

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования «Новосибирский национальный исследовательский
государственный университет» (Новосибирский государственный университет, НГУ)

Факультет естественных наук



Подпись

СОГЛАСОВАНО

Декан ФЕН

Резников В. А.

5 октября 2020 г.

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ

ОСНОВЫ ХИМИЧЕСКОЙ МЕТРОЛОГИИ

Специальность: 04.05.01 Фундаментальная и прикладная химия
направленность (профиль): Фундаментальная и прикладная химия

Форма обучения: очная

Разработчик:
к.х.н., доцент Образовский Е.Г.

Зав. каф. аналитической химии
д.х.н., доцент Костин Г.А.

Руководитель программы:
д.х.н., доц. Емельянов В.А.

Новосибирск, 2020

Содержание

1. Перечень планируемых результатов обучения по дисциплине, соотнесенных с планируемыми результатами освоения образовательной программы.....	3
2. Место дисциплины в структуре образовательной программы	4
3. Трудоемкость дисциплины в зачетных единицах с указанием количества академических часов, выделенных на контактную работу обучающегося с преподавателем (по видам учебных занятий) и на самостоятельную работу обучающегося	4
4. Содержание дисциплины, структурированное по темам (разделам) с указанием отведенного на них количества академических часов и видов учебных занятий.....	5
5. Перечень учебной литературы	6
6. Перечень учебно-методических материалов по самостоятельной работе обучающихся..	6
7. Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет», необходимых для освоения дисциплины	6
8. Перечень информационных технологий, используемых при осуществлении образовательного процесса по дисциплине	7
9. Материально-техническая база, необходимая для осуществления образовательного процесса по дисциплине	7
10. Оценочные средства для проведения текущего контроля и промежуточной аттестации по дисциплине.....	7

1. Перечень планируемых результатов обучения по дисциплине, соотнесенных с планируемыми результатами освоения образовательной программы

Результаты освоения образовательной программы (компетенции)	Индикаторы	Результаты обучения по дисциплине
С-ОПК-1. Способен анализировать, интерпретировать и обобщать результаты экспериментальных («в стекле» и « <i>in silico</i> ») работ химической направленности	С-ОПК-1.1. Систематизирует анализирует результаты химических экспериментов, наблюдений, измерений, а также результаты расчетов свойств веществ и материалов	- <i>умеет</i> проводить статистический анализ результатов экспериментов,
	С-ОПК-1.2. Предлагает интерпретацию результатов собственных экспериментов, в том числе и компьютерных с использованием теоретических основ химии	- <i>использует</i> статистические критерии обработки данных; - <i>умеет</i> оценивать случайную и систематическую погрешность полученных результатов.
	С-ОПК-1.3. Формулирует заключения и выводы по результатам анализа литературных данных и собственных экспериментальных работ химической направленности	- <i>умеет</i> проводить сопоставление аналитических данных, полученных разными методами с учетом критериев точности и воспроизводимости каждого метода
С-ПК-2. Способен проводить патентно-информационные исследования в выбранной области химии и/или смежных наук, способен к анализу и обобщению отечественного и зарубежного опыта по тематике исследования	С-ПК-2.1. Проводит поиск специализированной информации в патентно-информационных базах данных	- <i>анализирует</i> информацию современных баз данных, проводит поиск с использованием систем Web of Science и Scopus.
	С-ПК-2.2. Анализирует и обобщает отечественный и зарубежный опыт по тематике исследования в выбранной области химии (химической технологии)	- <i>умеет</i> работать с литературными источниками; - <i>знает</i> основные требования к составлению отчетов и рефератов; - <i>формулирует</i> необходимые обобщения полученные в результате работы с литературными источниками

2. Место дисциплины в структуре образовательной программы

Дисциплины (практики), изучение которых необходимо для освоения дисциплины

введение в хемоинформатику;

Аналитическая химия;

Теория вероятностей и математическая статистика;

Теоретическая электрохимия и инструментальные методы анализа.

Дисциплины (практики), для изучения которых необходимо освоение дисциплины

Научно-исследовательская практика;

Итоговая государственная аттестация.

3. Трудоемкость дисциплины в зачетных единицах с указанием количества академических часов, выделенных на контактную работу обучающегося с преподавателем (по видам учебных занятий) и на самостоятельную работу обучающегося

Трудоемкость дисциплины – 2 з.е. (72 ч)

Форма промежуточной аттестации: 7 семестр – экзамен

№	Вид деятельности	Семестр
		7
1	Лекции, ч	12
2	Практические занятия, ч	20
3	Лабораторные занятия, ч	
4	Занятия в контактной форме, ч (лекции+практические+лабораторные+консультации+проведение контроля), из них	35
	из них аудиторных занятий, ч	32
6	в электронной форме, ч	-
7	консультаций, час.	1
8	промежуточная аттестация, ч	2
9	Самостоятельная работа, час. (сам. работа во время занятий+сам. работа во время промежуточной аттестации)	37
10	Всего, ч	72

Реализация дисциплины включена в практическую подготовку в ИНХ СО РАН при проведении следующих видов занятий, часть из которых предусматривает участие обучающихся в выполнении отдельных элементов работ, связанных с будущей профессиональной деятельностью:

- лекции;

-практические занятия;

4. Содержание дисциплины, структурированное по темам (разделам) с указанием отведенного на них количества академических часов и видов учебных занятий

7 семестр

Лекции (12 ч)

Наименование темы и их содержание	Объем, час
Эмпирические распределения. Нормальное распределение, распределение Пуассона, гамма-распределение.	1
Проверка статистических гипотез. χ^2 распределение, F-распределение Фишера, t-распределение Стьюдента	1
Дисперсионный анализ.	1
Методы экспериментальной оценки показателей точности. Статистический анализ эксперимента по оценке прецизионности.	1
Экспериментальное определение правильности. Определение систематической погрешности метода анализа. Определение систематической погрешности лаборатории.	1
Использование показателей точности на практике. Пределы повторяемости и воспроизводимости. Методы проверки приемлемости результатов анализа.	2
Внутренний контроль качества результатов анализа. Алгоритмы оперативного контроля процедуры анализа с использованием образца для контроля, методом добавок, методом разбавления, методом добавок с последующим разбавлением. Контроль стабильности результатов анализа. Контроль повторяемости, контроль внутрилабораторной прецизионности, контроль погрешности с применением образца для контроля. Анализ и интерпретации контрольных карт.	2
Регрессионный и корреляционный анализ. Анализ остатков. Взвешенный метод наименьших квадратов. Множественная регрессия.	2
Система и порядок аккредитации и общие требования к компетентности аналитической лаборатории.	1
Итого	12

Практическая работа (20 ч)

Наименование темы и их содержание	Объем, час
Эмпирические распределения. Нормальное распределение, распределение Пуассона, гамма-распределение.	2
Проверка статистических гипотез. χ^2 распределение, F-распределение Фишера, t-распределение Стьюдента	2
Дисперсионный анализ.	2
Методы экспериментальной оценки показателей точности. Статистический анализ эксперимента по оценке прецизионности.	2
Экспериментальное определение правильности. Определение систематической погрешности метода анализа. Определение систематической погрешности лаборатории.	2
Использование показателей точности на практике. Пределы повторяемости и воспроизводимости. Методы проверки приемлемости результатов анализа.	2
Внутренний контроль качества результатов анализа. Алгоритмы оперативного контроля процедуры анализа с использованием образца для контроля, методом добавок, методом разбавления, методом добавок с последующим разбавлением. Контроль стабильности результатов анализа. Контроль повторяемости, контроль внутрилабораторной прецизионности, контроль погрешности с применением образца для контроля. Анализ и интерпретации	4

контрольных карт.	
Регрессионный и корреляционный анализ. Анализ остатков. Взвешенный метод наименьших квадратов. Множественная регрессия.	2
Система и порядок аккредитации и общие требования к компетентности аналитической лаборатории.	2
Итого	20

Самостоятельная работа студентов (37 ч)

Перечень занятий на СРС	Объем, час
Изучение теоретического материала, не освещаемого на лекциях	27
Подготовка к экзамену (зачету/дифференцированному зачету/)	10
...	
Итого	37

5. Перечень учебной литературы

1. **К. Доёрффель.** *Статистика в аналитической химии.* М.: Мир, 1994.
2. *Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений:* Гос. стандарт Рос. Федерации (ГОСТ Р ИСО 5725-2002). М.: Госстандарт России, 2002. Ч.1-6.
3. *Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа. Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ 76-2004.* М.: Стандартинформ, 2006.
4. *Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий:* Гос. стандарт Рос. Федерации (ГОСТ Р ИСО/ МЭК 17025-2000). М.: Госстандарт России, 2006.
5. **М. Отто.** *Современные методы аналитической химии (в 2-х томах).* М.: Техносфера, 2003.
6. **Ю. А. Карпов, А. П. Савостин.** *Методы пробоотбора и пробоподготовки.* М.: БИНОМ, 2003.
7. **Э. А. Голубев, Л. К. Исаев.** *Измерение. Контроль. Качество. ГОСТ Р ИСО 5725: Основные положения. Вопросы освоения и внедрения.* М.: ФГУП «Стандартинформ», 2005

6. Перечень учебно-методических материалов по самостоятельной работе обучающихся

8. Е. Г. Образовский, Л. Н. Шабанова. *Практические основы метрологии химического анализа. Учебное пособие.* Новосибирск: НГУ, 2006.

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

7.1 Ресурсы сети Интернет

Освоение дисциплины используются следующие ресурсы:

- электронная информационно-образовательная среда НГУ (ЭИОС);
- образовательные интернет-порталы;
- информационно-телекоммуникационная сеть Интернет.
- Веб-страница корнеллского архива препринтов по физике <http://arxiv.org/physics>

Взаимодействие обучающегося с преподавателем (синхронное и (или) асинхронное) осуществляется через личный кабинет студента в ЭИОС, электронную почту.

7.2 Современные профессиональные базы данных:

- Реферативно-библиографическая база данных Scopus (Elsevier)
- Библиометрическая база данных Web of Science Core Collection (Thomson Reuters Scientific LLC.)

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

8.1 Перечень программного обеспечения

Для обеспечения реализации дисциплины используется стандартный комплект программного обеспечения (ПО), включающий регулярно обновляемое лицензионное ПО Windows и MS Office.

Использование специализированного программного обеспечения для прохождения практики не требуется.

8.2 Информационные справочные системы

Не используются

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

Для реализации дисциплины *Основы химической метрологии* используются специальные помещения:

1. Учебные аудитории для проведения занятий лекционного типа, занятий семинарского типа, курсового проектирования (выполнения курсовых работ), групповых и индивидуальных консультаций, текущего контроля, промежуточной и итоговой аттестации;

2. Помещения для самостоятельной работы обучающихся;
Учебные аудитории укомплектованы специализированной мебелью и техническими средствами обучения, служащими для представления учебной информации большой аудитории.

Помещения для самостоятельной работы обучающихся оснащены компьютерной техникой с возможностью подключения к сети «Интернет» и обеспечением доступа в электронную информационно-образовательную среду НГУ.

Материально-техническое обеспечение образовательного процесса по дисциплине для обучающихся из числа лиц с ограниченными возможностями здоровья осуществляется согласно «Порядку организации и осуществления образовательной деятельности по образовательным программам для инвалидов и лиц с ограниченными возможностями здоровья в Новосибирском государственном университете».

10. Оценочные средства для проведения текущего контроля и промежуточной аттестации по дисциплине

Перечень результатов обучения по дисциплине и индикаторов их достижения представлен в разделе 1.

10.1 Порядок проведения текущего контроля и промежуточной аттестации по дисциплине

Текущий контроль успеваемости:

В течение семестра проводится прием заданий, а в случае необходимости коллоквиум и/или контрольная работа по группам в середине семестра. Результаты текущего контроля служат основанием для выставления оценок в ведомость контрольной недели на факультете, а решение и сдача всех задач из задания является достаточным условием получения допуска к экзамену

Промежуточная аттестация:

Итоговый контроль – экзамен, проводится в устной форме.

Описание критериев и шкал оценивания индикаторов достижения результатов обучения по дисциплине Основы химической метрологии

Код компетенции	Индикатор	Результат обучения по дисциплине	Оценочное средство
С-ОПК-1.	С-ОПК-1.1. Систематизирует и анализирует результаты химических экспериментов, наблюдений, измерений, а также результаты расчетов свойств веществ и материалов	- <i>умеет</i> проводить статистический анализ результатов экспериментов, -	Домашняя работа, опросы на семинаре, коллоквиум, экзамен.
	С-ОПК-1.2. Предлагает интерпретацию результатов собственных экспериментов, в том числе и компьютерных с использованием теоретических основ химии	- <i>использует</i> статистические критерии обработки данных; - <i>умеет</i> оценивать случайную и систематическую погрешность полученных результатов.	Домашняя работа, опросы на семинаре, коллоквиум, экзамен.
	С-ОПК-1.3. Формулирует заключения и выводы по результатам анализа литературных данных и собственных экспериментальных работ химической направленности	- <i>умеет</i> проводить сопоставление аналитических данных, полученных разными методами с учетом критериев точности и воспроизводимости каждого метода	Домашняя работа, опросы на семинаре, коллоквиум, экзамен.
С-ПК-2.	С-ПК-2.1. Проводит поиск специализированной информации в патентно-информационных базах данных	- <i>анализирует</i> информацию современных баз данных, проводит поиск с использованием систем Web of Science и Scopus.	Домашняя работа, опросы на семинаре, коллоквиум, экзамен.
	С-ПК-2.2. Анализирует и обобщает отечественный и зарубежный опыт по тематике исследования в выбранной области химии (химической технологии)	- <i>умеет</i> работать с литературными источниками; - <i>знает</i> основные требования к составлению отчетов и рефератов; - <i>формулирует</i> необходимые обобщения полученные в результате работы с литературными источниками	Домашняя работа, опросы на семинаре, коллоквиум, экзамен.

Критерии оценивания результатов обучения	Шкала
---	--------------

	оценивание
<p>Экзамен Теоретические вопросы: – наличие полных ответов на все вопросы с непринципиальными неточностями, – осмысленность, структурированность, логичность и аргументированность ответов, – точность и корректность применения терминов и понятий, – способность самостоятельно подобрать необходимые методы концентрирования на основании полученных знаний и оценить степень разделения и выделения компонентов.</p> <p>Решение практических задач - полностью корректное использование статистических методов проверки результатов, - корректное использование терминов и понятий, - точное решение задачи, отсутствие расчетных ошибок в решении.</p>	Отлично
<p>Экзамен Теоретические вопросы: – наличие полных ответов на все вопросы с несущественными ошибками, – осмысленность, структурированность, логичность и аргументированность ответов, наличие затруднений в объяснении отдельных процессов и явлений, – точность и корректность применения терминов и понятий при наличии незначительных ошибок. – способность (с помощью наводящих вопросов) подобрать необходимые методы концентрирования на основании полученных знаний и оценить степень разделения и выделения компонентов.</p> <p>Решение практических задач - корректное использование статистических методов проверки результатов, допускаются незначительные ошибки при сохранении основных принципов решения - корректное использование терминов и понятий. - точное решение задачи, наличие небольших расчетных ошибок в решении.</p>	Хорошо
<p>Экзамен Теоретические вопросы: – наличие ответов на все вопросы, часть из которых неполные и/или с существенными ошибками, – наличие ошибок в логике, аргументации и объяснении отдельных процессов и явлений, – корректность применения терминов и понятий при наличии незначительных ошибок.</p> <p>Решение практических задач - сохранение основного принципа решения задачи при неверном использовании методов статистической проверки результатов. - в основном корректное использование терминов и понятий, - наличие существенных расчетных ошибок в решении</p>	Удовлетворительно

<p>Экзамен Теоретические вопросы: – наличие ответов не на все вопросы, часть из которых неполные и/или с существенными ошибками, – отсутствие осмысленности, структурированности, логичности и аргументированности в изложении материала, – грубые ошибки в применении терминов и понятий</p> <p>Решение практических задач. – грубые ошибки в применении терминов и понятий - нарушение необходимой последовательности решения задачи - наличие грубых расчетных ошибок в решении</p>	<i>Неудовлетворительно</i>
--	----------------------------

Типовые контрольные задания и иные материалы, необходимые для оценки результатов обучения

Типовые контрольные вопросы для экзамена.

Билет № 1.

1. Статистические характеристики распределений. Средние значения результатов анализа. Мера разброса результатов анализа.
2. Проверка нормальности распределения
3. Контроль стабильности результатов измерений с использованием карт Шухарта.
Контроль стабильности показателей правильности рутинного анализа.

Билет № 2.

1. Статистические характеристики распределений. Гауссово (нормальное) распределение.
2. Вычисление показателей прецизионности
3. Дисперсионный анализ. Разложение ошибок на составляющие.

Билет № 3.

1. Статистические характеристики распределений. Распределение Пуассона.
2. Сравнение средних (t-критерий).
3. Регрессионный и корреляционный анализ.

Билет № 4

1. Статистические характеристики распределений. Распределение Стьюдента.
2. Сравнение стандартных отклонений (F-критерий).
3. Дисперсионный анализ. Определение погрешности пробоотбора.

Билет № 5

1. Статистические характеристики распределений. Распределение Фишера.
2. Вычисление показателей прецизионности
3. Определение систематической погрешности стандартного метода анализа.

Билет № 6

1. Статистические характеристики распределений. χ^2 -распределение.
2. Оперативный контроль прецизионности и точности результатов анализа.
3. Определение систематической погрешности лаборатории при использовании стандартного метода анализа.

Билет № 7

1. Эмпирические распределения. Средние значения результатов анализа.
Мера рассеяния (разброса) результатов анализа.
2. Контроль стабильности стандартного отклонения прецизионности рутинного анализа с использованием карт Шухарта..

3. Анализ данных на совместимость и наличие выбросов. Критерии Кохрена и Граббса.

Билет № 8

1. Проверка нормальности эмпирического распределения с помощью критерия Колмогорова - Смирнова.
2. Оценивание характеристики систематической составляющей погрешности.
3. Определение погрешности пробоотбора.

Билет № 9

1. Статистические характеристики распределений. Гауссово (нормальное) распределение.
2. Вычисление показателей прецизионности
3. Дисперсионный анализ. Разложение ошибок на составляющие.

Билет № 10

1. Статистические характеристики распределений. χ^2 - распределение.
2. Оперативный контроль прецизионности и точности результатов анализа.
3. Определение систематической погрешности лаборатории при использовании с стандартного метода анализа.

Билет № 11

1. Статистические характеристики распределений. Распределение Фишера..
2. Вычисление показателей прецизионности. 3.
3. Определение систематической погрешности стандартного метода анализа.

Билет № 12

1. Проверка нормальности эмпирического распределения с помощью критерия χ^2 .
2. Оценивание характеристики систематической лабораторной составляющей погрешности.
3. Оперативный контроль результатов анализа.

Билет № 13

1. Закон сложения ошибок.
2. Вычисление показателей внутрилабораторной прецизионности.
3. Регрессионный анализ.

Билет № 14

1. Пределы повторяемости и воспроизводимости.
2. Оперативный контроль результатов анализа с использованием метода добавок с последующим разбавлением.
3. Контроль стабильности погрешности рутинного анализа с использованием карт Шухарта..

Билет № 15

1. Методы проверки приемлемости результатов анализа.
2. Оперативный контроль результатов анализа с использованием метода разбавления.
3. Анализ и интерпретация контрольных карт Шухарта.

Примеры расчетных задач

1. Случайная величина имеет нормальное распределение со средним значением μ и стандартным отклонением σ . Найти величину Δ , для которой 96 % результатов анализа будет лежать в интервале $(\mu - \Delta, \mu + \Delta)$.
2. Случайная величина имеет нормальное распределение со средним значением $\mu=12$ и стандартным отклонением $\sigma=2$. Сколько результатов анализа ожидается получить в интервале от 11 до 13, если выполнено 100 измерений.

3. В двух сериях измерений нормально распределенной случайной величины получены следующие результаты $X_1=10$, $X_2=9$, $X_3=11$ и $Y_1=7$, $Y_2=10$, $Y_3=13$. Получить оценки стандартных отклонений для двух серий. Значимо ли отличие этих оценок для доверительной вероятности $P=0.95$.

4. От образца отобрали $m=5$ проб и проанализировали каждую $n_j=2$ раза: $X_{11}=9$, $X_{12}=11$, $X_{21}=6$; $X_{22}=8$, $X_{31}=7$, $X_{32}=9$; $X_{41}=11$, $X_{42}=13$, $X_{51}=12$, $X_{52}=14$. Найти погрешность пробоотбора.

5. От образца отобрали $m=4$ пробы и проанализировали каждую $n_j=4$ раза. Какое минимальное значение погрешности пробоотбора можно обнаружить, если стандартное отклонение результата анализа $S_a=0.20$.

6. Проверить наличие выбросов в стандартных отклонениях

Номер лаборатории	Исходные данные
1	1,9; 2,0; 2,0; 2,1
2	1,5; 2,0; 2,0; 2,5
3	1,2; 2,0; 2,0; 2,8
4	1,8; 2,0; 2,0; 2,2
5	1,8; 2,0; 2,0; 2,2
6	2,0; 2,0; 2,0; 2,0

7. Найти значение систематической погрешности Δ , которую можно обнаружить в лаборатории с вероятностью $P=0.95$, если выполнено $n=9$ измерения. Стандартное отклонение повторяемости $S=0.15$.

8. Метод анализа имеет стандартные отклонения повторяемости $S_r=0.20$ и воспроизводимости $S_R=0.50$. В результате анализа образца с аттестованным значением в $p=23$ лабораториях с одинаковым количеством $n=2$ измерений в каждой, получена оценка систематической погрешности $\delta=0.15$. Является ли она значимой для $P=0.95$?

9. Используя методику с установленными показателями $\sigma_r=0,15$ и $\sigma_R=0,23$, в двух лабораториях получены следующие результаты анализа одного и того же образца: $X_1=1,05$, $X_2=1,29$, $X_3=1,53$, $Y_1=1,80$, $Y_2=1,46$; $Y_3=1,30$, $Y_4=1,56$, $Y_5=1,72$, $Y_6=1,70$. Какой результат должна выдать в качестве окончательного каждая лаборатория? Значимо ли отличие окончательных результатов двух лабораторий?

10. Для методики с установленным значением характеристики относительной погрешности результатов анализа $\delta=10\%$, проводят оперативный контроль процедуры анализа с применением метода добавок. Результат анализа рабочей пробы равен $X=0.9$, результат анализа рабочей пробы с добавкой $S_d=1.0$ равен $X'=1.7$. Можно ли признать процедуру анализа удовлетворительной?

11. Для методики с установленным значением характеристики относительной погрешности результатов анализа $\delta=10\%$, проводят оперативный контроль процедуры анализа с применением метода разбавления. Результат анализа рабочей пробы равен $X=3.0$, результат анализа рабочей пробы, разбавленной в 2 раза, равен $X'=1.7$. Можно ли признать процедуру анализа удовлетворительной?

12. Для методики с установленным значением характеристики относительной погрешности результатов анализа $\delta=10\%$, проводят оперативный контроль процедуры анализа с применением метода добавок совместно с методом разбавления пробы. Результат анализа рабочей пробы равен $X=2.0$, результат анализа рабочей пробы, разбавленной в 2 раза, $X'=0.9$, результат анализа рабочей пробы, разбавленной в 2 раза, с добавкой $S_d=1.0$ равен $X''=1.8$. Можно ли признать процедуру анализа удовлетворительной?

13. Для методики с установленным значением стандартного отклонения величины аналитического сигнала $\sigma I=0.2$ (в условных единицах) найти стандартное отклонение для погрешности определения концентрации по градуировочному графику для $I=7.0$ и 5.0 . Данные для построения градуировочного графика:

$I = 4.0, 6.0, 8.0, 10.0$

$C = 2.0, 3.0, 4.0, 5.0$.

**Лист актуализации рабочей программы дисциплины
«Основы химической метрологии»**

№	Характеристика внесенных изменений (с указанием пунктов документа)	Дата и № протокола Ученого совета	Подпись ответственного

