

2018 г.

Краснодар 2018

Рабочая программа дисциплины «Метрологические основы химического анализа» составлена в соответствии с федеральным государственным образовательным стандартом высшего образования (ФГОС ВО) по направлению подготовки 04.03.01 – Химия.

код и наименование направления подготовки

Программу составил(и):

Н.А. Алмастьян, ст. преподаватель

И.О. Фамилия, должность, ученая степень, ученое звание



Рабочая программа дисциплины «Метрологические основы химического анализа» утверждена на заседании кафедры аналитической химии протокол № 5 «19» апреля 2018г.

Заведующий кафедрой (разработчика) Темердашев З.А.

фамилия, инициалы



Рабочая программа обсуждена на заседании кафедры физической химии протокол № 11 от «10» апреля 2018 г.

Заведующий кафедрой (выпускающей) Заболоцкий В.И.

фамилия, инициалы



Утверждена на заседании учебно-методической комиссии факультета

протокол № 5 «20» апреля 2018г.

Председатель УМК факультета Стороженко Т.П.

фамилия, инициалы



Рецензент:

Бозина Т.В., канд. хим.наук, зав. лабораторией ООО «ХимАналитик»

1 Цели и задачи изучения дисциплины (модуля).

1.1 Цель освоения дисциплины.

В соответствии с Федеральным государственным образовательным стандартом высшего образования, основной образовательной программой бакалавриата по направлению подготовки 04.03.01 – Химия целью дисциплины «Метрологические основы химического анализа» является формирование у студентов современных представлений о методах обеспечения надежности получаемой аналитической информации на основе метрологического обеспечения всех стадий аналитического цикла.

1.2 Задачи дисциплины.

Основными задачами являются:

- ознакомление студентов с нормативно-правовыми основами метрологического обеспечения измерений;
- освоение студентами методов оценки качества результатов количественного химического анализа;
- изучение средств и методов метрологического обеспечения результатов аналитического контроля, способов оценки погрешностей измерений и контроля точности результатов измерений.

1.3 Место дисциплины (модуля) в структуре образовательной программы.

Дисциплина «Метрологические основы химического анализа» относится к дисциплинам вариативной части Блока 1 «Дисциплины (модули)» учебного плана и базируется на знаниях, умениях и навыках, полученных при изучении дисциплин «Высшая математика», «Основы математической статистики». В курсе прослеживается тесная связь с разделами метрологии, аналитической химии.

1.4 Перечень планируемых результатов обучения по дисциплине (модулю), соотнесенных с планируемыми результатами освоения образовательной программы.

Изучение данной учебной дисциплины направлено на формирование у обучающихся компетенций (ОК/ОПК/ПК)

№ п.п.	Индекс компетенции	Содержание компетенции (или её части)	В результате изучения учебной дисциплины обучающиеся должны		
			знать	уметь	владеть
1.	ПК-1	способность выполнять стандартные операции по предлагаемым методикам	теоретические основы получения аналитической информации;	проводить оценку приемлемости аналитических характеристик полученных результатов;	навыками применения метрологических данных для контроля технологических процессов;
2	ОПК-4	способность решать стандартные задачи профессиональной деятельности с использованием современных информационно-	основы защиты информации и особенности использования ИКТ в метрологии	использовать возможности ИКТ в практике метрологии химического анализа;	основами обеспечения безопасности информационных данных;

№ п.п.	Индекс компетенции	Содержание компетенции (или её части)	В результате изучения учебной дисциплины обучающиеся должны		
			знать	уметь	владеть
		коммуникационных технологий с учетом основных требований информационной безопасности			
3.	ПК-5	способность получать и обрабатывать результаты научных экспериментов с помощью современных компьютерных технологий	основные приемы обработки информации с помощью компьютерных технологий	применять специальное программное обеспечение для осуществления метрологической обработки аналитических данных	навыками статистической обработки экспериментальных данных и оценки их надежности

2. Структура и содержание дисциплины.

2.1 Распределение трудоёмкости дисциплины по видам работ.

Общая трудоёмкость дисциплины составляет 2 зач.ед. (72 часа), их распределение по видам работ представлено в таблице

Вид учебной работы		Всего часов	Семестры (часы)			
			6	—		
Контактная работа, в том числе:						
Аудиторные занятия (всего)		58	58			
Занятия лекционного типа		18	18	-	-	-
Занятия семинарского типа (семинары, практические занятия)		-	-	-	-	-
Лабораторные занятия		40	40	-	-	-
Иная контактная работа:						
Контроль самостоятельной работы (КСР)		2	2			
Промежуточная аттестация (ИКР)		0,2	0,2			
Самостоятельная работа, в том числе:						
Проработка учебного (теоретического) материала		6,8	6,8	-	-	-
Выполнение индивидуальных заданий (подготовка сообщений, презентаций)		2	2	-	-	-
Подготовка к текущему контролю		3	3	-	-	-
Контроль:						
Подготовка к экзамену		-	-			
Общая трудоемкость						
	час.	72	72	-	-	-
	в том числе контактная работа	60,2	60,2			
	зач.ед.	2	2			

2.2 Структура дисциплины:

Распределение видов учебной работы и их трудоемкости по разделам дисциплины.
Разделы дисциплины, изучаемые в 6 семестре (очная форма)

№	Наименование разделов	Количество часов				
		Всего	Аудиторная работа			Внеаудиторная работа
			Л	ПЗ	ЛР	СРС
1	2	3	4	5	6	7
1.	Метрологическая терминология и элементы математической статистики, используемые в аналитической химии	14	4	-	8	2
2.	Статистическое оценивание результатов измерений	13	3	-	8	2
3.	Погрешности химического анализа	13,8	3	-	8	2,8
4.	Статистика линейных связей	14	4	-	8	2
5.	Методы контроля точности результатов количественного химического анализа	15	4	-	8	3
	Итого по дисциплине:		18	-	40	11,8

Примечание: Л – лекции, ПЗ – практические занятия / семинары, ЛР – лабораторные занятия, СРС – самостоятельная работа студента, ИКР – индивидуальная контролируемая работа, КСР – контролируемая самостоятельная работа, КР – контрольная работа

2.3 Содержание разделов дисциплины:

2.3.1 Занятия лекционного типа.

№	Наименование раздела	Содержание раздела	Форма текущего контроля
1	2	3	4
1.	Метрологическая терминология и элементы математической статистики, используемые в аналитической химии	Элементы математической статистики, используемые при обработке результатов измерений. Результат анализа как случайная величина. Оценивание генеральных параметров. Распределения случайных величин. Статистические гипотезы и их проверка. Значащие цифры при проведении расчетов и представлении результатов.	Опрос, контрольная работа
2.	Статистическое оценивание результатов измерений	Методы исключения выбросов. Сравнение дисперсий. Оценка доверительных интервалов выборочных характеристик. Сравнение двух средних результатов. Сравнение среднего результата с известным	Опрос, контрольная работа
3.	Погрешности химического анализа	Случайные погрешности химического анализа. Систематические погрешности химического анализа, их выявление и оценка. Закон сложения погрешностей. Использование дисперсионного анализа погрешности результата в методических исследованиях.	опрос
4.	Статистика линейных связей	Корреляционный анализ. Определение параметров прямой линии. Проверка гипотезы	опрос

		линейности. Нелинейные уравнения регрессии.	
5.	Методы контроля точности результатов количественного химического анализа	Этапы разработки и аттестации МВИ. Показатели точности МВИ. Организация внутреннего контроля прецизионности МВИ. Оперативный контроль точности результатов анализа. Контроль стабильности метрологических характеристик с помощью контрольных карт.	опрос

2.3.2 Занятия семинарского типа.

Учебным планом занятия семинарского типа не предусмотрены.

2.3.3 Лабораторные занятия.

№	Наименование лабораторных работ	Форма текущего контроля
1	3	4
1.	Определение величины доверительного интервала выборки определений, полученных в ходе химического анализа	РЗ
2.	Обнаружение грубых погрешностей	РЗ
3.	Определение величины систематической погрешности результатов химических определений	РЗ
4.	Многократные равноточные измерения	РЗ
5.	Тест Фишера. Сравнение результатов двух параллельных измерений химических величин, полученных разными методами исследования	РЗ

Защита лабораторной работы (ЛР), выполнение курсового проекта (КП), курсовой работы (КР), расчетного задания, расчетно-графического задания (РГЗ), написание реферата (Р), эссе (Э), коллоквиум (К), тестирование (Т), контрольная работа (КР) и т.д.

2.3.4 Примерная тематика курсовых работ (проектов)

Курсовые работы – не предусмотрены

2.4 Перечень учебно-методического обеспечения для самостоятельной работы обучающихся по дисциплине (модулю)

№	Вид СРС	Перечень учебно-методического обеспечения дисциплины по выполнению самостоятельной работы
1	2	3
1	Случайные инструментальные погрешности гравиметрического и титриметрического методов	1. Дерффель К. Статистика в аналитической химии. Учебное пособие. – М.: Мир, 1994. – 267 с. 2. Черновьянц М.С. Систематические и случайные погрешности химического анализа [Текст] : учебное пособие для студентов / под ред. М. С. Черновьянц. - М. : Академкнига, 2004. - 157 с. - (Учебник для вузов). - Библиогр. : с. 142-144.
2	Случайные инструментальные погрешности оптических методов анализа	3. Смагунова, А.Н. Математическое планирование эксперимента в методических исследованиях аналитической химии [Электронный ресурс] : учебное пособие / А.Н. Смагунова, Г.В. Пашкова, Л.И. Белых. — Электрон. дан. — Санкт-Петербург : Лань, 2018. — 120 с. — Режим доступа:
3	Случайные	

	инструментальные погрешности электрохимических методов анализа	https://e.lanbook.com/book/98248 .
--	--	---

Учебно-методические материалы для самостоятельной работы обучающихся из числа инвалидов и лиц с ограниченными возможностями здоровья (ОВЗ) предоставляются в формах, адаптированных к ограничениям их здоровья и восприятия информации:

Для лиц с нарушениями зрения:

- в печатной форме увеличенным шрифтом,
- в форме электронного документа,

Для лиц с нарушениями слуха:

- в печатной форме,
- в форме электронного документа.

Для лиц с нарушениями опорно-двигательного аппарата:

- в печатной форме,
- в форме электронного документа,

3. Образовательные технологии

Семестр	Вид занятия (Л, ПР, ЛР)	Используемые интерактивные образовательные технологии	Количество часов
1	ЛР	Презентация докладов, рефератов в формате мини-конференции, работа в малых группах, применение изученных методов и алгоритмов на результатах, полученных в рамках выполнения курсовых работ, групповые дискуссии	20
<i>Итого:</i>			20

В процессе освоения данной учебной дисциплины используются следующие образовательные технологии: аудиторная работа в виде традиционных форм: лекции и расчетные задания; самостоятельная работа студентов, групповые дискуссии. Некоторые разделы теоретического курса рассматриваются с использованием опережающей самостоятельной работы: студенты получают задание на изучение нового материала до его изложения на лекции. Для инвалидов и лиц с ограниченными возможностями здоровья реализуются индивидуальные образовательные технологии, которые позволяют полностью индивидуализировать содержание, методы и темпы учебной деятельности инвалида, вносить вовремя необходимые коррекции как в деятельность студента-инвалида, так и в деятельность преподавателя.

При реализации образовательных технологий используются следующие виды самостоятельной работы студентов:

- работа с конспектом лекции;
- решение задач и упражнений по образцу;
- поиск информации в сети Интернет и литературе;
- подготовка доклада с компьютерной презентацией;
- подготовка к сдаче зачета.

Подготовка устного доклада с компьютерной презентацией

Устный доклад – работа, содержащая краткое изложение сущности какого-либо вопроса, темы на основе нескольких первоисточников, выполняемая студентом. Доклад должен содержать основные фактические сведения и выводы по рассматриваемому вопросу.

Структура доклада в печатном виде:

1. Титульный лист.
2. Оглавление (план, содержание), в котором указаны названия всех разделов (пунктов плана) сообщения и номера страниц, указывающие начало этих разделов в тексте реферата.
3. Введение.
4. Основная часть доклада предполагает осмысленное и логичное изложение главных положений и идей, содержащихся в изученной литературе. В тексте обязательны ссылки на первоисточники.
5. Заключение содержит главные выводы и итоги по теме доклада
6. Приложение может включать графики, таблицы, расчеты.
7. Библиография (список литературы). Список составляется согласно правилам библиографического описания.

Введение - начальная часть текста. Во введении аргументируется актуальность исследования, выявляется практическое и теоретическое значение данного исследования. Введение может содержать обзор источников или экспериментальных данных, уточнение исходных понятий и терминов, сведения о методах исследования.

Основная часть доклада раскрывает содержание темы. В ней обосновываются основные тезисы доклада, приводятся развернутые аргументы, предполагаются гипотезы, касающиеся существа обсуждаемого вопроса. Аргументируя собственную позицию, желательно анализировать и оценивать позиции различных исследователей. Такая установка позволит избежать некритического заимствования материала - компиляции.

В заключении в краткой и сжатой форме излагаются полученные результаты, представляющие собой ответ на главный вопрос исследования. Здесь же могут намечаться и дальнейшие перспективы развития темы.

Список использованной литературы. Названия источников в списке располагают по алфавиту с указанием выходных данных использованных книг и журнальных статей.

Доклад (устное сообщение) представляет собой краткое (5-7 мин) изложение сути выполненной работы, сопровождающееся компьютерной презентацией. Последняя должна включать не более 12-15 слайдов.

Для лиц с ограниченными возможностями здоровья предусмотрена организация консультаций с использованием электронной почты.

4. Оценочные средства для текущего контроля успеваемости и промежуточной аттестации.

4.1 Фонд оценочных средств для проведения текущего контроля.

Примеры контрольных работ

Коды оцениваемых компетенций: ПК-1; ПК-5.

Контрольная работа №1

«Метрологическая терминология и элементы математической статистики, используемые в аналитической химии»

Вариант 1

1. Нормальное распределение случайной величины

2.Задача: При атомно-абсорбционном определении кальция в пробе технического электролита получили 9 результатов анализа, %: 3,27; 3,35; 3,28; 3,39; 3,24; 3,37; 3,33. Рассчитать их дисперсию стандартное отклонение и коэффициент вариации.

Вариант 6

1. r - распределение

2.Задача:

При анализе рассола получили 7 значений содержания брома, мг/дм³: 23,8; 23,6; 23,2; 24,0; 24,2; 23,6; 23,7. Найти среднее арифметическое, моду, медиану. Рассчитать их дисперсию стандартное отклонение и коэффициент вариации

Контрольная работа №2

«Статистическое оценивание результатов измерений»

Вариант 1

1. В чем состоит отличие понятий метод анализа, методика анализа и способ анализа?
2. Что означает «свертывание информации»?
3. Округлите результат измерения оптической плотности 0,345846, если погрешность измерения на данном участке шкалы составляет 0,005 единиц? Какая из оставленных цифр является недостоверной или таковая в записи результата не приводится?
4. Проверить на выбросы средние результаты определения pH в контрольной пробе воды, полученные в 8 лабораториях. Значения pH составили: 7,45; 7,56; 7,84; 7,64; 7,98; 7,52; 7,48; 7,61.

Вариант 4

1. Чем отличается результат анализа от результата аналитического контроля?
2. Что означает «статистическая гипотеза»?
3. Определите, сколько значащих цифр содержат числа: 564,98; 40,230; 0,00546; 5,0045; 78007, $3,99 \cdot 10^{-4}$; $12,05 \cdot 102$; 0,8060; 4000; 20800; 0,00002. Какие из цифр определены недостоверно?
4. При определении фторид-ионов в природной среде фотоколориметрическим методом получены следующие результаты x_i (в мг/дм³): 1,05; 1,02; 1,04; 0,94; 1,03; 1,06; 1,02; 1,08; 1,20; 1,04. Проверить наличие грубой ошибки в подчеркнутых результатах.

4.2 Фонд оценочных средств для проведения промежуточной аттестации.

Вопросы для подготовки к зачету

Коды оцениваемых компетенций: ОПК-4; ПК-1; ПК-5.

1. Случайная величина
2. Функции распределения случайных величин
3. Числовые характеристики случайных величин
4. Нормальное распределение Гаусса
5. Определение математического ожидания, моды, медианы.
6. Мера воспроизводимости. Определение и расчет дисперсии, стандартного отклонения
7. Стандартное отклонение среднего
8. Статистика малых выборок. t -распределение. Доверительный интервал
9. Оценка грубого отклонения. Q -критерий
10. Оценка грубого отклонения. r -критерий

11. Оценка грубого отклонения. Критерий Граббса
12. Оценка грубого отклонения. Критерий Романовского
13. Расчет числа параллельных измерений
14. Проверка значимости гипотез. Применение t -критерия
15. F -критерий. Сравнение дисперсий двух выборок
16. Закон накопления погрешностей
17. Сложение неисключенных систематических погрешностей результатов измерений
18. Однофакторный дисперсионный анализ
19. Двухфакторный дисперсионный анализ
20. Трехфакторный дисперсионный анализ
21. Количественные характеристики способности методики КХА определять малые содержания аналита
22. Контроль точности с помощью СО
23. Контроль точности методом добавок
24. Контроль точности методом добавок совместно с разбавлением
25. Контроль точности результатов анализа с применением методики сравнения
26. Контрольные карты Шухарта
27. Контрольные карты кумулятивных сумм

Оценочные средства для инвалидов и лиц с ограниченными возможностями здоровья выбираются с учетом их индивидуальных психофизических особенностей.

– при необходимости инвалидам и лицам с ограниченными возможностями здоровья предоставляется дополнительное время для подготовки ответа на зачете;

– при проведении процедуры оценивания результатов обучения инвалидов и лиц с ограниченными возможностями здоровья предусматривается использование технических средств, необходимых им в связи с их индивидуальными особенностями;

– при необходимости для обучающихся с ограниченными возможностями здоровья и инвалидов процедура оценивания результатов обучения по дисциплине может проводиться в несколько этапов.

Процедура оценивания результатов обучения инвалидов и лиц с ограниченными возможностями здоровья по дисциплине (модулю) предусматривает предоставление информации в формах, адаптированных к ограничениям их здоровья и восприятия информации:

Для лиц с нарушениями зрения:

- в печатной форме увеличенным шрифтом,
- в форме электронного документа.

Для лиц с нарушениями слуха:

- в печатной форме,
- в форме электронного документа.

Для лиц с нарушениями опорно-двигательного аппарата:

- в печатной форме,
- в форме электронного документа.

Данный перечень может быть конкретизирован в зависимости от контингента обучающихся.

Критерии оценки: «зачтено» выставляется, если студент, как минимум, демонстрирует следующие знания, умения и навыки:

знает основные элементы математической статистики, используемые при обработке результатов испытаний

умеет различать способы получения оценок приемлемости аналитических характеристик полученных результатов, обнаруживать и устранять промахи, рассчитывать доверительный интервал, сравнивать два средних результата.

владеет навыками применения метрологических данных для контроля процессов;

5. Перечень основной и дополнительной учебной литературы, необходимой для освоения дисциплины (модуля).

5.1 Основная литература:

1. Смагунова А.Н., Карпукова О.М. Методы математической статистики в аналитической химии. – Ростов-на-Дону: Феникс, 2012. – 347 с.
2. Вершинин, В.И. Планирование и математическая обработка результатов химического эксперимента [Электронный ресурс] : учебное пособие / В.И. Вершинин, Н.В. Перцев. — Электрон. дан. — Санкт-Петербург : Лань, 2017. — 236 с. — Режим доступа: <https://e.lanbook.com/book/92623>.
3. Шачнева, Е.Ю. Хемометрика. Базовые понятия [Электронный ресурс] : учебное пособие / Е.Ю. Шачнева. — Электрон. дан. — Санкт-Петербург : Лань, 2016. — 160 с. — Режим доступа: <https://e.lanbook.com/book/90051>.

Для освоения дисциплины инвалидами и лицами с ограниченными возможностями здоровья имеются издания в электронном виде в электронно-библиотечных системах «Лань» и «Юрайт».

5.2 Дополнительная литература:

1. Дерффель К. Статистика в аналитической химии. Учебное пособие. – М.: Мир, 1994. – 267 с.
2. Черновьянц М.С. Систематические и случайные погрешности химического анализа [Текст] : учебное пособие для студентов / под ред. М. С. Черновьянц. - М. : Академкнига, 2004. - 157 с. - (Учебник для вузов). - Библиогр. : с. 142-144.
3. Смагунова, А.Н. Математическое планирование эксперимента в методических исследованиях аналитической химии [Электронный ресурс] : учебное пособие / А.Н. Смагунова, Г.В. Пашкова, Л.И. Белых. — Электрон. дан. — Санкт-Петербург : Лань, 2018. — 120 с. — Режим доступа: <https://e.lanbook.com/book/98248>.

5.3. Периодические издания:

1. «Журнал аналитической химии», Россия, Москва.
2. «Аналитика и контроль», Россия, Екатеринбург.

6. Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет», необходимых для освоения дисциплины (модуля).

<http://www.gost.ru>

<http://www.scopus.com/>

<http://www.elibrary.ru/>

7. Методические указания для обучающихся по освоению дисциплины (модуля).

По курсу предусмотрено проведение лекционных занятий, на которых дается основной систематизированный материал и разъясняются наиболее сложные методы обработки результатов химических экспериментов. На лабораторных занятиях студенты закрепляют полученные теоретические знания, осваивают методы устранения грубых погрешностей, виды сравнения двух средних результатов, использование дисперсионного

и корреляционного анализ. При подготовке к выполнению расчетных заданий необходимо внимательно изучить теоретический материал по данной теме, требования к обработке и оформлению результатов.

Важнейшим этапом курса является самостоятельная работа по дисциплине, в рамках которой студенты осуществляют проработку учебного (теоретического) материала, подготовку к текущему и промежуточному контролю, а также выполняют индивидуальные задания (например, готовят короткие сообщения и презентации).

Перед решением задач необходимо внимательно изучить теоретический материал, проработать конспект лекции, разобрать примеры решения задач. Решение задач рекомендуется начинать с наиболее простых, близких к имеющимся в задачнике примерам. Не рекомендуется использовать готовые конечные формулы, которые выводятся в примерах решения задач. Запись в тетради должна содержать формулы и все вычисления с указанием единиц измерения. При вычислениях необходимо обращать внимание на их точность (использование нужного числа значащих цифр) и соблюдение правил округления.

В освоении дисциплины инвалидами и лицами с ограниченными возможностями здоровья большое значение имеет индивидуальная учебная работа (консультации) – дополнительное разъяснение учебного материала.

Индивидуальные консультации по предмету являются важным фактором, способствующим индивидуализации обучения и установлению воспитательного контакта между преподавателем и обучающимся инвалидом или лицом с ограниченными возможностями здоровья.

8. Перечень информационных технологий, используемых при осуществлении образовательного процесса по дисциплине (модулю).

8.1 Перечень информационных технологий.

- Консультирование посредством электронной почты;
- Использование электронных презентаций при проведении практических занятий;
- Самостоятельный поиск обучающимися информации в электронных системах и сети Интернет;

8.2 Перечень необходимого программного обеспечения.

- Microsoft Office Excel

8.3 Перечень информационных справочных систем:

1. Справочно-правовая система «Консультант Плюс» (<http://www.consultant.ru>)
2. Электронная библиотечная система eLIBRARY.RU (<http://www.elibrary.ru/>)

9. Материально-техническая база, необходимая для осуществления образовательного процесса по дисциплине (модулю)

№	Вид работ	Материально-техническое обеспечение дисциплины (модуля) и оснащенность
1.	Лекционные занятия	Лекционная аудитория, оснащенная презентационной техникой (проектор, ноутбук) с соответствующим программным обеспечением (Microsoft Office Excel)
2.	Лабораторные занятия	Лаборатории факультета химии и высоких технологий
3.	Текущий контроль, промежуточная	Учебные помещения факультета химии и высоких технологий

	аттестация	
4.	Самостоятельная работа	Читальный зал (108с), предназначенный для самостоятельной работы, обеспеченный доступом в электронную информационно-образовательную среду университета. с возможностью подключения к сети «Интернет», зал реферативных журналов. Аудитория 400с, предназначенная для самостоятельной работы студента, оснащенная компьютерной техникой с возможностью подключения к сети «Интернет», программой экранного увеличения и доступом в электронную информационно-образовательную среду университета.