



МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«ИРКУТСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»
ФГБОУ ВО «ИГУ»

Кафедра аналитической химии

УТВЕРЖДАЮ
Декан  Вильмс А.И.
13 мая 2024 г.



Рабочая программа дисциплины
Наименование дисциплины Б1.В.02
Внутрилабораторный контроль качества

Направленность подготовки **04.03.01** – «Химия»

Направленность химия нефти и газа

Квалификация выпускника - бакалавр

Форма обучения очная

Согласовано с УМК
химического факультета
Протокол № 4 от 13 мая 2024г.

Председатель
А.И. Вильмс



Рекомендовано кафедрой
аналитической химии,
Протокол № 8 от 10.05.2024 г.

Зав. кафедрой,
А.Г. Пройдаков



Иркутск 2024 г.

Содержание

	стр.
1. Цели и задачи дисциплины	3
2. Место дисциплины в структуре ОПОП.	3
3. Требования к результатам освоения дисциплины	3
4. Содержание и структура дисциплины	5
4.1 Содержание дисциплины, структурированное по темам, с указанием видов учебных занятий и отведенного на них количества академических часов	5
4.2 План внеаудиторной самостоятельной работы обучающихся по дисциплине	8
4.3 Содержание учебного материала	10
4.3.1. Перечень семинарских, практических занятий и лабораторных работ	12
4.3.2. Перечень тем (вопросов), выносимых на самостоятельное изучение самостоятельной работы студентов	13
4.4. Методические указания по организации самостоятельной работы студентов	14
5. Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины:	15
а) перечень литературы	
б) дополнительная литература	
в) программное обеспечение	
г) базы данных, поисково-справочные и информационные системы	
6. Материально-техническое обеспечение дисциплины (модуля)	15
7. Образовательные технологии	16
8. Оценочные материалы для текущего контроля и промежуточной аттестации	16
9. Примеры контрольных работ	18
10. Критерии оценивания результатов обучения	21

I. Цели и задачи дисциплины:

Цель: получение знаний и практических навыков по использованию компьютерных технологий для систематизации результатов эксперимента, разработки технической документации, формированию отчетов по контролю качества нефти и нефтепродуктов и владение приемами математической обработки, свертыванию данных и представлению результатов химического анализа в рамках модели системы менеджмента качества.

Задачи:

- обучающийся должен приобрести навыки использования компьютерной технологии для систематизации результатов эксперимента;
- должен получить навыки оценивания погрешностей измеряемых характеристик веществ и материалов;
- в результате освоения курса у студента должно сложиться целостное представление об основных математических понятиях и методах планирования эксперимента;
- должны быть сформированы основы построения системы менеджмента качества и алгоритмы проведения внутрилабораторного контроля качества аналитической лаборатории
- получение знаний по принципам оформления технологической и технической документации, в соответствии с нормативной документацией и основных положений метрологии, стандартизации и сертификации производственной деятельности;
- сформировать понимание о месте математической теории эксперимента при решении исследовательских и технических вопросов химических дисциплин;
- ознакомиться с алгоритмами введения системы менеджмента качества аналитических лабораторий при проведении внутрилабораторного контроля качества.

II. МЕСТО ДИСЦИПЛИНЫ В СТРУКТУРЕ ОПОП ВО

2.1. Учебная дисциплина - «Внутрилабораторный контроль качества» относится к части, формируемой участниками образовательных отношений.

2.2. Для изучения данной учебной дисциплины (модуля) необходимы знания, умения и навыки, формируемые предшествующими дисциплинами:

№ п/п	Код дисциплины	Наименование предшествующих дисциплин
1.	Б1.О.18	Аналитическая химия
2.	Б1.О.10	Математика
3.	Б1.О.23	Информатика и вычислительная техника
4.	Б1.О.12	Дополнительные главы математики
5.	Б1.О.22	Информатика

2.3. Освоение дисциплины «Внутрилабораторный контроль качества» является необходимой для последующего изучения дисциплин «Физическая химия», «Химическая технология», «Анализ сложных объектов», «Методы разделения и концентрирования», «Физико-химические методы анализа», «ВЭЖХ» при выполнении квалификационных работ и написании тезисов и статей на разных уровнях.

III. ТРЕБОВАНИЯ К РЕЗУЛЬТАТАМ ОСВОЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ

Процесс освоения дисциплины направлен на формирование компетенций (элементов следующих компетенций) в соответствии с ФГОС ВО и ОП ВО по данному направлению 04.03.01 Химия.

**Перечень планируемых результатов обучения по дисциплине (модулю),
соотнесенных с индикаторами достижения компетенций**

Компетенция	Индикаторы компетенций	Результаты обучения
ПК-5 Способен осуществлять контроль качества нефти и продуктов ее переработки	ИДК _{ПК5.1} Способен применять на практике основные стандартные испытания по определению физико-химических свойств нефти и нефтепродуктов качественного и количественного состава анализируемого вещества ИДК _{ПК5.2} Анализирует полученные результаты, делает выводы, сопоставляя их с литературными и производственными данными	Знать: теоретические и фундаментальные основы математической теории эксперимента, существо основ метрологии, используемых в планировании эксперимента и математической обработки полученных данных. Уметь: сворачивать большой цифровой массив данных и представлять их в виде таблиц и графиков. Владеть: навыками оценки обработки информации с различными распределениями.
ПК-6 Способен обрабатывать результаты экспериментально полученных данных	ИДК _{ПК6.1} Использует компьютерные технологии для систематизации результатов эксперимента ИДК _{ПК6.2} Обрабатывает и представляет результаты лабораторных испытаний и подсчет погрешностей в соответствии с действующими технологическими регламентами. Составляет отчеты о выполненной работе.	Знать: методические материалы нефтебазы, государственные стандарты и технические условия на методику проведения анализов и отбора проб, нормы и требования промышленной, экологической и пожарной безопасности; методы и средства выполнения технических расчетов. Уметь: осуществлять маркировку, учет проб, поступающих на испытание нефти и продуктов ее переработки; производить лабораторные исследования, подбирать необходимое лабораторное оборудование и использовать рабочую документацию при испытании нефти и нефтепродуктов. Владеть: навыками расчета данных с использованием различных критериев (Стьюдента, Фишера, Пуссона, г-распределения) и представления результатов собственных научных изысканий в компьютерных сетях и информационной научно- Знать: знать принципы и особенности формирования документации системы менеджмента качества, в соответствии с

		<p>технологическими особенностями производственной деятельности.</p> <p>Уметь: оформлять технологическую и техническую документацию в соответствии с действующей нормативной базой на основе использования основных положений метрологии, стандартизации и сертификации в производственной деятельности</p> <p>Владеть: навыками формирования специфических отчетов СМК. образовательной среде</p>
--	--	--

IV. СОДЕРЖАНИЕ И СТРУКТУРА ДИСЦИПЛИНЫ

Трудоемкость дисциплины составляет 4 зачетные единицы, 144 час.

Из них 36 час. практическая подготовка.

Форма промежуточной аттестации: зачет с оценкой

4.1 Содержание дисциплины, структурированное по темам, с указанием видов учебных занятий и отведенного на них количества академических часов

№ п/п	Раздел дисциплины/тема	Семестр	Всего часов	Из них практическая подготовка обучающихся	Виды учебной работы, включая самостоятельную работу обучающихся, практическую подготовку и трудоемкость (в часах)				Форма текущего контроля успеваемости/ Форма промежуточной аттестации (по семестрам)
					Контактная работа преподавателя с обучающимися			Самостоятельная работа	
					Лекция	Семинар/ Практическое, лабораторное занятие/	Консультация		
1	Введение в математическую теорию эксперимента	4	1,5	0,5	0,5	1,0	2,0	0	Контрольная работа
2	Термины и определения математической теории эксперимента		1,5	0,5	1,5	0		2,0	Устная беседа

3	Классификация погрешностей измерения		1,5	1,0	1,0	0,5		1,0	Контрольная работа
4	Выбор уровня значимости при проверке статистических гипотез		1,5	1,0	1,0	0,5		1,0	Контрольная работа
5	Оценивание генеральных параметров и свертывание цифровой информации		1,5	1,0	0,5	0,5		1,0	Практическая работа
6	Распределения случайных величин		1,5	1,0	0,5	1,0		1,0	Контрольная работа
7	Распределение Пуассона, Стьюдента, Фишера; χ^2 -распределение и г - критерий		3	1,0	1,0	1,0		1,0	Контрольная работа
8	Доверительная вероятность		3	1,0	1,0	1,0		1,0	КР
9	Односторонние и двусторонние статистические критерии		1,5	1,0	1,0	0,5		1,0	Контрольная работа
10	Значение цифры при проведении расчетов и представлении результатов		1,5	1,0	1,0	0,5		1,0	Контрольная работа
11	Методы исключения выбросов: сигма и г-критерий, критерий Граббса		6,0	1,0	1,0	2,0		1,0	Контрольная работа
12	Сравнение двух дисперсий		6,0	2,0	1,0	2,0		1,0	Контрольная работа
13	Оценка доверительного интервала среднего результата		1,5	1,0	0,5	0,5		1,0	Контрольная работа
14	Сравнение двух средних результатов(равноточных и неравноточных)		1,5	1,0	0,5	0,5		1,0	Контрольная работа
15	Сравнение среднего результата с известным, принятым или опорным значением		3	1,0	0,5	1,0		1,0	Контрольная работа
16	Разработка методик КХА.		3	1,0	1,0	1,0		1,0	Контрольная работа
17	Количественные характеристики способности методики КХА определять малые содержания аналита		3	1,0	1,0	1,0		1,0	Контрольная работа
18	Сложение погрешностей и разложение их на составляющие: закон сложения и накопления погрешностей, его геометрическая интерпретация		3	1,0	1,0	1,0		1,0	Контрольная работа

19	Использование дисперсионного анализа погрешности результата в методических исследованиях		6,0	2,0	2,0	2,0		1,0	Контроль ная работа
20	Однофакторный дисперсионный анализ		9,0	2,0	2,0	3,0		1,0	Контроль ная работа
21	Корреляционный анализ		6,0	1,0	2,0	2,0		1,0	Контроль ная работа
22	Проверка гипотезы линейности		6,0	1,0	1,5	2,0		1,0	Контроль ная работа
23	Алгоритм определения оценок случайной составляющей погрешностей результатов анализа.		6,0	1,0	2,0	2,0		2,0	Контроль ная работа
24	Внедрение методик		6,0	1,0	2,0	1,0		4,0	Контроль ная работа
25	Контрольные карты Шухарта		3,0	1,0	1,0	1,0		4,0	Контроль ная работа
26	Этапы разработки стандартных образцов и подготовки технической документации к их метрологической аттестации		3,0	1,0	1,0	1,0		4,0	Контроль ная работа
27	Внутрилабораторный контроль качества		3,0	1,0	1,0	0,5		6,0	Контроль ная работа
28	Основные задачи ВКК		3,0	1,0	1,0	0,5		1,0	
29	Предупредительный контроль качества								
30	Оперативный контроль качества		3,0	1,0	1,0	0,5		1,0	
31	Статистический контроль		3,0	1,0	1,0	0,5		1,0	
32	Порядок проведения внутреннего контроля качества результатов исследований и измерений		9,0	1,0	0,5	0,5		3,0	Контроль ная работа
33	Международные нормативные документы системы качества лабораторий		9,0	1,0	0,5	0,5		3,0	Контроль ная работа
34	Система менеджмента качества		9,0	0,5	0,5	0,5		2,0	Контроль ная работа
35	Требования к аккредитованным лабораториям		9,0	0,5	0,5	1,5		3,0	Контроль ная работа
36	Утверждение критериев качества на соответствие аккредитованным лабораториям		6,0	1,0	1,0	1,0		6,0	Контроль ная работа

4.2 План внеаудиторной самостоятельной работы обучающихся по дисциплине

Семестр 4	Название раздела, темы	Самостоятельная работа обучающихся		Оценочное средство	Учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы
		Вид самостоятельной работы	Трудоемкость (час.)		
	Элементы теории вероятностей	Подготовка к практическим занятиям по теме «Определение генеральных параметров закона распределения случайных величин. Проверка однородности дисперсий»	5	См. вопросы к зачету 1-6	См. список лит-ры №1 - 3; доп. №1,2
	Статистическое оценивание результатов измерений	Подготовка к практическим занятиям по теме «Проверка качества результатов измерений. Оценивание доверительного интервала результата измерения и доверительного интервала дисперсии»	5	См. вопросы к зачету 7-15	См. список лит-ры № 2, 3; доп. №1,2
	Статистическое оценивание результатов измерений	Подготовка к практическим занятиям по теме «Сравнение равноточных и неравноточных результатов измерений. Определение оценок прецизионности по результатам текущих измерений»; «Статистика линейных связей: оценка корреляции двух случайных величин; определение коэффициентов регрессии уравнения прямой и их доверительных интервалов»	5	См. вопросы к зачету 16-29	См. список лит-ры №1 -3; доп. №1,2
	Особенности метрологии в аналитической химии	Подготовка к практическим занятиям по теме «Оценка правильности результатов измерений». Подготовка к практическим занятиям по теме «Оценка чувствительности измерений: предел обнаружения, предел определения»	6	См. вопросы к зачету 22-29	См. список лит-ры №1 -3; доп. №1,2
	Математическое планирование эксперимента	Подготовка к практическим занятиям по теме «Оценка адекватности математической модели: определение коэффициентов; оценивание воспроизводимости измерения параметра оптимизации (отклика); оценка значимости коэффициентов»	6	См. вопросы к зачету 30-44	См. список лит-ры №1 -3; доп. №1,2
	Работа со стандартами ГОСТ Р ИСО 5725 и РМГ 76-2014	Изучение государственной системы обеспечения единства измерений и внутреннего контроля качества результатов количественного химического анализа.	6		

Семестр 4	Название раздела, темы	Самостоятельная работа обучающихся		Оценочное средство	Учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы
		Вид самостоятельной работы	Трудоемкость (час.)		
	Системы оперативного контроля качества LabWare LIMS	Ознакомление с возможностями системы оперативного контроля качества LabWare LIMS – контроль повторяемости и проведение виртуального эксперимента с участием проб, которых нет в лаборатории.	6		
	Выборочный статистический контроль	Контроль методики измерений, который используется для перехода от одного уровня контроля к другому, в зависимости от результатов.	6		
	Внутрилабораторный контроль качества	Разработка алгоритма оценок внутрилабораторной прецизионности, правильности и точности	6		
	Утверждение критериев качества на соответствие аккредитованным лабораториям	Анализ приказа 17025 на наличие нововведений в алгоритмах оценки правильности и достоверности полученных результатов.	6		
Общий объем самостоятельной работы по дисциплине 57 часа)					

4.3 Содержание учебного материала

Тема 1. Элементы теории вероятностей

Случайная величина, дискретная и непрерывная. Генеральная совокупность. Выборочная совокупность. Параметры генеральной совокупности: математическое ожидание, генеральная дисперсия. Оценки математического ожидания – среднее арифметическое, среднее геометрическое, медиана, мода. Оценка генеральной дисперсии – выборочная дисперсия.

Тема 2. Статистическое оценивание результатов измерений

Проверка качества измерений. Оценка доверительных интервалов выборочных характеристик, сравнение двух дисперсий. Сравнение нескольких дисперсий. Сравнение равноточных и неравноточных средних

результатов измерений. Сравнение среднего результата с истинным. Оценивание дисперсий по текущим измерениям. Сложение погрешностей и разложение их на составляющие. Закон накопления погрешностей и его следствия. Геометрическая интерпретация закона сложения погрешностей. Погрешности косвенных измерений. Дисперсионный анализ погрешности. Принцип планирования эксперимента по схеме дисперсионного анализа. Однофакторный, двухфакторный, многофакторный дисперсионный анализ.

Статистика линейных связей. Корреляционный анализ. Определение параметров прямой линии. Проверка гипотезы линейности.

Тема 3. Особенности метрологии в аналитической химии

Этапы разработки и аттестации методик выполнения измерений (МВИ) в количественном химическом анализе (КХА). Показатели точности МВИ: прецизионность, правильность. Прецизионность: повторяемость, внутрилабораторная прецизионность, воспроизводимость; их точные и интервальные оценки. Погрешность и неопределенность.

Алгоритм оценивания прецизионности с помощью группы проб контролируемого объекта. Алгоритмы получения оценок систематических составляющих погрешности: с использованием стандартных образцов состава; с использованием методики сравнения; с использованием добавок аналита в разовую пробу. Количественные характеристики способности МВИ определять малые содержания аналита: чувствительность, предел обнаружения, предел определения.

Тема 4. Контроль стабильности метрологических характеристик с помощью контрольных карт

Общие принципы применения контрольных карт. Контрольные карты Шухарта. Контрольные карты кумулятивных сумм. Число контрольных образцов. Организация внешнего контроля точности. Статистический контроль качества работы аналитических лабораторий

Тема 5. Разработка СО состава и подготовки технической документации к их метрологической аттестации.

Классификация стандартных образцов. Этапы разработки СО. Техническое задание (ТЗ) на разработку СО. Подготовка материала СО. Метрологическая аттестация. Расчёт аттестованного содержания СО и его погрешности. Оценивание характеристики

стабильности материала. Разработка технической и нормативной документации на СО. Оформление отчёта о разработке. Создание аттестованных смесей

Тема 6. Математическое планирование эксперимента.

Идея математического планирования эксперимента. Планирование экстремальных экспериментов и получение модели для изучения механизма процесса. Общие понятия и термины. Параметр оптимизации и факторы. Требования к параметру оптимизации и факторам. Установление области определения факторов. Выбор подобласти для постановки эксперимента. Матрица планирования полного факторного эксперимента и ее свойства. Дробный факторный эксперимент: использование полуреплики и $\frac{1}{4}$ реплики. Оценка эффектов смешения. Статистическая обработка результатов опытов. Определение коэффициентов математической модели и оценка их значимости. Оценка адекватной математической модели. Интерпретация модели. Движение по градиенту и расчет мысленных опытов.

Тема 7. Контроль стабильности

Контрольные карты Шухарта: образцы контроля, методы добавок и разбавления, метода варьирования навесок, контрольная методика анализа. Периодическая проверка подконтрольности. Выборочный статистический контроль: ослабленный и усиленный контроль.

Тема 8. Порядок проведения внутреннего контроля качества аналитических лабораторий.

Факторы, влияющие на «качество», основные задачи контроля качества результатов исследований (испытаний) и измерений, Обязанности структурных единиц лабораторий, виды контроля, предупредительный, оперативный, статистический (контроль стабильности результатов измерений).

Тема 9. Система менеджмента качества

Международные нормативные документы системы качества лабораторий ПРИКАЗ от 26 октября 2020 г. N 707 ОБ УТВЕРЖДЕНИИ КРИТЕРИЕВ АККРЕДИТАЦИИ И ПЕРЕЧНЯ ДОКУМЕНТОВ, ПОДТВЕРЖДАЮЩИХ СООТВЕТСТВИЕ ЗАЯВИТЕЛЯ, АККРЕДИТОВАННОГО ЛИЦА КРИТЕРИЯМ АККРЕДИТАЦИИ.

4.3.1. Перечень семинарских занятий

п/п	№ раздела и темы	Наименование семинаров, практических и лабораторных работ	Трудоемкость (час.)	Оценочные средства	Формируемые компетенции
-----	------------------	---	---------------------	--------------------	-------------------------

	дисциплины (модуля)		Всего часов	Из них практическая подготовка		
1.	Тема 1	Определение генеральных параметров закона распределения случайных величин. Проверка однородности дисперсий.	8	4	Устное собеседование	ИДК _{ПК-5,6}
2.	Тема 2	Проверка качества результатов измерений. Оценивание доверительного интервала результата измерения и доверительного интервала дисперсии.	8	2	Устное собеседование. Мини-контрольная работа	ИДК _{ПК-5,6}
3.	Тема 2	Сравнение равноточных и неравноточных результатов измерений. Определение оценок прецизионности по результатам текущих измерений.	10	6	Устное собеседование. Мини-контрольная работа	ИДК _{ПК-5,6}
4.	Тема 2	Статистика линейных связей: оценка корреляции двух случайных величин; определение коэффициентов регрессии уравнения прямой и их доверительных интервалов	16	10	Устный опрос. Контрольная работа	ИДК _{ПК-5,6}
5.	Тема 3	Оценка правильности результатов измерений.	8	2	Устное собеседование. Мини-контрольная работа	ИДК _{ПК-5,6}
6.	Тема 3	Оценка чувствительности измерений: предел обнаружения, предел определения	8	2	Устное собеседование. Мини-контрольная работа	ИДК _{ПК-5,6}
7.	Тема 4	Оценка метрологических характеристик с использованием различных карт, способы их построения и особенности использования	4	3	Устное собеседование. Мини-контрольная работа	ИДК _{ПК-5,6}
8.	Тема 5	Разработка стандартных образцов в лабораторных условиях	4	2	Устное собеседование. Мини-контрольная работа	ИДК _{ПК-5,6}

9.	Тема 6	Оценка адекватности математической модели: определение коэффициентов; оценивание воспроизводимости измерения параметра оптимизации (отклика); оценка значимости коэффициентов.	6	2	Устное собеседование. Мини-контрольная работа	ИДК _{ПК-5,6}
10.	Тема 7	Контроль стабильности в системе построения внутрилабораторного контроля качества	8	4	Устное собеседование. Мини-контрольная работа	ПК 7.2 и 7.4

4.3.2. Перечень вопросов, выносимых на самостоятельное изучение самостоятельной работы студентов

№ пп	Тема	Задание	Формируемая компетенция	ИДК
1	Элементы теории вероятностей	Подготовка к устному опросу и решению задач	ИДК _{ПК5.3} Способен оценить погрешности измеряемых характеристик веществ и материалов, источники ошибок при использовании выбранного метода исследования	ИДК _{ПК-5,6} Знать: теоретические и фундаментальные основы математической теории эксперимента, существо основ метрологии, используемых в планировании эксперимента и математической обработки полученных данных.
2	Статистическое оценивание результатов измерений	Подготовка к устному опросу и решению задач	ИДК _{ПК6.2} Использует компьютерные технологии для систематизации результатов эксперимента	ИДК _{ПК-5,6} Знать: основные термины, определения и классификации погрешностей измерения.
3	Статистическое оценивание результатов измерений	Подготовка к устному опросу и решению задач	ИДК _{ПК5.3} Способен оценить погрешности измеряемых характеристик веществ и материалов, источники ошибок при использовании	ИДК _{ПК-5,6} Уметь: сворачивать большой цифровой массив данных и представлять их в виде таблиц и графиков. Владеть: навыками оценки обработки информации с различными распределениями.

			выбранного метода исследования	
4	Особенности метрологии в аналитической химии	Подготовка к устному опросу и решению задач	ИДК _{ПК6.2} Использует компьютерные технологии для систематизации результатов эксперимента	ИДК _{ПК-5,6} Знать: основные термины, определения и классификации погрешностей измерения. Владеть: навыками расчета данных с использованием различных критерий
5	Математическое планирование эксперимента	Подготовка к устному опросу и решению задач	ИДК _{ПК6.2} Использует компьютерные технологии для систематизации результатов эксперимента	ИДК _{ПК-5,6} Владеть: навыками оценки обработки информации с различными распределениями.
6	Системы оперативного контроля качества LabWare LIMS	Подготовка к устному опросу и решению задач	ПК-7.2 Разрабатывать и оформлять техническую документацию по контролю качества нефти и продуктов ее переработки	
7	Выборочный статистический контроль	Подготовка к устному опросу и решению задач	ПК-7.4 Оформлять технологическую и техническую документацию в соответствии с действующей нормативной базой на основе использования основных положений метрологии, стандартизации и сертификации в	

		производственной деятельности	
--	--	----------------------------------	--

4.4. Методические указания по организации самостоятельной работы студентов

Самостоятельная работа студентов, связанная с закреплением теоретического материала в виде подготовке к практическим занятиям и текущему контролю проводится во внеаудиторное время. Методические рекомендации по типовым заданиям самостоятельной работы студентов приведены в фонде оценочных средств УМКД.

4.4. Примерная тематика курсовых работ - не предусмотрено

V. УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ И ИНФОРМАЦИОННОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ (МОДУЛЯ)

а) основная литература

1. Смагунова А.Н. Методы математической статистики в аналитической химии. Учеб. пособие для студ. вузов.- Ростов-на-Дону. Изд-во «Феникс», 2012.
2. Смагунова А.Н. Методы математической статистики в аналитической химии./ А.Н Смагунова., О.М Карпукова. – Иркутск: изд-во ИГУ, 2008.
3. Смагунова А.Н., Шмелева Е.И., Швецов В.А. Алгоритмы оперативного и статистического контроля качества работы аналитической лаборатории. Методическое руководство. - Новосибирск: Наука. 2008

б) дополнительная литература

1. Смагунова А.Н. Алгоритмы определения метрологических характеристик методик количественного химического анализа.: Учеб. пособие/ А.Н. Смагунова и др. Иркутск. Изд-во ИГУ. 2006.
2. Смагунова А.Н Организация контроля качества работы аналитической лаборатории. Учебно-методическое пособие./ А.Н. Смагунова и др. Иркутск. Изд-во ИГУ. 2006.



VI. МАТЕРИАЛЬНО-ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

6.1. Учебно-лабораторное оборудование.

Аудитории для проведения лекционных и практических занятий аудитории, оснащенные мультимедийными средствами для проведения аудиторных занятий (ауд. 402, 423, 426, корпус 6).

VII. ОБРАЗОВАТЕЛЬНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ

В процессе изучения дисциплины используются как традиционные так и инновационные технологии, активные и интерактивные методы и формы обучения: технология объяснительно-иллюстративного объяснений с элементами проблемного изложения, технология профессионально-ориентированного обучения, лекции, объяснительно-иллюстративный метод с элементами проблемного изложения, контрольные и лабораторные работы, коллоквиумы, разбор конкретных ситуаций.

Наименование тем занятий с указанием форм/ методов/ технологий обучения:

№ п/п	Тема занятия	Вид занятия	Форма / Методы//технологии дистанционного, интерактивного обучения	Количество часов
1	Математическая теория эксперимента – вводная лекция	Лекция		2
2	Распределение случайных величин			2
3	Уровень значимости. Доверительная вероятность. Метод исключения выбросов			2
4	Метод исключения выбросов. Рекомендации для выявления выбросов.			4
5	Сравнение двух дисперсий. Оценка доверительного интервала среднего результата			4
6	Оценка доверительного интервала дисперсии и стандартного отклонения. Сравнение двух средних результатов. Сравнение равнозначных результатов			2
7	Сравнение среднего результата с известным. Этапы разработки и аттестации МВИ. Количественные характеристики способности методики определять малые содержания аналита.			2
8	Закон накопления погрешностей. Следствия из закона накопления погрешностей. Использование дисперсионного анализа погрешности результата в методических исследованиях. Однофакторный дисперсионный анализ			2
9	СТАТИСТИКА ЛИНЕЙНЫХ СВЯЗЕЙ. Корреляционный анализ.			3
10	АЛГОРИТМЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОЦЕНОК СЛУЧАЙНОЙ СОСТАВЛЯЮЩЕЙ ПОГРЕШНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА. Статистическая обработка результатов эксперимента. АЛГОРИТМЫ ПОЛУЧЕНИЯ ОЦЕНОК СИСТЕМАТИЧЕСКОЙ			2

	СОСТАВЛЯЮЩЕЙ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА	ПОГРЕШНОСТИ		
11	ВНЕДРЕНИЕ КОЛИЧЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА	МЕТОДИК ХИМИЧЕСКОГО		5
12	КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РАБОТЫ В ЛАБОРАТОРИИ. Оперативный контроль повторяемости (сходимости). Контроль внутрилабораторной прецизионности.			2
13	Контроль внутрилабораторной прецизионности. Контроль точности методом добавок. Контроль стабильности метрологических характеристик с помощью контрольных карт			4
Итого часов:				36

VIII. ОЦЕНОЧНЫЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ ТЕКУЩЕГО КОНТРОЛЯ И ПРОМЕЖУТОЧНОЙ АТТЕСТАЦИИ

Оценочные материалы (ОМ):

11.1. Оценочные материалы для входного контроля - не предусмотрено.

11.2. Назначение оценочных материалов текущего контроля - выявить сформированность составляющих частей компетенций ПК -5.3 и ПК 6.2. Формируются в соответствии с ЛНА университета в виде устных опросов и решения задач

Материалы для проведения текущего и промежуточного контроля знаний студентов:

Вопросы и задания:

1. Основные теоремы теории вероятностей. Условная вероятность.
2. Формула полной вероятности. Формула Байеса.
3. Схема Бернулли. Формула Бернулли.
4. Теорема Пуассона. Локальная и интегральная теоремы Муавра-Лапласа.
5. Случайные величины. Функция распределения и ее свойства. Плотность вероятностей и ее свойства.
6. Математическое ожидание и его свойства.
7. Дисперсия и его свойства. Среднее квадратическое отклонение. Мода. Медиана. Начальный и центральный моменты.
8. Биномиальное распределение. Распределение Пуассона. Нормальное распределение.
9. Выборочный метод. Генеральная совокупность и выборка. Вариационный ряд. Статистический ряд. Интервальный ряд. Равноточечный статистический ряд. Полигон частот. Гистограмма частот. Эмпирическая функция распределения.
10. Значащие цифры при проведении расчетов и представлении результатов эксперимента.
11. Закон сложения погрешностей. Погрешности косвенных измерений.
12. Статистические гипотезы и их проверка. Односторонний и двусторонний критерий.
13. Выбор уровня значимости. Принятие и опровержение гипотезы, примеры их применения.
14. Сравнение двух дисперсий. Однородные дисперсии. Сравнение нескольких дисперсий.
15. Оценка доверительного интервала среднего результата. Оценка допустимого расхождения между результатами измерений.
16. Оценка доверительного интервала выборочной дисперсии.
17. Сравнение двух средних результатов измерений.

18. Сравнение среднего результата с истинным.
19. Проверка гипотезы об однородности результатов измерений. Оценка резко выделяющихся измерений.
20. Понятие метод, способ, методика. Метрологические характеристики методик анализа.
21. Оценка прецизионности методик анализа.
22. Правильность результатов анализа; типы систематических погрешностей.
23. Оценка правильности результатов анализа с помощью стандартных образцов.
24. Оценка правильности результатов анализа методом добавок.
25. Оценка правильности результатов анализа методом их сопоставления с данными методики сравнения.
26. Оценка чувствительности методик анализа: чувствительность, предел обнаружения, предел определения.
27. Дисперсионный анализ. Принцип планирования. Одноступенчатый дисперсионный анализ. Примеры его применения.
28. Статистика прямых линий: коэффициент корреляции и оценка коэффициентов регрессии.
29. Регрессионный анализ. Проверка гипотезы линейности.
30. Принцип математического планирования эксперимента. Задачи, решаемые с помощью математического планирования.
31. Объект исследования, функция отклика. Число опытов при полном факторном эксперименте.
32. Параметр оптимизации и требования, предъявляемые к нему.
33. Факторы и требования, предъявляемые к ним. Выбор математической модели. Полиномиальные модели.
34. Полный факторный эксперимент. Факторы и область их определения. Примеры выбора области определения факторов.
35. Выбор подобласти факторного пространства для проведения эксперимента: выбор нулевого уровня.
36. Выбор интервала варьирования.
37. Матрица планирования полного факторного эксперимента и ее свойства. Построение матрицы планирования многофакторного эксперимента.
38. Полиномиальная модель и определение ее коэффициентов, эффект фактора.
39. Полиномиальная модель. Оценка значимости коэффициентов. Какую информацию несут коэффициенты регрессии?
40. Дробный факторный эксперимент. Основные требования к его постановке.
41. Выбор полуреплик. Генерирующее соотношение и определяющий контраст.
42. Выбор $\frac{1}{4}$ - реплик. Обобщающий определяющий контраст. Правило перевала.
43. Проверка адекватности модели. Оценка воспроизводимости опыта. Оценка дисперсии адекватности.
44. Движение по градиенту. Выбор шага движения по градиенту. Расчет мысленных опытов.
45. Перечислите причины, вызывающие изменение значений МХ методик анализа.
46. Перечислите виды контроля качества аналитической лаборатории.
47. Какие действия выполняются при оперативном контроле повторяемости результатов единичных измерений?
48. Как организуется контроль МХ внутрилабораторной прецизионности?
49. Как оценивается норматив контроля внутрилабораторной прецизионности при сравнении \bar{x}_1 и \bar{x}_2 , $\bar{\tilde{x}}_1$ и $\bar{\tilde{x}}_2$, \tilde{x}_1 и \tilde{x}_2 ?
50. В каких ситуациях следует выполнять оперативный контроль показателя точности (ОКПТ)?
51. Какие методы рекомендуют НД для ОКПТ?
52. Сопоставьте методы ОКПТ.

53. Принципы построения карты Шухарта в абсолютных и относительных единицах для контроля прецизионности.
54. Как рассчитываются границы регулирования в абсолютных и относительных единицах при контроле стабильности $M\bar{X}$ точности с помощью карты Шухарта?
55. Построение карты кумулятивных сумм и условия работы при ее использовании.
56. На основе какой информации определяется число контрольных процедур при контроле качества работы лаборатории?
57. Как проводится статистический контроль качества работы аналитической лаборатории?
58. Отличие вариантов альтернативного контроля от количественного.
59. Перечислите последовательность операций количественного варианта контроля качества работы лаборатории, если контроль выполняли с помощью метода с использованием методики сравнения. Какие статистические приемы обработки результатов ОКПТ используются при оценивании ДПСР и ДССР?

Примеры контрольных работ:

Вариант 1.

1. Если возьмем $\alpha = 0,05$, то в среднем в 5 случаях из 100

2. Выборка – это:
 - а) ограниченное число выбранных случайным образом элементов;
 - б) ограниченное число элементов, выбранных неслучайно;
 - в) большая совокупность элементов, для которой оцениваются характеристики.
3. Конкурирующая гипотеза – это:
 - а) гипотеза, противоречащая выдвинутой; б) гипотеза, которая никогда не выполняется;
 - в) гипотеза, совпадающая с выдвинутой; г) гипотеза о равенстве нулю генерального среднего.
4. Среднее арифметическое или выборочное среднее можно найти по формуле.
5. Вероятность статистического решения отклонить верную гипотезу называют:
 - а) уровень значимости; б) уровень доверия; в) мощность критерия; г) ошибка второго рода.
6. Фигура, составленная из прямоугольников с основаниями, равными интервалам значений признака, и высотами, равными соответствующим плотностям частот:
 - а) многоугольник распределения; б) гистограмма; в) полигон.
7. Закон распределения случайной величины является справедливым, если число (n) измерений случайной величины X стремится к бесконечности
8. Среднее арифметическое показывает:
 - а) меру разброса относительно среднего, выраженную в квадратных единицах вариант;
 - б) меру разброса относительно среднего, выраженную в тех же единицах, что и варианты;
 - в) симметричность относительно прямой $x = M[X]$; г) среднее значение, вокруг которого группируются варианты;
 - д) «островершинность» или «плосковершинность» графика функции распределения.
9. Выборочным средним называют:
 - а) среднее арифметическое значений признака в выборке;

б) квадратный корень от произведения минимального и максимального значений выборки;

в) полусумму минимального и максимального значений выборки;

г) среднее геометрическое значений признака в выборке.

10. При умножении и делении число значащих цифр результата равно наименьшему

Вариант 2

Опишите к каким разделам относится представленная формула, что можно определить с ее помощью, какие переменные представлены.

$V = \frac{S}{\bar{x}}$	
$F = S_2^2 / S_1^2$	
$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + \dots + x_n}{n}$	
$3\sigma = 3 \frac{V \cdot \bar{x}}{100}$	
$r_i = \frac{x_i - \bar{x}}{S \sqrt{(n-1)/n}}$	
$t = \frac{ \bar{x} - \mu \cdot \sqrt{n}}{S}$	
$L_2 = \frac{\sum_{j=1}^m (\sum_{i=1}^n x_{ji})^2}{n}$	
$S^2 = \frac{\sum_{i=1}^{i=n} (x_i - \mu)^2}{n}$	
$C_{min} = \frac{k\sigma_{хол}}{(D)_{C \rightarrow 0}}$	

Вариант 3

При выполнении теплоты сгорания метана получены следующие результаты (ккол/моль):

213, 215, 216, 215, 212, 200, 216, 214.

Оцените наличие выбросов в выборке по г – критерию.

Вариант 4

Найти доверительные интервалы уравнения прямой

x_j	y_j
15,1	56,1

12,9	58,8
8,8	60,7
22,3	50,7
29,1	46,9
15,9	51,9

1. Среднее значение x_j и y_j	8. $r_{xy} = \frac{\sum_{j=1}^m (x_j - \bar{x})(y_j - \bar{y})}{\sqrt{\left(\sum_{j=1}^m (x_j - \bar{x})^2\right) \cdot \left(\sum_{j=1}^m (y_j - \bar{y})^2\right)}}$
2. Σx_j и Σy_j	9. $b = \frac{\sum_{j=1}^m [(x_j - \bar{x})(y_j - \bar{y})]}{\sum_{j=1}^m (x_j - \bar{x})^2}$
3. Δx_j и Δy_j	10. $Y = a + bX$
4. Δx_j^2 и Δy_j^2	11. $S_0^2 = \frac{\sum_{j=1}^m (y_j - \bar{y})^2}{m - 2}$
5. $\Sigma(\Delta x_j)^2$ и $\Sigma(\Delta y_j)^2$	12. $S_a^2 = \frac{1}{m} \cdot \frac{S_0^2 \sum_{j=1}^m x_j^2}{\sum_{j=1}^m (x_j - \bar{x})^2}$
6. $\Delta x_j \cdot \Delta y_j$	13. $S_b^2 = \frac{S_0^2}{\sum_{j=1}^m (x_j - \bar{x})^2}$
7. x_j^2 и Σx_j^2	14. $\Delta a = t(\alpha, f = m - 2)S_a,$ $\Delta b = t(\alpha, f = m - 2)S_b$

Х. Критерии оценивания результатов обучения:

Критерии оценивания результатов обучения:

1. Необходимо решить задачи по каждой из пройденных тем, которые оцениваются по пятибалльной шкале. Каждая из задач имеет цель нахождения пройденной величины статистической обработки (методы нахождения выбросов по три-сигма критерию, критериям Граббса, Фишера, r и t критериям; нахождение воспроизводимости, внутрилабораторной прецизионности, правильности и т.д.). В случае правильного нахождения искомой величины студент получает оценку «отлично», если есть незначительные математические ошибки, то выставляется оценка «хорошо». В случае нарушения логики нахождения искомой величины работа оценивается оценкой «неудовлетворительно» или «удовлетворительно», в зависимости от допущенной ошибки расчетов.
2. Выполнить теоретические тесты или пройти устный зачет по рассмотренным темам. Обычно студенты получают теоретическую работу в виде тестов или заданий с пропущенным ответом, необходимым по смыслу словосочетанием или необходимостью раскрыть термин или явление. Количество заданий кратно пяти. Критерии выставления

баллов: выполнил 90-100% заданий верно – оценка «отлично», (75-89)% - оценка «хорошо», (55-74)% - оценка «удовлетворительно», ниже 54% - оценка «неудовлетворительно»

3. Проверяется наличие лекций у студентов по всем пройденным темам. В случае наличия 100% лекций по пройденному материалу студент получает 20 баллов, а в случае отсутствия или ненадлежащего состояния этих лекций (неполные, пропущены темы или есть ошибки) этот пункт оценки возвращается на доработку. Итоговый зачет принимается только в случае наличия всего лекционного материала.
4. Дополнительные баллы студенты могут получить за работу на практическом занятии, решения задач у доски.

По результатам проделанной в течение семестра работы выстраивается ранжированный рейтинг всей группы, что является основанием для выставления соответствующей оценки:

1. оценка «неудовлетворительно» ставится за фрагментарное знание предмета, отсутствие умений и навыков применения методов и подходов изучаемой дисциплины при решении учебных задач - менее 50% от максимального балла за полное выполнение всех критериев.

2. Оценка «удовлетворительно» - несистематизированные знания предмета, частично сформированные умения и навыки применения методов и подходов изучаемой дисциплины при решении учебных задач – от 5 до 65% от максимального балла за полное выполнение всех критериев.

3. Оценка «хорошо» - в целом, сформированные, но содержащие отдельные пробелы знания предмета, умение применять методы и подходы изучаемой дисциплины при решении задач и достаточное владение теоретическим материалом - от 66 до 85% от максимального балла за полное выполнение всех критериев.

4. Оценка «отлично» - сформированные и систематизированные знания предмета, сформированные умения и навыки применения методов и подходов изучаемой дисциплины при решении учебных и практических задач – от 86 до 100% от максимального балла за полное выполнение всех критериев.

Разработчик:

к.х.н., доцент




Бисикало А.Л.

Программа составлена в соответствии с требованиями ФГОС ВО по направлению подготовки 04.03.01 Химия.

Программа рассмотрена на заседании кафедры аналитической химии
«10» мая 2024 г. Протокол № 8

Зав. кафедрой д.х.н., профессор



А.Г. Пройдаков

Настоящая программа, не может быть воспроизведена ни в какой форме без предварительного письменного разрешения кафедры-разработчика программы.