



Министерство здравоохранения Российской Федерации
федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Рязанский государственный медицинский университет
имени академика И.П. Павлова»
Министерства здравоохранения Российской Федерации
ФГБОУ ВО РязГМУ Минздрава России

Утверждено решением ученого совета
Протокол № 1 от 01.09.2023 г.

Фонд оценочных средств по дисциплине	«Инструментальные методы анализа»
Образовательная программа	Основная профессиональная образовательная программа высшего образования – программа специалитета по специальности 33.05.01 – Фармация
Квалификация	Провизор
Форма обучения	Очная

РЯЗАНЬ, 2023

Разработчик (и): кафедра фармацевтической химии и фармакогнозии

ИОФ	Ученая степень, ученое звание	Место работы (организация)	Должность
И.В. Черных	д.б.н. доцент	ФГБОУ ВО РязГМУ Минздрава России	Заведующий кафедрой

Рецензент (ы):

ИОФ	Ученая степень, ученое звание	Место работы (организация)	Должность
А.Н. Николашкин	к.ф.н. доцент	ФГБОУ ВО РязГМУ Минздрава России	Заведующий кафедрой фармацевтической технологии
Д.А. Кузнецов	д.ф.н., доцент	ФГБОУ ВО РязГМУ Минздрава России	Доцент кафедры управления и экономики фармации

Одобрено учебно-методической комиссией по специальности Фармация и Промышленная фармация

Протокол № 11 от 26.06.2023г.

Одобрено учебно-методическим советом.

Протокол № 10 от 27.06.2023г.

**Фонды оценочных средств
для проверки уровня сформированности компетенций (части компетенций)
по итогам освоения дисциплины**

1. Оценочные средства для текущего контроля успеваемости

- Для текущего контроля успеваемости используются следующие оценочные средства:
- контрольные вопросы для собеседования
 - контрольные работы

Примеры контрольных вопросов для собеседования

Вопрос 1.

Приведите классификацию хроматографических методов, используемых в фармацевтическом анализе.

Ответ 1.

На основе различий в механизмах разделения смеси веществ, хроматографические методы можно разделить на:

1. Эксклюзионную
 - а) по размеру частиц веществ смеси
 - б) по заряду частиц веществ смеси
2. Адсорбционную
 - а) обращенно фазное (RP) (разделение по гидрофобности): ПФ (смеси воды и полярных растворителей: ацетонитрила, метанола, тетрагидрофурана и др. обычно с добавлением буферных растворов, все категории «Для ВЭЖХ») полярнее, чем НПФ (силикагели или синтетические вещества с привитыми группами C4, C8, C18 и др.)
 - Ион-парная хроматография – разновидность RP; добавление в ПФ высокогидрофобных органических веществ с гидрофильными ионогенными частями, которые адсорбируются на НПФ, а полярную часть оставляют наружу, удерживая т.о. ионизированные кислоты или основания: для разделения оснований – алкилсульфаты натрия, для разделения кислот соли тетраалкиламмония (тетрабутиламмония фосфат, цетилтриметиламмония бромид и др.
 - б) нормально фазное (NP) (разделение по полярности, т.е. по величине дипольного момента): НПФ (силикагель или силикагель с привитыми NH₂- или CN-группами и др.) полярнее, чем ПФ (гексан, либо смеси гексана с более полярными органическими растворителями – хлороформом, спиртами и т.д.)
 - в) ионная (НПФ – катионит или анионит обычно сополимеры стирола и дивинилбензола с привитыми ионообменными группами, либо силикагели с привитыми ионообменными группами; вещества разделяются по заряду). Сорбенты с группами: —NH₃⁺, —R₃N⁺, —R₂HN⁺, —RH₂N⁺ и др. используются для разделения анионов (аниониты), а сорбенты с группами: —SO₃⁻, —RSO₃⁻, —COOH, —PO₃⁻ и др. для разделения катионов (катиониты).
 - г) с переносом заряда
 - д) лигандообменная
 - е) хиральная

Вопрос 2.

Опишите поглощение веществ света в ИК-диапазоне.

Ответ 2.

Поглощение веществом в области инфракрасного излучения происходят за счёт так колебаний атомов в молекулах. Колебания подразделяются на валентные (когда в ходе колебания изменяются расстояния между атомами) и колебательные (когда в ходе колебания изменяются углы между связями). Переходы между различными колебательными состояниями в молекулах квантованы, благодаря чему поглощение в ИК-области имеет форму спектра, где каждому колебанию соответствует своя длина волны. Длина волны для каждого колебания зависит от того какие атомы в нем участвуют, и кроме того она зависит от их окружения. То есть для каждой функциональной группы (C=O, O-H, CH₂ и пр.) характерны колебания определенной длины волны, точнее говоря даже для каждой группы характерен ряд колебаний (соответственно и полос в ИК-спектре). Именно на этих свойствах ИК-спектров основана идентификация соединений по спектральным данным.

Вопрос 3.

Метод внешнего стандарта в количественном анализе.

Ответ 3.

Концентрацию испытуемого вещества определяют путём сравнения сигнала (пика), полученного на хроматограммах испытуемого раствора, и сигнала (пика), полученного на хроматограммах раствора стандартного образца.

Концентрацию определяемого вещества в испытуемом растворе рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{S \cdot C_0}{S_0},$$

где

S и S₀ – средние значения площадей (высот) пиков на хроматограммах испытуемого и стандартного растворов соответственно;

C и C₀ – концентрации определяемого и стандартного растворов соответственно.

Количественное определение содержания примесей методом внешнего стандарта предпочтительнее проводить с использованием стандартных растворов примесей с концентрациями, близкими к их ожидаемым концентрациям в испытуемом растворе.

В качестве раствора стандартного образца для количественного определения примесей возможно использование раствора основного вещества. В этом случае разведение подбирается таким образом, чтобы концентрация основного соединения в растворе стандартного образца по отношению к его концентрации в испытуемом растворе была близка к ожидаемой концентрации примесей в испытуемом растворе. В этом случае следует учесть факторы отклика примесей по отношению к основному веществу, если их значения выходят за рамки 0,8 — 1,2.

Частным случаем метода внешнего стандарта является метод калибровочной кривой, в ходе которого определяют взаимосвязь между измеренным или обработанным сигналом (y) и количеством (концентрацией, массой и т.д.) определяемого вещества (x) и рассчитывают уравнение калибровочной функции. Результаты испытания рассчитывают из измеренного или обработанного сигнала с помощью обратной функции.

Критерии оценки при собеседовании

Оценка «отлично» выставляется студенту, если он глубоко и прочно усвоил программный материал, исчерпывающе, последовательно, четко и логически стройно его излагает, умеет тесно увязывать теорию с практикой, свободно справляется с задачами, вопросами и другими видами применения знаний, причем не затрудняется с ответом при видоизменении заданий, использует в ответе материал монографической литературы,

правильно обосновывает принятое решение, владеет разносторонними навыками и приемами выполнения практических задач.

Оценка «хорошо» выставляется студенту, если он твердо знает материал, грамотно и по существу излагает его, не допуская существенных неточностей в ответе на вопрос, правильно применяет теоретические положения при решении практических вопросов и задач, владеет необходимыми навыками и приемами их выполнения.

Оценка «удовлетворительно» выставляется студенту, если он имеет знания только основного материала, но не усвоил его деталей, допускает неточности, недостаточно правильные формулировки, нарушения логической последовательности в изложении программного материала, испытывает затруднения при выполнении практических работ.

Оценка «неудовлетворительно» выставляется студенту, который не знает значительной части программного материала, допускает существенные ошибки, неуверенно, с большими затруднениями выполняет практические работы. Как правило, оценка «неудовлетворительно» ставится студентам, которые не могут продолжить обучение без дополнительных занятий по соответствующей дисциплине.

Примеры заданий текущего контроля

Контрольная работа по теме УФ-спектрометрия
Билет №1

1. Преимущества УФ-спектрометрии.
2. Прецизионность аналитической методики

Критерии оценки текущего контроля

Оценка «отлично» выставляется студенту, если он глубоко и прочно усвоил программный материал, исчерпывающе, последовательно, четко и логически стройно его излагает, умеет тесно увязывать теорию с практикой, свободно справляется с задачами, вопросами и другими видами применения знаний, причем не затрудняется с ответом при видоизменении заданий, использует в ответе материал монографической литературы, правильно обосновывает принятое решение, владеет разносторонними навыками и приемами выполнения практических задач.

Оценка «хорошо» выставляется студенту, если он твердо знает материал, грамотно и по существу излагает его, не допуская существенных неточностей в ответе на вопрос, правильно применяет теоретические положения при решении практических вопросов и задач, владеет необходимыми навыками и приемами их выполнения.

Оценка «удовлетворительно» выставляется студенту, если он имеет знания только основного материала, но не усвоил его деталей, допускает неточности, недостаточно правильные формулировки, нарушения логической последовательности в изложении программного материала, испытывает затруднения при выполнении практических работ.

Оценка «неудовлетворительно» выставляется студенту, который не знает значительной части программного материала, допускает существенные ошибки, неуверенно, с большими затруднениями выполняет практические работы. Как правило, оценка «неудовлетворительно» ставится студентам, которые не могут продолжить обучение без дополнительных занятий по соответствующей дисциплине.

2. Оценочные средства для промежуточной аттестации по итогам освоения дисциплины

Форма промежуточной аттестации в 9 семестре – зачет

Порядок проведения промежуточной аттестации

Процедура проведения и оценивания зачета

Зачет проводится по билетам в форме устного собеседования. Студенту достается билет путем собственного случайного выбора и предоставляется 45 минут на подготовку. Защита готового решения происходит в виде собеседования, на что отводится 20 минут.

Зачетный билет содержит 2 вопроса (1 теоретический и 1 практический).

Критерии выставления оценок:

«Зачтено» - выставляется при условии, если студент показывает хорошие знания изученного учебного материала; самостоятельно, логично и последовательно излагает и интерпретирует материалы учебного курса; полностью раскрывает смысл предлагаемого вопроса; владеет основными терминами и понятиями изученного курса; показывает умение переложить теоретические знания на предполагаемый практический опыт.

«Не зачтено» - выставляется при наличии серьезных упущений в процессе изложения учебного материала; в случае отсутствия знаний основных понятий и определений курса или присутствии большого количества ошибок при интерпретации основных определений; если студент показывает значительные затруднения при ответе на предложенные основные и дополнительные вопросы; при условии отсутствия ответа на основной и дополнительный вопросы.

Фонды оценочных средств для проверки уровня сформированности компетенций для промежуточной аттестации по итогам освоения дисциплины Инструментальные методы анализа

ОПК-1 – Способен использовать основные биологические, физико-химические, химические, математические методы для разработки, исследований и экспертизы лекарственных средств, изготовления лекарственных препаратов

1) Типовые задания для оценивания результатов сформированности компетенции на уровне «Знать» (воспроизводить и объяснять учебный материал с требуемой степенью научной точности и полноты):

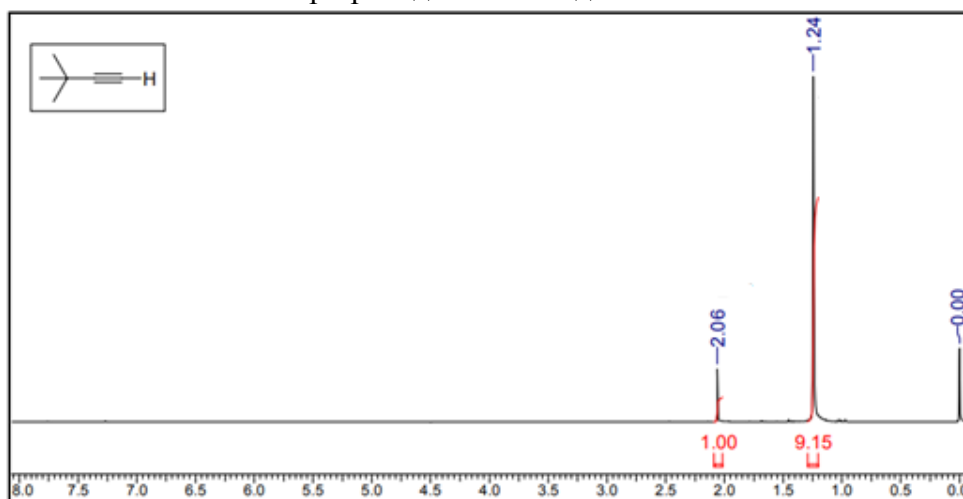
1. УФ-спектрометрия в фармацевтическом анализе.
2. Спектрометрия в видимой области спектра в фармацевтическом анализе.
3. Закон Бугера-Ламберта-Бэра.
4. Турбидиметрия в фармацевтическом анализе.
5. ИК-спектрометрия в фармацевтическом анализе.
6. Рефрактометрия в фармацевтическом анализе.
7. Поляриметрия в фармацевтическом анализе.
8. Потенциометрическое определение рН.
9. Основы вестерн-блоттинга.
10. Основы спектроскопии ЯМР.
11. Хроматография, определение, типы.
12. Тонкослойная хроматография в фармацевтическом анализе.
13. Типы подвижных и неподвижных фаз, используемых в ВЭЖХ.
14. Основные типы детекторов, применяемых в ВЭЖХ.
15. Хроматограмма и основные хроматографические параметры.
16. Валидация аналитических методик.
17. Точность и прецизионность аналитической методики.
18. Линейность аналитической методики.
19. Метод нормирования в количественном анализе.

20. Метод внешнего стандарта в количественном анализе.
21. Метод внутреннего стандарта в количественном анализе.
22. Основы статистической обработки полученных результатов.

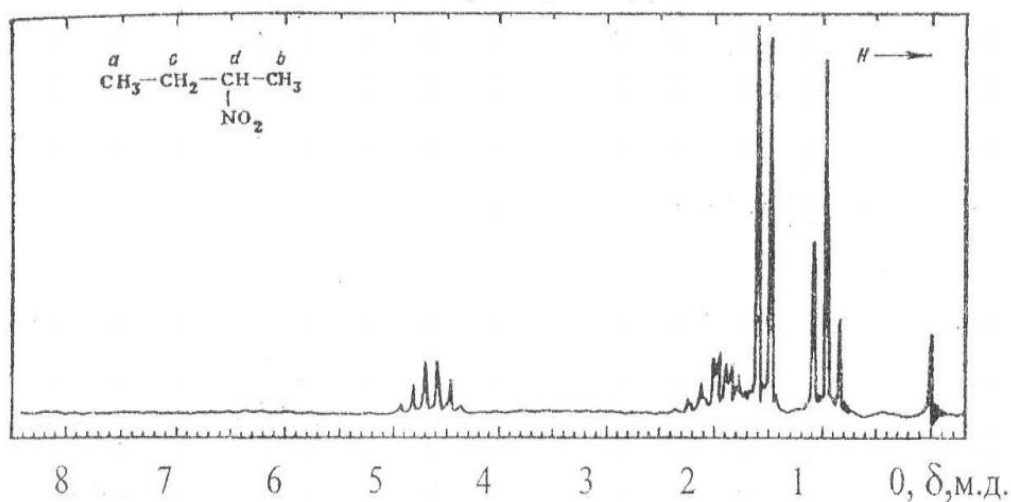
2) Типовые задания для оценивания результатов сформированности компетенции на уровне «Уметь» (решать типичные задачи на основе воспроизведения стандартных алгоритмов решения):

1. Рассчитайте точную концентрацию йодида калия в растворе ($F=0,00130$), если показатель преломления этого раствора составил 1,3462, а для воды он равен 1,3330.
2. Показатель преломления раствора лекарственного препарата барбитал-натрия составил 1,3586. Рассчитайте точную массовую долю этого вещества в лекарственном препарате, если $n_{\text{воды}} = 1,3330$, F барбитала-натрия для всех концентраций равен 0,00182.
3. Для рефрактометрического анализа приготовлен раствор кофеин-бензоата натрия. По экспериментальным данным установлено, что показатель преломления его равен 1,3660. Какова точная массовая доля действующего вещества в этом растворе? $F=0,00112$ ($n_{\text{воды}} = 1,3330$).
4. Рассчитайте точную массу глюкозы в порошке, содержащем 25000 ЕД Эритромицина и 0,2 г глюкозы, если показатель преломления раствора, приготовленного растворением навески порошка массой 0,1 г в 4 мл воды, составил 1,3397. $n_{\text{воды}} = 1,3330$ (преломлением света эритромицином пренебречь).
5. Рассчитайте точные массы глюкозы и метионина в порошке, содержащем по 0,25 г этих компонентов по следующим данным. 0,1 г данной смеси растворили в 2 мл воды, показатель преломления этого раствора составил 1,3413. Аналогичные растворы (той же концентрации) метионина и глюкозы имеют показатели преломления 1,3422 и 1,3398 соответственно.
6. Рефрактометрический анализ лекарственной формы, представляющей собой раствор объемом 50,0 мл, в котором содержится 10 мл раствора Рингера, 5 мг глюкозы и вода, показал, что показатель преломления этого раствора равен 1,3492. Раствор Рингера объемом 2,0 мл разбавили водой до 10,0 мл и измерили показатель преломления, он составил 1,3346. Рассчитайте точную массу глюкозы в лекарственном препарате.
7. Рассчитайте удельное вращение кислоты аскорбиновой, если угол вращения 2% раствора в кювете с толщиной слоя 20 см равен $+0,96^\circ$
8. Соответствует ли кислота глютаминовая требованиям ФС по величине удельного вращение (должно быть от $+30,5^\circ$ до $+33,5^\circ$), если угол вращения 5% раствора испытуемого образца разведённой хлористоводородной кислоты в кювете с толщиной слоя 1 дм равен $+1,48^\circ$
9. Рассчитайте угол вращения 5% раствора кислоты глютаминовой в разведённой хлористоводородной кислоте, если удельное вращение в этих условиях согласно ФС равно $+32^\circ$, а длина кюветы – 20 см.
10. Рассчитайте удельное вращение апоморфина гидрохлорида, если для его определения навеску массой 0,75 г растворили в 50 мл 0,02 моль/л раствора хлористоводородной кислоты. Угол вращения полученного раствора в кювете длиной 3,0 дм равен $(-2,26^\circ)$. Рассчитаем концентрацию полученного раствора апоморфина в хлористоводородной кислоте.
11. Рассчитайте верхний предел возможного значения угла вращения 5% водного раствора атропина сульфата при длине кюветы 20 см, если согласно ФС удельное вращение не должно превышать $(-0,6^\circ)$
12. Охарактеризуйте ПМР спектр йод-этана

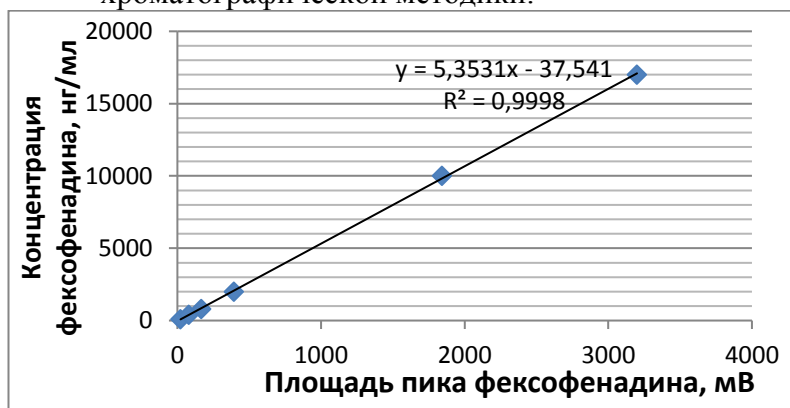
13. Опишите спектр приведенного соединения:



14. Соотнесите сигналы в спектре ПМР нитробутана:



15. Рассчитайте среднюю внутрицикловую точность и прецизионность хроматографической методики:



Концентрация номинальная, нг/мл	Концентрация рассчитанная, нг/мл	Точность, %	Среднее, нг/мл	Средняя точность, %	SD	Прецизионность, %
100	85,06					
	86,24					
	86,39					

	87,00					
	82,35					
400	376,92					
	396,13					
	397,61					
	400,16					
	386,58					
2000	1980,92					
	1982,71					
	1891,99					
	1951,61					
	1817,32					
10000	9379,83					
	10323,44					
	10257,86					
	10764,45					
	10469,37					

16. Рассчитайте межцикловую точность и прецизионность хроматографической методики:

Концентрация номинальная, нг/мл	Концентрация рассчитанная, нг/мл	Точность, %	Среднее, нг/мл	Средняя точность, %	SD	Прецизионность, %
50						
500						
750						
1000						

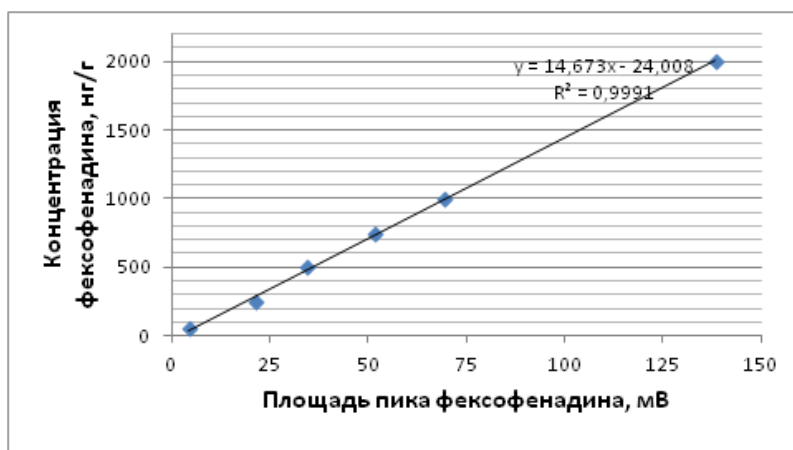


Рисунок 1. Калибровочный график №1 зависимости концентрации фексофенадина в гомогенате коры головного мозга крыс от площади его хроматографического пика

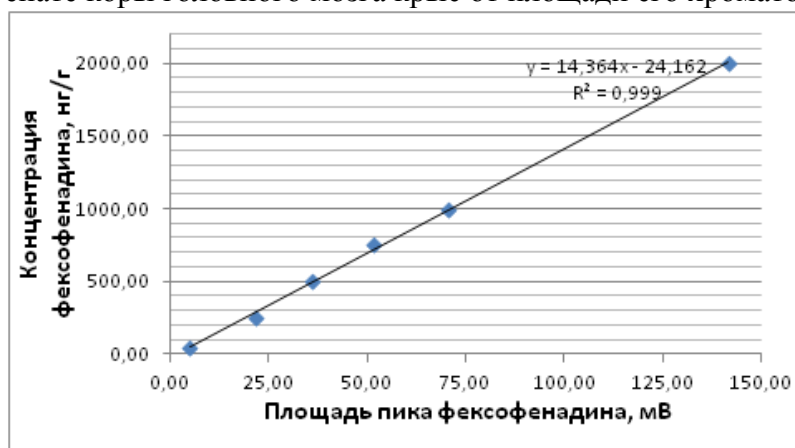


Рисунок 2. Калибровочный график №2 зависимости концентрации фексофенадина в гомогенате коры головного мозга крыс от площади его хроматографического пика

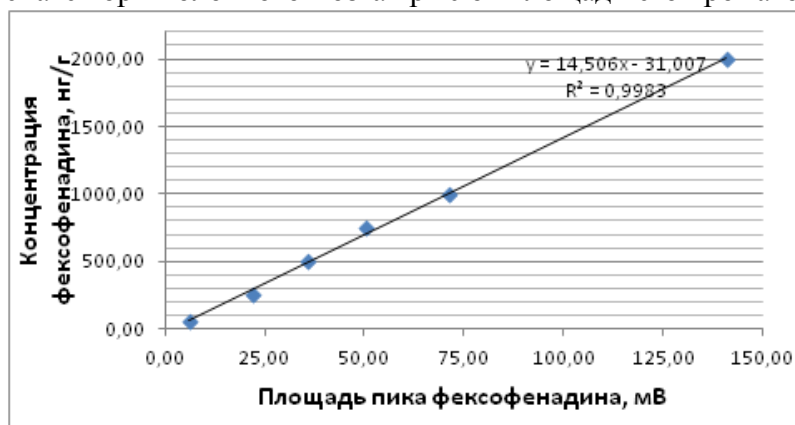


Рисунок 3. Калибровочный график №3 зависимости концентрации фексофенадина в гомогенате коры головного мозга крыс от площади его хроматографического пика

Значения площадей пиков:

- 50 нг/г – 5,0
- 500 нг/г – 36,0
- 750 нг/г – 51,8
- 1000 нг/г – 70,7

17. Рассчитайте отклонения концентраций калибровочных образцов, рассчитанные по уравнению линейной зависимости, от номинальных значений

Концентрация номинальная, нг/г	График 1		График 2		График 3	
	Концентрация рассчитанная, нг/г	Точность, %	Концентрация рассчитанная, нг/г	Точность, %	Концентрация рассчитанная, нг/г	Точность, %
50						
250						
500						
750						
1000						
2000						

Площади пиков, мВ	Номинальная концентрация, нг/г
4,5	50
21,26	250
34,38	500
51,93	750
69,49	1000
138,35	2000
5,00	50,00
21,66	250,00
35,96	500,00
51,80	750,00
70,72	1000,00
141,73	2000,00
6,10	50,00
21,86	250,00
35,98	500,00
50,31	750,00
71,36	1000,00
140,88	2000,00

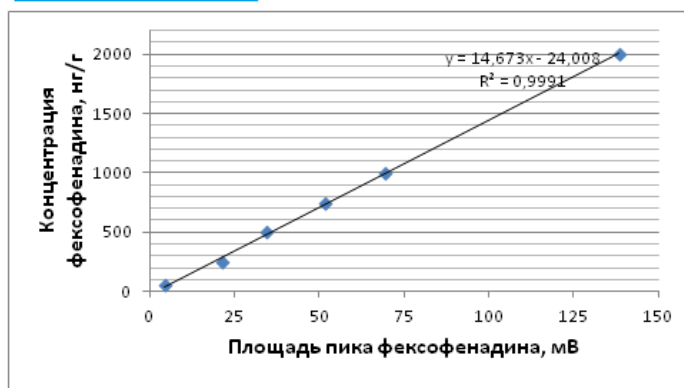


Рисунок 1. Калибровочный график №1 зависимости концентрации фексофенадина в гомогенате коры головного мозга крыс от площади его хроматографического пика

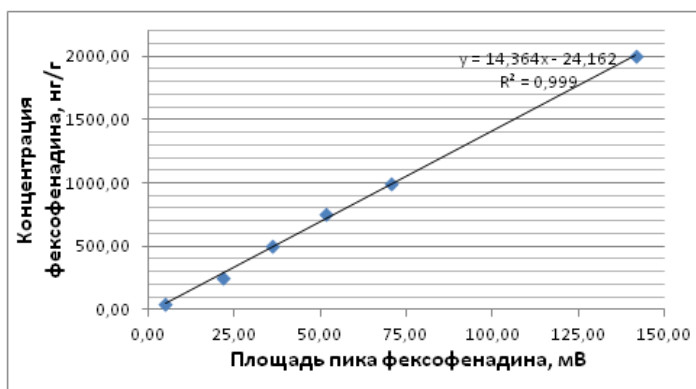


Рисунок 2. Калибровочный график №2 зависимости концентрации фексофенадина в гомогенате коры головного мозга крыс от площади его хроматографического пика

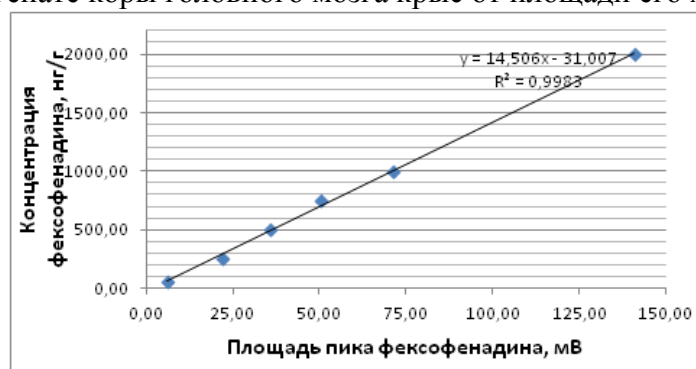


Рисунок 3. Калибровочный график №3 зависимости концентрации фексофенадина в гомогенате коры головного мозга крыс от площади его хроматографического пика

18. В результате 5-кратного хроматографирования проб с одинаковой концентрацией аналита получены следующие площади пиков:

S1=32,2 мВ

S2=34,1 мВ

S3=32,9 мВ

S4=30,6 мВ

S5=31,8 мВ

Определите наличие грубых ошибок (промахов) в результатах анализа, используя таблицу Q-критерия.

Критические значения Q-критерия для различной доверительной вероятности p и числа измерений n :

n	p		
	0.90	0.95	0.99
3	0.941	0.970	0.994
4	0.765	0.829	0.926
5	0.642	0.710	0.821
6	0.560	0.625	0.740
7	0.507	0.568	0.680
8	0.468	0.526	0.634
9	0.437	0.493	0.598
10	0.412	0.466	0.568