

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РФ  
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение  
высшего образования  
«ДАГЕСТАНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»  
*Химический факультет*

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ

ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ И ПРАКТИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ ВАЛИДАЦИИ  
МЕТОДОВ И МЕТОДИК АНАЛИЗА

Кафедра аналитической и фармацевтической химии  
химического факультета

Образовательная программа  
Направления 04.04.01 – Химия

Профиль подготовки  
Аналитическая химия  
Уровень высшего образования  
магистратура

Форма обучения  
очная

Статус дисциплины: вариативная по выбору

Махачкала, 2017 год

Рабочая программа дисциплины «Теоритические и практические аспекты валидации методик анализа» составлена в 2017 году в соответствии с требованиями ФГОС ВО по направлению 04.04.01 – Химия (уровень - магистратура) от «23» сентября 2015 г. № 1042.

Разработчики: кафедра аналитической и фармацевтической химии, д.х.н., профессор Рамазанов А.Ш.

Рабочая программа дисциплины одобрена:

на заседании кафедры аналитической и фармацевтической химии

от «18» января 2017 г., протокол № 6

Зав. кафедрой  Рамазанов А.Ш.

на заседании Методической комиссии химического факультета

от «20» января 2017 г., протокол № 5.

Председатель  Гасангаджиева У.Г.

Рабочая программа дисциплины согласована с учебно-методическим

управлением « д » 05 2017 г.  Гасангаджиева А.Г.

### Аннотация рабочей программы дисциплины

Дисциплина «Теоритические и практические аспекты валидации методик анализа» входит в вариативную часть дисциплины по выбору образовательной программы магистратуры по направлению 04.04.01 – «Химия», профиль подготовки «аналитическая химия» после выбора становится обязательным для освоения обучающимся.

Дисциплина реализуется на химическом факультете кафедрой аналитической и фармацевтической химии.

Содержание дисциплины охватывает круг вопросов, связанных: с физико-химическими основами методик количественного определения, в том числе методик определения примесей и методик определения предела содержания, предназначенных для контроля качества лекарственных средств: фармацевтических субстанций и лекарственных препаратов; с определением характеристик аналитических методик с целью их валидации.

Дисциплина нацелена на формирование следующих компетенций выпускника: профессиональных – ПК-2; ПК-3.

Преподавание дисциплины предусматривает проведение следующих видов учебных занятий: лекции, лабораторные занятия, самостоятельная работа.

Рабочая программа дисциплины предусматривает проведение следующих видов контроля успеваемости в форме контрольных работ, коллоквиумов и промежуточный контроль в форме зачета.

Объем дисциплины 3 зачетные единицы, в том числе в академических часах по видам учебных занятий 108 часа.

Се- местр	Учебные занятия							Форма промежу- точной аттеста- ции (зачет, диф- ференцированный зачет, экзамен)
	в том числе							
	Все- го	Контактная работа обучающихся с преподавателем					СРС, в том числе экза- мен	
Лек- ции		Лаборатор- ные заня- тия	Практи- ческие занятия	КСР	консуль- тации			
2 сем.	108	16	18	-	-	-	74	зачет

#### 1. Цели освоения дисциплины

Целью освоения дисциплины «Теоритические и практические аспекты валидации методик анализа» является изучение физико-химических основ методик количественного определения, определения примесей и предела содержания, предназначенных для контроля качества фармацевтических субстанций и лекарственных препаратов; определение характеристик аналитических методик с целью их валидации.

#### 2. Место дисциплины в структуре ООП магистратуры

Дисциплина «Теоритические и практические аспекты валидации методик анализа» входит в вариативную часть дисциплины по выбору образовательной программы магистратуры по направлению 04.04.01 – «Химия», профиль подготовки «аналитическая химия» после выбора становится обязательным для освоения обучающимся.

#### 3. Компетенции обучающегося, формируемые в результате освоения дисциплины (перечень планируемых результатов обучения)

Компетенции	Формулировка компетенции из ФГОС ВО	Планируемые результаты обучения (показатели достижения заданного уровня освоения компетенций)
ПК-2	владением теорией и навыками практической работы в избранной области химии	Знать: теоретические основы химических, физико-химических, физических методов химического анализа, способы их использования при решении конкретных аналитических задач. Уметь: анализировать и обрабатывать научно-техническую информацию на основе теоретических представлений традиционных и новых методов химического анализа лекарственных средств. Владеть: навыками практического использования базовых методов химического анализа при решении конкретных задач валидации методик контроля качества лекарственных средств.
ПК-3	готовностью использовать современную аппаратуру при проведении научных исследований	Знать: стандартные методы получения, идентификации и исследования свойств лекарственных веществ и материалов, правила обработки и оформления результатов работы, требования техники безопасности. Уметь: выбирать методы диагностики лекарственных веществ и материалов, проводить стандартные измерения. Владеть: навыками работы на современной аппаратуре при проведении валидационных испытаний методик химического анализа лекарственных средств и методами обработки полученных результатов.

#### 4. Объем, структура и содержание дисциплины.

4.1. Объем дисциплины составляет 3 зачетные единицы, 108 академических часа.

#### 4.2. Структура дисциплины.

№ п/п	Разделы и темы дисциплины	Семестр	Неделя семестра	Виды учебной работы, включая самостоятельную работу студентов и трудоемкость (в часах)				Самостоятельная работа	Формы текущего контроля успеваемости (по неделям семестра) Форма промежуточной аттестации (по семестрам)
				Лекции	Практические занятия	Лабораторные занятия	Контроль самостоятел. раб.		
Модуль 1 Общие вопросы валидации методик химического анализа									
1.	Валидация, определение и терминология.	2		2	-	-	-	10	устный опрос
2.	Аналитические системы для контроля качества лекарственных средств, ревалидация аналитических методик.	2		2	-	-	-	8	устный опрос, письменная контрольная работа
3.	Использование стандартных образцов при контроле качества лекарственных средств.	2		2	-	3	-	9	устный опрос, письменная контрольная работа
<i>Итого по модулю 1:</i>		2		6	-	3	-	27	36/ коллоквиум
Модуль 2 Валидация химических методик анализа									

4.	Валидационные характеристики гравиметрических методик количественного определения лекарственных средств.	2	2	-	4		12	устный опрос, письменная контрольная работа
5.	Валидационные характеристики титриметрических методик количественного определения лекарственных средств.	2	2		4		12	устный опрос, письменная контрольная работа
	<i>Итого по модулю 2: Модуль 3 Валидация</i>	2	4	-	8	-	24	36/ коллоквиум физико-химических методик анализа
6.	Валидация методик атомно-абсорбционного определения чистоты субстанций, готовых лекарственных препаратов.	2	2		3		7	устный опрос, письменная контрольная работа
7.	Валидация методик газо-жидкостной и высокоэффективной жидкостной хроматографии. Субстанции, готовый лекарственный препарат. Количественное определение и идентификация примесей. Предел обнаружения.	2	4		4		16	устный опрос, письменная контрольная работа
	<i>Итого по модулю 3:</i>	2	6	-	7	-	23	<b>36/ коллоквиум</b>
	<b>ИТОГО:</b>	<b>2</b>	<b>16</b>		<b>18</b>	<b>-</b>	<b>74</b>	<b>108/зачет</b>

#### 4.3. Содержание дисциплины, структурированное по темам (разделам)

##### Тематический план лекций

№	Наименование раздела дисциплины	Содержание раздела дисциплины
Модуль 1 Общие вопросы валидации методик химического анализа.		
1.	Валидация, определение и терминология.	Аналитические методики, подлежащие валидации. Основные валидационные характеристики: специфичность (specificity); предел обнаружения (detection limit); предел количественного определения (quantitation limit); аналитическая область (range); линейность (linearity); правильность (trueness); прецизионность (precision); устойчивость (robustness).
2.	Аналитические системы для контроля качества лекарственных средств, ревалидация аналитических методик.	Проверка пригодности аналитических систем для контроля качества лекарственных средств. Проведение ревалидации (повторной валидации) аналитических методик при изменении: технологии получения объекта анализа; состава лекарственного средства (объекта анализа); ранее утвержденной методики анализа.
3.	Использование стандартных образцов при контроле	Стандартные образцы, терминология, характеристика стандартов. Общие подходы к использованию и аттестации стандартных образ-

	ле качества лекарственных средств.	цов при контроле чистоты и количественного определения лекарственных средств.
<b>Модуль 2 Валидация химических методик анализа</b>		
4.	Валидационные характеристики гравиметрических методик анализа качества лекарственных средств.	Важнейшие валидационные характеристики гравиметрических методик количественного определения лекарственных средств: правильность; прецизионность; сходимость; внутрилабораторная прецизионность; специфичность, линейность, диапазон применения.
5.	Валидационные характеристики титриметрических методик анализа качества лекарственных средств.	Валидационные характеристики титриметрических методик количественного определения лекарственных средств: правильность; прецизионность; сходимость; внутрилабораторная прецизионность; специфичность, линейность, диапазон применения.
<b>Модуль 3</b>		
6.	Валидация методик атомно-абсорбционного определения чистоты субстанций, готовых лекарственных препаратов.	Валидация методик атомно-абсорбционного определения чистоты субстанций, готовых лекарственных препаратов: правильность; прецизионность; сходимость; внутрилабораторная прецизионность; специфичность, предел обнаружения, предел количественного определения, линейность, диапазон применения.
7.	Валидация методик газожидкостной хроматографии. Субстанции, готовый лекарственный препарат. Количественное определение и идентификация примесей.	Валидация методик газожидкостной хроматографии. Субстанции, готовый лекарственный препарат. Количественное определение и идентификация примесей. Правильность, прецизионность, сходимость, внутрилабораторная прецизионность, специфичность, предел обнаружения, предел количественного определения, линейность, диапазон применения.
8.	Валидация методик высокоэффективной жидкостной хроматографии. Количественное определение и идентификация примесей.	Валидация методик высокоэффективной жидкостной хроматографии. Количественное определение и идентификация примесей. Правильность, прецизионность, сходимость, внутрилабораторная прецизионность, специфичность, предел обнаружения, предел количественного определения, линейность, диапазон применения.

### Лабораторные работы

№ и названия лабораторных работ	Цель и содержание практической работы
Лабораторная работа № 1. Приготовление эталонных растворов для определения чистоты лекарственных средств.	Ознакомление с общей фармакопейной статьей «Испытания на чистоту и допустимые пределы примесей». Приготовление образцов эталонных растворов для определения допустимых пределов примесей: хлоридов, сульфатов, солей аммония, кальция, магния и др..
Лабораторная работа № 2. Определение действующего вещества в лекарственном препарате «магния сульфат» гравиметрическим методом.	Определение содержания действующего вещества в лекарственном препарате магния сульфат осаждением сульфат-анионов действием раствора хлорида бария.
Лабораторная работа № 3. Определение действующего вещества в лекарственном препарате «кальция хлорид» методом титриметрии.	Ознакомление с унифицированным методом комплексонометрии. Определение содержания действующего вещества в лекарственном препарате кальция хлорид комплексонометрическим титрованием.
Лабораторная работа № 4. Определение чистоты лекарственном препарате «натрия хлорид» атомно-абсорбционной спектрометрией.	Ознакомление с работой атомно-абсорбционного спектрометра в режиме пламенной атомизации. Определение содержания калия, магния, кальция, бария и железа в изотоническом растворе натрия хлорида.

Лабораторная работа № 5. Идентификация и количественное определение примесей в лекарственном препарате «парацетамол».	Ознакомление с работой газового хроматографа «Мэстро» с масс-селективным детектором. Идентификация и количественное определение примесей в лекарственном препарате «парацетамол».
---	---

## 5. Образовательные технологии

В ходе освоения дисциплины предусматривается применение следующих активных методов обучения:

- Выполнение лабораторных работ с элементами исследования.
- Отчетные занятия по разделам «Валидация химических методик анализа», «Валидация физико-химических методик анализа».
- Выполнение магистрантами индивидуальной исследовательской работы по анализу реальных объектов с поиском и выбором метода и схемы определения на лабораторных занятиях.
- Контрольные работы.
- Коллоквиумы.

## 6. Учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы студентов.

- Подготовка к отчетам по лабораторным работам.
- Решение задач.
- Подготовка к контрольной работе.
- Подготовка к коллоквиуму.
- Подготовка к зачету.
- 

Разделы и темы для самостоятельного изучения	Виды и содержание самостоятельной работы	Учебно-методическое обеспечение
1.Валидация, определение и терминология.	Проработка учебного материала (по конспектам лекций, по учебной и научной литературе). Написание стандартной операционной процедуры по валидации аналитической методики.	См. п.п. 4.3; 7.3; 8
2.Аналитические системы для контроля качества лекарственных средств, ревалидация аналитических методик.	Проработка учебного материала (по конспектам лекций, по учебной и научной литературе). Написание валидационного плана.	См. п.п. 4.3; 7.3; 8
3.Использование стандартных образцов при контроле качества лекарственных средств.	Проработка учебного материала (по конспектам лекций, по учебной и научной литературе). Оформление результатов лабораторных работ.	См. п.п. 4.3; 7.3; 8
4.Валидационные характеристики гравиметрических методик количественного определения лекарственных средств.	Проработка учебного материала (по конспектам лекций, по учебной и научной литературе). Оформление лабораторных работ.	См. п.п. 4.3; 7.3; 8
5.Валидационные характеристики титриметрических методик количественного определения лекарственных средств.	Проработка учебного материала (по конспектам лекций, по учебной и научной литературе). Оформление результатов лабораторных работ.	См. п.п. 4.3; 7.3; 8
6.Валидация методик атомно-абсорбционного определения чистоты субстанций, готовых лекарственных препаратов.	Проработка учебного материала (по конспектам лекций, по учебной и научной литературе). Оформление результатов лабораторных работ.	См. п.п. 4.3; 7.3; 8
7.Валидация методик газожидкостной и высокоэффектив-	Проработка учебного материала (по конспектам лекций, по учебной и научной литерату-	См. п.п. 4.3; 7.3; 8

ной жидкостной хроматографии. Субстанции, готовый лекарственный препарат. Количественное определение и идентификация примесей. Предел обнаружения.	ре). Оформление результатов лабораторных работ.	
8.Подготовка к коллоквиуму	подготовиться к коллоквиуму, т. е. выяснить: круг и уровень сложности вопросов, выносимых на контроль; формы контроля; способы и методы выполнения заданий, выносимых на контроль; повторить пройденное; разобрать наиболее трудные вопросы темы	См. п.п. 4.3; 7.3; 8
9.Подготовка к зачету	повторен и изучен теоретический материал, составляющий содержание итогового контроля; выявлена его сущность; выполнены типичные задания, на примере которых раскрываются методы и способы применения теоретических знаний к решению конкретных учебных задач; выполнены все группы возможных упражнений, направленных на формирование определенных практических умений; проанализированы все выполненные практические работы текущего контроля.	См. п.п. 4.3; 7.3; 8

#### Вопросы для самоконтроля:

1. Что такое валидация и ревалидация?
2. Назовите основные валидационные характеристики.
3. Какие аналитические методики подлежат валидации?
4. В каких случаях может потребоваться повторное проведение валидации (ревалидации)?
5. Какие эталонные растворы используются при проведении испытаний на чистоту?
6. Каким критериям должны соответствовать методики количественного определения?
7. Каковы требования к доверительному интервалу?
8. Каковы требования к коэффициенту корреляции ( $r$ )?
9. Как определяют однородность содержания для дозированных лекарственных форм?
10. Как проводят испытание «Растворение для твердых дозированных лекарственных форм»?
11. Как определяют предел обнаружения (ПО) и предел количественного определения (ПКО)?

#### 7. Фонд оценочных средств для проведения текущего контроля успеваемости, промежуточной аттестации по итогам освоения дисциплины.

7.1. Перечень компетенций с указанием этапов их формирования в процессе освоения образовательной программы.

Перечень компетенций с указанием этапов их формирования приведен в описании образовательной программы.

Компетенция	Знания, умения, навыки	Процедура освоения
ПК-2	<p>Знать: теоретические основы химических, физико-химических, физических методов химического анализа, способы их использования при решении конкретных аналитических задач.</p> <p>Уметь: анализировать и обрабатывать научно-техническую информацию на основе теоретических представлений традиционных и новых методов химического анализа лекарственных средств.</p> <p>Владеть: навыками практического использования базовых методов химического анализа при решении конкретных задач валидации методик контроля качества</p>	<p>Защита отчета.</p> <p>Контроль выполнения индивидуального задания</p>



	лекарственных средств.	
ПК-3	<p>Знать: стандартные методы получения, идентификации и исследования свойств лекарственных веществ и материалов, правила обработки и оформления результатов работы, требования техники безопасности.</p> <p>Уметь: выбирать методы диагностики лекарственных веществ и материалов, проводить стандартные измерения.</p> <p>Владеть: навыками работы на современной аппаратуре при проведении валидационных испытаний методик химического анализа лекарственных средств и методами обработки полученных результатов.</p>	<p>Защита отчета.</p> <p>Контроль выполнения индивидуального задания</p>

## 7.2. Описание показателей и критериев оценивания компетенций, описание шкал оценивания.

### ПК-2 - «владением теорией и навыками практической работы в избранной области химии»

Уровень	Показатели (что обучающийся должен продемонстрировать)	Оценочная шкала		
		Удовлетворительно	Хорошо	Отлично
продвинутый	Владеть: навыками использования теоретических основ базовых химических дисциплин при решении конкретных химических и материаловедческих задач	Владеет общими представлениями о возможности практического применения теоретических основ химии, но допускает неточности при их использовании применительно к поставленной задаче	Владеет навыками применения теоретических основ химии при решении реальных практических задач в отдаленно взятой области химии и материаловедения	Владеет навыками применения теоретических основ химии при планировании работ в профессиональной сфере деятельности и грамотной интерпретации полученных результатов
	Уметь: анализировать и обрабатывать научно-техническую информацию на основе теоретических представлений традиционных и новых разделов химии	Умеет решать учебные задачи, имитирующие реальные ситуации из практики НИР	Умеет обосновывать выбор средств решения конкретных задач профессиональной деятельности на основе теоретических представлений традиционных и новых разделов химии	Умеет критически анализировать результаты отдельных этапов научных и научно-технологических исследований на предмет их соответствия теоретическим представлениям химической науки; умеет проводить поиск в патентных базах данных
	Знать: теоретические основы традиционных и новых разделов химии и способы их использования при решении конкретных химических	Имеет общее представление о закономерностях протекания химических процессов, может сформулировать их для	Знает закономерности протекания химических процессов с участием веществ различной природы, но допускает от-	Знает закономерности протекания химических процессов с участием веществ различной приро-

	и материаловедческих задач	определенной группы веществ и привести примеры использования этих закономерностей при решении конкретных практических задач	дельные неточности при их формулировке и оценке условий применимости этих закономерностей при решении конкретных химических и материаловедческих задач	ды, способы их применения при решении практических задач в области фундаментальной и прикладной химии
--	----------------------------	---	--	---

ПК-3 - «готовностью использовать современную аппаратуру при проведении научных исследований»

Уровень	Показатели (что обучающийся должен продемонстрировать)	Оценочная шкала		
		Удовлетворительно	Хорошо	Отлично
продвинутый	Владеть: навыками проведения эксперимента и методами обработки его результатов	Владеет некоторыми навыками проведения эксперимента и методами обработки его результатов, но допускает отдельные ошибки при обработке результатов эксперимента	В целом владеет навыками проведения эксперимента и методами обработки его результатов	В полном объеме владеет навыками проведения эксперимента и методами обработки его результатов
	Уметь: выбирать методы диагностики веществ и материалов, проводить стандартные измерения	Может выбрать метод диагностики конкретного вещества (материала, процесса) из набора предложенных и провести измерения на простом оборудовании под руководством специалиста более высокой квалификации	Может указать метод исследования веществ (материалов, процессов), сформулировать общие требования к условиям диагностики и самостоятельно провести измерения на простом оборудовании	Может указать несколько методов исследования конкретного вещества (материала, процесса), сформулировать требования к условиям диагностики, умеет адаптировать стандартные методики эксперимента для решения конкретных задач
	Знать: стандартные методы получения, идентификации и исследования свойств веществ и материалов, правила обработки и оформления результатов работы, нормы ТБ	Имеет общее представление о методах получения, идентификации и исследования свойств отдельных классов веществ, правилах безопасного обращения с ними и способах представления ре-	Знает стандартные методы получения, идентификации и исследования свойств различных групп веществ и материалов; правила ТБ при работе с ними, основные требования к	Знает стандартные методы получения, идентификации и исследования свойств различных групп веществ и материалов; правила техники безопасности

		зультатов экспери- мента	оформлению ре- зультатов экспе- римента, но до- пускает отдель- ные неточности	при работе с ними, основные требования к оформлению результатов эксперимента
--	--	-----------------------------	--	---

Если хотя бы одна из компетенций не сформирована, то положительная оценки по дисциплине быть не может.

### 7.3. Типовые контрольные задания

1. Валидация. Основные понятия и терминология.
2. Валидационные характеристики методик количественного определения лекарственных средств.
3. Написание стандартной операционной процедуры по валидации аналитической методики.
4. Написание общей процедуры по валидации аналитической методики.
5. Написание валидационного плана.
6. Написание валидационного отчета.
7. Базовые подходы к разработке методик анализа лекарственных средств.
8. Выполнение тестов «Однородность содержания» и «Растворение» при серийном контроле качества лекарственных средств. Общая схема экспери-мента.

### Вопросы по итоговому контролю

#### Коллоквиум 1

1. Валидация, определение и терминология.
2. Аналитические системы для контроля качества лекарственных средств, ревалидация аналитических методик.
3. Использование стандартных образцов при контроле качества лекарственных средств.
4. Выбор показателя «рН» или «Кислотность/щелочность» для контроля качества субстанций. Испытания на допустимые пределы содержания анионов и катионов.
5. Предел обнаружения и предел количественного определения, основанный на стандартном отклонении контрольного опыта.
6. Критерии, применяемые при проведении валидации для методик количественного определения.

#### Коллоквиум 2

1. Валидационные характеристики гравиметрических методик количественного определения лекарственных средств.
2. Стандартизованная процедура валидации гравиметрических методик количественного определения лекарственных средств.
3. Расчет неопределенности гравиметрического анализа готового лекарственного препарата.
4. Валидационные характеристики титриметрических методик количественного определения лекарственных средств.
5. Стандартизованная процедура валидации титриметрических методик количественного определения лекарственных средств.
6. Испытания на допустимые пределы содержания анионов и катионов титриметрическим методом.

#### Коллоквиум 3

1. Валидация методик атомно-абсорбционного определения чистоты субстанций, готовых лекарственных препаратов.
2. Прогноз неопределенности спектрофотометрического анализа готового лекарственного препарата.
3. Испытания на допустимые пределы содержания примесей атомно-абсорбционной спектрометрией.
4. Применение метода атомно-абсорбционной спектрометрии для определения содержания отдельных элементов, присутствующих в образце.

5. В каких случаях проводится тест «Проверка пригодности хроматографической системы».
6. Валидация методик газо-жидкостной хроматографии. Субстанции, готовый лекарственный препарат. Количественное определение и идентификация примесей.
7. Стандартизованная процедура валидации методик контроля содержания примесей в готовых лекарственных средствах методом газовой хроматографии.
8. Применение газовой хроматографии (ГХ) для идентификации примесей и количественного определения.
9. Валидация методик высокоэффективной жидкостной хроматографии. Количественное определение и идентификация примесей.
10. Применение жидкостной хроматографии (ЖХ) для идентификации примесей и количественного определения.

#### **Примерные вопросы к зачету**

1. Задачи валидации аналитической методики. Особенности валидации аналитических методик, используемых в фармакопее.
2. Испытания на чистоту лекарственных средств и допустимые пределы содержания примесей.
3. Выбор показателя «рН» или «Кислотность/щелочность» для контроля качества субстанций. Испытания на допустимые пределы содержания анионов и катионов.
4. Учет эффекта матрицы при количественном определении примесей.
5. Учет эффекта матрицы при количественном определении содержания действующего вещества.
6. Предел обнаружения и предел количественного определения, основанный на стандартном отклонении контрольного опыта.
7. Критерии, применяемые при проведении валидации для методик количественного определения.
8. Требования к неопределенности результатов анализа.
9. Валидационные характеристики: рекомендации по проведению эксперимента по критерию «приемлемость».
10. Валидационные характеристики: рекомендации по проведению эксперимента по критерию «незначимость».
11. Валидационные характеристики: рекомендации по проведению эксперимента по критерию «линейность».
12. Валидационные характеристики: рекомендации по проведению эксперимента по критерию «правильность».
13. Валидационные характеристики: рекомендации по проведению эксперимента по критерию «прецизионность».
14. Расчет неопределенности функции нескольких случайных перемен.
15. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Основные положения и определения.

#### **8. Перечень основной и дополнительной учебной литературы, необходимой для освоения дисциплины.**

##### **а) основная литература:**

1. Беликов В.Г. Фармацевтическая химия. В 2 ч. Учеб. Для вузов. Пятигорск, 2003. 720 с.
2. Лабораторные работы по фармацевтической химии: Учеб. пособие / Беликов В.Г., Вергейчик Е.Н., Компанцева Е.В. и др.. Пятигорск, 2003. 342 с.
3. Руководство к лабораторным занятиям по фармацевтической химии: Учеб. пособие / Под. Ред. А.П. Арзамасцева. М.: Медицина, 2001. 384 с.
4. ГОСТ Р 52249-2004. Правила производства и контроля качества лекарственных средств.
5. ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения.

##### **б) дополнительная литература:**

1. Государственная фармакопея СССР. 11-е издание, М.: Медицина: вып. 1, 1987. 336 с; вып. 2, 1989. 400 с.

2. Руководство по валидации методик анализа лекарственных средств (методические рекомендации) / Под редакцией: Н.В.Юргеля, Л.Младенцева, А.В.Бурдейна, М.А.Гетьмана, А.А.Малина, В.В.Косенко. М. 2007, 48 с.

**9. Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет», необходимых для освоения дисциплины.**

**а) программное обеспечение и Интернет –ресурсы**

1. [www.nanometer.ru](http://www.nanometer.ru);
2. [www.conftr.ru](http://www.conftr.ru);
3. [www.nanotech.ru](http://www.nanotech.ru);
4. pubs.acs.org;
5. [www.sciencedirect.com](http://www.sciencedirect.com);
6. [www.springer.com](http://www.springer.com).
7. Системные программные средства: Microsoft Windows XP, Microsoft Vista.
8. Прикладные программные средства: Microsoft Office 2007 Pro, FireFox Специализированное программное обеспечение: СДО Moodle, SunRAV BookOffice Pro, SunRAV TestOfficePro, Navigator. html, Adobe Reader 9, Lizardch DjVu Control, Abbyy Finreders 8, Statistica 7, специализированные химические программы и др.

**б) базы данных, информационно-справочные и поисковые системы**

№п /п	Ссылка на информационный ресурс	Наименование разработки в электронной форме	Доступность
1.	<a href="http://elibrary.ru/">http://elibrary.ru/</a>	200 наименований журналов по аналитической химии в Научной электронной библиотеке, доступные ДГУ.	по IP-адресам ДГУ
2.	<a href="http://www.rfbr.ru/rffi/ru/lib">http://www.rfbr.ru/rffi/ru/lib</a>	Книги и журналы Научной электронной библиотеки РФФИ по аналитической химии.	по IP-адресам ДГУ
3.	<a href="http://www.rsc.org/">http://www.rsc.org/</a>	Электронные полнотекстовые журналы Королевского химического общества (Royal Society of Chemistry). Представлено 46 полнотекстовых журналов.	по IP-адресам ДГУ
4.	<a href="http://www.elsevier.ru/">http://www.elsevier.ru/</a>	Полнотекстовые материалы <a href="http://www.sciencedirect.com">ScienceDirect</a> и базы <a href="http://www.scopus.com">Scopus</a> по аналитической химии	по IP-адресам ДГУ
5.	<a href="http://www.annualreviews.org/ebvc">http://www.annualreviews.org/ebvc</a>	Электронные журналы Annual Reviews по аналитической химии <a href="http://www.annualreviews.org/journal/c">http://www.annualreviews.org/journal/c</a> hembioeng.	по IP-адресам ДГУ
6.	<a href="http://diss.rsl.ru/">http://diss.rsl.ru/</a>	Электронная библиотека диссертаций (ЭБД) Российской государственной библиотеки (РГБ)	авторизованный доступ
7.	<a href="http://www.viniti.ru/">http://www.viniti.ru/</a>	Реферативный журнал ВИНТИ по химии	CD-диски
8.	<a href="http://search.ebscohost.com">http://search.ebscohost.com</a>	Крупнейшая англоязычная реферативная база данных Inspec отражающая научные и технические публикации в области физики, химии, электротехники и электроники, вычислительной техники и систем управления и др.	по IP-адресам ДГУ
9.	<a href="http://elib.dgu.ru">http://elib.dgu.ru</a>	Электронные научные и образовательные ресурсы Научной библиотеки ДГУ	доступно по локальной сети ДГУ

10.	<a href="http://edu.dgu.ru/">http://edu.dgu.ru/</a>	Электронные научные и образовательные ресурсы образовательного сервера ДГУ (учебно-методические комплексы, контрольно-измерительные материалы, электронные учебники, учебные пособия и пр.)	доступно по локальной сети ДГУ
-----	---	---	--------------------------------

### 10. Методические указания для обучающихся по освоению дисциплины.

Методические указания обучающимся должны раскрывать рекомендуемый режим и характер учебной работы по изучению теоретического курса (или его раздела/части), практических и/или семинарских занятий, лабораторных работ (практикумов), и практическому применению изученного материала, по выполнению заданий для самостоятельной работы, по использованию информационных технологий и т.д. Методические указания должны мотивировать магистранта к самостоятельной работе и не подменять учебную литературу.

Указывается перечень учебно-методических изданий, рекомендуемых магистрантам для подготовки к занятиям и выполнения самостоятельной работы, а также методические материалы на бумажных и/или электронных носителях, выпущенные кафедрой своими силами и предоставляемые аспирантам во время занятий:

- рабочие тетради;
- наглядные пособия;
- гlossарий (словарь терминов по тематике дисциплины);
- тезисы лекций,
- раздаточный материал и др.

Самостоятельная работа магистрантов, предусмотренная учебным планом в объеме не менее 60-70% общего количества часов, должна соответствовать более глубокому усвоению изучаемого курса, формировать навыки исследовательской работы и ориентировать обучающихся на умение применять теоретические знания на практике.

Задания для самостоятельной работы составляются по разделам и темам, по которым не предусмотрены аудиторские занятия, либо требуется дополнительно проработать и проанализировать рассматриваемый преподавателем материал в объеме запланированных часов.

Задания по самостоятельной работе могут быть оформлены в виде таблицы с указанием конкретного вида самостоятельной работы:

- конспектирование первоисточников и другой учебной литературы;
- проработка учебного материала (по конспектам лекций учебной и научной литературе) и подготовка докладов на семинарах и практических занятиях, к участию в тематических дискуссиях и деловых играх;
- работа с нормативными документами и законодательной базой;
- поиск и обзор научных публикаций и электронных источников информации, подготовка заключения по обзору;
- выполнение контрольных работ, творческих (проектных) заданий, курсовых работ (проектов);
- решение задач, упражнений;
- написание рефератов (эссе);
- работа с тестами и вопросами для самопроверки;
- выполнение переводов на иностранные языки/с иностранных языков;
- моделирование и/или анализ конкретных проблемных ситуаций ситуации;
- обработка статистических данных, нормативных материалов;
- анализ статистических и фактических материалов, составление выводов на основе проведенного анализа и т.д.

Самостоятельная работа должна носить систематический характер, быть интересной и привлекательной для студента.

Результаты самостоятельной работы контролируются преподавателем и учитываются при аттестации магистранта (зачет, экзамен). При этом проводятся: тестирование, экспресс-опрос на практических занятиях, заслушивание докладов, проверка письменных работ и т.д.

## **11. Перечень информационных технологий, используемых при осуществлении образовательного процесса по дисциплине, включая перечень программного обеспечения и информационных справочных систем.**

При осуществлении образовательного процесса по дисциплине «Теоритические и практические аспекты валидации методик анализа» используются следующие информационные технологии:

- Демонстрационный материал применением проектора и интерактивной доски.
- Занятия компьютерного тестирования.
- Компьютерные программы пакета Microsoft Office.
- Программное обеспечение для лекций: MS PowerPoint. Adobe Acrobat Reader, средство просмотра изображений, табличный процессор.

## **12. Описание материально-технической базы, необходимой для осуществления образовательного процесса по дисциплине.**

В соответствии с требованиями ФГОС ВО по направлению подготовки 04.04.01 – химия (уровень - магистратура) кафедра имеет специально оборудованную учебную аудиторию для проведения лекционных занятий, помещения для практических работ на группу из 12 человек и вспомогательное помещение для хранения и профилактического обслуживания учебного и учебно-научного оборудования. Учебные и научно-исследовательские лаборатории кафедры аналитической и фармацевтической химии №№ 14, 15, 16, 17, 19, 26 для проведения практических занятий оснащенные следующим оборудованием: Атомно – абсорбционный спектрометр сопгАА 700; Газо-жидкостный хроматограф «Маэстро» (Интерлаб, Россия); Спектрофлуориметрический анализатор «Флюорат-02-3М»; Спектрофотометр СФ- 56 для снятия спектров УФ и видимой области, с приставкой диффузного отражения ПОД-6 и компьютерным интер-фейсом; Спектрофотометр СФ-46 для снятия спектров УФ и видимой области; Сканирующий спектрофотометр Spesord 210 Plus; Система капиллярного электрофореза «Капель-103».

В библиотеке ДГУ и на кафедре аналитической и фармацевтической химии имеется необходимая литература, методические разработки, лекции в виде слайдов размещенные на сайте химического факультета.