

30.12

Министерство образования Республики Беларусь
Учебно-методическое объединение по естественнонаучному образованию

УТВЕРЖДАЮ

Первый заместитель Министра образования

Республики Беларусь

 А.И. Жук

«22» 04 2013 г.

Регистрационный № ТД- б. 459 /тип.

**МЕТРОЛОГИЯ, ПРОБООТБОР И ПРОБОПОДГОТОВКА В АНАЛИЗЕ
ОБЪЕКТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ**

Типовая учебная программа

для высших учебных заведений по специальности:

1- 31 05 01 Химия (по направлениям)

Направления специальности:

1 - 31 05 01- 04 Химия (охрана окружающей среды)

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

СОГЛАСОВАНО


Председатель
Учебно-методического объединения
по естественнонаучному
образованию

 В.Титов
2013 г.



СОГЛАСОВАНО

Начальник Управления высшего и
среднего специального образования
Министерства образования


Республики Беларусь
 С.И. Романюк

«22» 04 2013 г.

Проректор по научно-методической
работе Государственного

учреждения образования


«Республиканский институт высшей
школы»

 И.В.Титович

«04» 04 2013 г.



Эксперт-нормоконтролер

 Н.А.Тардарекшова
«04» 04 2013 г.

Минск 2013

*Методики, разработанные и внедренные
в анализе объектов в окружающей среде*

СОСТАВИТЕЛИ:

Н. А. Апостол, доцент кафедры аналитической химии Белорусского государственного университета, кандидат педагогических наук, доцент;

И.В. Мельситова, доцент кафедры аналитической химии Белорусского государственного университета, кандидат химических наук, доцент;

А.Л. Гулевич, профессор кафедры аналитической химии Белорусского государственного университета, доктор химических наук, профессор

Рецензенты:

Кафедра аналитической химии Учреждения образования «Белорусский государственный технологический университет»;

Ф.Ф. Лахвич – заведующий кафедрой химии Учреждения образования «Белорусский государственный педагогический университет имени Максима Танка», кандидат химических наук, доцент.

РЕКОМЕНДОВАНА К УТВЕРЖДЕНИЮ В КАЧЕСТВЕ ТИПОВОЙ:

Кафедрой аналитической химии Белорусского государственного университета

(протокол № 4 от 18.10. 2012 года);

Научно-методическим советом Белорусского государственного университета

(протокол № 2 от 23.11. 2012года);

Научно-методическим советом по химии Учебно-методического объединения по естественнонаучному образованию

(протокол № 3 от 20.11. 2012)

Ответственный за выпуск: Апостол Наталья Александровна

Пояснительная записка

«Метрология, пробоотбор и пробоподготовка в анализе объектов окружающей среды» является одной из дисциплин химического цикла. Этот курс на химических факультетах университетов является необходимым для успешного изучения химических дисциплин, а также для учебных практик и спецпрактикумов. Курс базируется на знании студентами основ аналитической химии, высшей математики (раздел «Статистика»).

Основная задача курса – формирование у будущего специалиста-химика системы теоретических знаний в области химической метрологии, пробоотбора и пробоподготовки, которая позволит ему в будущей профессиональной деятельности выбирать и обосновывать оптимальные способы решения конкретных аналитических задач. Предполагается изучение основных разделов химической метрологии, общих принципов пробоотбора и пробоподготовки, формирующих фундаментальную и практическую подготовку специалистов химического профиля, получение необходимых знаний, формирование умений и навыков у студентов по обработке результатов химического анализа, расчета метрологических характеристик, выбору методов пробоотбора и пробоподготовки.

Типовая программа составлена на основе требований образовательного стандарта в соответствии с современным методологическим и научным содержанием курса химической метрологии, пробоотбора и пробоподготовки с учетом опыта преподавания в ведущих вузах.

Основными целями изучения химической метрологии являются:

1. Изучение основных законов и методов химической метрологии, пробоотбора и пробоподготовки, детальное рассмотрение наиболее важных теоретических положений. Освоение методов обработки результатов химического анализа.

2. Проработка приёмов вычислений по изучаемым методам.

В результате изучения дисциплины обучаемый должен:

знать:

- основные понятия и законы химической метрологии;
- методы статистической обработки результатов химического анализа;
- современное состояние науки и перспективы ее развития;
- численные методы определения погрешностей химического анализа;
- основные закономерности пробоотбора;

уметь:

- использовать методы определения погрешностей в химическом анализе;
- определять правильность результатов, воспроизводимость, оценивать предел обнаружения, обрабатывать результаты химического анализа методами дисперсионного и корреляционного анализа;
- применять основные закономерности пробоотбора и пробоподготовки на практике.

Преподавание курса включает три основных раздела: метрологические аспекты аналитической химии, пробоотбор и пробоподготовка.

После изложения вводной части курса, включающей общее рассмотрение методов и основ химической метрологии, излагаются обязательные для данного курса представления о погрешностях химического анализа. Основное внимание при этом уделяется факторам их минимизации. Разновидности химических процессов и их сочетаний оцениваются с точки зрения формирования аналитического сигнала. Это позволяет правильно строить модель химической задачи, правильно интерпретировать

получаемые результаты. Этой цели подчинены предусмотренные программой семинарские и практические занятия.

При чтении лекционного курса необходимо применять наглядные материалы в виде таблиц, схем, диаграмм, демонстрационных рисунков, а также использовать технические средства обучения для демонстрации слайдов, презентаций.

Для организации самостоятельной работы студентов по курсу следует использовать вычислительную технику и современные информационные технологии: разместить в сетевом доступе комплекс учебных и учебно-методических материалов (программа, методические указания, программное обеспечение для статистической обработки, список рекомендуемой литературы и информационных ресурсов, задания в тестовой форме для самоконтроля и др.).

Эффективность работы студентов целесообразно проверять в ходе текущего и итогового контроля знаний в форме устного опроса, коллоквиумов, тестового компьютерного контроля по темам и разделам курса. Для общей оценки качества усвоения студентами учебного материала рекомендуется использование рейтинговой системы.

Часть вопросов описательного характера, перечисленных в программе, выносятся для самостоятельного изучения в целях развития навыков работы с учебной и научной литературой, указанной в конце программы.

Учебный курс рассчитан на 124 часа в том числе 52 аудиторных часа: 26 лекционных часов, 16 часов практических занятий, 10 часов семинарских занятий.

ПРИМЕРНЫЙ ТЕМАТИЧЕСКИЙ ПЛАН

№ раздела, темы	Тема	Лекции, час	Семинары, час	Практические, час
	Введение	0,5		
1.	Химическая метрология	15,5	6	16
1.1	Специфика химического анализа как метрологической процедуры	0,5	0,5	
1.2	Основные этапы анализа и источники погрешностей в химическом анализе	1	0,5	
1.3	Систематические погрешности	2	1	3
1.4	Случайные погрешности химического анализа	2	1	3
1.5	Статистика малых выборок Стьюдента	1	0,5	1
1.6	Планирование химического эксперимента	1	0,25	1
1.7	Исключение сомнительных результатов	1	0,25	1
1.8	Методы дисперсионного анализа и их применение к оценке результатов химического анализа	2		2
1.9	Методы корреляционного анализа в применении к обработке результатов анализа	1	0,5	1
1.10	Статистическая оценка предела обнаружения	2	1	1
1.11	Методы сглаживания результатов анализа	1	0,5	1
1.12	Теория ошибок в применении к обработке результатов химического анализа	1		2
2	Пробоотбор	6	2	
2.1	Общие закономерности пробоотбора. Особенности отбора проб сыпучих материалов, почв, илов, продуктов питания	2	1	
2.2	Отбор проб воды	2	0,5	
2.3	Отбор проб воздуха	2	0,5	
3	Пробоподготовка	4	2	
3.1	Техника и способы разложения проб	3	1	
3.2	Химическая посуда, изготовленная из различных материалов	1	1	
	Итого	26	10	16

СОДЕРЖАНИЕ УЧЕБНОГО МАТЕРИАЛА

ВВЕДЕНИЕ

Наука «Химическая метрология, пробоотбор и пробоподготовка». Историческая справка. Предмет, цели, задачи, методы науки. Современное состояние науки. Математический аппарат. Применение вычислительной техники.

1. ХИМИЧЕСКАЯ МЕТРОЛОГИЯ

Специфика химического анализа как метрологической процедуры.

Классификация погрешностей. Погрешности абсолютные и относительные, постоянные и пропорциональные. Погрешности единичного измерения, среднего, метода. Генерализованная погрешность. Погрешности прямые и косвенные. Погрешности систематические, случайные, промахи.

Основные этапы анализа и источники погрешностей в химическом анализе. Их классификация. 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 1, 2, 3 типа. Методы минимизации систематических погрешностей. Постоянная и пропорциональная систематические погрешности. Методы их определения и расчеты численных значений. Погрешности инструментальные (приемы минимизации инструментальных погрешностей – рандомизация и релятивизация), реактивные (классы чистоты реактивов, расчет погрешностей), методические, индикаторные, интерпретации. Оценка правильности методик химического анализа. Методы стандартных образцов, 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.

Случайные погрешности химического анализа. Результат химического анализа как случайная величина. Основные характеристики случайной величины. Математическое ожидание, дисперсия, стандартное отклонение, относительное стандартное отклонение случайной величины. Закон нормального распределения случайных величин. Основные принципы, лежащие в основе закона нормального распределения, и их значение для обработки результатов химического анализа. Проверка нормальности распределения случайных величин. Критерии согласия. Воспроизводимость результатов химического анализа, методы её определения и количественная оценка. Применение критериев Фишера, Бартлета, Кохрана.

Статистика малых выборок Стьюдента. Оценка математического ожидания и доверительного интервала.

Планирование химического эксперимента. Расчет числа параллельных исследований.

Промахи. Исключение сомнительных результатов.

Методы дисперсионного анализа и их применение к оценке результатов химического анализа. Обнаружение факторов, влияющих на результаты анализа.

Методы корреляционного анализа в приложении к обработке результатов химического анализа. Линейная корреляция. Свойства коэффициента корреляции. Расчет численных значений коэффициента корреляции.

Статистическая оценка предела обнаружения.

Методы сглаживания результатов анализа. Метод наименьших квадратов и другие методы сглаживания результатов химического анализа. Линеаризация зависимостей. Отклонение от линейности. Обработка данных в области малых концентраций. Оценка чувствительности.

Теория ошибок в приложении к обработке результатов химического анализа. Распространение ошибок на вычисления. Операции сложения, вычитания систематических и случайных ошибок. Систематические и случайные ошибки произведения и частного.

2. ПРОБООТБОР

Общие закономерности пробоотбора. Общие принципы и законы пробоотбора. Проба генеральная, лабораторная, аналитическая. Способы отбора проб генеральной, лабораторной, аналитической. Особенности отбора проб сыпучих материалов. Отбор проб в стационарной и подвижной фазах. Особенности отбора проб почв, илов. Приборы и приспособления для отбора проб почв и илов. Отбор проб растений. Особенности отбора проб продуктов питания. Отбор проб животных тканей. Составление протокола на месте отбора проб. Емкости для отбора и хранения проб.

Отбор проб воды. Общие принципы. Виды отбора проб воды. Методы отбора проб воды. Консервирование проб. Сосуды и приспособления для отбора и хранения проб. Взятие воды из различных источников: сети водопроводных кранов, рек, родников, колодцев и др. Отбор проб воды питьевой, сточной, дождевой; снега, льда.

Отбор проб воздуха. Общие принципы пробоотбора воздуха. Методы пробоотбора воздуха. Приборы и приспособления для отбора проб воздуха.

3. ПРОБОПОДГОТОВКА

Техника разложения проб. Способы разложения проб. Особенности разложения проб ультрамалых количеств веществ. Растворение без химических реакций, физические методы разложения, методы разложения окислением, методы разложения восстановлением. Источники погрешностей при разложении проб и методы их минимизации.

Химическая посуда, изготовленная из различных материалов. Стекло, фарфор, кварц, металлы, графит, стеклогуглерод, пластмассы как материал для изготовления химической посуды. Свойства сосудов изготовленных из различных материалов.

ИНФОРМАЦИОННО-МЕТОДИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

Примерный перечень семинарских занятий

1. Специфика химического анализа как метрологической процедуры. Погрешности в химическом анализе. Классификация, источники. Планирование химического эксперимента. Исключение сомнительных результатов. Статистика малых выборок Стьюдента.
2. Систематические погрешности 1,2,3 типа. Постоянная и пропорциональная систематические погрешности. Оценка правильности методик химического анализа. Случайные погрешности химического анализа. Проверка нормальности распределения результатов анализа. Количественная мера случайной погрешности. Проверка воспроизводимости результатов химического анализа.
3. Методы корреляционного анализа. Статистическая оценка предела обнаружения в приложении к обработке результатов химического анализа. Методы сглаживания результатов химического анализа.
4. Пробоотбор. Общие закономерности пробоотбора. Проба генеральная, лабораторная, аналитическая. Особенности отбора проб сыпучих материалов, почв, илов, продуктов питания. Отбор проб воды. Общие принципы. Виды отбора проб воды. Консервирование проб. Взятие проб из различных источников. Отбор проб воздуха. Общие принципы пробоотбора воздуха. Методы пробоотбора воздуха.
5. Пробоподготовка. Техника и способы разложения проб. Источники погрешностей при разложении проб и методы их минимизации. Химическая посуда, изготовленная из различных материалов.

Примерный перечень практических занятий

1. Систематические погрешности 1, 2, 3 типов. Постоянная и пропорциональная систематические погрешности.
2. Случайные погрешности химического анализа. Проверка нормальности распределения результатов анализа. Количественная мера случайной погрешности.
3. Проверка воспроизводимости результатов химического анализа. Оценка правильности методик химического анализа.
4. Статистика малых выборок Стьюдента. Методы корреляционного анализа в приложении к обработке результатов химического анализа.
5. Планирование химического эксперимента. Исключение сомнительных результатов.
6. Методы дисперсионного анализа и их применение к оценке результатов химического анализа.
7. Статистическая оценка предела обнаружения. Методы сглаживания результатов химического анализа.
8. Теория ошибок в приложении к обработке результатов химического анализа. Распространение ошибок на вычисления.

Примерный перечень средств диагностики

1. Устный опрос
2. Коллоквиум
3. Тестовый контроль
4. Контрольная работа

Экскурсии

1. Ознакомительная экскурсия в организацию «Белстандарт»
2. Ознакомительная экскурсия в научно-техническую библиотеку.

ЛИТЕРАТУРА

ОСНОВНАЯ

1. Бок Р. Методы разложения в аналитической химии. - М.:«Химия»,1984.- 427с.
2. Доерфель К. Статистика в аналитической химии. - М.:Мир, 1994.- 268 с.
3. Другов Ю.С., Родин Ю.С., Бинном А. А. Пробоподготовка в экологическом анализе. - М.: Мир, 2009. - 855 с.
4. Калмановский В.И. Метрология для химиков. Учебное пособие. - Нижний Новгород: Изд. Ю. А. Николаев, 2007. - 132 с.
5. Чарыков А.К. Математическая обработка результатов химического анализа. - Л.: «Химия», 1984. -169 с.
6. Шараф М.А., Иллман Д.Л., Ковальски Б.Р. Хемометрика. - Л.: «Химия»,1989. - 270 с.

ДОПОЛНИТЕЛЬНАЯ

1. Характеристика погрешности результатов количественного химического анализа. Алгоритмы оценивания. - Екатеринбург: Уральский НИИ метрологии, 1995. - 44с.
2. Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа. – Екатеринбург: Уральский НИИ метрологии, 1995. - 52с.
3. Постановление СМ РБ №1371 от 01.09.98г. «О государственном надзоре за выполнением требований стандартов, обеспечением единства измерений и контроле за соблюдением правил обязательной сертификации в Республике Беларусь».