

БЕЛОРУССКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

ХИМИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ

КАФЕДРА АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ

ПРОГРАММА

ОБЩЕГО КУРСА

«МЕТРОЛОГИЯ И ПРОБООТБОР В АНАЛИЗЕ»

ДЛЯ СТУДЕНТОВ 3 КУРСА ХИМИЧЕСКОГО ФАКУЛЬТЕТА

СПЕЦИАЛЬНОСТИ: 1-31 05 01 – ХИМИЯ

СПЕЦИАЛИЗАЦИИ:

1-31 05 01-05 Химия (радиационная, химическая и биологическая защита)

Лекций – 20 часов

Семинарских занятий – 14 часов

Контроль самостоятельной работы – 8 часов

Составитель – доцент АПОСТОЛ Н.А.

Утверждена Советом химического факультета

«_____» _____ 200__ г.

Председатель Совета химического факультета

_____ Паньков В.В.

Рассмотрена

на заседании кафедры аналитической
химии «_____» _____ 200__ г.

протокол № _____

Зав. кафедрой _____ Рахманько Е.М.

Утверждена

на заседании методической комиссии
химического факультета

«_____» _____ 200__ г.

протокол № _____

Председатель методической комиссии

_____ Воробьева Т.Н.

Минск – 2006

Пояснительная записка

Студенты данной специальности ранее изучали следующие смежные дисциплины:

- аналитическая химия
- высшая математика, раздел статистики.

Целью специального курса является изучение и освоение методов математической статистики с приложением к обработке результатов химического анализа.

Задачей курса является получение необходимых знаний, формирование умений и навыков по обработке результатов химического анализа, расчета метрологических характеристик.

Программа лекционного курса

Химическая метрология как наука. Предмет химической метрологии, цели, задачи, методы. История развития хеометрики. Современное состояние.

Специфика химического анализа как метрологической процедуры.

Классификация погрешностей. Абсолютные и относительные, постоянные и пропорциональные, систематические, случайные, промахи, погрешности единичного измерения, среднего, погрешности метода, генерализованная погрешность, погрешности прямые и косвенные.

Основные этапы химического анализа и источники погрешностей. Отбор представительной средней пробы, перевод в удобно анализируемую форму, разделение компонентов пробы на группы, перевод определяемого компонента в аналитически активную форму, конечное определение, оценка содержания по градуировочному графику.

Абсолютные и относительные погрешности. Различные типы связи между измеряемой величиной и ее погрешностью, пути минимизации погрешностей.

Систематические погрешности химического анализа. Три типа систематической погрешности, постоянная и пропорциональная систематические погрешности. Методы их определения. Погрешности инструментальные (приемы минимизации инструментальных погрешностей – рандомизация и релятивизация), реактивные (классы чистоты реактивов, расчет погрешностей), методические, индикаторные, интерпретации.

Случайная погрешность химического анализа. Результат химического анализа как случайная величина. Математическое ожидание и дисперсия случайной величины. Свойства математического ожидания и дисперсии.

Стандартное отклонение, относительное, стандартное отклонение. Закон нормального распределения случайных величин, принципы лежащие в его основе и значение для обработки результатов химического анализа. Проверка нормальности распределения случайных величин. Критерии согласия. Статистика малых выборок Стьюдента. Оценка математического ожидания и доверительного интервала.

Планирование химического эксперимента и фильтрация данных.

Воспроизводимость результатов химического анализа. Методы определения воспроизводимости. Критерии Бартлера, Фишера, Кохрана.

Оценка правильности методик химического анализа. Метод стандартных образцов, метод добавок и удвоения навесок, метод сравнения со стандартной методикой.

Стандартные образцы, их значение, способы получения, работа со стандартными образцами. Порядок аккредитации и аттестации испытательных и измерительных лабораторий. Система сертификации в Республике Беларусь.

Ознакомление с работой организации «Белстандарт» Республики Беларусь.

Основы корреляционного анализа. Корреляционный анализ в приложении к обработке результатов химического анализа. Расчет коэффициентов корреляции.

Теория ошибок в приложении к обработке результатов химического анализа. Распространение ошибок на вычисления. Сложение, вычитание, умножение, деление, возведение в степень и т.д. систематических и случайных ошибок.

Метод наименьших квадратов в приложении к обработке результатов химического анализа. Линеаризация зависимостей другого вида. Отклонения от линейности. Обработка данных в области малых концентраций.

Статистическая оценка пределов обнаружения.

Дисперсионный анализ в приложении к обработке результатов химического анализа. Обнаружение факторов, влияющих на результаты анализа.

Пробоотбор. Общие принципы и закономерности пробоотбора. Отбор проб сыпучих продуктов в стационарной и подвижной фазах. Отбор проб воздуха. Общие принципы и методы пробоотбора воздуха. Отбор проб почв и илов. Отбор проб растений. Отбор проб животных тканей. Особенности отбора проб продуктов питания. Отбор проб сточной воды. Отбор проб воды из рек, ручьев, колодцев, скважин, водохранилищ, озер, прудов, водопроводных кранов. Взятие проб дождевой воды, снега, льда. Консервирование проб.

Пробоподготовка. Техника разложения. Особенности разложения ультрамалых количеств веществ.

Материалы для изготовления химической посуды. Экскурсия в стеклодувную мастерскую химического факультета.

Источники погрешностей при разложении веществ и пути их минимизации.

Разложение проб. Растворение без химических реакций. Физические методы разложения. Методы разложения окислением. Методы разложения восстановлением.

Программа практических занятий

1. Планирование химического эксперимента и фильтрация данных эксперимента.
2. Проверка нормальности распределения. Статистика малых выборок.
3. Воспроизводимость результатов химического анализа.
4. Статистическая оценка пределов обнаружения.
5. Метод наименьших квадратов в приложении к обработке результатов химического анализа. Линеаризация зависимостей.
6. Оценка правильности методик химического анализа. Постоянная и пропорциональная погрешности.
7. Обнаружение факторов, влияющих на результаты анализа и оценка силы этого влияния методами дисперсионного анализа.

Литература

1. Бок Р. Методы разложения в аналитической химии. М.: Химия, 1984. 427 с.
2. Шараор М.А., Иллмэн Д.Л., Ковальски Б.Р. Хемометрика. Л.: Химия, 1989. 270 с.
3. Чарыков А.К. Математическая обработка результатов химического анализа. Л.: Химия, 1984, 165 с.
4. Доерфель К. Статистика в аналитической химии. М.: Мир, 1994, 267 с.
5. Характеристика погрешности результатов количественного химического анализа. Алгоритмы оценивания. Екатеринбург, Уральский НИИ метрологии. 1995, 44 с.
6. Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа. Екатеринбург, Уральский НИИ метрологии. 1995, 52с.
7. Постановление СМ РБ № 1371 от 01.09.98 г. «О государственном надзоре за выполнением требований стандартов, обеспечением единства измерений и контроле за соблюдением правил обязательной сертификации в Республике Беларусь».
8. Государственный Стандарт Республики Беларусь. Порядок проведения сертификации лекарственных средств. 01.11.1999.