

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования  
«Санкт-Петербургский государственный химико-фармацевтический университет»  
Министерства здравоохранения Российской Федерации

Кафедра фармацевтической химии

**ФОНД ОЦЕНОЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ ПО ДИСЦИПЛИНЕ (МОДУЛЮ)  
«Б1.О.02 КАЧЕСТВЕННЫЙ И КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ ИСПЫТУЕМЫХ  
СУБСТАНЦИЙ»**

Уровень высшего образования: магистратура

Направление подготовки: 06.04.01 Биология

Направленность (профиль) подготовки: Организация и проведение доклинических исследований лекарственных средств

Квалификация (степень) выпускника: магистр

Форма обучения: очная

Год набора (приема на обучение): 2024

Срок получения образования: 2 года

Объем: в зачетных единицах: 6 з.е.  
в академических часах: 216 ак.ч.

**Разработчики:**

Доцент, кафедра фармацевтической химии, кандидат фармацевтических наук Криштанова Н. А.

Фонд оценочных материалов по дисциплине (модулю) составлена в соответствии с требованиями ФГОС ВО по направлению подготовки Направление подготовки: 06.04.01 Биология, утвержденного приказом Минобрнауки России от 11.08.2020 №934, с учетом трудовых функций профессиональных стандартов: "Специалист по промышленной фармации в области исследований лекарственных средств", утвержден приказом Минтруда России от 22.05.2017 № 432н; "Специалист по научно-исследовательским и опытно-конструкторским разработкам", утвержден приказом Минтруда России от 04.03.2014 № 121н; "Специалист по организации и управлению научно-исследовательскими и опытно-конструкторскими работами", утвержден приказом Минтруда России от 11.02.2014 № 86н.

**Согласование и утверждение**

№	Подразделение или коллегиальный орган	Ответственное лицо	ФИО	Виза	Дата, протокол (при наличии)
1	Методическая комиссия УГСН 06.00.00	Председатель методической комиссии/совета	Гончаров М. Ю.	Согласовано	21.05.2024, № 3
2		Ответственный за образовательную программу	Ивкин Д. Ю.	Согласовано	15.05.2024

**Согласование и утверждение образовательной программы**

№	Подразделение или коллегиальный орган	Ответственное лицо	ФИО	Виза	Дата, протокол (при наличии)
1	фармацевтический факультет	Декан, Руководитель подразделения	Ладутько Ю. М.	Согласовано	28.05.2024, № 5

## 1. Планируемые результаты обучения, соотнесенные с планируемыми результатами освоения образовательной программы

ОПК-2 Способен творчески использовать в профессиональной деятельности знания фундаментальных и прикладных разделов дисциплин (модулей), определяющих направленность программы магистратуры

ОПК-2.1 Творчески использует в профессиональной деятельности фундаментальные и прикладные разделы биологии и химии для решения задач в области доклинических исследований

*Знать:*

ОПК-2.1/Зн1 Знать методы анализа испытуемых субстанций

*Уметь:*

ОПК-2.1/Ум1 Уметь выбирать метод и проводить анализ испытуемых субстанций в зависимости от их свойств

ОПК-8 Способен использовать современную исследовательскую аппаратуру и вычислительную технику для решения инновационных задач в профессиональной деятельности

ОПК-8.1 Использует современную исследовательскую аппаратуру и приборную базу для решения инновационных задач в профессиональной деятельности

*Знать:*

ОПК-8.1/Зн1 Знать аналитические возможности и область применения аналитического оборудования для анализа испытуемых веществ

*Уметь:*

ОПК-8.1/Ум1 Уметь применять аналитическое оборудование для анализа испытуемых веществ

ПК-3 Способен руководить и управлять доклиническими исследованиями лекарственных средств

ПК-3.2 Организует и контролирует проведение доклинических исследований лекарственных средств

*Знать:*

ПК-3.2/Зн1 Знать необходимость учета свойств испытуемых веществ для надлежащего проведения доклинических исследований лекарственных средств

*Уметь:*

ПК-3.2/Ум1 Уметь организовать и контролировать надлежащее проведение доклинических исследований лекарственных средств в части обеспечения условий хранения и приготовления образцов испытуемых субстанций

## 2. Шкала оценивания

### 2.1. Уровни овладения

**Компетенция: ОПК-2 Способен творчески использовать в профессиональной деятельности знания фундаментальных и прикладных разделов дисциплин (модулей), определяющих направленность программы магистратуры.**

*Индикатор достижения компетенции: ОПК-2.1 Творчески использует в профессиональной деятельности фундаментальные и прикладные разделы биологии и химии для решения задач в области доклинических исследований.*

Уровень	Характеристика
Повышенный	Знает методы анализа испытуемых субстанций и умеет самостоятельно выбрать и проводить их анализ в зависимости от свойств.
Базовый	Знает методы анализа испытуемых субстанций и умеет выбрать и проводить их анализ в зависимости от свойств под руководством преподавателя.
Пороговый	Знает некоторые методы анализа испытуемых субстанций и умеет выбрать и проводить их анализ в зависимости от свойств под руководством преподавателя, но допускает ошибки, которые исправляет при указании на них.

Ниже порогового	Не знает методы анализа испытуемых субстанций и не умеет выбрать и проводить их анализ в зависимости от свойств.
-----------------	--

**Компетенция: ОПК-8 Способен использовать современную исследовательскую аппаратуру и вычислительную технику для решения инновационных задач в профессиональной деятельности.**

*Индикатор достижения компетенции: ОПК-8.1 Использует современную исследовательскую аппаратуру и приборную базу для решения инновационных задач в профессиональной деятельности.*

Уровень	Характеристика
Повышенный	Знает аналитические возможности и область применения аналитического оборудования и умеет самостоятельно его применять для анализа испытуемых веществ.
Базовый	Знает аналитические возможности и область применения аналитического оборудования и умеет его применять для анализа испытуемых веществ под руководством преподавателя.
Пороговый	Знает некоторые аналитические возможности и область применения аналитического оборудования и умеет его применять для анализа испытуемых веществ под руководством преподавателя, но допускает ошибки, которые исправляет при указании на них.
Ниже порогового	Не знает аналитические возможности и область применения аналитического оборудования и не умеет его применять для анализа испытуемых веществ.

**Компетенция: ПК-3 Способен руководить и управлять доклиническими исследованиями лекарственных средств.**

*Индикатор достижения компетенции: ПК-3.2 Организует и контролирует проведение доклинических исследований лекарственных средств.*

Уровень	Характеристика
Повышенный	Знает необходимость учета свойств испытуемых веществ для надлежащего проведения доклинических исследований лекарственных средств и умеет самостоятельно организовать и контролировать надлежащее проведение доклинических исследований лекарственных средств в части обеспечения условий хранения и приготовления образцов испытуемых субстанций
Базовый	В основном знает необходимость учета свойств испытуемых веществ для надлежащего проведения доклинических исследований лекарственных средств и в основном умеет организовать и контролировать надлежащее проведение доклинических исследований лекарственных средств в части обеспечения условий хранения и приготовления образцов испытуемых субстанций
Пороговый	Знает необходимость учета свойств испытуемых веществ для надлежащего проведения доклинических исследований лекарственных средств и умеет организовать и контролировать надлежащее проведение доклинических исследований лекарственных средств в части обеспечения условий хранения и приготовления образцов испытуемых субстанций, но допускает ошибки, которые исправляет при указании на них
Ниже порогового	Не знает необходимость учета свойств испытуемых веществ для надлежащего проведения доклинических исследований лекарственных средств и не умеет организовать и контролировать надлежащее проведение доклинических исследований лекарственных средств в части обеспечения условий хранения и приготовления образцов испытуемых субстанций

### 3. Контрольные мероприятия по дисциплине

Вид контроля	Форма контроля/Оценочное средство
Текущий контроль	Контроль самостоятельной работы Отчет по практической работе, Тест
Промежуточная аттестация	Зачет Экзамен

№ п/п	Наименование раздела	Контролируемые ИДК	Вид контроля/ используемые оценочные материалы	
№ п/п	Наименование раздела	Контролируемые ИДК	Текущий	Промежут. аттестация
1	Общие методы анализа испытуемых веществ	ОПК-2.1 ОПК-8.1 ПК-3.2	Контроль самостоятельной работы Отчет по практической работе	Зачет Экзамен
2	Специальные методы анализа испытуемых веществ	ОПК-2.1 ОПК-8.1 ПК-3.2	Контроль самостоятельной работы Отчет по практической работе	Зачет Экзамен
3	Анализ лекарственных форм	ОПК-2.1 ОПК-8.1 ПК-3.2	Контроль самостоятельной работы Отчет по практической работе Тест	Зачет Экзамен

#### 4. Оценочные материалы текущего контроля

##### **Раздел 1. Общие методы анализа испытуемых веществ**

Контролируемые ИДК: ОПК-2.1 ОПК-8.1 ПК-3.2

Тема 1.1. Общие методы фармакопейного анализа

Форма контроля/оценочное средство: Контроль самостоятельной работы

Вопросы/Задания:

Для оценки знаний по теме используется комплект заданий и вопросов, полнотекстовые версии которых размещены в эиос: <https://edu-spcru.ru/course/view.php?id=3806>

1. Самостоятельное изучение темы по методическим рекомендациям (<https://edu-spcru.ru/course/view.php?id=3806>) и нормативным документам.

Оценка знаний, которые студент приобрел после самостоятельного изучения материала

Форма контроля/оценочное средство: Отчет по практической работе

Вопросы/Задания:

1. Представьте на проверку отчет о практической работе (шаблон отчета: <https://edu-spcru.ru/course/view.php?id=3806>) в соответствии с требованиями

Требования к отчету:

Оформляется в тетради или на листах формата А4. Представляет собой письменные формы деятельности студента, раскрывающие его индивидуальные образовательные достижения в освоении данной темы

Оценивается в категориях зачтено-не зачтено

Критерии оценивания:  
Студенту выставляется оценка «зачтено» при условии самостоятельного выполнения или под руководством преподавателя практической работы, а также проведения, при необходимости, соответствующих расчётов, правильного оформления отчета по практической работе. Студенту выставляется оценка «не зачтено» при условии не самостоятельного выполнения практической работы, а также при неправильных расчётах по результатам практической работы и оформления отчета по практической работе с грубыми ошибками.

##### **Раздел 2. Специальные методы анализа испытуемых веществ**

Контролируемые ИДК: ОПК-2.1 ОПК-8.1 ПК-3.2

Тема 2.1. Методы анализа неорганических испытуемых веществ

Форма контроля/оценочное средство: Контроль самостоятельной работы

Вопросы/Задания:

Для оценки знаний по теме используется комплект заданий и вопросов, полнотекстовые версии которых размещены в эиос: <https://edu-spcru.ru/course/view.php?id=3806>

1. Самостоятельное изучение темы по методическим рекомендациям (<https://edu-spcru.ru/course/view.php?id=3806>) и нормативным документам.

Оценка знаний, которые студент приобрел после самостоятельного изучения материала

Форма контроля/оценочное средство: Отчет по практической работе (шаблон отчета: <https://edu-spcru.ru/course/view.php?id=3806>)

Вопросы/Задания:

1. Представьте на проверку отчет о практической работе в соответствии с требованиями.

Требования к отчету:

Оформляется в тетради или на листах формата А4. Представляет собой письменные формы деятельности студента, раскрывающие его индивидуальные образовательные достижения в освоении данной темы

Оценивается в категориях зачтено-не зачтено

Критерии

оценивания:

Студенту выставляется оценка «зачтено» при условии самостоятельного выполнения или под руководством преподавателя практической работы, а также проведения, при необходимости, соответствующих расчётов, правильного оформления отчета по практической работе.

Студенту выставляется оценка «не зачтено» при условии не самостоятельного выполнения практической работы, а также при неправильных расчётах по результатам практической работы и оформлении отчета по практической работе с грубыми ошибками.

*Тема 2.2. Методы анализа алифатических испытуемых веществ*

Форма контроля/оценочное средство: Контроль самостоятельной работы

Вопросы/Задания:

Для оценки знаний по теме используется комплект заданий и вопросов, полнотекстовые версии которых размещены в эиос: <https://edu-spcru.ru/course/view.php?id=3806>

1. Самостоятельное изучение темы по методическим рекомендациям (<https://edu-spcru.ru/course/view.php?id=3806>) и нормативным документам.

Оценка знаний, которые студент приобрел после самостоятельного изучения материала

Форма контроля/оценочное средство: Отчет по практической работе (шаблон отчета: <https://edu-spcru.ru/course/view.php?id=3806>)

Вопросы/Задания:

1. Представьте на проверку отчет о практической работе в соответствии с требованиями

Требования к отчету:

Оформляется в тетради или на листах формата А4. Представляет собой письменные формы деятельности студента, раскрывающие его индивидуальные образовательные достижения в освоении данной темы

Оценивается в категориях зачтено-не зачтено

Критерии

оценивания:

Студенту выставляется оценка «зачтено» при условии самостоятельного выполнения или под руководством преподавателя практической работы, а также проведения, при необходимости, соответствующих расчётов, правильного оформления отчета по практической работе.

Студенту выставляется оценка «не зачтено» при условии не самостоятельного выполнения практической работы, а также при неправильных расчётах по результатам практической работы и оформлении отчета по практической работе с грубыми ошибками.

*Тема 2.3. Методы анализа ароматических испытуемых веществ*

Форма контроля/оценочное средство: Контроль самостоятельной работы

Вопросы/Задания:

Для оценки знаний по теме используется комплект заданий и вопросов, полнотекстовые версии которых размещены в эиос: <https://edu-spcru.ru/course/view.php?id=3806>

1. Самостоятельная работа по теме занятия. Проработка нормативной документации и материалов к занятию

Оценка знаний, которые студент приобрел после самостоятельного изучения материала

Форма контроля/оценочное средство: Отчет по практической работе (шаблон отчета: <https://edu-spcru.ru/course/view.php?id=3806>)

Вопросы/Задания:

1. Представьте на проверку отчет о практической работе в соответствии с требованиями

Требования к отчету:

Оформляется в тетради или на листах формата А4. Представляет собой письменные формы деятельности студента, раскрывающие его индивидуальные образовательные достижения в освоении данной темы

Оценивается в категориях зачтено-не зачтено

Критерии

оценивания:

Студенту выставляется оценка «зачтено» при условии самостоятельного выполнения или под руководством преподавателя практической работы, а также проведения, при необходимости, соответствующих расчётов, правильного оформления отчета по практической работе.

Студенту выставляется оценка «не зачтено» при условии не самостоятельного выполнения практической работы, а также при неправильных расчётах по результатам практической работы и оформления отчета по практической работе с грубыми ошибками.

*Тема 2.4. Методы анализа гетероциклических испытуемых веществ*

Форма контроля/оценочное средство: Контроль самостоятельной работы

Вопросы/Задания:

Для оценки знаний по теме используется комплект заданий и вопросов, полнотекстовые версии которых размещены в эиос: <https://edu-spcru.ru/course/view.php?id=3806>

1. Самостоятельное изучение темы по методическим рекомендациям (<https://edu-spcru.ru/course/view.php?id=3806>) и нормативным документам.

Оценка знаний, которые студент приобрел после самостоятельного изучения материала

Форма контроля/оценочное средство: Отчет по практической работе (шаблон отчета: <https://edu-spcru.ru/course/view.php?id=3806>)

Вопросы/Задания:

1. Представьте на проверку отчет о практической работе в соответствии с требованиями

Требования к отчету:

Оформляется в тетради или на листах формата А4. Представляет собой письменные формы деятельности студента, раскрывающие его индивидуальные образовательные достижения в освоении данной темы

Оценивается в категориях зачтено-не зачтено

Критерии

оценивания:

Студенту выставляется оценка «зачтено» при условии самостоятельного выполнения или под руководством преподавателя практической работы, а также проведения, при необходимости, соответствующих расчётов, правильного оформления отчета по практической работе.

Студенту выставляется оценка «не зачтено» при условии не самостоятельного выполнения практической работы, а также при неправильных расчётах по результатам практической работы и оформления отчета по практической работе с грубыми ошибками.

### ***Раздел 3. Анализ лекарственных форм***

*Контролируемые ИДК: ОПК-2.1 ОПК-8.1 ПК-3.2*

*Тема 3.1. Фармакопейный анализ: методы оценки качества лекарственных форм*

Форма контроля/оценочное средство: Контроль самостоятельной работы

Вопросы/Задания:

Для оценки знаний по теме используется комплект заданий и вопросов, полнотекстовые версии которых размещены в эиос: <https://edu-spcru.ru/course/view.php?id=3806>

1. Самостоятельная работа по теме занятия. Проработка нормативной документации и материалов к занятию

Оценка знаний, которые студент приобрел после самостоятельного изучения материала

Форма контроля/оценочное средство: Отчет по практической работе (шаблон отчета: <https://edu-spsru.ru/course/view.php?id=3806>) Вопросы/Задания:

1. Представьте на проверку отчет о практической работе (шаблон отчета: <https://edu-spsru.ru/course/view.php?id=3806>) в соответствии с требованиями

Требования к отчету:

Оформляется в тетради или на листах формата А4. Представляет собой письменные формы деятельности студента, раскрывающие его индивидуальные образовательные достижения в освоении данной темы

Оценивается в категориях зачтено-не зачтено

Критерии

оценивания:

Студенту выставляется оценка «зачтено» при условии самостоятельного выполнения или под руководством преподавателя практической работы, а также проведения, при необходимости, соответствующих расчётов, правильного оформления отчета по практической работе.

Студенту выставляется оценка «не зачтено» при условии не самостоятельного выполнения практической работы, а также при неправильных расчётах по результатам практической работы и оформления отчета по практической работе с грубыми ошибками.

Форма контроля/оценочное средство: Тест

Тестирование проводится с ограничением по времени не более 1 минуты на одно тестовое задание закрытого типа и не более 3 минут на тестовое задание открытого типа. Студенту для получения положительного результата предоставляется 1 попытка для прохождения тестирования.

Оценивание осуществляется следующим образом:

60% и более правильных ответов - "зачтено"

менее 60% правильных ответов - "не зачтено"

Вопросы/Задания:

Вопросы теста формируют 1-24 ОПК-2.1; вопросы теста 25-34 формируют ОПК-8.1; вопросы теста 35-36 формируют ПК-3.2

Прочитайте текст и запишите развернутый обоснованный

1. В какой среде проводится комплексометрическое титрование солей кальция, магния, цинка?  
Ответ: в среде аммиачного буферного раствора
2. Какой титрованный раствор применяется в нитритометрии?  
Ответ: раствор нитрита натрия
3. Какой титрованный раствор применяется в прямой аргентометрии?  
Ответ: раствор серебра нитрата
4. Какой титрованный раствор применяется в прямой броматометрии?  
Ответ: раствор калия бромата
5. Какие титрованные растворы применяются в обратной алкалиметрии?  
Ответ: растворы гидроксида натрия или калия и раствор кислоты хлористоводородной
6. Соединение, содержащее фенольный гидроксил, возможно идентифицировать по реакции с \_\_\_?  
Ответ: с хлоридом железа
7. Реакция идентификации первичной ароматической аминогруппы заключается в получении красителя, который называется \_\_\_\_  
Ответ: азокрасителем
8. Реакция получения азокрасителя (азосочетание) проводится в какой среде?  
Ответ: щелочной
9. Идентификацию вещества с третичным атомом азота можно провести по реакции с \_\_\_\_  
Ответ: общеалкалоидными/осадительными реактивами
10. Общей реакцией идентификации веществ с амидной, сложноэфирной, лактонной, лактамной группой является \_\_\_\_  
Ответ: гидроксамовая проба
11. Общей реакцией на аминокислоты является \_\_\_\_  
Ответ: нингидриновая проба
12. Какие титрованные растворы используются в обратной йодометрии?  
Ответ: йода и натрия тиосульфата
13. Какой индикатор используется в обратной йодометрии?  
Ответ: крахмал
14. Укажите общепринятый метод количественного определения вещества с первичной ароматической аминогруппой.  
Ответ: нитритометрия
15. Какие свойства у органического вещества с карбоксильной группой?  
Ответ: кислотные
16. Какие свойства можно предположить у вещества, имеющего в своей структуре пиридиновый цикл?  
Ответ: основные
17. Какой метод количественного определения можно провести для кальция глюконата?  
Ответ: комплексометрию / трилонометрию
18. Общими реакциями на аминокислоты являются:
  1. нингидриновая проба
  2. реакция с меди сульфатом
  3. диазотирование и азосочетание
  4. образование ауринового красителяОтвет: 1,2

19. Какие реакции характерны для вещества, содержащего карбонильную группу:

1. образование фенилгидразона
2. конденсации с салициловой кислотой
3. с реактивом Фелинга
4. замещение по двойной связи

Ответ: 1,2,3

20. Какие свойства проявляются у вещества за счет сульфамидной группы?

1. кислотные
2. основные
3. окислительные
4. восстановительные

Ответ: 1

21. Какие свойства проявляются у вещества за счет карбоксильной группы?

1. кислотные
2. основные
3. восстановительные
4. окислительные

Ответ: 1

22. Каким методом количественно определяется субстанция в соответствии с требованиями Государственной фармакопеи РФ:

К каждой позиции, данной в столбце, подберите соответствующую позицию из правого столбца:

	Субстанция		Метод количественного определения
1.	Натрия хлорид	А	Прямая аргентометрия
2.	Кальция хлорид	Б	Прямая трилонометрия
3.	Магния сульфат	В	Обратная цериметрия
4.	Натрия бромид	Г	Спектрофотометрия

Ответ: 1 – А

2 – Б

3 – А

4 – Б

23. Каким методом количественно определяется субстанция в соответствии с требованиями Государственной фармакопеи РФ:

К каждой позиции, данной в левом столбце, подберите соответствующую позицию из правого столбца:

	Субстанция		Метод количественного определения
1.	Тимол	А	Прямая броматометрия
2.	Резорцин	Б	Обратная броматометрия
3.	Метамизол-натрия	В	Прямая йодометрия
4.	Фенилбутазон	Г	Прямая алкалиметрия

Ответ: 1 – А

2 – Б

3 – В

4 – Г

24. Какими реакциями можно идентифицировать испытуемые субстанции?

К каждой позиции, данной в левом столбце, подберите соответствующую позицию из правого столбца:

	Субстанция		Реакция идентификации
1.	Кислота глутаминовая	А	Нингидриновая проба
2.	Натрия бензоат	Б	Реакция с раствором хлорида железа (III)
3.	Натрия хлорид	В	Раствор серебра нитрата
4.	Магния сульфат	Г	Раствор бария хлорида

Ответ: 1 – А

2 – Б

3 – В

4 – Г

Тесты открытого типа: прочитайте текст и запишите развернутый обоснованный ответ

1. На каких/каком приборах/приборе измеряется оптическая плотность раствора с веществом, поглощающим электромагнитное излучение?

Ответ: на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре

2. На каком приборе измеряется угол вращения раствора с веществом, содержащим асимметрический атом углерода?  
Ответ: на поляриметре
3. На каком приборе измеряется показатель преломления раствора?  
Ответ: на рефрактометре
4. Дайте определение удельного показателя поглощения.  
Ответ: оптическая плотность 1%-ного раствора при толщине/длине кюветы 1 см
5. Принцип работы хроматографических методов основан на \_\_\_\_  
Ответ: на разделении компонентов
6. С помощью рефрактометра измеряют \_\_\_\_\_  
Ответ: показатель преломления
7. Для расчета величины удельного вращения испытуемого вещества (в определенном растворителе) надо знать  
Ответ: концентрацию раствора, длину кюветы, угол вращения

Прочитайте текст, выберите все правильные варианты ответа

8. Удельное вращение как показатель доброкачественности испытуемой субстанции рассчитывают, используя следующие величины:
  1. концентрацию приготовленного раствора в процентах
  2. длину кюветы в дм
  3. угол вращения в градусах
  4. показатель поглощения раствора (безразмерная величина)Ответ: 1,2,3

Прочитайте текст, выберите правильный ответ:

9. Для расчета концентрации исследуемого двойного раствора с помощью рефрактометрии необходимо знать:
  1. показатели преломления раствора и растворителя, а также фактор показателя преломления
  2. угол вращения раствора и удельный показатель раствора
  3. коэффициент разделения и площадь пика определяемого вещества
  4. оптическую плотность раствора и длину волныОтвет: 1

Задание закрытого типа на установление соответствия: прочитайте текст и установите соответствие:

10. На каком приборе измеряется указанная в левом столбике величина?

К каждой позиции, данной в левом столбце, подберите соответствующую позицию из правого столбца:

	Измеряемая величина		Прибор
1.	показатель преломления	А	рефрактометр
2.	угол вращения	Б	поляриметр
3.	площадь пика	В	хроматограф
4.	оптическая плотность	Г	спектрофотометр

Ответ:

1 – А

2 – Б

3 – В

4 – Г

Тесты открытого типа: прочитайте текст и запишите развернутый обоснованный ответ

11. Почему раствор формальдегида при стоянии мог помутнеть?

Ответ: не правильные условия хранения / хранился без соблюдения надлежащих условий хранения / хранился при температуре ниже 9 градусов

12. Вещество является ацетатом. При стоянии раствор испытуемого вещества стал пахнуть уксусной кислотой. Предположите возможную причину произошедшего.

Ответ: не правильные условия хранения / хранился без соблюдения надлежащих условий хранения / вещество разрушилось/гидролизировалось по сложноэфирной группе

## 5. Оценочные материалы промежуточной аттестации

*Первый семестр, Зачет*

*Контролируемые ИДК: ОПК-2.1 ОПК-8.1 ПК-3.2*

Вопросы/Задания:

1. Портфолио

Портфолио формируется в ходе изучения дисциплины и включает задания, используемые для текущего контроля по дисциплине. Портфолио, представляемое на промежуточную аттестацию, должно включать:

1. Отчеты по практическим занятиям, подписанные преподавателем (отметка о защите отчета).
2. Результаты тестирования более 60%
3. Эссе (итоговая рефлексивная работа).

Короткое эссе (итоговая рефлексивная работа) по дисциплине должно быть написано по примерному плану:

1. Чему посвящена дисциплина?
2. Какие темы, материалы и/или лабораторные работы заинтересовали больше всего и почему?
3. Какие выводы для себя как для будущего работника исследовательского центра (лаборатории) Вы сделали в ходе изучения дисциплины?

Портфолио должно быть оформлено и представлено на предварительную проверку преподавателю не позднее, чем за 2 дня до проведения зачета. По результатам проверки портфолио выставляется оценка «зачтено» или «не зачтено». Оценка «зачтено» выставляется при представлении всех его элементов в обозначенный срок.

### *Второй семестр, Экзамен*

*Контролируемые ИДК: ОПК-2.1 ОПК-8.1 ПК-3.2*

Вопросы/Задания:

#### 1. Портфолио

Портфолио формируется в ходе изучения дисциплины и включает задания, используемые для текущего контроля по дисциплине. Портфолио, представляемое на промежуточную аттестацию, должно включать:

1. Портфолио с отметкой "зачтено" за первый семестр изучения дисциплины.
2. Отчеты по практическим занятиям (шаблоны отчетов: <https://edu-spcru.ru/course/view.php?id=3806>).
3. Эссе (итоговая рефлексивная работа).

Короткое эссе (итоговая рефлексивная работа) по дисциплине должно быть написано по примерному плану:

1. Чему посвящена дисциплина?
2. Какие темы, материалы и/или лабораторные работы заинтересовали больше всего и почему?
3. Какие выводы для себя как для будущего работника исследовательской лаборатории (центра) Вы сделали в ходе изучения дисциплины?

Портфолио должно быть оформлено и представлено на предварительную проверку преподавателю не позднее, чем за 2 дня до проведения экзамена. По результатам проверки портфолио выставляется оценка «зачтено» или «не зачтено». Оценка «зачтено» выставляется при представлении всех его элементов в обозначенный срок в соответствии с критериями оценивания указанными в разделе “2. Шкала оценивания”.

#### 2. Пройдите собеседование по билету экзамена. Пройдите собеседование по вопросу из категории 1

На собеседовании обучающийся имеет право на предварительную подготовку в течение 40 минут.

Экзаменационный билет состоит из 2 вопросов (один из категории 1, один – из категории 2) и задачи (принцип формирования билета - случайный выбор).

Перечень вопросов категории 1 (приведите методы анализа указанных лекарственных средств. Укажите по какой нормативной документации осуществляется контроль их качества):

1. Галогены и их соединения со щелочными металлами. Общая характеристика. Калия, натрия хлориды, бромиды, йодиды. Способы получения, методы анализа, хранение. Стандартные операции при применении методик контроля качества.

Ответ: Натрий хлорид NaCl

Калий хлорид KCl

Натрий бромид NaBr

Калий бромид KBr

Натрий йодид NaI

Калий йодид KI

Получение: Из минералов

Подлинность:

Na<sup>+</sup>

1. Окрашивает пламя в желтый цвет
2. С цинкуранилацетатом - желтый кристаллический осадок.
3. С пироантимонатом калия- белый осадок, кристал

K<sup>+</sup>

1. Окрашивает пламя в фиолетовый цвет.
2. С винной кислотой
3. С раствором кобальтонитрита натрия (гексанитрокобальтат натрия) желтый кристаллический осадок.

Cl<sup>-</sup>

1. Образование осадка с нитратом серебра (белый творожистый)

Br<sup>-</sup>

1. с р-м хлорамина Б в хлороформе (оранжевый окрас органического слоя)
2. Образование желтого творожистого осадка с нитратом серебра

I<sup>-</sup>

1. Образование желтого осадка с нитратом серебра
2. С окислителями в хлороформе – окрашивание слоя в фиолетовый

Количественное определение:

1. Аргентометрия

А) Метод Мора – прямое титрование для Cl<sup>-</sup> и Br<sup>-</sup>.

Б) Метод Фольгарда – обратное титрование для Br<sup>-</sup>, Cl<sup>-</sup>, I<sup>-</sup>.

В) Метод Фаянса – прямое титрование

2. Меркурометрия

2. Соединения бора. Кислота борная, натрия тетраборат. Методы получения и анализа. Хранение. Стандартные операции при применении методик контроля качества.

Ответ: Кислота борная H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>

БКП, бесцветные блестящие жирные на ощупь ЛР в кипящей воде, Р в спирте

Получение:  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 + \text{H}_2\text{SO}_4 + 5\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Na}_2\text{SO}_4 + 4\text{H}_3\text{BO}_3$

Подлинность:

- 1) Зеленое пламя

$\text{B}(\text{OH})_3 + 3\text{C}_2\text{H}_5\text{OH} (\text{H}_2\text{SO}_4) \rightarrow \text{B}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$

- 2) Появление характерной стеклообразной массы оксида бора
- 3) С метилового красного – красное окрашивание (из за перехода pH)
- 4) С куркумином – розовое окрашивание

Количественное определение

1. Прямая алкалиметрия. Титрант - NaOH, Ind- фф, среда- глицерин

Натрия

тетраборат Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>

БКП. ОЛР в кипящей воде, ЛР в глицерине.

Получение:  $4\text{H}_3\text{BO}_3 + \text{Na}_2\text{CO}_3 \rightarrow \text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 + \text{CO}_2\uparrow + 6\text{H}_2\text{O}$

Подлинность: на ионы натрия и тетраборат

Количественное определение

1. Ацидиметрия. Титрант- HCl

3. Эфиры простые, общая характеристика. Эфир медицинский, эфир для наркоза.

Методы анализа, стабилизация, условия хранения и обращения. Стандартные операции при применении методик контроля качества

Ответ: Эфир медицинский

$C_2H_5-O-C_2H_5$

Прозрачная, бесцветная легковоспламеняющаяся летучая жидкость со своеобразным запахом.

Р в 12 частях воды, ОЛР в спирте, бензоле, хлороформ.

Эфир диэтиловый для анестезии

Получение  $C_2H_5OH + H_2SO_4 \rightarrow C_2H_5-O-C_2H_5$

Методы анализа: температура кипения и плотность

Стабилизатор – п-фенилендиамин

Специфические примеси: Et-O-O-Et (крахмал KI), Альдегиды (с реактивом Несслера)

4. Дифенгидрамина гидрохлорид. Схема синтеза. Методы анализа, хранение.

Стандартные операции при применении методик контроля качества.

Ответ: Дифенгидрамин гидрохлорид (Димедрол)

Белый мелкокристаллический порошок, без запаха. ОЛР в воде, лр в спирте и хлороформе, очень мало растворим в эфире и бензоле.

Получение:  $Ph-CO-Ph \rightarrow Ph-CHOH-Ph + Cl-CH_2-CH_2-N(CH_3)_2 \rightarrow$  Димедрол

Подлинность:

1) Р-я образования оксониевой соли (ярко-желтый цвет, переходит в коричнево-красный)

2) На хлориды:

3) На третичный азот: с реактивом Драгендорфа ( $KI * BiI_3$ )  $\rightarrow$  оранжевый осадок

Количественное определение

1) Неводное титрование. Индикатор – кристаллический фиолетовый (до зеленовато-голубого окрашивания).

2) Прямая алкаиметрия.

3) Аргентометрия по Фаянсу

5. Ароматические карбоновые кислоты и их производные. Кислота бензойная, натрия бензоат, кислота салициловая, натрия салицилат. Схема синтеза, методы анализа. Стандартные операции при применении методик контроля качества.

Ответ: Кислота бензойная

Бесцветные игольчатые кристаллы или БКП. МР в воде, Р в кипящей воде, ЛР в спирте, хлороформе, эфире и бензоле, Р в жирных маслах.

Натрия бензоат

БКП без запаха. ЛР в воде, ТР в спирте

Получение: Окисление толуола

$Ag-CH_3 + KMnO_4 \rightarrow Ag-COON + H_2O$

Подлинность:

1. Бензойная кислота и бензоат натрия с  $FeCl_3$  образует розово-желтый осадок

2. С  $CuSO_4$  – голубой раствор

Количественное определение

1. Прямая алкаиметрия. Среда - этанол. Ind - ф/ф. До розовой окраски

2. Прямая ацидиметрия.  $f=1$  Ind - м/о м/с. Добавляют эфир для извлечения к-ты. До сиреневой окраски

Кислота салициловая

БКП без запаха. ЛР в спирте, Р в кипящей воде, МР в воде.

Натрия салицилат

БКП без запаха. ОЛР в воде, ЛР в глицерине, Р в спирте.

Подлинность:

1. бромирование (белый осадок)
2. Образование азокрасителя (желтое переходящее в розовое окрашивание)
3. Образование арилметанового красителя в присутствии реактива Марки (красное окрашивание)
4. Нагревание

Салициловая к-та → фенол + CO<sub>2</sub>↑

Количественное определение

1. Прямая алкаиметрия. Титрант – NaOH . Среда - этанол.

2. Прямая ацидиметрия. Титрант HCl.

3. Броматометрия

6. Алкилуреиды бензолсульфокислот. Общая характеристика. Букарбан.

Свойства, методы анализа, хранение. Стандартные операции при применении методик контроля качества.

Ответ: Бутаимид

БКП, без запаха или с очень слабым запахом, слегка горького вкуса. ПНР в воде, растворим в 95 % спирте, ЛР в ацетоне и хлороформе, МР в эфире.

Хлорпропамид

БКП без запаха и вкуса. ПНР в воде. Растворим в спирте, ацетоне, бензоле и хлороформе, МР в эфире, растворим в растворах едких щелочей.

Карбутаимид (букарбан)

БКП ПНР в воде. Растворим в спирте, ЛР в ацетоне и хлороформе, щелочах.

Подлинность:

- 1) Кислотный гидролиз (при нагревании). Выпадение осадка SA.
- 2) Щелочной гидролиз (при нагревании) – запах аммиака/изменение окраски лакмусовой бумаги
- 3) Минерализация препарата со смесью калия карбоната и калия нитрата и выявление S/Cl (для хлорпропамида)
- 4) Образование окрашенных комплексов с солями тяж. металлов

Для карбутаида:

- 1) На первичную аминогруппу – реакция диазотирования и азосочетания – красное окрашивание
- 2) При нагревании с 0,2%-ным раствором нингидрина в бутиловом спирте - фиолетовое окрашивание
- 3) Выпадение желтоватого осадка с бромной водой
- 4) При пиролизе выделяется аммиак и образуется плав фиолетово-красного цвета.

Количественное определение

1. Толбутаимид/Хлорпропамид:

Алкаиметрия, прямое титрование спиртового раствора.

Индикатор – тимолфталейн (до голубого окрашивания). Титрант – NaOH.

2. Карбутаимид:

Нитрометрия. Прямое титрование. Внешний индикатор – йодкрахмальная

бумажка. Внутренний – тропеолин 00 (от красно-фиолетовой окраски к голубой).

Титрант – NaNO<sub>2</sub>.

7. Галогены. Общая характеристика. Йод. Источники и способы получения и очистки. Анализ йода и его 5% спиртового раствора. Стандартные операции при применении методик контроля качества.

Ответ: Йод

I<sub>2</sub> Серовато-черные с металлическим блеском пластинки, кристаллы. При возгонке образует фиолетовые пары, летуч при 20 гр., обладает характерным запахом Р в спирте, хлороформе, НР в воде

Получение:

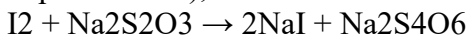
1. Переработка морских водорослей и получение йода из их золы.
2. Из отходов селитряного производства-маточных растворов селитры
3. Из природных йодсодержащих растворов.
4. Ионитный способ, основанный на избирательном поглощении йода высокомолекулярными ионообменными смолами

Подлинность:

1. При добавлении крахмала – синий цвет. При кипячении (йод взболтанный с водой) окраска исчезает, а при охлаждении снова появляется.
2. При нагревании образует фиолетовые пары

Количественное определение

Титрант – р-р Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, индикатор – крахмал (до исчезновения синего окрашивания), f=1/2



8. Соединения кислорода. Вода очищенная и вода для инъекций. Свойства, требования к качеству. Стандартные операции при применении методик контроля качества.

Ответ: Вода очищенная - вода, получаемая из питьевой воды методами дистилляции, ионного обмена, обратного осмоса, комбинацией этих методов.

Предназначается для производства и изготовления ЛС, получения воды для инъекций, а также для проведения испытаний ЛС

- 1) Должна быть прозрачной, бесцветной, не иметь вкуса и запаха.
- 2) рН среды нейтральная
- 3) Сухой остаток не должен превышать 0,001%
- 4) Недопустимые примеси - восстанавливающие в-ва, CO<sub>2</sub>, NO<sub>2</sub>/NO<sub>3</sub>, Cl<sup>-</sup>, SO<sub>4</sub><sup>-</sup>, Са и Mg, Pb
- 5) Допустимые – NH<sub>4</sub><sup>+</sup>

Вода для инъекций - Предназначается для производства парентеральных ЛС

Методы определения летучих веществ и воды:

Метод Фишера - основан на взаимодействии воды с реактивом Фишера КТТ определяется амперометрически (с помощью потенциометра) или визуально по изменению окраски титруемой жидкости от желтой до красновато-коричневой.

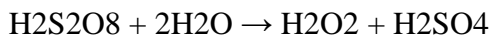
9. Раствор водорода пероксида. Методы анализа, способы стабилизации, хранение. Гидроперит, магния пероксид. Методы анализа. Стандартные операции при применении методик контроля качества.

Ответ: Водорода

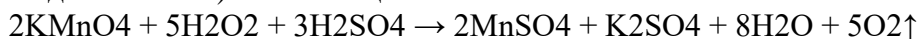
Пероксид H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

Бесцветная прозрачная жидкость без запаха или со слабым своеобразным запахом, слабокислой реакции.

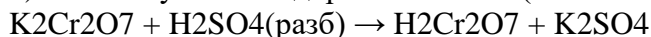
Получение: H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> → H<sub>2</sub> + H<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> (электролиз)



Подлинность: 1) Обесцвечивание  $\text{KMnO}_4$



2) Получение надхромовой к-ты (синий слой эфира)

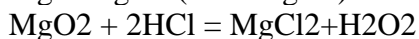
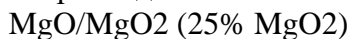


Количественное определение

1) Прямая перманганатометрия в  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (ГФ).  $f_{\text{экв}}(\text{H}_2\text{O}_2)=1/2$

2) Косвенная йодометрия в  $\text{H}_2\text{SO}_4$  Ind– крахмал;  $f_{\text{экв}}(\text{H}_2\text{O}_2) = 1/2$

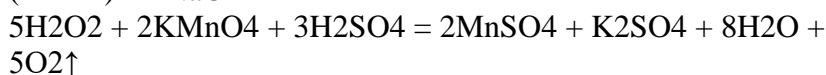
Магния пероксид



Подлинность:



(белый) +  $2\text{NaCl}$



Гидроперит



Подлинность:

1)  $2\text{H}_2\text{N}-\text{CO}-\text{NH}_2$  (нагрев)  $\rightarrow \text{H}_2\text{N}-\text{CO}-\text{NH}-\text{CO}-\text{NH}_2 + \text{NH}_3$

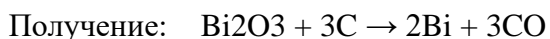
2) В щелочной среде биурет претерпевает енолизацию с образованием окрашенного продукта

10. Соединения висмута: висмута нитрат основной. Получение, методы анализа, хранение. Стандартные операции при применении методик контроля качества.

Ответ: Висмута нитрат основной

Белый аморфный или МКП. Смоченный водой окрашивает синюю лакмусовую бумагу в красный цвет.

ПНР в воде и спирте, легко Р в азотной и соляной кислоте.



Подлинность: (предварительно растворяют в р-ре  $\text{HCl}$ )

1) С сульфидом натрия выпадет коричнево-черный осадок, растворимый в концентрированной азотной кислоте.

2) С  $\text{KI}$  выпадет черный осадок, растворимый в избытке  $\text{KI}$  (образуется желто-оранжевый комплекс).

3) При прокаливании выделяются желто-бурые пары и остаток ярко-желтого цвета

Количественное определение

1) Прямая комплексонометрия

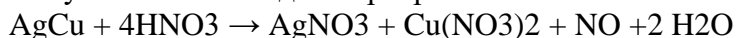
11. Соединения серебра и меди. Серебра нитрат, меди сульфат. Получение, методы анализа. Хранение. Стандартные операции при применении методик контроля качества.

Ответ: Серебра нитрат

$\text{AgNO}_3$  Бесцветные прозрачные кристаллы в виде пластинок или белых цилиндрических палочек, без запаха.

Под действием света препарат темнеет, ОЛР в воде, МР в спирте

Получение: Из медно-серебряного сплава



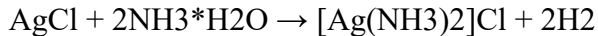
Подлинность:  $\text{Ag}^+$

1) Реакция «серебряного зеркала»



2)  $\text{AgNO}_3 + \text{HCl} \rightarrow \text{HNO}_3 + \text{AgCl}\downarrow$  (белый осадок, нерастворим в азотной к-те, но

раств. в р-ре аммиака)



3)  $\text{AgNO}_3 + \text{HI} \rightarrow \text{HNO}_3 + \text{AgI} \downarrow$  (желтый осадок, нераств. в азотной к-те и аммиаке)

4)  $\text{AgNO}_3 + \text{K}_2\text{CrO}_4 \rightarrow 2\text{KNO}_3 + \text{Ag}_2\text{CrO}_4 \downarrow$  (оранжево-красный осадок)

$\text{NO}_3^-$

5) С дифениламино (синее окрашивание)

Количественное определение

1) Метод Фольгарда в

Меди сульфат

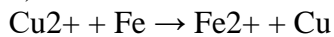
$\text{CuSO}_4$  Синие кристаллы или синий КП без запаха. Медленно выветривается на воздухе.

ЛР в воде. ОЛ в кипящей. ПНР в 95%спирте.

Получение:  $\text{Cu} + 2\text{H}_2\text{SO}_4 \rightarrow \text{CuSO}_4 + 2\text{H}_2\text{O} + \text{SO}_2$

Подлинность:  $\text{Cu}^{2+}$

1) Металлическая скрепка покрывается медным налетом.



2) Ионы меди образуют синий комплекс с раствором аммиака.

$2[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4]\text{SO}_4$  синий

3)  $\text{SO}_4^{2-} + \text{BaCl}_2 \rightarrow \text{BaSO}_4 \downarrow$

Количественное определение

Йодометрия.

12. Аминокислоты алифатического ряда. Кислота глютаминовая, метионин. Схемы синтеза, общие и частные методы анализа. Хранение. Стандартные операции при применении методик контроля качества

Ответ:  $\text{HOOC}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{NH}_2)-\text{COOH}$

Глютаминовая кислота – БКП с едва ощутимым запахом

Подлинность:

1) Реакция с нингидрином - (сине-фиолетовое окрашивание)

2) Реакция с  $\text{CuSO}_4$

3) Реакция с резорцином (красно-фиолетовое окрашивание с зеленой флуоресценцией)

Количественное определение

1) Алкалиметрия: индикатор бромтимоловый синий.  $f=1$ . Из желтой в синюю окраску

2) Метод Кьельдаля.  $f=\text{кол-во азота в формуле}$ . Индикатор - (м/о + м/с). Из зеленой в красно-фиол.

3) Формольное титрование после добавления  $\text{НСОН}$ . Индикатор любой,  $f$  в зависимости от кислотных групп

Метионин – БКП с характерным запахом, ТР в воде, ПНР в орг раст, ЛР в развед мин кислотах, растворах едких щелочей и аммиака, р-м в р-ре  $\text{Na}_2\text{CO}_3$

Подлинность:

1) С нингидрином

2) Реакция с сульфатом меди

3) Щелочной гидролиз с образованием аммиака и сульфида натрия

Количественное определение:

1) Обратная йодометрия

2) Метод Кьельдаля

3) Формольное титрование

13. Сравнительная характеристика методов анализа, применяемых при оценке количественного содержания субстанций сульфаниламидных препаратов, на примере сульфаниламида, сульфаниламида растворимого, сульфацетамида-натрия,

фталилсульфатизола. Стандартные операции при применении методик контроля качества.

Ответ: Подлинность:

- 1) На первичную аминогруппу, с Br<sub>2</sub> (обесцвечивание), на SO<sub>4</sub><sup>-</sup> после минерализации, пиролиз → H<sub>2</sub>S, с CuSO<sub>4</sub>
- 2) Сульфаниламид и Сульфакарбамид - – щелочной гидролиз – запах аммиака 3) Сульфаниламид растворимый - образование ауринового красителя после гидролиза с к. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>
- 3) Сульфацетамид-натрий - кислотный гидролиз = запах СН<sub>3</sub>COOH
- 4) Сульфадимедин - фиолетовое окрашивание с раствором окисленного нитропруссид натрия
- 5) Сульфадиметоксин и сульфапиридазин – восстановление N=N связи с помощью Zn
- 6) Фталилсульфатиазол – после гидролиза с резорцином – плав красно-желтого цвета
- 7) Салазодин - нагревают, образуется плав фиолетово-красного цвета

Количественное определение

- 1) Нитритометрия
  - 2) Неводная алкалометрия в ДМФА
  - 3) Ацидиметрия (для натриевых солей). Индикатор – м/ор + м/с
  - 4) Броматометрия, йодатометрия
  - 5) Аргентометрия по методу Мора
14. Сульфаниламидные препараты: сульфаниламид, сульфаниламид растворимый, сульфацетамид-натрий, сульфакарбамид. Общая схема синтеза, общие и частные методы анализа, хранение. Стандартные операции при применении методик контроля качества

Ответ: Подлинность:

- 1) На первичную аминогруппу, с Br<sub>2</sub> (обесцвечивание), на SO<sub>4</sub><sup>-</sup> после минерализации, пиролиз → H<sub>2</sub>S, с CuSO<sub>4</sub>
- 2) Сульфаниламид и Сульфакарбамид - – щелочной гидролиз – запах аммиака 3) Сульфаниламид растворимый - образование ауринового красителя после гидролиза с к. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>
- 3) Сульфацетамид-натрий - кислотный гидролиз = запах СН<sub>3</sub>COOH
- 4) Сульфадимедин - фиолетовое окрашивание с раствором окисленного нитропруссид натрия
- 5) Сульфадиметоксин и сульфапиридазин – восстановление N=N связи с помощью Zn
- 6) Фталилсульфатиазол – после гидролиза с резорцином – плав красно-желтого цвета
- 7) Салазодин - нагревают, образуется плав фиолетово-красного цвета

Количественное определение

- 1) Нитритометрия f=1
- 2) Неводная алкалометрия в ДМФА f=1
- 3) Ацидиметрия (для натриевых солей) f=1. Индикатор – м/ор + м/с
- 4) Броматометрия, йодатометрия f=1/4 (Фталазол f=1/8)
- 5) Аргентометрия по методу Мора

15. Соединения магния, кальция: магния сульфат, кальция хлорид. Получение. Методы анализа. Хранение. Стандартные операции при применении методик контроля качества.

Ответ:

Магния сульфат MgSO<sub>4</sub>      Бесцветные, прозрачные кристаллы,  
выветривающиеся на воздухе      Р в воде, ПНР в  
95% спирте

Получение: MgCO<sub>3</sub> + H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> → MgSO<sub>4</sub> + CO<sub>2</sub> + H<sub>2</sub>O

Подлинность: Mg<sup>2+</sup>

1)  $Mg^{2+} + Na_2HPO_4 + NH_4OH + 5H_2O \rightarrow MgNH_4PO_4 \cdot 6H_2O \downarrow + 2Na^+$  Белый крист., растворим в уксусной и минеральных кислотах

2)  $SO_4^{2-} + BaCl_2 \rightarrow BaSO_4 \downarrow$

Количественное определение

1) Прямая комплексонометрия в среде аммиачного буфера с pH 9,5-10,0. Индикатор эриохром черный Т. Титруют раствором трилона Б (0,05 моль/л) от красно-фиолетового до синего окрашивания.  $f_{экв} = 1$

Кальция хлорид

$CaCl_2$  - Бесцветные кристаллы без запаха. Очень гигроскопичны, на воздухе расплывается. ОЛР в воде, вызывает при этом сильное охлаждение раствора, ЛР в 95% спирте.

Получение:  $Ca^{2+} + HCl \rightarrow CaCl$

Подлинность:

1)  $Ca^{2+}$  (предварительно растворяют в р-ре HCl)

$Ca^{2+} + C_2O_4(NH_4)_2 \rightarrow CaC_2O_4 + 2NH_4^+$

Белый осадок, нерастворимый в  $CH_3COOH$ , растворе  $NH_3$ , растворимый в разбавленных неорганических кислотах

2)  $Cl^- + AgNO_3 \rightarrow AgCl \downarrow + NO_3^-$  - белый творожистый осадок

$AgCl + 2NH_4OH \rightarrow [Ag(NH_3)_2]Cl + 2H_2O$

Количественное определение

1) Прямая комплексонометрия в среде аммиачного буфера с pH 9,5-10,0. Индикатор хромовый темно - синий. Титруют раствором трилона Б (0,05 моль/л) от красной до фиолетового окрашивания.  $f_{экв} = 1$

16. Соединения цинка: цинка оксид, цинка сульфат. Получение, методы анализа, хранение. Стандартные операции при применении методик контроля качества.

Ответ:

Цинка оксид  $ZnO$  Белый аморфный порошок без запаха ПНР в воде и в спирте, Р в р-рах щелочей и мин. к-т

Получение:  $2ZnS + 3O_2 \rightarrow 2ZnO + 2SO_2$

Подлинность:

1) С сульфидом натрия выпадает белый осадок, легко растворим в HCl.

$Zn^{2+} + Na_2S \rightarrow ZnS \downarrow + 2Na^+$

$ZnS + HCl \rightarrow ZnCl_2 + H_2S$

2) С гексацианоферратом калия - белый аморфный студенистый осадок, ПНР в HCl.

$3Zn^{2+} + 2K_4[Fe(CN)_6] \rightarrow K_2Zn_3[Fe(CN)_6]_2 \downarrow + 6K^+$

Количественное определение

1) Прямая комплексонометрия. Титрант: трилон Б, pH=9,5-10. Инд – кислотный хром черный специальный.  $f_{экв} = 1$  Титруют о синей до красной окраски.

Цинка сульфат

$ZnSO_4$  Бесцветные прозрачные кристаллы или мелкокристаллический порошок без запаха. На воздухе выветривается,

водный раствор имеет кислую реакцию ОЛР в воде, ПНР в спирте, Р глицерине.

Получение:  $Zn + H_2SO_4 \rightarrow ZnSO_4 + H_2$

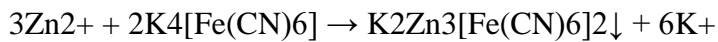
Подлинность:

1)  $Zn^{2+}$

С сульфидом натрия выпадает белый осадок, легко растворим в HCl.  $Zn^{2+} + Na_2S \rightarrow ZnS \downarrow + 2Na^+$

$ZnS + HCl \rightarrow ZnCl_2 + H_2S$

2) С гексацианоферратом калия - белый аморфный студенистый осадок, ПНР в HCl.

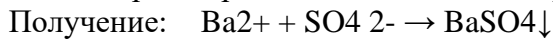


Количественное определение

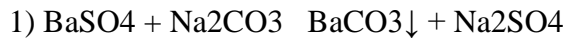
1) Прямая комплексонометрия. Титрант: трилон Б, рН=9,5-10. Инд – кислотный хром черный специальный. fэкв = 1 Титруют о синей до красной окраски.

17. Бария сульфат. Получение, методы анализа. Хранение. Стандартные операции при применении методик контроля качества.

Ответ: Бария сульфат  $\text{BaSO}_4$  Белый, тонкий рыхлый порошок без запаха, НР в воде, в растворах кислот и щелочей, органических растворителях.



Подлинность:



Осадок фильтруют, в фильтрате после удаления  $\text{CO}_2$  доказывают наличие сульфат-ионов.



Осадок на фильтре обрабатывают  $\text{HCl}$ .



Количественное

определение

1) Прямая комплексонометрия. Индикатор: пирокатехиновый фиолетовый. рН=2-3 ( $\text{HNO}_3$ ). Титрант – трилон Б. fэкв = 1 Титруют от синей до желтой.

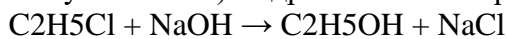
18. Спирты. Общая характеристика. Спирт этиловый, глицерин. Получение, методы анализа. Хранение. Стандартные операции при применении методик контроля качества

Ответ:

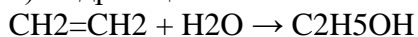
Спирт этиловый

$\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$  Прозрачная бесцветная подвижная жидкость с характерным спиртовым запахом Смешивается с водой, хлороформом, ацетоном и глицерином во всех отношениях

Получение: 1) Гидролиз галогенпроизводных (хлорэтила)



2) Гидратация этена

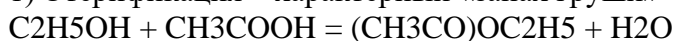


3) Восстановление ацетальдегида



Подлинность:

1) Этерификация – характерный «запах груши»



2) Образование йодоформа – желтый осадок и запах



3) Образование солей хрома(III) зеленого цвета и появление запаха ацетальдегида



4) Появление запаха ацетальдегида



Количественное определение:

1) Обратная йодометрия, индикатор – крахмал, f = 1/4

Глицерин



Прозрачная, бесцветная или почти бесцветная, сиропообразная жидкость без запаха.

Гигроскопичен. Смешивается с водой и спиртом 96 %, мало растворим в ацетоне, практически не растворим в жирных маслах

Получение:

- 1) Гидролиз жирных масел
- 2) Из пропилена

Подлинность:

- 1) Образование акролеина - запах акролеина

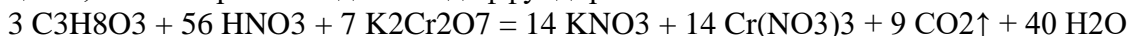
глицерин  $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CHO} + 2\text{H}_2\text{O}$



почернение бумажки, смоченной реактивом Несслера

- 2) Образование комплекса синего цвета с медью

- 3) +  $\text{HNO}_3$  (конц),  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ . На границе раздела жидкостей образуется кольцо синего цвета; синяя окраска не должна диффундировать в нижний слой в течение 10 мин.



Количественное определение

Периодатный метод - обратное титрование. Индикатор - фенолфталеин, до розового окрашивания. Титрант -  $\text{NaOH}$ ,  $f = 1$

19. Альдегиды и их производные. Раствор формальдегида, хлоралгидрат,

гексаметиленetetрамин. Способы получения, общие и частные методы анализа, хранение.

Стандартные операции при применении методик контроля качества.

Ответ: Раствор формальдегида  $\text{НСОН}$

Прозрачная, бесцветная жидкость своеобразного острого запаха. Смешивается во всех соотношениях с водой и спиртом

Подлинность:

- 1) Реакция «серебряного зеркала».

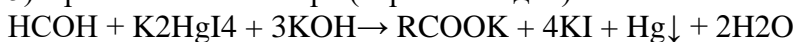
- 2) с салициловой к-той (обр. красное окрашивание)

- 3) с хромотроповой к-той (появляется фиолетовое окрашивание)

- 4) с фуксинсернистой (бесцветный  $\rightarrow$  красно-фиолетовый)

кислота  $\text{NHSO}_2\text{H}$   $\text{NHSO}_2\text{CH}_2\text{OH}$

- 5) с реактивом Несслера (черный осадок)



- 6) с реактивом Фелинга (кирпично-красный осадок)

Количественное определение

- 1) Обратная йодометрия,  $f = 1/2$ , титрант-  $\text{NaOH}$

- 2) Косвенная алкалметрия в присутствии пергидроля. Ind - ф/ф, до исчезновения розовой окраски  $f = 1$

Гексаметилентетрамин (Метенамин)

БКП без запаха

ЛР в воде, Р в спирте 95% и хлороформе, ОМР в эфире.

Подлинность:

- 1) Кислотный гидролиз

Количественное определение

- 1) Обратная ацидиметрия. Ind-м/о  $f = 1/4$

- 2) Прямая ацидиметрия в неводной среде

- 3) Обратная йодхлорметрия

20. Терпены. Общая характеристика и классификация. Значение работ отечественных ученых по изысканию средств из группы терпенов. Получение камфоры из пихтового масла. Камфора, бромкамфора, ментол, валидол. Методы анализа, хранение. Стандартные операции при применении методик контроля качества

Ответ: Ментол

Рацемический

Бесцветные кристаллы с сильным запахом перечной мяты и охлаждающим вкусом. ОЛР в спирте 96 %, эфире, уксусной кислоте, ЛР в жидком парафине и жирных маслах, ОМР в воде.

Подлинность:

- 1) Окислении в  $H_2SO_4$  к в присутствии ванилина дает желтое окрашивание, при добавлении воды появляется малиново-красное окрашивание)
- 2) Реакция с фурфуролом и  $H_2SO_4$  (фиолетовое окрашивание)

Количественное определение

- 1) Алкалиметрия ментола Титрант- NaOH Индикатор- ф/ф

Валидол

Прозрачная бесцветная или слегка окрашенная маслянистая жидкость с запахом ментола. Смешивается со спиртом 96 % и хлороформом, не смешивается с водой.

Подлинность:

- 1) Окислении в  $H_2SO_4$  к в присутствии ванилина дает желтое окрашивание, при добавлении воды появляется малиново-красное окрашивание)
- 2) Реакция с фурфуролом и  $H_2SO_4$  (фиолетовое окрашивание) – реакция как выше

Количественное определение

- 1) Алкалиметрия. Титрант- NaOH. Индикатор- ф/ф.  $f = 1$

Камфора

рацемическая

БК куски или БКП. Обладает сильным характерным запахом и пряным горьковатым, затем охлаждающим вкусом. МР в воде, ЛР в 95% спирте, ОЛР в эфире и хлороформе, ЛР в жирных и эфирных маслах.

Подлинность:

- 1) Бромкамфора + NaOH + Zn NaBr + ZnO + камфора
- 2) с хлорамином: Ph-SO<sub>2</sub>-N(Na)Cl + NaBr Ph-SO<sub>2</sub>NH<sub>2</sub> + NaCl + Br<sub>2</sub> (хлороформный слой буро-оранжевый)

Количественное определение

- 1) Аргентометрия, после минерализации

21. Сравнительная характеристика методов количественного определения солей карбоновых кислот: кальция лактата, кальция глюконата, калия ацетата, натрия цитрата. Стандартные операции при применении методик контроля качества

Ответ: Кальция лактат

Белый мелкий порошок. В воде Р медленно с обр. мутных р-ров. ЛР в горячей воде, ОМР в спирте, эфире и хлороформе.

Получение:  $CH_3-CH(OH)-COOH + CaCO_3 \rightarrow (CH_3-CH(OH)-COO)_2Ca$

Подлинность:

- 1)  $Ca^{2+} + C_2O_4(NH_4)_2 \rightarrow CaC_2O_4 + 2NH_4^+$  - белый осадок, нерастворимый в  $CH_3COOH$ , растворимый в разбавленных неорганических кислотах
- 2) Лактат-ион

Разложение перманганатом калия в кислой среде. Образуется ацетальдегид, имеющий своеобразный запах.

Количественное определение

- 1) Прямая комплексонометрия. Среда аммиачного буфера с pH 9,5-10,0. Индикатор хромовый темно-синий. Титруют раствором трилона Б (0,05 моль/л) от красной до фиолетового окрашивания.  $f_{экв} = 1$

### Кальция глюконат

Белый или почти белый зернистый или кристаллический порошок без запаха. Легко растворим в кипящей воде, умеренно (медленно) растворим в воде, практически нерастворим в спирте 96 %.

Получение: Глюкоза +  $\text{CaCl}_2 \rightarrow$  Кальция глюконат

Подлинность:

1)  $\text{Ca}^{2+} + \text{C}_2\text{O}_4(\text{NH}_4)_2 \rightarrow \text{CaC}_2\text{O}_4 + 2\text{NH}_4^+$  - белый осадок, нерастворимый в  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , растворимый в разбавленных неорганических кислотах

Реакция на глюконат-ион

- 1) С  $\text{FeCl}_3$  – светло-зеленое окрашивание
- 2) С фенилгидразином

### Количественное определение

Прямая комплексометрия. Среда аммиачного буфера с pH 9,5-10,0. Индикатор хромовый темно-синий. Титруют раствором трилона Б (0,05 моль/л) от красной до фиолетового окрашивания.  $f_{\text{экв}} = 1$

### Калия ацетат

#### $\text{CH}_3\text{COOK}$

Белый кристаллический порошок без запаха или со слабым запахом уксусной кислоты, солоноватого вкуса. Гигроскопичен, расплывается на воздухе. Очень легко растворим в воде, легко растворим в спирте.

Получение:  $\text{CH}_3\text{COOH} + \text{KOH} \rightarrow \text{CH}_3\text{COOK}$

Подлинность:

- 1)  $\text{K}^+$
- 2) На ацетат-анион

### Количественное определение

- 1) Неводное титрование в ледяной уксусной кислоте.
- 2) Прямая ацидиметрия.
- 3) Натрия цитрат

Белые кристаллы или кристаллический порошок без запаха, выветривающиеся на воздухе Р в воде, ПНР в спирте

Получение: Лимонная кислота +  $3\text{Na}_2\text{CO}_3 \rightarrow$  Цитрат натрия

Подлинность:

1. С пироантимонатом калия- белый осадок, кристалл  
 $\text{Na} + \text{K}[\text{Sb}(\text{OH})_6] \rightarrow \text{Na}[\text{Sb}(\text{OH})_6] \downarrow + \text{K}$

2. Образование кальциевой соли

### Количественное определение

1. Неводное титрование с кристаллическим фиолетовым
2. Прямая ацидиметрия
3. Обратная аргентометрия по Фольгарду

22. Сложные эфиры азотной кислоты. Нитроглицерин. Лекарственные формы. Схема синтеза нитроглицерина, методы анализа, особенности обращения. Хранение. Стандартные операции при применении методик контроля качества.

Ответ: Нитроглицерин  $\text{C}_3\text{H}_5(\text{NO}_2)_3$  - бесцветное, бледно-желтое масло, тяжелая вязкая жидкость. Растворим в спирте, органических растворителях, мало растворим в воде.

Подлинность:

1. Гидролиз с последующей идентификацией глицерина  
Фильтровальная бумага, смоченная пиперидином и нитропруридом натрия, окрасится в синий цвет, при попадании на нее акролеина.
2. Синее окрашивание с дифениламиноом (после гидролиза)

Количественное определение

1. Обратная алкалиметрия:  $f=1/5$ ;

23. Местноанестезирующие лекарственные вещества, производные диэтиламиноацетанилида: лидокаин, тримекаин. Схема синтеза, методы анализа. Хранение. Стандартные операции при применении методик контроля качества.

Ответ: Лидокаин

Белый или белый с желтоватым оттенком кристаллический порошок. ОЛР в воде, ЛР в спирте 96 %.

Тримекаин

Белый или белый с желтоватым оттенком кристаллический порошок. ОЛР в воде, ЛР в спирте 96 %.

Артикаина гидрохлорид

Белый или белый с желтоватым оттенком кристаллический порошок. ЛР в воде, ЛР в спирте 96

Подлинность:

Реакции на первичную аминогруппу (после гидролиза), реакции на хлорид

1) Лидокаин

С нитратом кобальта

Количественное определение

1) Неводное титрование.  $f=1$

2) Аргентометрия по Фаянсу. Индикатор – бромфеноловый синий (от желто-зеленого до фиолетового), среда - (СНЗСООН разв.)  $f_{экв} = 1$

3) Меркуриметрия. Среда - (HNO<sub>3</sub>), индикатор – дифенилкарбазон (до синего окрашивания).  $f_{экв} = 1$

4) Алкалиметрия (со спиртом и хлороформом). Индикатор – ф/ф,  $f_{экв} = 1$  (За счет связанного HCl)

24. Углеводы. Общая характеристика. Глюкоза, сахароза, лактоза, крахмал. Получение, методы анализа. Хранение. Стандартные операции при применении методик контроля качества.

Ответ: Глюкоза - Белый мелкокристаллический порошок сладкого вкуса

ЛР в воде, МР в спирте

Сахароза

БКП сладкого вкуса

ОЛР в воде, ПНР в безводном спирте, эфире, хлороформе.

Лактоза

БКП слабого сладкого вкуса

ЛР в воде, ОМР в спирте, ПНР в эфире и хлороформе.

Получение: Из крахмала в результате кислотного гидролиза – глюкоза, из сахарной свеклы - сахароза

Подлинность:

1) На глюкозу

С реактивом Фелинга (кирпично-красный осадок оксида меди)

С резорцином в HCl конц (красное окрашивание)

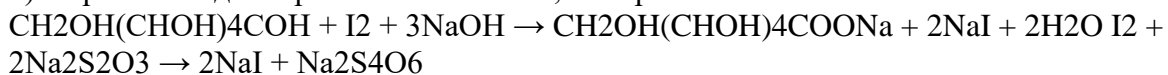
С фенолгидразином (до образования озазонов – желтые осадки с характерной тплав)

На сахарозу

После гидролиза дает качественные реакции на глюкозу

Количественное определение

1) Обратная йодометрия. Глюкоза  $f=1/2$ , Сахароза  $f=1/4$



2) Поляриметрия

Крахмал Амилоза + Амилопектин Очень мелкий белый порошок, при сжатии между пальцев скрипит. Практически не растворим

в холодной воде и в 96% спирте

Получение: Зерновые культуры

Подлинность:

Посинение после добавления йода

25. Сложные эфиры салициловой кислоты: кислота ацетилсалициловая, метилсалицилат, фенолсалицилат. Схема синтеза. Общие и частные методы анализа. Хранение.

Стандартные операции при применении методик контроля качества.

Ответ: Кислота ацетилсалициловая

БКП или БК со слабым запахом.

МР в воде, ЛР в спирте, Р хлороформе и эфире,

Подлинность:

1) После кислотного гидролиза реакция на салицилаты и запах  $\text{CH}_3\text{COOH}$

Количественное определение

1) Алкалиметрия в спирте. Индикатор-фенолфталеин (от бесцветного до розового окрашивания).  $f=1$ . Условие титрования-  $t=8-10^\circ\text{C}$  (во избежание гидролиза).

2) Обратная алкалиметрия (гидролизуем 0,5М NaOH и его избыток оттитровываем HCl). Индикатор-фенолфталеин (от розового до бесцветного окрашивания).  $f=1/2$ .

3) Обратная броматометрия после гидролиза, обратная йодхлорметрия и йодатометрия после гидролиза.  $f=1/4$

Метилсалицилат

БКП или БК со слабым запахом

ОМР в воде, смешивается со спиртом и эфиром во всех соотношениях

Фенолсалицилат

БКП или БК со слабым запахом

ПНР в воде, Р в спирте и NaOHp, ЛР в хлороформе, ОЛР в эфире

Подлинность:

1) С раствором  $\text{FeCl}_3$  в спирте - фиолетовое окрашивание

2) Кислотный гидролиз – по продуктам реакции на салицилаты (+ запах фенол)

3) Гидроксамовая проба (с Fe – красное окрашивание, с Cu – зеленое)

Количественное определение

1) Обратная алкалиметрия после кипячения на водяной бане с обратным холодильником. Индикатор – фенолфталеин (от розового до бесцветной окраски)

2) После гидролиза - Обратная броматометрия, обратная йодхлорметрия и йодатометрия

26. Производные гексагидропиримидин-2,4,6-триона (барбитуровой кислоты).

Фенобарбитал, тиопентал-натрий, гексобарбитал. Схема синтеза, методы анализа, хранение. Стандартные операции при применении методик контроля качества.

Ответ: Фенобарбитал

БКП ОМР в холодной воде, ТР в кипящей воде и хлороформе, ЛР в 95% спирте и в растворах щелочей, растворим в эфире.

Гексобарбитал

БКП без запаха и вкуса. ПНР в воде, ТР в 95% спирте и эфире, Р в растворах щелочей, ЛР в хлороформе.

Тиопентал-натрий

Сухая пористая масса желтоватого или желтовато-зеленого цвета со своеобразным запахом. ЛР в воде, ПНР в бензоле и эфире.

Подлинность:

1) С солями тяжелых металлов

2) С  $\text{CoCl}_2$  – у всех сине-фиолетовая окраска (связь через фенольный гидроксил) С  $\text{CuSO}_4$  - различно окрашенные комплексы.

Фенобарбитал – осадок бледно-сиреневого цвета. Тиопентал – желто-зеленое окр

3) С солями  $\text{Ag}$  барбитураты образуют нерастворимые соли белого цвета.

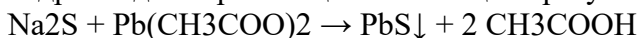
3) Конденсации с альдегидами (разные окраски):  $\text{HCOH}$  с  $\text{H}_2\text{SO}_4$ к – раствор марки; Ванилин  $\text{H}_2\text{SO}_4$ к - после кипячения появляется вишневое окрашивание, переходящее в сине-фиолетовое:

4) Барбитураты и их натриевые соли можно идентифицировать сплавлением с едкими щелочами, так как они при этом разрушаются с выделением аммиака:

Если подкислить  $\text{HCl}$ , то выделяется  $\text{CO}_2$  и ощущается запах жирной кислоты

Фенильный радикал в фенобарбитале – по образованию нитросоединени желтый цвет.

5) Тиопентал-натрий - содержащий атом серы в молекуле, при нагревании в присутствии гидроксида натрия и ацетата свинца образует черный осадок сульфида свинца:



6) Фенобарбитал - SE-реакции – по фенильному радикалу в 5- положении, например нитрование с последующим восстановлением нитрогруппы, диазотированием и азосочетанием:

7) Гексобарбитал – обесцвечивание бромной воды.

Количественное определение

1) Препараты лактамной (кислотной) формы - неводное титрование. Протофильный растворитель ДМФА; Титрант - 0,1 М  $\text{NaOH}$  в смеси метанола и бензола. Индикатор - тимоловый синий (до синей окраски).  $f=1$ .

Фенобарбитал можно и в воде в смеси с ацетоном или спиртом (препятствуют гидролизу образующейся соли). Индикатор тимолфталейн. Титрант  $\text{NaOH}$ .

2) Препараты солевой формы - ацидиметрия. Титрант  $\text{HCl}$ . Индикатор – метиловый оранжевый (до розовой окраски).  $f=1$ .

3) Аргентометрия в прямом и обратном вариантах.

4) Гексобарбитал - броматометрия по фрагменту циклогексена.

5) Меркуриметрия.  $f=1$

Избыток нитрата ртути оттитровывают ЭДТА. КТТ – по изменению окраски индикатора.

27. Общая характеристика производных амидов бензолсульфо кислоты. Классификация. Хлорамин Б, пантоцид. Схема синтеза, методы анализа. Хранение. Стандартные операции при применении методик контроля качества

Ответ: Хлорамин Б

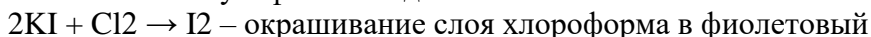
БКП с запахом хлора. ОЛР в воде и р-рах кислот

Галазон

БКП с запахом хлора. Р в воде, ЛР в горячей воде

Подлинность:

1) Гидролиз



2) На хлориды, на сульфаты после минерализации

3) С индикаторами (окисление индикаторов)

Количественное определение

1) Йодометрия  $f=1/2$ . Индикатор - крахмал

28. Производные пиразола. Общая характеристика. Феназон, метамизол-натрий, фенилбутазон. Схемы синтеза, методы анализа. Хранение. Стандартные операции при применении методик контроля качества.

Ответ: Феназон

БК или БКП без запаха, слабо горького вкуса. ОЛР в воде, ЛР в спирте, хлороформе, ТР в эфире.

Подлинность:

1) Реакция с раствором  $FeCl_3$  - Кроваво-красное окрашивание

2)  $Феназон + 3FeCl_3 = 2Феназон \cdot 3FeCl_3$

2) С  $I_2$  - осадок 4-йодфеназона

3) Реакция образования нитрозопроизводного - зелёное окрашивание и последующая реакция образование азокрасителя

Количественное определение

1) Обратная йодометрия. Среда - хлороформ  $f=1$

2) Йодхлорметрия

Пропифеназон

БКП (может быть желтый оттенок). МР в воде, ЛР в спирте, хлороформ

Подлинность:

1) Реакция с раствором  $FeCl_3$  - Кроваво-красное окрашивание, после добавления  $HCl$  – желтое

2) Окисление с  $AgNO_3$  – фиолетовое окрашивание, а затем серо-коричневый осадок

Количественное определение:

Ацидиметрия в неводной среде. (ГФ) Титрант: 0,1 М  $HClO_4$  в  $CH_3COOH$ (лед).

Метамизол- натрий

БКП (мб желтый оттенок). Р в 1,5 ч. воды, 160 ч. 95% спирта, ПНР в эфире, хлороформе и ацетоне.

Подлинность:

1) Реакция на  $Na^+$

2) При нагревании с минеральными кислотами анальгин выделяет сернистый газ и формальдегид, определяют по запаху:

3) Окисление с  $FeCl_3$  после кислотного гидролиза – синее окрашивание

4) Окисление с  $AgNO_3$  – белый осадок соли серебра, а затем металлическое серебро

5) На  $SO_4^{2-}$  после минерализации

Количественное определение

1) Прямая йодометрия в слабокислой среде.

Фенилбутазон

БКП (мб желтый оттенок). ПНР в воде, ТР в спирте, ЛР в хлороформе,  $NaOH$ , ПНР в  $HCl$

Подлинность:

1) С  $NaNO_2$  и  $H_2SO_4$  – оранжевое в вишневое

2) С  $CuSO_4$  - серо-голубой осадок

3) Окисление с  $AgNO_3$  – белый осадок соли серебра, а затем металлическое серебро

Количественное определение

1) Прямая алкаиметрия: Индикатор – фенолфталеин (до розовой окраски), Титрант –  $NaOH$ , Растворитель – ацетон (нейтрализуется по ФФ)

2) Йодхлорметрия, индикатор – крахмал

3) Цериметрия

29. Производные пиридин-4-карбоновой кислоты (изоникотиновой кислоты) как противотуберкулезные средства. Изониазид, фтивазид. Схема синтеза, методы анализа, хранение. Стандартные операции при применении методик контроля качества.

Ответ: Изониазид

Белый кристаллический порошок без запаха

Легко растворим в воде, кислотах и щелочах, трудно в спирте

Подлинность:

- 1) Окисление меди сульфатом - голубое окрашивание, при нагревании кирпично-красное окрашивание и выделение пузырьков газа
2. С аммиачным раствором серебра – желтый осадок, при нагревании темнеет и выделяется металлическое серебро
3. Реакция Цинке
4. Конденсация - вишнево-красного цвета.

Количественное определение

1. Обратная йодометрия  $f = 1/4$ . Индикатор – крахмал (обесцвечивание раствора)
2. Броматометрия (прямая и обратная).

При прямой индикатор- метиловый красный (до исчезновения красного окрашивания)  $f = 1/6$

При обратной индикатор-крахмал (до обесцвечивания)  $f = 1/4$

3. Неводная ацидиметрия в среде ледяной уксусной кислоты. Индикатор- кристаллический фиолетовый (переход окраски от фиолетовой до синей)  $f = 1$
3. Нитритометрия с внешним индикатором (присоединение по гидразину)  $f = 1$

Фтивазид

Светло-желтый или желтоватый мелкокристаллический порошок со слабым запахом ванилина. Очень мало растворим в воде, легко растворим в растворах кислот и щелочей с усилением окрашивания

Подлинность:

1. С едким натром и соляной кислотой разведенной. От NaOH светло-желтая окраска переходит в оранжево-желтую. При HCl раствор становится желтым, а затем в оранжево-желтый цвет.
2. С соляной к-той – запах ванилина
3. Реакция Цинке
4. С  $KMnO_4$  - обесцвечивание

Количественное определение

1. Ацидиметрия в среде ледяной уксусной кислоты. Индикатор- кристаллический фиолетовый (переход окраски от красно-коричневого до серо-зеленого)  $f = 1$
2. Йодатометрия (без индикатора) – после гидролиза. Титруют до обесцвечивания хлороформного слоя  $f = 1/4$

30. Производные п-аминосалициловой кислоты как противотуберкулезные средства. Натрия п-аминосалицилат, бепаск. Схема синтеза, методы анализа, хранение. Стандартные операции при применении методик контроля качества.

Ответ:

Натрия п- аминсалицилат

БМКП. ЛР в воде, ТР в спирте

Подлинность:

1. Реакции на Na, салицилаты и первичную аминогруппу

Количественное определение

- 1) Нитритометрия  $f = 1$
- 2) Ацидиметрия  $f = 1$
- 3) Броматометрия, йодхлорометрия  $f = 1/2$

31. Нестероидные противовоспалительные средства: диклофенак-натрий, ибупрофен. Методы анализа, хранение. Стандартные операции при применении методик контроля качества.

Ответ:

### Ибупрофен

Белый или почти белый кристаллический порошок с характерным запахом. ЛР в спирте, хлороформе,

Подлинность: ИК и УФ, ВЭЖХ

Количественное определение

1. Алкалометрия. Индикатор – фенолфталеин

### Диклофенак- натрий

Белый или почти белый кристаллический порошок с характерным запахом.

ЛР в спирте, хлороформе,

Подлинность:

1) Реакция на натрий - с пироантимонатом калия- белый осадок

2) Реакция на хлориды после минерализации

3) При добавлении HCl образуется белый осадок 2-[2,6-(дихлорфенил)-амино]-фенилуксусной кислоты, которая частично превращается в индолинон.

4) Осадки с тяжелыми металлами – AgNO<sub>3</sub> (белый), FeCl<sub>3</sub> (желто -коричневый), CuSO<sub>4</sub> (светлозеленый)

Количественное определение

1. Неводное титрование. Индикатор – кристаллический фиолетовый (до зеленовато-голубого окрашивания). Титрант – HClO<sub>4</sub>, среда- CH<sub>3</sub>COOH лед.

3. Пройдите собеседование по билету экзамена. Пройдите собеседование по вопросу из категории 2

На собеседовании обучающийся имеет право на предварительную подготовку в течение 40 минут.

Экзаменационный билет состоит из 2 вопросов (один из категории 1, один – из категории 2) и задачи (принцип формирования билета - случайный выбор).

Перечень вопросов категории 2:

1. Фотометрия. Теоретические основы метода. Применение фотоколориметрии в анализе нитроглицерина, нитрофура. Стандартные операции на аналитическом оборудовании для характеристики лекарственных средств.

Ответ: Спектрофотометрия в ультрафиолетовой и видимой областях спектра – это метод молекулярной абсорбционной спектроскопии, основанный на измерениях и изучении спектров поглощения электромагнитного излучения молекулами в оптической области. Измерения обычно проводят в ближней ультрафиолетовой области (диапазон волн приблизительно 180–400 нм) и видимой области (диапазон волн приблизительно 400–800 нм).

*Пример методики для нитрофура:* 5,00 мл (точный объём, «навеска») анализируемого раствора помещают в мерную колбу на 100 мл, прибавляют воду до метки и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность приготовленного разведения на спектрофотометре при длине волны 375 нм, в кювете с толщиной слоя 1 см (раствор сравнения вода). Содержание (%) нитрофура в растворе рассчитывают по формуле:

$$\frac{A_x^{375} \times V_{\text{МК}}}{A_{1\text{см}}^{1\%} \times l \times a}$$

2. Выбор методов анализа галогенсодержащих лекарственных веществ в зависимости от природы галогена и химической структуры. Методы анализа галотана, йодоформа, билигноста. Стандартные операции на аналитическом оборудовании для характеристики лекарственных средств

Ответ: Галотан (Фторотан)

Подлинность:

1) Минерализация (сплавление с металлическим Na)



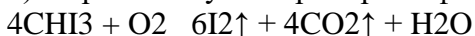
Затем добавляют ледяную уксусную кислоту и комплекс циркония с алазариновым красным.

Количественное определение: ИК-спектроскопия

Йодоформ  $\text{CHI}_3$

Подлинность:

1) Пиролиз в сухой пробирке - фиолетовые пары.



2) Мокрая минерализация - фиолетовые пары йода.  $\text{CHI}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4(\text{к}) \rightarrow \text{I}_2\uparrow$

3) Реакция с серебра нитратом  $\text{CHI}_3 + 3\text{AgNO}_3 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow 3\text{AgI}\downarrow + 3\text{HNO}_3 + \text{CO}$

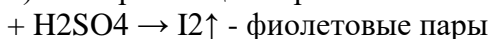
Количественное определение

1) Аргентометрия. Метод Фольгарда.

Билигност

Подлинность:

1) Минерализация серной кислотой



Количественное определение:

1) Косвенная йодометрия после минерализации

2) Аргентометрия по Фаянсу после расщепления цинком в щелочной среде.

3) Обратная алкаиметрия

3. Источники и причины недоброкачества лекарственных веществ. Определение общих и специфических примесей. Стандартные операции на аналитическом оборудовании для характеристики лекарственных средств.

Ответ: А. По источникам попадания:

- технологические
- специфические (родственные)
- механические

Б. По способу определения:

- определяемые эталонным методом (допустимые)
- определяемые безэталонным методом (недопустимые)

В. По принадлежности:

- общие (методики в ОФС)
- частные (методики в частной ФС)

4. Причины и источники недоброкачества лекарственных веществ. Методы определения доброкачества лекарственных веществ. Определение общих и специфических примесей. Стандартные операции на аналитическом оборудовании для характеристики лекарственных средств

Ответ: Алюминий

Открывающий реактив Р-р гидроксихинолина в хлороформе

Растворитель-экстрагент хлороформ

Эталон Алюминия-калия сульфата додекагидрат  $AlK(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$  ОФС.1.3.0004  
«Стандартные р-ры»

$\lambda$  возбуждения 392 нм

$\lambda$  флуоресценции 518 нм

Аммоний

Открывающий реактив Щелочной раствор калия тетраидомеркурата (реактива Несслера)

Вспомогательный реактив -

Эталон Р-р аммония хлорида

Время экспозиции 5 мин

Аналитический эффект реакции Жёлтое окрашивание – концентрация  $NH_4^+$   
- 2 мкг/мл

При высоких концентрациях иона – жёлто- бурый осадок

Кальций

Открывающий реактив Р-р оксалата аммония 4%

Вспомогательный реактив Р-р хлорида аммония, р-р аммиака (1 : 1)

Эталон Кальция карбонат

Время экспозиции 10 мин (1 метод), 15 мин (2 метод)

Аналитический эффект

реакции помутнение р-ра или белый мелкокристаллический осадок: не растворим в уксусной кислоте,

растворим в минеральных кислотах

Ртуть

Открывающий реактив 0,00125% раствор дитизона в хлороформе

Вспомогательный реактив серная кислота 1М, уксусная кислота 6М

Стандартный раствор Р-р ртути дихлорида 1 мкг/мл в разведённой азотной кислоте

Максимум поглощения 498 нм

Оценка качества Оптическая плотность испытуемого раствора не должна превышать оптическую плотность стандартного раствора

Сульфаты

Открывающий реактив раствор хлорида бария 5%

Вспомогательный реактив разведённая соляная кислота 8,3%

Стандартный раствор раствор калия сульфата 10 мкг/мл

Время экспозиции 10 мин

Аналитический эффект белая муть или белый осадок сульфата бария

5. Йодометрия. Теоретические основы и характеристика метода. Применение в фарманализе на примере раствора формальдегида, меди сульфата, метионина, метамизола-натрия, калия перманганата. Стандартные операции на аналитическом оборудовании для характеристики лекарственных средств.

Ответ:

1) Определение формальдегида - Обратная йодометрия

2) Определение меди сульфата – Прямая йодометрия

3) Определение метионина - Обратная йодометрия в  $K_2HPO_4$ ,  $KH_2PO_4$

4) Метамизол-натрия - Прямая йодометрия в слабокислой среде

6. Нитритометрия. Теоретические основы и характеристика метода. Применение в фармацевтическом анализе на примере сульфаниламида, тетракаина гидрохлорида, прокаина гидрохлорида, изониазида. Стандартные операции на аналитическом оборудовании для характеристики лекарственных средств.

Ответ: Нитритометрия - метод титриметрического анализа, при котором в качестве титрованного раствора используется раствор натрия нитрита.

Применяется для количественного определения соединений, содержащих первичную или вторичную ароматическую аминогруппу, для определения гидразидов, а также ароматических нитросоединений после предварительного восстановления нитрогруппы до аминогруппы.

Точку эквивалентности определяют электрометрическими методами (потенциометрическое титрование, титрование "до полного прекращения тока") или с помощью внутренних индикаторов и внешнего индикатора (йодкрахмальная бумага).

В качестве внутренних индикаторов используют тропеолин ОО (4 капли раствора), тропеолин ОО в смеси с метиленовым синим (4 капли раствора тропеолина ОО и две капли раствора метиленового синего), нейтральный красный (две капли в начале и две капли в конце титрования).

Титрование с тропеолином ОО проводят до перехода окраски от красной к желтой, со смесью тропеолина ОО с метиленовым синим - от краснофиолетовой к голубой, с нейтральным красным - от красно-фиолетовой к синей. Выдержку в конце титрования с нейтральным красным увеличивают до 2 мин.

7. Применение методов минерализации органических веществ: пиролиз, "сухая" и "мокрая" минерализация, сжигание в атмосфере кислорода. Определение в органических соединениях азота, серы, фосфора, галогенов (фтора, хлора, брома, йода). Стандартные операции на аналитическом оборудовании для характеристики лекарственных средств.

Ответ: 1) Сухая минерализация:

- спекание с сухой спекающей смесью (например, подлинность хлорпропамида)
- обнаружение азота (использование смеси безводных натрия карбоната и натрия тиосульфата)

2) Пиролиз (например, подлинность йодоформа – нагревание приводит к образованию фиолетовых паров йода)

3) Мокрая минерализация

- серная концентрированная кислота (например, подлинность билигноста)
- обнаружение серы (использование смеси азотной и соляной кислоты)

8. Броматометрия. Теоретические основы и характеристика метода. Применение в фармацевтическом анализе на примере тимола, фенилбутазона, изониазида. Стандартные операции на аналитическом оборудовании для характеристики лекарственных средств.

Ответ: Броматометрия – это метод титриметрического анализа, основанный на использовании окислительно-восстановительных реакций между бромом и определяемыми веществами или на способности брома вступать в реакции замещения.

1) Определение тимола - прямая броматометрия в  $H_2SO_4$ . Индикатор-метиловый оранжевый до обесцвечивания.

2) Определение изониазида - броматометрия (прямая и обратная).

С индикатором - метиловый красный (до исчезновения красного окрашивания).

9. Броматометрия. Теоретические основы и характеристика метода, применение его в фармацевтическом анализе на примере резорцинола, кислоты салициловой, сульфацида натрия. Стандартные операции на аналитическом оборудовании для характеристики лекарственных средств.

Ответ: Броматометрия – это метод титриметрического анализа, основанный на использовании окислительно-восстановительных реакций между бромом и определяемыми веществами или на способности брома вступать в реакции замещения.

1) Определение резорцина - обратная броматометрия в  $H_2SO_4$  с образованием бромпроизводного. Индикатор-крахмал, до обесцвечивание синего р-ра.

2) Определение салициловой кислоты - обратная броматометрия в  $H_2SO_4$  с образованием бромпроизводного. Индикатор-крахмал, до обесцвечивание синего р-ра.

10. Рефрактометрия. Теоретические основы метода, применение для контроля качества лекарственных препаратов на примере анализа кордиамина. Стандартные операции на аналитическом оборудовании для характеристики лекарственных средств.

Ответ: Рефрактометрия - метод анализа лекарственных средств, основанный на определении показателя преломления испытуемого вещества.

Показателем преломления (индексом рефракции) называют отношение скорости света в вакууме к скорости света в испытуемом веществе (абсолютный показатель преломления). На практике определяют так называемый относительный показатель преломления ( $n$ ), который является отношением скорости света в воздухе к скорости света в испытуемом веществе.

Показатель преломления зависит от температуры и длины волны света, при которой проводят определение. В растворах показатель преломления зависит также от концентрации вещества и природы растворителя.

$$X = (n - n_0)/F$$

где

$n$  - показатель преломления испытуемого раствора;

$n_0$  - показатель преломления растворителя при той же температуре;

$F$  - фактор, равный величине прироста показателя преломления при увеличении концентрации испытуемого раствора на 1% (устанавливается экспериментально).

11. Комплексометрия. Характеристика метода. Применение в фармацевтическом анализе на примерах магния сульфата, меди сульфата, висмута нитрата основного, кальция глюконата. Стандартные операции на аналитическом оборудовании для характеристики лекарственных средств.

Ответ: Титрант: трилон Б,  $pH=9,5-10$ ,  $f=1$

Для солей Mg, Zn, Ca, Bi

Проходит в несколько стадий:

1) Взаимодействие с индикатором:

$Me + Ind \rightarrow (Me*Ind)$  – неустойчивое соединение

2) Титрование трилоном Б с образованием комплекса вещества с комплексоном

3) Взаимодействие избытка титранта с комплексом вещество-индикатор

Примеры индикаторов:

Эриохром черный Т - с фиолетового до синего окрашивания

Хромовый тёмно-синий (кислотный хром тёмно-синий) - от красной до фиолетового окрашивания

Пирокатехиновый фиолетовый - от синей до желтой

12. Перманганатометрия. Характеристика метода. Применение в фармацевтическом анализе на примере раствора водорода пероксида, изониазида. Стандартные операции на аналитическом оборудовании для характеристики лекарственных средств

Ответ: 1) Определение пероксида водорода – прямая перманганатометрия в серной кислоте с образованием кислорода. Индикатор отсутствует.

2) Определение изониазида – прямая перманганатометрия в серной кислоте с образованием никотиновой кислоты и азота.

13. Кислотно-основное титрование. Характеристика метода, выбор условий. Применение на примерах кислоты ацетилсалициловой, фтивазида, изониазида, натрия бензоата. Стандартные операции на аналитическом оборудовании для характеристики лекарственных средств.

Ответ: 1) Определение ацетилсалициловой кислоты:

- Алкалометрия в спирте. Индикатор-фенолфталеин (от бесцветного до розового окрашивания). Условие титрования-  $t=8-10C$  (во избежание гидролиза).

- Обратная алкалометрия (гидролиз 0,5M NaOH и его избыток оттитровывается HCl). Индикатор-фенолфталеин (от розового до бесцветного окрашивания).

2) Определение фтивазида - ацидиметрия в среде ледяной уксусной кислоты. Индикатор-кристаллический фиолетовый (переход окраски от красно-коричневого до серо-зеленого)

3) Определение бензоата натрия - прямая ацидиметрия. Ind - м/о+м/с. Добавляют эфир для извлечения к-ты до сиреневой окраски

14. Кислотно-основное титрование на примерах фталилсульфатиазола, тримекаина, натрия салицилата, сульфацетамида-натрия, бутамида. Выбор условий, характеристика методов. Стандартные операции на аналитическом оборудовании для характеристики лекарственных средств.

Ответ: 1) Определение тримекаина - алкалиметрия (со спиртом и хлороформом для извлечения основания). Индикатор – ф/ф.

2) Определение натрия салицилата - прямая ацидиметрия. Титрант HCl. Добавляют эфир для извлечения к-ты.

3) Определение бутамида - алкалиметрия, прямое титрование спиртового раствора. Индикатор - тимолфталеин (до голубого окрашивания)

15. Кислотно-основное титрование. Характеристика метода, выбор условий анализа на примере натрия бензоата, барбитала-натрия, гексаметилентетрамина, кислоты глютаминовой, фтивазида. Стандартные операции на аналитическом оборудовании для характеристики лекарственных средств.

Ответ: 1) Определение бензоата натрия - прямая ацидиметрия. Ind - м/о+м/с. Добавляют эфир для извлечения к-ты до сиреневой окраски

2) Определение барбитала-натрия – прямая ацидометрия HCl с индикатором метиловым оранжевым до розовой окраски

3) Определение гексаметилентетрамина:

- Обратная ацидиметрия с индикатором – м/о

- Прямая ацидиметрия в неводной среде с индикатором кристаллическим фиолетовым

16. Кислотно-основное титрование в неводных средах. Выбор условий. Применение в фармацевтическом анализе на примере никотинамида, дифенгидамина гидрохлорида, изониазида, фенобарбитала, фталилсульфатиазола. Стандартные операции на аналитическом оборудовании для характеристики лекарственных средств.

Ответ: 1) Определение дифенгидамина гидрохлорида - неводное титрование. Индикатор – кристаллический фиолетовый (до зеленовато-голубого окрашивания). Титрант – HClO<sub>4</sub>, среда- CH<sub>3</sub>COOH ледяная

2) Определение изониазида - неводная ацидиметрия в среде ледяной уксусной кислоты. Индикатор-кристаллический фиолетовый (переход окраски от фиолетовой до синей).

3) Определение фенобарбитала - неводное титрование. Протофильный растворитель ДМФА; Титрант - 0,1 М NaOH в смеси метанола и бензола. Индикатор - тимоловый синий (до синей окраски).

4) Определение фталилсульфатиазола - неводное титрование. Протофильный растворитель ДМФА; Титрант - 0,1 М NaOH в смеси метанола и бензола. Индикатор - тимоловый синий (до синей окраски).

17. Особенности анализа органических лекарственных веществ, содержащих ковалентно связанный галоген. Определение ковалентно связанного хлора, брома, йода на примере хлорэтила, бромкамфоры, йодоформа. Стандартные операции на аналитическом оборудовании для характеристики лекарственных средств.

Ответ: 1) Определение хлорэтила - аргентометрия (Метод Фольгарда) после щелочного гидролиза.

2) Определение бромкамфоры - аргентометрия (Метод Фольгарда) после минерализации

3) Определение йодоформа – аргентометрия (Метод Фольгарда) в спиртовой среде.

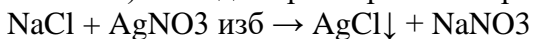
18. Применение аргентометрии для анализа органических лекарственных веществ. Выбор условий анализа на примере бромкамфоры, тетракаина гидрохлорида, сульфаниламидов. Стандартные операции на аналитическом оборудовании для характеристики лекарственных средств.

Ответ: 1) Определение бромкамфоры - аргентометрия (Метод Фольгарда) после минерализации

2) Определение тетракаина - аргентометрия (по Фаянсу). Индикатор – бромфеноловый синий (от желто-зеленого до фиолетового), среда - (CH<sub>3</sub>COOH разв.)

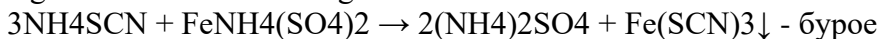
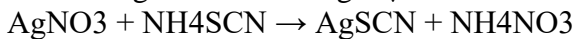
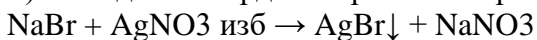
19. Аргентометрия. Сравнительная характеристика и особенности использования методов Мора, Фаянса, Фольгарда. Применение в фармацевтическом анализе. Стандартные операции на аналитическом оборудовании для характеристики лекарственных средств.

Ответ: А) Метод Мора – прямое титрование для Cl<sup>-</sup> и Br<sup>-</sup>. f=1



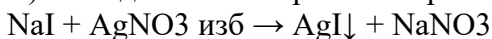
Ограничения метода: нейтральная среда

Б) Метод Фольгарда – обратное титрование для Br<sup>-</sup>, Cl<sup>-</sup>, I<sup>-</sup>. f=1



Ограничения метода: Кислая среда (HNO<sub>3</sub>)

В) Метод Фаянса – прямое титрование для I<sup>-</sup>. f=1



Индикатор - эозинат натрия – розовое окрашивание

Ограничения метода: слабокислая среда (CH<sub>3</sub>COOH)

20. Методы определения температуры плавления, кипения, плотности жидкостей. Примеры использования методов в фармакопейном анализе. Стандартные операции на аналитическом оборудовании для характеристики лекарственных средств.

Ответ: 1) Определение температуры плавления

Температурой плавления называют температуру, при которой происходит переход вещества из твердого состояния в жидкое. Для веществ, не устойчивых при нагревании, определяют температуру разложения. Температурой разложения называют температуру, при которой происходит резкое изменение физического состояния или окраски вещества (вспенивание, побурение).

Составными частями прибора являются:

- основание со щитком управления и номограммой;
- стеклянный блок-нагреватель, обогрев которого осуществляется константановой проволокой, навитой бифилярно;
- оптическое приспособление;
- приспособление для установки термометра;
- приспособление для установки капилляров;
- термометр, укороченный с ценой деления  $0,5^{\circ}\text{C}$ ;
- источник нагрева (электрический обогрев);
- капилляры длиной 20 см для прибора типа ПТП; капилляры длиной 8 см для прибора типа ПТП-М.

Принцип действия прибора основан на температурном воздействии на исследуемые вещества в вертикально установленных капиллярах, запаянных с нижнего конца.

2) Определение плотности

Плотностью называют массу единицы объёма вещества:  $\rho = m/V$ . Если массу  $m$  измеряют в граммах, а объём  $V$  – в кубических сантиметрах, то плотность представляет собой массу  $1\text{ см}^3$  вещества:  $\rho$ ,  $\text{г/см}^3$ . Плотность вещества  $\rho_{20}$  представляет собой отношение массы вещества к его объёму при температуре  $20^{\circ}\text{C}$ .

Определение плотности проводят с помощью пикнометра, ареометра или плотномера.

истый сухой пикнометр взвешивают с точностью до  $0,2$  мг, заполняют с помощью маленькой воронки водой немного выше метки, закрывают пробкой и выдерживают в течение 20 мин в термостате при температуре  $20^{\circ}\text{C}$ .

При такой температуре уровень воды в пикнометре доводят до метки, отбирая излишек воды при помощи пипетки или свёрнутой в трубку полоски фильтровальной бумаги. Пикнометр снова закрывают пробкой и выдерживают в термостате ещё 10 мин. Затем пикнометр вынимают из термостата, проверяют положение мениска воды, который должен находиться на уровне метки. Вытирают фильтровальной бумагой внутреннюю поверхность горлышка и весь пикнометр снаружи, закрывают пробкой. Выдерживают пикнометр под стеклом аналитических весов в течение 10 мин и взвешивают с той же точностью.

Пикнометр освобождают от воды, высушивают, ополаскивая последовательно спиртом 96 % и эфиром (сушить пикнометр нагреванием не допускается), удаляют остатки эфира продуванием воздуха, заполняют пикнометр испытуемой жидкостью и проводят те же операции, что и с водой.

Плотность  $\rho_{20}$  ( $\text{г/см}^3$ ) вычисляют по формуле:

$$\rho_{20} = 0,99703 \times \frac{(m_2 - m)}{(m_1 - m)} + 0,0012$$

где

$m$  – масса пустого пикнометра, г;

$m_1$  - масса пикнометра с водой, г;

$m_2$  - масса пикнометра с испытуемой жидкостью, г;

0,99703 - значение плотности воды при температуре  $20^{\circ}\text{C}$ ,  $\text{г/см}^3$  (с учётом плотности воздуха);

0,0012 - значение плотности воздуха при температуре  $20^{\circ}\text{C}$  и барометрическом давлении  $101,1\text{ кПа}$  ( $760\text{ мм рт.ст.}$ ).

21. Фармакопейные методы определения рН растворов. Принцип. Оборудование. Стандартные операции на аналитическом оборудовании для характеристики лекарственных средств.

Ответ: Метод ионометрии основан на измерении активности (концентрации) определяемых ионов с помощью ионоселективных (индикаторных) электродов. Ионоселективный электрод обладает избирательной чувствительностью к определенному виду ионов, от содержания которых зависит его потенциал. В основу ионометрии положен принцип потенциометрического анализа, заключающийся в измерении разности потенциалов (электродвижущей силы) индикаторного ионоселективного электрода и электрода сравнения, потенциал которого постоянен.

Ионометрические измерения осуществляют с использованием иономера (высокоомного потенциометра с входным сопротивлением по крайней мере в 100 раз большим, чем сопротивление используемых электродов), который включает в себя электродную систему и измерительный преобразователь.

В качестве ионоселективных электродов используют различные электроды: с жидкой (пластифицированные электроды) или с твердой мембраной (монокристаллические, поликристаллические или стеклянные электроды); электроды с заряженными (положительно или отрицательно) или нейтральными подвижными носителями; сенсбилизированные электроды (электроды с ферментативной подложкой, газ-индикаторные электроды). Электродом сравнения служит, главным образом, хлорсеребряный электрод или каломельный электрод с соответствующими индифферентными соединительными жидкостями.

Помещают электроды в испытуемый раствор и снимают установившееся показание при медленном и постоянном перемешивании.

4. Пройдите собеседование по билету экзамена. Решите задачу по методам количественного определения лекарственных средств

На собеседовании обучающийся имеет право на предварительную подготовку в течение 40 минут.

Экзаменационный билет состоит из 2 вопросов (один из категории 1, один – из категории 2) и задачи (принцип формирования билета - случайный выбор).

Перечень задач (при решении задачи необходимо привести уравнения реакций, условия определения, индикаторы, факторы эквивалентности, расчетные формулы и расчеты титра титранта по определяемому веществу, процентного содержания вещества. Привести стандартные операции на аналитическом оборудовании для характеристики лекарственных средств. Оценить результат относительно нормативной документации):

1. Рассчитайте содержание метенамина (гексаметилентетрамина) в препарате, определенное фармакопейным методом в навеске массой 0,1195 г. В ходе анализа израсходовали 50 мл 0,1 моль/л раствора кислоты серной, 49,8 мл и 16,3 мл 0,1 моль/л раствора натра едкого соответственно в контрольном и основном титровании. Мм метенамина: 140,19.

Ответ: 48,34%

2. Оцените качество образца натрия бромида по количественному содержанию (согласно ФС должно быть не менее 99,0% и не более 100,6% в пересчете на сухое вещество), если к 0,20465 г субстанции добавлено 30,0 мл 0,1 М раствора серебра нитрата ( $K=0,99$ ). На титрование избытка указанного титранта по методу Фольгарду затрачено 10,5 мл 0,1 М раствора аммония тиоцианата ( $K=1,0$ ). Потеря в массе при высушивании анализируемого образца натрия бромида – 4,0%.

Ответ: 101,13%

3. Приведите уравнения реакций количественного определения калия хлорида ( $M_r 74,56$ ) методом аргентометрии по Мору. Укажите индикатор (название, формулу, механизм его действия, переход окраски в конечной точке титрования). Рассчитайте титр по определяемому веществу, навеску калия хлорида, чтобы на титрование затратить 15 мл 0,1 М раствора серебра нитрата ( $K=1,01$ ).

Ответ: 0,1130 г.

4. Приведите уравнения реакций количественного определения кадмия йодида ( $M_r$  166,01) методом аргентометрии по Фаянсу. Укажите индикатор (название, формулу, механизм его действия, переход окраски в конечной точке титрования). Рассчитайте содержание калия йодида, если на титрование 0,3010 г предварительно высушенной субстанции затрачено 18,1 мл 0,1 М раствора серебра нитрата ( $K=0,98$ ).

Ответ: 97,84%

5. Приведите уравнения реакций количественного определения натрия хлорида ( $M_r$  58,44) методом аргентометрии по Мору. Укажите индикатор (название, формулу, механизм его действия, переход окраски в конечной точке титрования). Рассчитайте точную навеску натрия хлорида, взятую на анализ, если на титрование 5,0 мл аликвоты, взятой после растворения навески в воде в мерной колбе вместимостью 50 мл, затрачено 16,9 мл 0,1 М раствора серебра нитрата ( $K=1,0$ ). Содержание натрия хлорида в субстанции равно 99,6%.

Ответ: 0,9916 г.

6. Рассчитайте титр по определяемому веществу, навеску 3,0% раствора пероксида водорода, чтобы на титрование пошло 5,0 мл 0,02 М (0,1 н.) раствора калия перманганата ( $K = 1,02$ ).

Ответ: 0,28 мл

7. Оцените качество раствора пероксида водорода 3% по количественному содержанию (согласно ФС должно быть 2,7 – 3,3%), если 10,0 мл препарата довели водой до метки в мерной колбе вместимостью 100 мл. На титрование 10,0 мл полученного раствора затрачено 18,9 мл 0,02 М (0,1 н.) раствора калия перманганата ( $K = 0,98$ ).

Ответ: 3,22%

8. Рассчитайте объем 0,02 М (0,1 н.) раствора калия перманганата ( $K = 1,0$ ), который пойдет на титрование 5,0 мл раствора, полученного доведением 10,0 мл препарата (2,7% раствора пероксида водорода). Водой до метки в мерной колбе вместимостью 50,0 мл.

Ответ: 15,87 мл

9. Приведите уравнения реакций количественного определения натрия тиосульфата ( $M_r = 248,18$ ) методом йодометрии согласно методике ФС. Укажите индикатор, переход окраски в точке конца титрования. Рассчитайте титр по определяемому веществу, навеску субстанции, чтобы на титрование пошло 25 мл 0,05 М (0,1 н.) раствора йода ( $K = 1,02$ ).

Ответ: 0,6205 г.

10. Оцените качество натрия тиосульфата по количественному содержанию (согласно ФС должно быть не менее 99,0% и не более 102,0%), если на титрование 0,50015 г субстанции затрачено 20,15 мл 0,05 М (0,1 н.) раствора йода ( $K = 0,98$ ).

Ответ: 100%

11. Рассчитайте объем 0,05 М (0,1 н.) раствора йода ( $K = 1,0$ ), который пойдет на титрование 0,49875 г натрия тиосульфата.

Ответ: 39,3 мл

12. Приведите уравнения реакций количественного определения цинка сульфата ( $M_r = 287,54$ ) методом комплексонометрии. Укажите индикатор (название, формулу, переход окраски в конечной точке титрования). Рассчитайте титр титранта по определяемому веществу, навеску цинка сульфата, чтобы на титрование пошло 25,0 мл 0,05 М раствора натрия эдетата ( $K = 1,02$ ).

Ответ: 0,3665 г.

13. Рассчитайте объем 0,05М раствора натрия эдетата ( $K = 0,98$ ), который пойдет на титрование 0,2436 г цинка сульфата.

Ответ: 17,29 мл

14. Оцените качество цинка сульфата по количественному содержанию (согласно ФС должно быть не менее 99,5 и не более 101,0%), если на титрование 0,3002 г субстанции затрачено 21,5 мл 0,05 М раствора натрия эдетата ( $K = 1,01$ ).

Ответ: 102,99%

15. Рассчитайте объем 0,05 М раствора натрия эдетата ( $K = 1,0$ ), который затрачен на титровании 0,1485 г магния сульфата ( $M_r = 287,54$ ) по методике ФС, если содержание магния сульфата в субстанции составило 99,5%.

Ответ: 10,28 мл

16. Приведите уравнения реакций количественного определения меди сульфата ( $M_r = 249,69$ ) методом йодометрии. Укажите индикатор (название, переход окраски в конечной точке титрования). Рассчитайте содержание меди сульфата в анализируемом образце, если на титрование 0,4905 г субстанции затрачено 19,4 мл 0,1 М раствора натрия тиосульфата ( $K = 1,02$ ).

Ответ: 98,15%

17. Рассчитайте титр титранта по определяемому веществу и содержание перекиси магния в препарате, если на навеску 0,1995 г израсходовано 18,5 мл 0,1 моль/л раствора перманганата калия. ( $M_r \text{ MgO}_2 = 56,31$ ). Приведите уравнения реакций.

Ответ: 26,11%

18. Рассчитайте титр титранта по определяемому веществу и содержание йода в 5% растворе в процентах, если на титрование навески 2 мл израсходовано 6,17 мл 0,1 моль/л раствора тиосульфата натрия. ( $M_r \text{ йода} = 253,8$ ). Приведите уравнения реакций.

Ответ: 3,92%

19. Приведите уравнения реакций количественного определения натрия тетрабората ( $M_r 381,37$ ) методом нейтрализации. Укажите индикатор (название, переход окраски в конечной точке титрования). Рассчитайте титр титранта по определяемому веществу, навеску натрия тетрабората, чтобы на титрование пошло 20 мл 0,1 М раствора хлористоводородной кислоты ( $K = 1,0$ ).

Ответ: 0,3814 г

20. Рассчитайте объем 0,1 М раствора хлористоводородной кислоты ( $K = 0,99$ ), который пойдет на титрование 0,50025 г натрия тетрабората.

Ответ: 26,5 мл

21. Оцените качество натрия тетрабората по количественному содержанию (согласно ФС должно быть не менее 99,5% и не более 103,0%), если на титрование 0,49875 г субстанции затрачено 31,90 мл 0,1 М раствора хлористоводородной кислоты ( $K = 1,02$ ). Поясните нормативные показатели количественного содержания натрия тетрабората в субстанции согласно ФС и укажите причину возможного получения завышенных результатов.

Ответ: 124,4%

22. Рассчитайте точную навеску натрия тетрабората, взятую для количественного определения по методике ФС, если на титрование израсходовано 25,8 мл 0,1 М раствора титранта ( $K = 0,98$ ), а содержание натрия тетрабората в субстанции составило 99,0%.

Ответ: 0,4870 г.

23. При количественном определении 20%-ого раствора билигноста для инъекций, 1,5 мл препарата разводят водой в мерной колбе объемом 100 мл. Аликвота для титрования составляет 10 мл. Рассчитайте объем 0,1 М раствора натрия тиосульфата, который потребуется для титрования при количественном определении билигноста по методике ФС. ( $M_r \text{ билигноста} = 1139,8$ ).

Ответ: 9,48 мл

24. Для количественного определения дифенгидрамина гидрохлорида (димедрола) по методике ФС взята навеска массой 0,3045 г. Какой объем 0,1 М раствора хлорной кислоты потребуется (теоретически) для титрования её раствора ( $M_r \text{ дифенгидрамина гидрохлорида} 291,82$ ). Напишите химизм реакций, сделайте необходимые расчеты. Приведите формулу индикатора.

Ответ: 10,44 мл

25. Оцените качество образца кислоты глютаминовой по показателю «Удельное вращение» (согласно ФС должно быть в пересчете на сухое вещество от 30,5 до 32,5), если угол вращения 10% раствора субстанции в 1 М растворе хлористоводородной кислоты в кювете с толщиной слоя 1 дм равен  $+3,00$ . Потеря в массе при высушивании образца субстанции 0,3%.

Ответ:  $30,1^\circ$

26. Приведите уравнения реакций количественного определения глютаминовой кислоты (Mr 147,13) методом алкалометрии. Укажите переход окраски индикатора бромтимолового синего в конечной точке титрования. Рассчитайте титр титранта по определяемому веществу, объем 0,1 М раствора натрия гидроксида ( $K = 0,98$ ), который пойдет на титрование 0,2974 г глютаминовой кислоты.

Ответ: 20,62 мл

27. Оцените качество образца глютаминовой кислоты по количественному содержанию (согласно ФС должно быть не менее 98,5% в пересчете на сухое вещество), если на титрование 0,29765 г субстанции затрачено 19,55 мл 0,1 М раствора натрия гидроксида ( $K = 1,02$ ), контрольного опыта – 0,1 мл. Потеря в массе при высушивании анализируемой субстанции – 0,5%.

Ответ: 98,58%

28. Приведите уравнения реакций количественного определения аминалона (Mr 103,12) методом ацидиметрии в среде ледяной уксусной кислоты. Укажите индикатор (название, формулу, переход окраски в конечной точке титрования). Поясните необходимость контрольного опыта на индикатор. Рассчитайте титр титранта по определяемому веществу, навеску аминалона, чтобы на титрование пошло 5,9 мл 0,1 М раствора хлорной кислоты ( $K = 1,01$ ).

Ответ: 0,06158 г.

29. Оцените качество аминалона по количественному содержанию (согласно ФС должно быть не менее 99,0% в пересчете на сухое вещество), если на титрование 0,1021 г субстанции затрачено 9,85 мл 0,1 М раствора хлорной кислоты ( $K = 1,02$ ), контрольного опыта – 0,15 мл того же титранта. Потеря в массе при высушивании анализируемого образца аминалона – 0,5%.

Ответ: 100,45%

30. Напишите уравнения реакций количественного определения метенамина (гексаметилентетрамина) по методике ФС, укажите индикатор и эквивалент. Чему равен титр 0,1М раствора серной кислоты по метенамину (Mr 140,19)? Сделайте необходимые расчеты.

Ответ: 0,007010 г/мл

31. Напишите уравнения реакций количественного определения раствора формальдегида по методике ФС. Укажите индикатор и эквивалент. Чему равен титр 0,1М раствора йода по формальдегиду (Mr формальдегида 30,03).

Ответ: 0,001501 г/мл