

**КИЇВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ  
ІМЕНІ ТАРАСА ШЕВЧЕНКА**

**Хімічний факультет**

Кафедра аналітичної хімії



**«ЗАТВЕРДЖУЮ»**

Заступник декана  
навчальної роботи

В.О. Павленко

*В.О. Павленко* 20\_\_ року

«\_\_» \_\_\_\_\_ 20\_\_ року

**РОБОЧА ПРОГРАМА НАВЧАЛЬНОЇ ДИСЦИПЛІНИ**

**РОЗРОБКА І ВАЛІДАЦІЯ МЕТОДИК АНАЛІЗУ**

для студентів

галузі знань **10 Природничі науки**  
спеціальність **102 Хімія**  
освітній рівень **“магістр”**  
освітня програма **Хімія**  
вид дисципліни **вибіркова**

Форма навчання **денна**  
Навчальний рік **2019/2020**  
Семестр **II**  
Кількість кредитів ECTS **3**  
Мова викладання, навчання та оцінювання **українська**  
Форма заключного контролю **залік**

Викладач: **Іщенко Микола Володимирович**

Пролонговано: на **2020/2021** н.р. \_\_\_\_\_ (\_\_\_\_\_) «\_\_» \_\_\_\_\_ 20\_\_ р.


на **2021/2022** н.р. \_\_\_\_\_ (\_\_\_\_\_) «\_\_» \_\_\_\_\_ 20\_\_ р.

**КИЇВ – 2019**

Розробник: **Іщенко Микола Володимирович, к.х.н., доц.**

ЗАТВЕРДЖЕНО

В.о.зав. кафедри аналітичної хімії

  
\_\_\_\_\_

(підпис)


(О.Ю.Тананайко)

(прізвище та ініціали)

Протокол №6 від "9" квітня 2019 року

Схвалено науково - методичною комісією хімічного факультету Київського національного університету імені Тараса Шевченка

Протокол № 4 від "8" травня 2019 року

Голова науково-методичної комісії \_\_\_\_\_  \_\_\_\_\_ (О.С.Поїк)

## Вступ

**1. Мета дисципліни** – формування у студентів системи знань із теорії і практики вибору, розробки і валідації методик аналізу, внутрішньолабораторного контролю якості, а також оцінювання невизначеності хроматографічних методик аналізу.

### 2. Попередні вимоги до опанування навчальної дисципліни:

1. Знати аналітичну хімію на рівні бакалавра за спеціальністю «Хімія».
2. Знати основи спектроскопічних і хроматографічних методів аналізу.
3. Розуміти принципи методів статистичної обробки даних.

### 3. Анотація навчальної дисципліни.

Курс призначений для студентів, які працюють з хроматографічними методами, а також з методами атомної спектрометрії і які потребують розуміння процесів вибору, розробки, валідації, верифікації і перенесення аналітичних методів. В рамках курсу розглядаються основні елементи забезпечення і контролю якості хімічного аналізу, вивчаються підходи до валідації аналітичних методик, способи оперативного контролю якості, підходи до оцінювання невизначеності вимірювань.

**4. Завдання:** розвиток у студентів розуміння процесу вибору методик аналізу та встановлення їх придатності до застосування (валідації). Формування у студентів теоретичних знань щодо особливостей валідації методик і контролю якості аналізу у фармацевтичній та харчовій галузях. Застосування на практиці методів оцінювання невизначеності вимірювань.

### 5. Результати навчання за дисципліною:

Код	Результат навчання	Форми викладання і навчання	Методи оцінювання*	Відсоток у підсумковій оцінці з дисципліни
<b>1. Знання</b>				
1.1	Знати основні нормативні документи з валідації методик аналізу. Знати способи оцінювання робочих характеристик методик кількісного та якісного аналізу.	лекції, самостійні	ПтК-2, ПсК	5
1.2	Знати основні способи внутрішньолабораторного контролю якості аналізу.	лекції, самостійні	ПтК-1, ПтК-2, ПсК	10
1.3	Знати основні настанови з оцінювання невизначеності вимірювань та математичні моделі, що застосовують при цьому.	лекції, самостійні	ПтК-1, ПтК-2, ПсК	25
<b>2. Вміння</b>				
2.1	Вміти правильно обирати метод аналізу під конкретну задачу з урахуванням вимог контролюючих органів або замовника.	лекції, самостійні	ПтК-1, ПтК-2, ПсК	10
2.2	Вміти складати план валідації методик аналізу, планувати експеримент та проводити статистичну обробку результатів валідації методик.	самостійні	ПтК-1	15
2.3	Вміти проводити оцінювання невизначеності вимірювань.	лекції, самостійні	ПтК-1, ПтК-2, ПсК	15

<b>3. Комунікація</b>				
<b>3.1</b>	Здатність використовувати сучасні інформаційно-комунікаційні технології при спілкуванні, а також для збору, аналізу, обробки, інтерпретації інформації, що стосується розробки та валідації новітніх методів аналізу	лекції, самостійні	ПтК-1, ПтК-2, ПсК	5
<b>3.2</b>	Здатність виконувати передбачені навчальною програмою завдання у співпраці з іншими виконавцями	самостійні	ПтК-1, ПтК-2, ПсК	5
<b>4. Автономність та відповідальність</b>				
<b>4.1</b>	Вміти самостійно інтерпретувати результати валідації хроматографічних методик	самостійні	ПтК-1, ПтК-2	10

\*поточний контроль (активність під час занять та виконання дом. роботи **ПтК-1**, написання МКР **ПтК-2**), підсумковий контроль **ПсК**

#### **6. Співвідношення результатів навчання дисципліни (РНД) із програмними результатами навчання (ПРН):**

<b>ПРН</b>	<b>РНД (код)</b>									
	<b>1.1</b>	<b>1.2</b>	<b>1.3</b>	<b>2.1</b>	<b>2.2</b>	<b>2.3</b>	<b>3.1</b>	<b>3.2</b>	<b>4.1</b>	
<b>Знання та вміння</b>										
Знати сталі наукові концепції та сучасні теорії хімії, а також фундаментальні основи суміжних наук.	+	+		+						
Знати та розуміти основні факти, концепції, принципи і теорії, що стосуються предметної області, опанованої у ході магістерської програми.	+			+						
Застосовувати отримані знання і розуміння для вирішення якісних та кількісних задач незнайомої природи.	+	+	+	+		+				
Знати методи синтезу та аналізу хімічних сполук.		+	+	+	+	+				
Знати методи комп'ютерного моделювання структури, параметрів і динаміки хімічних систем.	+	+	+	+						
Знати методологію та організації наукового дослідження.	+	+	+	+						
Знати іноземну мову на рівні B2						+	+			+
Вміти ясно і однозначно донести результати власного дослідження до фахової аудиторії та/або нефаківців.						+	+	+	+	
Знати методологію процесів навчання й виховання, а також передові методи формування навичок організації самостійної роботи							+	+	+	
Здійснювати систематизацію та критичний аналіз даних.	+			+	+	+	+	+	+	
Планувати, організовувати та здійснювати експериментальну роботу самостійно та автономно.						+	+	+	+	

ПРН	РНД (код)									
	1.1	1.2	1.3	2.1	2.2	2.3	3.1	3.2	4.1	
Проводити лабораторні процедури з використанням сучасних контрольно-вимірювальних приладів.		+	+	+	+	+	+	+		
Виконувати обробку результатів досліджень з використанням спеціального програмного забезпечення.				+			+	+	+	
Обирати адекватні поставленій задачі методи комп'ютерного моделювання структури, параметрів і динаміки хімічних систем.			+		+	+	+	+	+	
Використовувати інформаційно-комунікаційні технології для вирішення загальних професійних задач.					+	+	+	+		
Представляти науковий та практичний матеріал в письмовій та усній формах.	+					+	+	+	+	
Представляти результати досліджень англійською мовою	+					+	+	+	+	
Перекладати фахову літературу та розуміти наукові тексти хоча б однією іноземною мовою	+			+		+	+	+	+	
Працювати самостійно або в групі, отримати результат у межах обмеженого часу з наголосом на професійну сумлінність та наукову добросесність	+	+	+	+	+	+	+	+	+	
Складати технічне завдання до проекту, розподіляти час, організувати свою роботу, складати звіт.	+	+	+	+	+	+	+	+	+	
Здійснювати моніторинг та аналіз наукових джерел інформації та фахової літератури.	+	+	+	+	+	+	+	+		
Використовувати набуті знання та компетенції з хімії для вирішення прикладних задач.				+			+	+		
Аналізувати наукові проблеми та пропонувати їх вирішення на абстрактному рівні шляхом декомпозиції їх на складові, які можна дослідити окремо.	+	+	+	+	+	+	+	+	+	
Інтерпретувати експериментально отримані дані та співвідносити їх з відповідними теоріями в хімії.	+	+	+	+	+	+	+	+	+	
<b>Комунікація</b> Володіти навичками публічної мови та ведення дискусії з колегами та цільовою аудиторією..				+		+	+	+	+	
Працювати в міждисциплінарній команді, мати навички міжособистісної взаємодії з урахуванням етичних норм.				+	+	+	+	+	+	
Використовувати сучасні інформаційно-комунікаційні технології для спілкування, обміну та інтерпретації даних.				+		+	+	+	+	

ПРН	РНД (код)									
	1.1	1.2	1.3	2.1	2.2	2.3	3.1	3.2	4.1	
<b>Автономія та відповідальність</b> Оцінювати ризики у професійній діяльності та здійснювати запобіжні дії.	+									+
Брати на себе відповідальність за виконання експериментів.	+									+
Діяти соціально та громадянсько свідомо на основі етичних міркувань.	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
Уміти вчитись самостійно для безперервного професійного розвитку.	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
Приймати обґрунтовані рішення, нести відповідальність за власні судження та результати.	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+

## 7. Схема формування оцінки

### 7.1. Форми оцінювання студентів:

#### - семестрове оцінювання

- 1.1. активність під час лекції;
- 1.2. виконання домашньої самостійної роботи;
- 1.3. написання модульної контрольної роботи.

#### - підсумкове оцінювання - залік.

### 7.2. Організація оцінювання (за формами контролю згідно з графіком навчального процесу):

Оцінювання за формами контролю

#### Змістовий модуль 1 (всього 40 балів)

- Виконання домашніх робіт (3 шт): 24 бали
- Виступ з доповіддю: 6 балів
- Модульна контрольна робота: 10 балів

#### Змістовий модуль 2 (всього 60 балів)

- Виконання домашніх робіт (3 шт): 30 балів
- Реферат: 10 балів
- Комплексний підсумковий модуль у формі підсумкової контрольної роботи: 20 балів

**Таблиця 1. Розподіл балів, що може отримати студент за змістовий модуль 1**

Вид виконаної роботи	Тип діяльності	Кількість виконаних робіт	Вартість однієї роботи в балах		Сумарна кількість балів	
			min	max	min	max
Виконання домашніх робіт	Обов'язковий	3	5	8	15	24
Виступ з доповіддю	Обов'язковий	1	3	6	3	6
Модульна робота 1	Обов'язковий	1	6	10	6	10
<b>Сума балів за модуль</b>					<b>24</b>	<b>40</b>

**Таблиця 2. Розподіл балів, що може отримати студент за змістовий модуль 2**

Вид виконаної роботи	Тип діяльності	Кількість виконаних робіт	Вартість однієї роботи в балах		Сумарна кількість балів	
			min	max	min	max
Виконання домашніх робіт	Обов'язковий	3	6	10	<b>18</b>	<b>30</b>
Реферат	Обов'язковий	1	6	10	<b>6</b>	<b>10</b>
Комплексний підсумковий модуль у формі підсумкової контрольної роботи	Обов'язковий	1	12	20	<b>12</b>	<b>20</b>
<b>Сума балів за модуль</b>					<b>36</b>	<b>60</b>

**Таблиця 3. Розрахунок підсумкової оцінки за семестр за результатами навчальної діяльності**

	Змістовий модуль 1	Змістовий модуль 2	Разом
<i>Max. балів</i>	<b>40</b>	<b>60</b>	<b>100</b>
<i>Min. балів*</i>	24	36	60
<i>Min. балів**</i>	15	25	60

\* рекомендований мінімум; \*\* критичний мінімум

Для студентів, які набрали впродовж семестру сумарно меншу кількість балів ніж *критично-розрахунковий мінімум* для заліку допускається написання реферату за темами домашніх робіт, за які отримана незадовільна оцінка, або перескладання МКР, за яку отримана незадовільна оцінка, з дозволу деканату (за наявності поважної причини, що не дозволила вчасно та якісно виконати домашню роботу або підготуватися до МКР).

У випадку відсутності студента з поважних причин відпрацювання та перездачі МКР здійснюються у відповідності до „Положення про організацію освітнього процесу у Київському національному університеті імені Тараса Шевченка» від 31 серпня 2018 року

### 7.3. Шкала відповідності оцінок

<b>Зараховано / Passed</b>	60-100
<b>Не зараховано / Fail</b>	0-59

## 8. Структура навчальної дисципліни.

### ТЕМАТИЧНИЙ ПЛАН ЛЕКЦІЙ

№ теми	Назва теми	лекції	самоств. робота
<b><i>Змістовий модуль 1</i></b> Розробка та валідація методик аналізу			
1	Метрологічні особливості хімічного аналізу. Метод і методика вимірювань. Специфікація вимірюваної величини у аналітичній хімії.	2	4
2	Принцип вибору методик аналізу. Вимоги регулюючих органів щодо вибору методик аналізу у фармацевтичній та харчовій галузях.	2	4
3	Валідація (оцінювання придатності) методик аналізу. Нормативні документи по валідації методик.	2	4
4	Оцінювання селективності та параметрів калібрування методик, перевірка на лінійність. Межа виявлення та межа кількісного визначення. Межа виявлення у якісному аналізі.	2	4
5	Оцінювання показників точності (правильності та прецизійності) методик аналізу. Підхід ISO 5725 та альтернативні підходи. Міжлабораторний експеримент.	2	4
6	Документація процесу валідації, валідаційний звіт та забезпечення цілісності даних.	2	4
7	Впровадження та верифікація стандартизованих методик аналізу. Валідація методик у клінічному аналізі та ad hoc методів.	2	4
	<b>Всього у ЗМ 1</b>	14	28



<b>Змістовий модуль 2</b>			
<b>Забезпечення та контроль якості аналізу</b>			
8	Історія забезпечення якості та контролю якості на виробництві. Поняття про систему управління якістю. Нормативні документи, що регламентують управління якістю.	2	4
9	Забезпечення якості у випробувальних та калібрувальних лабораторіях. Вимоги щодо системи управління та проведення випробувань. Зв'язок ISO 17025 з іншими системами якості.	2	4
10	Контроль якості при проведенні доклінічних випробувань продукції. Зв'язок OECD GLP з іншими системами якості. OECD GLP в Україні.	2	4
11	Поняття про невизначеність вимірювань. Зв'язок між невизначеністю та похибкою. Оцінка невизначеності вимірювань згідно ISO GUM, Eurchem, Nordtest	2	4
12	Оцінювання невизначеності згідно Державної фармакопеї України.	2	4
13	Контроль якості випробувань. Способи внутрішнього контролю якості (контрольні карти, стандартні зразки).	2	4
14	Способи зовнішнього контролю якості (міжлабораторні порівняння, системи професійного тестування).	2	4
15	Поняття про метрологічну простежуваність. Закон України «Про метрологію та метрологічну діяльність». Ланцюг простежуваності. Роль атестованих стандартних зразків у доведенні простежуваності вимірювань до одиниць СІ.	2	4
	<b>Всього у ЗМ 2</b>	16	32
	<b>ВСЬОГО</b>	<b>30</b>	<b>60</b>

Загальний обсяг **90 год.**, в тому числі:

Лекцій – **30 год.**

Самостійна робота - **60 год.**

## 9. Рекомендована література

### *Основна:*

1. **Настанова Eurachem "Придатність аналітичних методів для конкретного застосування. Настанова для лабораторій з валідації методів та суміжних питань":** за ред. Б. Магнуссона та У. Ернемарка: переклад другого видання 2014 р. – К.: ТОВ "Юрка Любченка", 2016. - 92 с.  
[https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/MV\\_guide\\_2nd\\_ed\\_UA\\_02.pdf](https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/MV_guide_2nd_ed_UA_02.pdf)
2. Analytical quality control and method validation procedures for pesticide residues analysis in food and feed. SANTE/12682/2019 (Implemented by 01.01.2020)  
[https://www.eurl-pesticides.eu/userfiles/file/EurlALL/AqcGuidance\\_SANTE\\_2019\\_12682.pdf](https://www.eurl-pesticides.eu/userfiles/file/EurlALL/AqcGuidance_SANTE_2019_12682.pdf)
3. V. Barwick (Ed), Eurachem/CITAC Guide: Guide to Quality in Analytical Chemistry: An Aid to Accreditation (3rd ed. 2016). ISBN 978-0-948926-32-7. Available from [www.eurachem.org](http://www.eurachem.org).
4. OECD Principles on Good Laboratory Practice (as revised in 1997).  
<http://www.oecd.org/chemicalsafety/testing/>
5. Prichard E., Barwick V. Quality assurance in analytical chemistry. – New York: John Wiley & Sons, 2007. – 293p.
6. Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, 3rd Edition. Eurachem/CITAC, 2012, ISBN 0-948926-15-5
7. Selection, Use and Interpretation of Proficiency Testing (PT) Schemes by Laboratories, Eurachem/CITAC, 2011  
<http://www.eurachem.org/index.php/publications/guides/usingpt>
8. ДСТУ ISO/IEC 17025:1999 „Загальні вимоги до компетентності випробувальних та калібрувальних лабораторій”
9. ДСТУ ISO 9001-2001 "Системи управління якістю. Вимоги"

### *Додаткова:*

Журнали "Accreditation and Quality Assurance: Journal for Quality, Comparability and Reliability in Chemical Measurement", "Analyst"