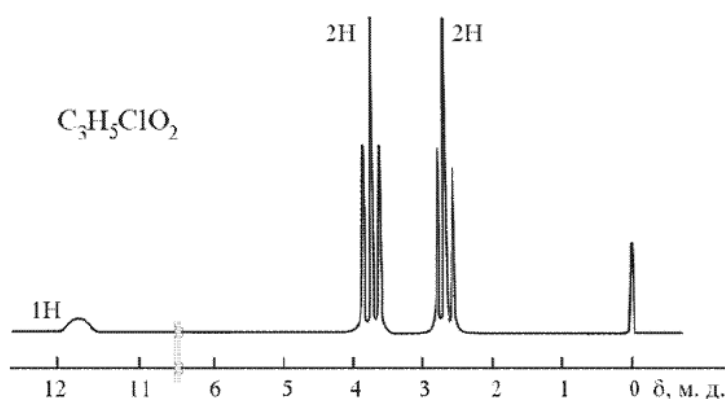
9. Наблюдается ли расщепление сигнала в спектре ЯМР ^1H , укажите сколько типов сигналов и рассчитайте мультиплетность у следующих соединений:



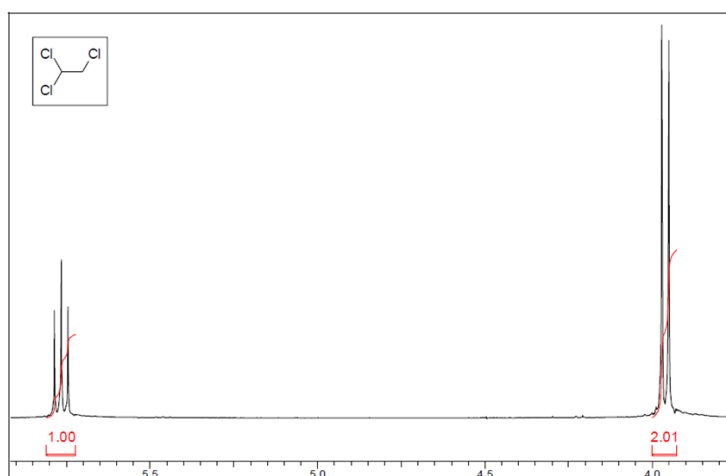
10. Идентифицируйте соединение:



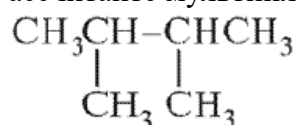
11. Установите структурную формулу соединения:



12. Укажите, каким функциональным группам соответствует каждый сигнал спектра, сколько эквивалентов водорода в каждой области спектра:



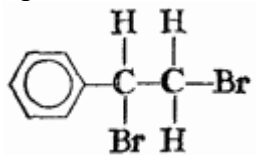
13. Укажите сколько типов сигналов неэквивалентных протонов проявляется в ЯМР ^1H спектре 2,3-диметилбутана. Рассчитайте мультиплетность и интенсивность сигналов:



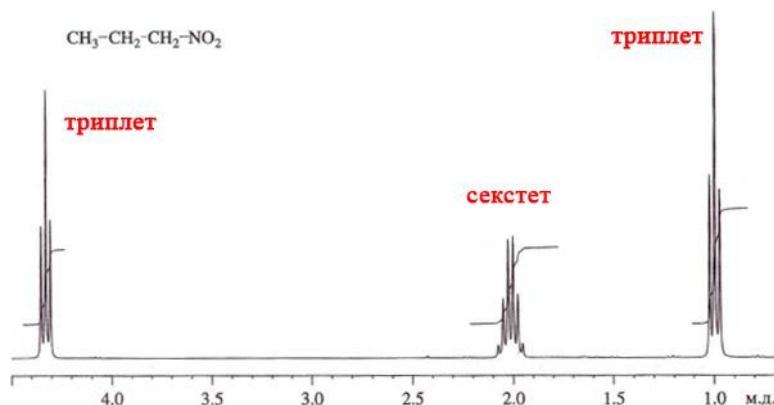
- а) один синглет $-\text{CH}_3$ с интенсивностью 3H;
- б) один синглет $-\text{CH}_3$ с интенсивностью 12H, один гептет $-\text{CH}-$ с интенсивностью 2H;
- в) один синглет $-\text{CH}_3$ с интенсивностью 3H, один квинтет $-\text{CH}-$ с интенсивностью 2H;

- г) один синглет $-\text{CH}_3$ с интенсивностью 12H;
 д) 4 синглета $-\text{CH}_3$ с интенсивностью 3H; два кватрплетта $-\text{CH}-$ с интенсивностью 1H;

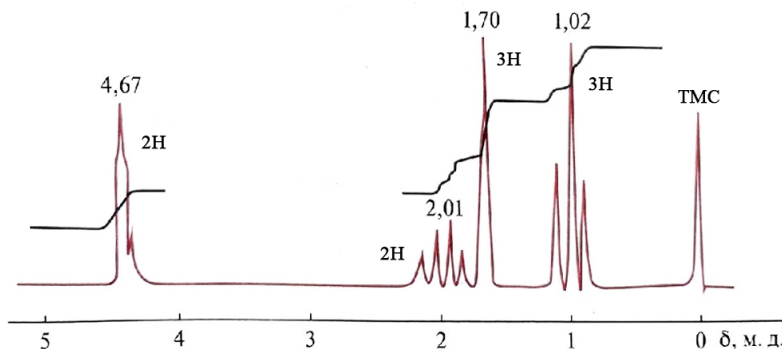
14. Наблюдается ли расщепление сигнала в спектре ЯМР ^1H , укажите, сколько типов сигналов и рассчитайте мультиплетность. Укажите, как влияет наличие галогена на распределение сигналов в спектре:



15. Укажите, каким функциональным группам 1-нитропропана соответствует каждый сигнал ЯМР ^1H спектра. Как соотносятся между собой интенсивности сигналов:



16. Установите структуру соединения. В соединении присутствует винильный радикал. Интенсивности сигналов соотносятся как 2:2:3:3.



МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЯ

Примеры решения задач:

1. На масс-спектре обнаружены следующие пики:

	M^+	$\text{M}+1$	$\text{M}+2$
m/z	124	125	126
Интенсивность, %	100%	8,6%	4,7%

Определите брутто формулу соединения.

Решение:

В масс-спектре регистрируются только ионы, и каждый тип ионов имеет

определенную величину соотношения массы к заряду (m/z).

Интенсивность молекулярного пика принимаем за 100%, интенсивность остальных пиков выражается в процентах по отношению к молекулярному. Пик молекулярного иона соответствует массе анализируемого вещества (обладает наибольшим массовым числом). Соотношение интенсивностей зависит от изотопного состава и числа атомов элемента.

Начинаем рассматривать вклад изотопов элементов в величину пика $M+2$. Если интенсивность в $M+2$ меньше 4,4%, то в соединении отсутствуют такие элементы как хлор, бром и сера.

Определено, что интенсивность $M+2$ составляет 4,7%. Согласно **таблице 1 (приложение 2)** с интенсивностью 4,4% вклад в величину пика $M+2$ вносит сера:

Вклад в $M+2$: $I = 4,7 - 4,4 = 0,3\%$ - соответственно есть **S**;

Вклад **S** в $M+1$: $I = 8,6 - 0,8 = 7,8\%$ - в соединении 7 атомов углерода (**таблица 2**). Вклад **C** в $M+2$: $8,8 - 8,6 = 0,2\%$.

Рассчитываем молекулярную массу установленных элементов:

$$M = n \cdot M_C + n \cdot M_S = 12 \cdot 7 + 32 = 116.$$

Затем рассчитываем количество протонов:

$$H = M^+ - M = 124 - 116 = 8 - \text{в соединении } 8 \text{ атомов } H.$$

Брутто формула соединения - C_7H_8S .

Для установления наличия в молекуле двойных связей, циклов или бензольного кольца рассчитываем степень ненасыщенности. Если она равна 0 – соединение насыщено и нет двойных связей; если 1 – в соединении одна двойная связь или циклическая структура; если 2 – две двойных связи, одна тройная или цикл и двойная связь; если 3 или 4 – три двойных связи и цикл или бензольное кольцо.

Степ. ненасыщ. = $n_C - \frac{1}{2}(n_{H+Hal}) + \frac{1}{2}(n_N) + 1 = 7 - 8/2 + 1 = 4$, следовательно соединение ненасыщено, присутствуют или бензольное кольцо или двойные связи.

2. На масс-спектре обнаружены следующие пики:

m/z - M^+ : 88, $M+1$: 89, $M+2$: 90, с интенсивностями: 100; 3,42; 0,64% соответственно. Определите брутто формулу соединения.

Решение:

Вклад в $M+2$: $I = 0,64\%$ (табл.1), возможен кислород

Вклад **O** в $M+1$: $I = 3,42 - 0,04 = 3,38\%$, в соединении 3 атома **C** (табл.2).

Вклад **C** в $M+2$: $I = 0,64 - 0,03 = 0,61$ – это больше 0,2 в 3 раза, соответственно, в соединении присутствует 3 атома **O** (табл.1 и 2).

$$M = 12 \cdot 3 + 3 \cdot 16 = 84,$$

$$H = 88 - 84 = 4 - \text{в соединении } 4 \text{ атомов } H.$$

Брутто формула соединения – $C_3H_4O_3$.

$$\text{Степ. ненасыщ.} = 3 - 4/2 + 1 = 2.$$

3. На масс-спектре обнаружены следующие пики. Определите брутто формулу соединения и структуру соединения.

	M^+	$M+1$	$M+2$	$M+3$
m/z	112	113	114	115
Интенсивность, %	100%	6,6%	32,7%	2,16

4. На масс-спектре обнаружены следующие пики:

M^+ : 84, $M+1$: 85, $M+2$: 86, с интенсивностями: 100; 5,2; 4,52% соответственно. Установите структуру соединения.

5. На масс-спектре обнаружены следующие пики:

M^+ : 79, $M+1$: 80, $M+2$: 81, с интенсивностями: 100; 5,9; 0,14% соответственно. Установите структуру соединения.

6. На масс-спектре обнаружены следующие пики. Установите брутто формулу соединения.

	M^+	$M+1$	$M+2$	$M+3$
m/z	94	95	96	97
Интенсивность, %	100%	1,1%	98%	1,08%

7. На масс-спектре обнаружены следующие пики. Установите структуру соединения.

	M^+	$M+1$	$M+2$
m/z	62	63	64
Интенсивность, %	100%	3,0%	4,4%

РЕШЕНИЕ КОМПЛЕКСНЫХ ЗАДАЧ ПО УСТАНОВЛЕНИЮ СТРУКТУРЫ СПЕКТРАЛЬНЫМИ МЕТОДАМИ.

Алгоритм решения:

1. Анализ интенсивности изотопных пиков (масс-спектрометрия) в области молекулярного иона: вывод молекулярной формулы, оценка степени ненасыщенности.
2. УФ –спектрометрия: установление наличия или отсутствия хромофоров.
3. ИК – спектрометрия: функционально-групповой анализ: характеристика функциональных групп, кратных связей, циклов.
4. ЯМР-спектрометрия: установление углеродного скелета.
5. Фрагментация в масс-спектре: подтверждение структуры соединения.

Вопросы для подготовки к зачету

По дисциплине «Инструментальные и химические методы в анализе биологически активных соединений и нанообъектов»

1. В чем суть титриметрического метода анализа?
2. Объясните, что такое конечная точка титрования, в чем отличие от точки эквивалентности? С помощью чего детектируют конечную точку титрования.
3. Назовите методы титриметрического анализа в зависимости от типа реакции, лежащего в основе анализа.
4. Что такое индикаторы? Что называют интервалом перехода окраски индикатора? Как связаны константа кислотности и интервал перехода окраски индикатора?
5. Объясните, от чего зависит выбор индикатора для титрования?
6. От чего зависит выбор растворителя для титрования?
7. Что такое вязкость? Какие методы определения вязкости растворов предусматривает фармакопейный анализ?
8. Определение растворимости как метод оценки фармацевтических субстанций и вспомогательных веществ.
9. Какими методами проводят испытания на «цветность», «прозрачность» и «мутность» фармацевтических растворов? Что такое эталонные растворы?
10. В чем суть гравиметрического метода анализа? Опишите стандартные операции гравиметрического анализа, дайте им краткую характеристику.
11. Что такое отношение фон Веймарна? Поясните смысл каждой величины, входящей в это выражение.
12. Какую информацию относительно оптимальных условий осаждения можно извлечь из формулы фон Веймарна?
13. Что такое старение осадка и для чего оно необходимо?
14. Опишите оптимальные условия осаждения, позволяющие получить чистый и легко фильтрующийся осадок.
15. Что такое соосаждение? Перечислите виды соосаждения. Как можно предотвратить или устранить последствия соосаждения?
16. Почему необходимо промывать осадок после фильтрования?
17. Для чего в промывную жидкость добавляют электролит? Каковы требования к этому электролиту?
18. Назовите основные преимущества органических осадителей перед неорганическими.
19. Объясните суть потенциометрического титрования.
20. Что служит детектором точки эквивалентности при потенциометрии?
21. Что такое электрохимическая ячейка?
22. Что такое электролит?
23. Какие электроды применяются в потенциометрии?
24. Что представляет собой электрод?
25. Как генерируется потенциал электрода?
26. От чего зависит потенциал электрода индикаторного?
27. Что представляет собой кривая титрования?
28. Как с помощью кривой титрования установить точку эквивалентности?
29. Объясните суть фотометрического метода
30. Объясните, почему рассеянные и поглощенные называются взаимно дополнительными лучами?
31. Какова природа возникновения цвета вещества?
32. Для исследования каких параметров, явлений и показателей может быть использован метод фотометрии?
33. Объясните принцип работы спектрофотометра.
34. Объясните правило выбора области фотометрирования.
35. На каком законе основано определение концентрации вещества с помощью метода фотометрии?

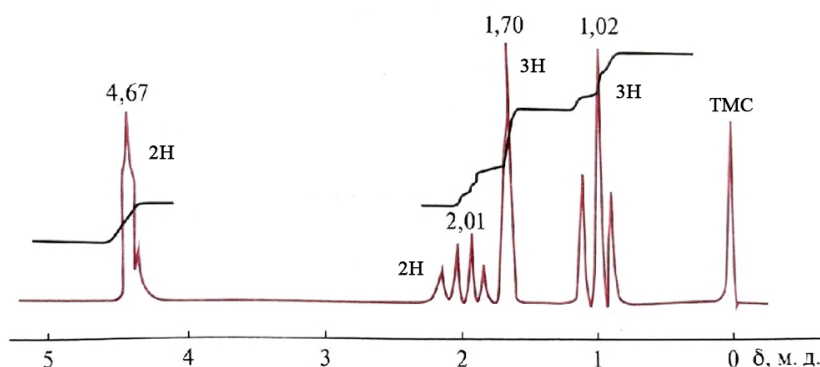
36. Чем объясняется необходимость использования кюветы сравнения?
37. В каких случаях возможны отклонения от закона Ламберта - Бугера – Бера?
38. Объясните принцип подбора светофильтров.
39. Какой метод лежит в основе работ прибора NANOPHOX? Схема устройства прибора NANOPHOX. Для анализа каких систем применяется прибор?
40. Что такое спектроскопия кросс-корреляции фотонов (PCCS)? Принцип работы PCCS.
41. Что такое корреляционная функция, от чего она зависит? Что представляет собой уравнение Стокса-Эйнштейна?
42. Как выглядят дифференциальная и интегральная кривые если: а. образец стабилен, б. частицы агрегируют, с. частицы седиментируют?
43. Что такое седиментация? Как можно установить данный процесс с помощью PCCS?
44. Что представляет собой процесс агрегации частиц?
45. Каким образом можно увеличить стабильность суспензий или эмульсий?
46. Какова зависимость коэффициента диффузии и времени затухания экспоненциальной временной корреляционной функции рассеянного света?
47. О чем свидетельствует увеличение времени затухания корреляционной функции рассеянного света?
48. Что может служить причиной низкой скорости счета кросс-корреляции фотонов?
49. Микроскопия как метод фармакопейного анализа, где применяется? В чем заключается принцип световой микроскопии?
50. Какие способы приготовления микропрепаратов применяют для различных морфологических групп лекарственного растительного сырья (листья, плоды, кора, цветки, трава)? Какие диагностические признаки идентифицируют для различных морфологических групп ЛРС?

**Примерный вариант билета к зачету
по дисциплине «Инструментальные и химические методы в анализе биологически
активных соединений и нанобъектов»**

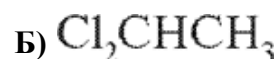
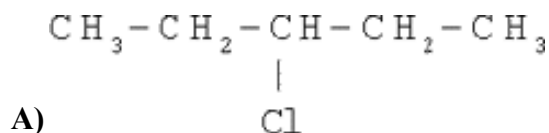
Билет № 1

1. Для каких целей применяют ЯМР в органической химии: (2 балла)
- Доказательство строения органических соединений
 - Изотопный анализ
 - Конформационные исследования
 - Установление строения органических соединений
 - Элементный анализ

2. Установите структуру соединения. В соединении присутствует винильный радикал. Интенсивности сигналов соотносятся как 2:2:3:3. (4 балла)



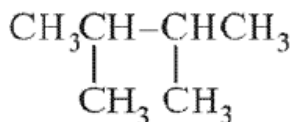
3. Рассчитайте значение рН в точках, соответствующих 0, 10, 100 и 110% оттитрованности, прититровании 100 мл 0,1М раствора НСl раствором NaOH 0,1М. Изобразите кривую титрования. (3 балла)
4. Молярный коэффициент экстинкции зависит от: (2 балла)
- природы поглощающего вещества, температуры и давления;
 - природы поглощающего вещества, длины волны и температуры;
 - длины волны, температуры и давления;
 - температуры, давления и концентрации поглощающего веществ.
5. На масс-спектре обнаружены следующие пики: M^+ : 88, $M+1$: 89, $M+2$: 90, с интенсивностями: 100; 3,42; 0,64% соответственно. Определите брутто формулу соединения. (3 балла)
6. Наблюдается ли расщепление сигнала в спектре ЯМР 1H , укажите, сколько типов сигналов и рассчитайте мультиплетность у следующих соединений: (2 балла)



7. Коэффициент диффузии: (2 балла)
- прямо пропорционален времени затухания экспоненциальной временной корреляционной функции рассеянного света
 - обратно пропорционален времени затухания экспоненциальной временной корреляционной функции рассеянного света

8. Чем больше энергия расщепления уровней в магнитном поле $\square E$, тем: **(2 балла)**
- больше будет разность заселенностей этих уровней
 - меньше количество поглощаемой энергии
 - меньше будет разность заселенностей этих уровней
 - больше количество поглощаемой энергии

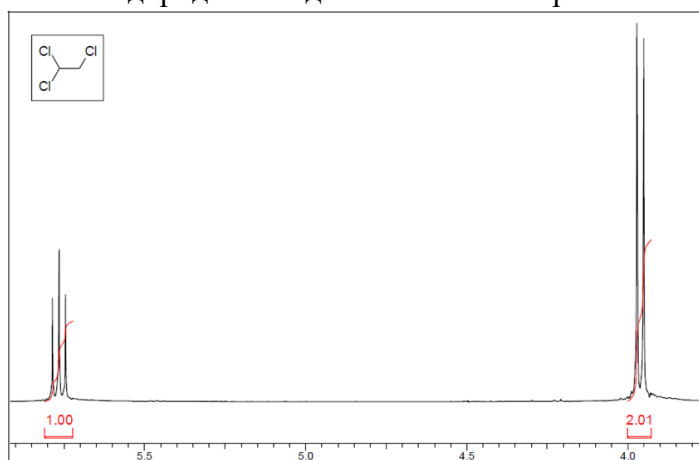
9. Укажите сколько типов сигналов неэквивалентных протонов проявляется в ЯМР ^1H спектре 2,3-диметилбутана. Рассчитайте мультиплетность и интенсивность сигналов: **(2 балла)**



- один синглет $-\text{CH}_3$ с интенсивностью 3H;
 - один синглет $-\text{CH}_3$ с интенсивностью 12H, один гептет $-\text{CH}-$ с интенсивностью 2H;
 - один синглет $-\text{CH}_3$ с интенсивностью 3H, один квинтет $-\text{CH}-$ с интенсивностью 2H;
 - один синглет $-\text{CH}_3$ с интенсивностью 12H;
 - 4 синглета $-\text{CH}_3$ с интенсивностью 3H; два квадруплета $-\text{CH}-$ с интенсивностью 1H;
10. Оптическая плотность выражается формулой: **(2 балла)**

$$\begin{array}{ll} \text{а) } A = \frac{I_0}{I_{\text{погл.}}} ; & \text{б) } A = \frac{I_{\text{погл.}}}{I_0} ; \\ \text{в) } A = \lg \frac{I_0}{I_{\text{погл.}}} ; & \text{г) } A = \lg \frac{I_{\text{погл.}}}{I_0} . \end{array}$$

11. Укажите, каким функциональным группам соответствует каждый сигнал спектра, сколько эквивалентов водорода в каждой области спектра: **(3 балла)**



12. На масс-спектре обнаружены следующие пики. Определите брутто формулу соединения и структуру соединения. **(3 балла)**

	M^+	$M+1$	$M+2$	$M+3$
m/z	112	113	114	115
Интенсивность, %	100%	6,6%	32,7%	2,16

Критерии оценки зачетного тестирования:
Ответ на вопрос теста оценивается от 0 до 4 баллов, в зависимости от
уровня сложности:

Шкала оценивания: за зачет студент получает:

«Отлично» («5») – от 27 до 30 баллов.

«Хорошо» («4») – от 21 до 26,9 баллов.

«Удовлетворительно» («3») – от 15 до 20,9 баллов.

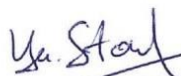
«Неудовлетворительно» («2») – 14,9 и менее баллов.

Программа составлена в соответствии с требованиями ОС ВО РУДН.

Разработчики: В.Ю. Жилкина, доцент ИБХТН, к.фарм.н.

Руководитель ОП

Директор ИБХТН, профессор, д.х.н.



Я.М. Станишевский