

**AGH**AGH UNIVERSITY OF SCIENCE
AND TECHNOLOGY

Nazwa modułu zajęć: Walidacja metod analitycznych

Rok akademicki: 2019/2020 Kod: HNKT-1-616-s Punkty ECTS: 2

Wydział: Humanistyczny

Kierunek: Nowoczesne technologie w kryminalistyce Specjalność: —

Poziom studiów: Studia I stopnia Forma studiów: Stacjonarne

Język wykładowy: Polski Profil: Ogólnoakademicki (A) Semestr: 6

Strona www: —

Prowadzący moduł: prof. nadzw. dr hab. Jakubowska Małgorzata (jakubows@agh.edu.pl)

Treści programowe zapewniające uzyskanie efektów uczenia się dla modułu zajęć

Przedmiot przygotowuje studentów do pracy w nowoczesnym laboratorium analitycznym, w którym przywiązuje się uwagę do jakości wyników a każdy etap pracy zgodny jest z zasadami aktów prawnych i norm obowiązujących w tym zakresie. Celem podjętych działań będzie prezentacja zagadnień projektowania metod pomiarowych w analityce chemicznej, optymalizacji ich parametrów operacyjnych, walidacji parametrów analitycznych.

Opis efektów uczenia się dla modułu zajęć

Kod MEU	Student, który zaliczył moduł zajęć zna i rozumie/potrafi/jest gotów do	Powiązania z KEU	Sposób weryfikacji i oceny efektów uczenia się osiągniętych przez studenta w ramach poszczególnych form zajęć i dla całego modułu zajęć
Wiedza: zna i rozumie			
M_W001	Ma wiedzę w zakresie weryfikacji poprawności i oceny zakresu stosowania metod pomiarowych w analityce chemicznej	NKT1A_W06, NKT1A_W09	Kolokwium
M_W002	Ma wiedzę dotyczącą przetwarzania i interpretacji wyników eksperymentów, szczególnie w zakresie umożliwiającym ocenę poprawności stosowanych metod i uzyskiwanych rezultatów doświadczeń	NKT1A_W01	Kolokwium
Umiejętności: potrafi			

M_U001	Potrafi zaplanować eksperymenty umożliwiające weryfikację poprawności projektowanych i istniejących metod pomiarowych stosowanych w analityce chemicznej	NKT1A_U09	Wykonanie ćwiczeń laboratoryjnych
M_U002	Potrafi prawidłowo wykonać interpretacje sygnałów rejestrowanych w eksperymentach analitycznych, dokonać ich typowego przekształcenia, obliczyć zależności kalibracyjne oraz ocenić podstawowe parametry metody analitycznej	NKT1A_U01	Wykonanie ćwiczeń laboratoryjnych
Kompetencje społeczne: jest gotów do			
M_K001	Rozumie potrzebę weryfikacji poprawności stosowanych metod pomiarowych oraz rolę poprawnych wyników badań dotyczących różnych aspektów funkcjonowania poszczególnych osób, społeczeństwa, państwa a także na arenie międzynarodowej	NKT1A_K02	Aktywność na zajęciach

Liczba godzin zajęć w ramach poszczególnych form zajęć

Suma	Forma zajęć dydaktycznych										
	Wykład	Ćwiczenia audytoryjne	Ćwiczenia laboratoryjne	Ćwiczenia projektowe	Konwersatorium	Zajęcia seminaryjne	Zajęcia praktyczne	Zajęcia terenowe	Zajęcia warsztatowe	Prace kontrolne i przejściowe	Lektorat
30	10	0	10	0	0	10	0	0	0	0	0

Matryca kierunkowych efektów uczenia się w odniesieniu do form zajęć i sposobu zaliczenia, które pozwalają na ich uzyskanie

Kod MEU	Student, który zaliczył moduł zajęć zna i rozumie/potrafi/jest gotów do	Forma zajęć dydaktycznych										
		Wykład	Ćwiczenia audytoryjne	Ćwiczenia laboratoryjne	Ćwiczenia projektowe	Konwersatorium	Zajęcia seminaryjne	Zajęcia praktyczne	Zajęcia terenowe	Zajęcia warsztatowe	Prace kontrolne i przejściowe	Lektorat
Wiedza: zna i rozumie												
M_W001	Ma wiedzę w zakresie weryfikacji poprawności i oceny zakresu stosowania metod pomiarowych w analityce chemicznej	+	-	-	-	-	+	-	-	-	-	-

M_W002	Ma wiedzę dotyczącą przetwarzania i interpretacji wyników eksperymentów, szczególnie w zakresie umożliwiającym ocenę poprawności stosowanych metod i uzyskiwanych rezultatów doświadczeń	+	-	-	-	-	+	-	-	-	-	-
Umiejętności: potrafi												
M_U001	Potrafi zaplanować eksperymenty umożliwiające weryfikację poprawności projektowanych i istniejących metod pomiarowych stosowanych w analityce chemicznej	-	-	+	-	-	-	-	-	-	-	-
M_U002	Potrafi prawidłowo wykonać interpretację sygnałów rejestrowanych w eksperymentach analitycznych, dokonać ich typowego przekształcenia, obliczyć zależności kalibracyjne oraz ocenić podstawowe parametry metody analitycznej	-	-	+	-	-	+	-	-	-	-	-
Kompetencje społeczne: jest gotów do												
M_K001	Rozumie potrzebę weryfikacji poprawności stosowanych metod pomiarowych oraz rolę poprawnych wyników badań dotyczących różnych aspektów funkcjonowania poszczególnych osób, społeczeństwa, państwa a także na arenie międzynarodowej	+	-	+	-	-	+	-	-	-	-	-

Nakład pracy studenta (bilans punktów ECTS)

Forma aktywności studenta	Obciążenie studenta
Udział w zajęciach dydaktycznych/praktyka	30 godz
Przygotowanie do zajęć	5 godz
przygotowanie projektu, prezentacji, pracy pisemnej, sprawozdania	10 godz
Samodzielne studiowanie tematyki zajęć	5 godz
Egzamin lub kolokwium zaliczeniowe	2 godz
Dodatkowe godziny kontaktowe	5 godz
Sumaryczne obciążenie pracą studenta	57 godz
Punkty ECTS za moduł	2 ECTS

Pozostałe informacje

Szczegółowe treści kształcenia w ramach poszczególnych form zajęć (szczegółowy program wykładów i pozostałych zajęć)

Wykład

1. Zagadnienia jakości w analityce. Najnowsze akty prawne i normy obowiązujące w laboratoriach analitycznych.
2. Zakres i zastosowanie normy PN-EN ISO/IEC 17025:2017 pt. „Ogólne wymagania dotyczące laboratoriów badawczych i wzorcujących”. Porównanie z zasadami Dobrej Praktyki Laboratoryjnej (GLP).
3. Podstawowe definicje i zasady walidacji metod pomiarowych w analityce chemicznej
4. Parametry metod analitycznych, zasady ich weryfikacji oraz typowe kryteria akceptacji.
5. Podstawy przetwarzania sygnałów analitycznych, algorytmy filtracji, korekty linii bazowej, separacji nakładających się składowych sygnałów, typowe transformacje danych.
6. Zagadnienia niepewności pomiarowej w pomiarach bezpośrednich i pośrednich.
7. Problem weryfikacji aparatury pomiarowej, drobnego sprzętu laboratoryjnego oraz oprogramowania sterującego i interpretacyjnego.

Ćwiczenia laboratoryjne

1. Projektowanie metody pomiarowej.
2. Realizacja eksperymentów walidacyjnych: optymalizacja parametrów operacyjnych metody, wykonanie doświadczeń, których celem będzie zbadanie podstawowych parametrów walidacyjnych, tj. selektywności, precyzji, poprawności, zakresu roboczego, granicy wykrywalności i oznaczalności.
3. Interpretacja wyników eksperymentów: odrzucenie błędów grubych, przetwarzania sygnałów analitycznych, określenie wartości typowych miar statystycznych, obliczenie parametrów zależności kalibracyjnej, szacowanie niepewności wyników, wykonanie reprezentatywnych wykresów.

Zajęcia seminaryjne

1. Podstawowe metody kalibracji stosowane w analityce.
2. Metodologia stosowania certyfikowanych materiałów odniesienia.
3. Zasady zaokrąglania i prezentacji wyników eksperymentów.
4. Szacowanie niepewności pomiarowej w pomiarach pośrednich. Zasady propagacji niepewności.
5. Opracowanie raportu walidacyjnego dla wybranej metody analitycznej na podstawie wyników eksperymentów wykonanych na zajęciach laboratoryjnych.
6. Opracowanie Standardowej Procedury Operacyjnej dla walidowanej metody analitycznej.

Metody i techniki kształcenia:

Wykład: Treści prezentowane na wykładzie są przekazywane w formie prezentacji multimedialnej w połączeniu z klasycznym wykładem tablicowym.

Ćwiczenia laboratoryjne: W trakcie zajęć laboratoryjnych studenci samodzielnie projektują procedury pomiarowe, przygotowują potrzebne odczynniki oraz stanowiska pomiarowe, dobierając odpowiednie narzędzia. Studenci wykonują zaplanowane pomiary oraz interpretują uzyskane wyniki, stosując narzędzia wstępnego przetwarzania danych, analizy statystycznej oraz prezentacji graficznej. Prowadzący udziela wskazówek i koordynuje pracę grupy, tak by otrzymane wyniki miały wysoką wartość merytoryczną.

Zajęcia seminaryjne: Studenci samodzielnie realizują zadania interpretacyjne, stosując odpowiednio

dobrane środowisko obliczeniowe oraz dostępne w nim procedury. Prowadzący udziela wskazówek i koordynuje pracę grupy, tak by otrzymane wyniki miały wysoką wartość merytoryczną. Dodatkowo studenci przygotowują krótkie prezentacje, których tematyka uzgodniona jest z prowadzącym.

Warunki i sposób zaliczenia poszczególnych form zajęć, w tym zasady zaliczeń poprawkowych, a także warunki dopuszczenia do egzaminu:

Wykład – pisemne kolokwium zaliczeniowe

Zajęcia laboratoryjne – ustne raporty z wykonanych zadań eksperymentalnych oraz interpretacyjnych, pisemne sprawozdania jako część raportu walidacyjnego, sprawdzian praktyczny z zakresu przetwarzania i interpretacji danych pomiarowych

Seminarium – wykonanie raportu walidacyjnego, pisemne kolokwium zaliczeniowe lub test

Zasady udziału w poszczególnych zajęciach, ze wskazaniem, czy obecność studenta na zajęciach jest obowiązkowa:

Wykład:

– Obecność obowiązkowa: Nie

– Zasady udziału w zajęciach: Studenci uczestniczą w wykładach, poznając kolejne treści nauczania zgodnie z sylabusem przedmiotu. Studenci mogą na bieżąco zadawać pytania a także dyskutować z prowadzącym oraz innymi uczestnikami kursu na temat pojawiających się wątpliwości.

Ćwiczenia laboratoryjne:

– Obecność obowiązkowa: Tak

– Zasady udziału w zajęciach: Studenci wykonują ćwiczenia laboratoryjne zgodnie z instrukcjami przekazanymi przez prowadzącego. Student powinien być przygotowany do prowadzenia badań poprzez opanowanie materiału prezentowanego na wykładzie oraz seminarium. Jego wiedza może zostać zweryfikowana przez prowadzącego. Zaliczenie zajęć odbywa się na podstawie ustnego raportu oraz kompleksowego opracowania wyników, w formie pisemnej umieszczonego w raporcie walidacyjnym. Zaliczenie ćwiczeń jest możliwe po prawidłowym wykonaniu eksperymentów oraz interpretacji ich wyników w zakresie wskazanym przez prowadzącego.

Zajęcia seminaryjne:

– Obecność obowiązkowa: Tak

– Zasady udziału w zajęciach: Studenci wykonują zadania z zakresu przetwarzania i interpretacji wyników eksperymentów analitycznych. Student powinien być przygotowany do wykonania zadań poprzez opanowanie materiału prezentowanego na wykładzie oraz seminarium. Jego wiedza może zostać zweryfikowana przez prowadzącego. Zaliczenie zajęć odbywa się na podstawie prawidłowo wykonanego raportu walidacyjnego oraz kolokwium lub testu pisemnego.

Sposób obliczania oceny końcowej

Ocena końcowa według skali ocen AGH, na która składa się:

30% ocena z wykładu

30% ocena z zajęć laboratoryjnych

40% ocena z seminarium

Sposób i tryb wyrównywania zaległości powstałych wskutek nieobecności studenta na zajęciach:

Zapoznanie się z obszernymi materiałami umieszczonymi na platformie e-learningowej, indywidualne konsultacje u prowadzących, literatura w formie drukowanej i elektronicznej.

Wymagania wstępne i dodatkowe, z uwzględnieniem sekwencyjności modułów

Znajomość podstaw statystyki, w tym zagadnień niepewności pomiarowej.

Znajomość podstaw techniki pracy w laboratorium analitycznym.

Umiejętność stosowania przynajmniej jednego środowiska obliczeniowego, umożliwiającego przetwarzanie danych eksperymentalnych, statystyczną interpretację wyników oraz wykonanie wykresów.

Umiejętność realizacji procedur kalibracyjnych różnymi metodami.

Zalecana literatura i pomoce naukowe

1. Norma PN-EN ISO/IEC 17025:2017 pt. „Ogólne wymagania dotyczące laboratoriów badawczych i wzorcujących”.
2. Norma PN-ISO 5725-1:2002 pt. „Dokładność (poprawność i precyzja) metod pomiarowych i wyników pomiarów – Część 1: Ogólne zasady i definicje” .
3. Międzynarodowy Słownik Metrologii (International Vocabulary of Metrology, VIM).
4. Ocena i kontrola jakości wyników pomiarów analitycznych, pod red. P. Konieczki i J. Namieśnika, Wydawnictwo Naukowe PWN, Warszawa 2017.
5. W. Hyk, Z. Stojek, Analiza statystyczna w laboratorium, Wydawnictwo Naukowe PWN, Warszawa 2016.
6. E. Bulska, Metrologia chemiczna, Wydawnictwo Malamut, 2012.

Publikacje naukowe osób prowadzących zajęcia związane z tematyką modułu

1. M. Jakubowska, B. Baś, F. Ciepela, W. W. Kubiak, A calibration strategy for stripping voltammetry of lead on silver electrodes, *Electroanalysis* 22 (2010) 1757-1764.
2. W. Opoka, M. Jakubowska, B. Baś, M. Sowa-Kućma, Development and Validation of an Anodic Stripping Voltammetric Method for Determination of Zn²⁺ Ions in Brain Microdialysate Samples, *Biol. Trace Elem. Res.* 142 (2011) 671-682.
3. M. Jakubowska, Signal processing in electrochemistry, *Electroanalysis* 23 (2011) 553-572.
4. M. Jakubowska, R. Piech, Ł. Górski, Application of a partial least squares regression for the determination of nanomolar concentrations of scandium in the presence of nickel by adsorptive stripping voltammetry, *Electroanalysis* 25 (2013) 1727-1733.
5. M. Jakubowska, Ł. Górski, R. Piech, Deviations from bilinearity in multivariate voltammetric calibration models, *Analyst* 138 (2013) 6817-6825.
6. F. Ciepela, G. Lisak, M. Jakubowska, Self-referencing background correction method for voltammetric investigation of reversible redox reaction, *Electroanalysis* 25 (2013) 2054-2059.
7. W. Sordoń, A. Salachna, M. Jakubowska, Voltammetric determination of caffeic, syringic and vanillic acids taking into account uncertainties in both axes, *Journal of Electroanalytical Chemistry* 764 (2016) 23-30.
8. M. Jakubowska, B. Baś, A. Kudłacz, W. W. Kubiak, Walidacja metody woltamperometrycznego oznaczenia ryboflawiny, Jakość w chemii analitycznej: IV ogólnopolska konferencja naukowa, Warszawa, 27-28 listopada 2008.
9. M. Jakubowska, B. Baś, F. Ciepela, Zintegrowana metoda kalibracyjna dla woltamperometrii, Elektroanaliza w teorii i praktyce : IX konferencja : Kraków, 04-05 czerwca 2009.
10. B. Baś, F. Ciepela, W. Sordoń, M. Jakubowska, Metody wielowymiarowej kalibracji w woltamperometrycznym oznaczaniu antyoksydantów , IX Polska konferencja chemii analitycznej , Poznań, 6-10 lipca 2015.

Informacje dodatkowe

Brak