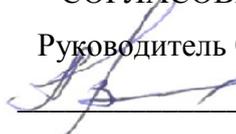


МИНОБНАУКИ РОССИИ
АСТРАХАНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

СОГЛАСОВАНО

Руководитель ОПОП

 А.В. Великородов

« 31 » мая 2021 г.

УТВЕРЖДАЮ

Заведующий кафедрой АФХ

 Л.А. Джигола

« 03 » июня 2021 г.

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ

Хемотрика

Составитель	Очередко Ю.А., к.т.н., доцент кафедры АФХ
Направление подготовки	04.03.01 ХИМИЯ
Направленность (профиль) ОПОП	
Квалификация (степень)	бакалавр
Форма обучения	очно-заочная
Год приема	2020
Курс	2 курс

Астрахань – 2021

1. ЦЕЛИ И ЗАДАЧИ ОСВОЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ

1.1. Целями освоения дисциплины «Хеометрика» являются: освоить математическую статистику, научить применять полученные знания для анализа основных задач, типичных для естественнонаучных дисциплин и владеть приемами решения таких задач.

1.2. Задачи освоения дисциплины: ознакомление с методами и принципами планирования эксперимента.

2. МЕСТО ДИСЦИПЛИНЫ В СТРУКТУРЕ ОПОП

2.1. Учебная дисциплина «Хеометрика» относится к дисциплинам и курсам по выбору Б1.Д.08.01. Дисциплина встраивается в структуру ОПОП как с точки зрения преемственности содержания, так и с точки зрения непрерывности процесса формирования компетенций выпускника. Учебный курс логически связан с математикой. Следовательно, «входные» знания и умения обучающегося связаны со знанием теоретических основ вышеобозначенных учебных дисциплин.

2.2. Для изучения данной учебной дисциплины необходимы следующие знания, умения, навыки, формируемые предшествующими дисциплинами:

-Математика

Знания: основных фундаментальных разделов математики.

Умения: применять полученные знания для анализа основных задач.

Навыки: владения методами отбора материала для теоретических и практическо-семинарских занятий.

2.3. Перечень последующих учебных дисциплин, для которых необходимы знания, умения и навыки, формируемые данной учебной дисциплиной:

- Физическая химия

- Аналитическая химия

- Аналитическая химия объектов окружающей среды

3. КОМПЕТЕНЦИИ ОБУЧАЮЩЕГОСЯ, ФОРМИРУЕМЫЕ В РЕЗУЛЬТАТЕ ОСВОЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ

Процесс изучения дисциплины направлен на формирование элементов следующих компетенций в соответствии с ФГОС ВО и ОПОП ВО по данному направлению подготовки:

б) общепрофессиональных (ОПК):

ОПК-3 «Способен применять расчетно-теоретические методы для изучения свойств веществ и процессов с их участием с использованием современной вычислительной техники»

ОПК-5 «Способен использовать существующие программные продукты и информационные базы данных для решения профессиональной деятельности с учетом основных требований информационной безопасности»

в) профессиональных (ПК):

ПК-4 «Способен обрабатывать результаты работ химической направленности с использованием стандартных методов и методик»

Таблица 1
Декомпозиция результатов обучения

Код компетенции	Планируемые результаты освоения дисциплины		
	Знать (1)	Уметь (2)	Владеть (3)
ОПК-3	ИОПК-3.1.1 теоретические и полуэмпирические модели при решении задач химической направленности ИОПК-3.1.2 стандартное программное обеспечение при решении задач химической направленности	ИОПК-3.2.1 применять теоретические и полуэмпирические модели при решении задач химической направленности ИОПК-3.2.2 использовать стандартное программное обеспечение при решении задач химической направленности	ИОПК-3.1.1 навыками применения теоретических и полуэмпирических моделей при решении задач химической направленности ИОПК-3.1.2 навыками пользования стандартным программным обеспечением при решении задач химической направленности
ОПК-5	ИОПК-5.1.1 современные ИТ-технологии при сборе, анализе, обработке и представлении информации химического профиля ИОПК-5.1.2 нормы информационной безопасности в профессиональной деятельности	ИОПК-5.2.1 использовать современные ИТ-технологии при сборе, анализе, обработке и представлении информации химического профиля ИОПК-5.2.2 соблюдать нормы информационной безопасности в профессиональной деятельности	ИОПК-5.3.1 навыками пользования современными ИТ-технологиями при сборе, анализе, обработке и представлении информации химического профиля ОПК-5.3.2 навыками соблюдения норм информационной безопасности в профессиональной деятельности
ПК-4	ИПК-4.1.1 метрологические основы регистрации и обработки результатов химических экспериментов ИПК-4.1.2 стандартные методы обработки полученных результатов исследований	ИПК-4.2.1 использовать метрологические методы и приемы для регистрации и обработки результатов научных экспериментов ИПК-4.2.2 применять при обработке данных стандартное и оригинальное программное обеспечение	ИПК-4.3.1 основами теории вероятности и математической статистики для обработки результатов научных экспериментов ИПК-4.3.2 навыками представления результатов лабораторных испытаний в соответствии с действующими технологическими регламентами

4. СТРУКТУРА И СОДЕРЖАНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Объем дисциплины составляет 3 зачетные единицы, в том числе 18 часов, выделенных на контактную работу обучающихся с преподавателем (18 часов – лабораторные работы), и 90 часов – на самостоятельную работу обучающихся.

Таблица 2
Структура и содержание дисциплины

№ п/п	Наименование раздела (темы)	Семестр	Неделя семестра	Контактная работа (в часах)			Самостоят. работа		Формы текущего контроля успеваемости (по неделям семестра) Форма промежуточной аттестации (по семестрам)
				Л	ПЗ	ЛР	КР	СР	
1	Хеометрика как наука. История развития хеометрики.	4	1, 2			2		10	Собеседование
2	Метрологические основы химического анализа	4	3, 4			2		10	Собеседование
3	Измерения в химии. Характеристика средств измерений.	4	5, 6			2		10	Практическое задание
4	Ошибки количественного анализа.	4	7, 8			2		10	Собеседование Практическое задание
5	Обработка результатов анализа методами математической статистики.	4	9, 10, 11			3		12	Собеседование Практическое задание
6	Проверка нормальности распределения результатов химического анализа.	4	12, 13, 14			3		14	Собеседование Практическое задание Контрольная работа 1
7	Линейный метод наименьших квадратов.	4	15, 16			2		10	Практическое задание
8	Линейная корреляция и коэффициент корреляции. Предел обнаружения.	4	17, 18			2		14	Собеседование Практическое задание Контрольная работа 2
ИТОГО						18		90	Экзамен

Условные обозначения:

Л – занятия лекционного типа; ПЗ – практические занятия, ЛР – лабораторные работы;

КР – курсовая работа; СР – самостоятельная работа по отдельным темам

Таблица 3
Матрица соотнесения разделов, тем учебной дисциплины и формируемых в них компетенций

Темы, разделы дисциплины	Кол-во часов	Компетенции			
		ОПК-3	ОПК-5	ПК-4	общее количество компетенций
Тема 1. Хеометрика как наука. История развития хеометрики.	12	+	+	+	3
Тема 2. Метрологические	12	+	+	+	3

основы химического анализа					
Тема 3. Измерения в химии. Характеристика средств измерений.	12	+	+	+	3
Тема 4. Ошибки количественного анализа.	12	+	+	+	3
Тема 5. Обработка результатов анализа методами математической статистики.	15	+	+	+	3
Тема 6. Проверка нормальности распределения результатов химического анализа.	17	+	+	+	3
Тема 7. Линейный метод наименьших квадратов.	12	+	+	+	3
Тема 8. Линейная корреляция и коэффициент корреляции. Предел обнаружения.	16	+	+	+	3
Итого	108				

Краткое содержание учебной дисциплины

Тема 1. Хемометрика как наука. История развития хемометрики.

Предмет изучения хемометрики. Объект изучения хемометрики. Задачи хемометрики. История развития хемометрики.

Тема 2. Метрологические основы химического анализа.

Метрология как основа хемометрики. Основные понятия метрологии.

Тема 3. Измерения в химии. Характеристика средств измерений.

Измерения в химии. Ошибки измерений. Класс точности средств измерений. Характеристика средств измерений.

Тема 4. Ошибки количественного анализа.

Правильность и воспроизводимость результатов количественного анализа. Классификация ошибок количественного анализа. Значащие цифры и правила округления.

Тема 5. Обработка результатов анализа методами математической статистики.

Грубые промахи. Расчет метрологических параметров. Представление результатов количественного анализа.

Тема 6. Проверка нормальности распределения результатов химического анализа.

Сравнение методов анализа по воспроизводимости. Метрологическая характеристика методов анализа по правильности. Оценка допустимого расхождения результатов параллельных определений.

Тема 7. Линейный метод наименьших квадратов.

Метод наименьших квадратов. Независимая переменная. Угловой коэффициент. Свободный член. Отклонение.

Тема 8. Линейная корреляция и коэффициент корреляции. Предел обнаружения.

Корреляция. Корреляционная связь. Коэффициент корреляции. Предел обнаружения. Стандартное отклонение фонового сигнала.

5. ПЕРЕЧЕНЬ УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ ДЛЯ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ ОБУЧАЮЩИХСЯ

5.1. Указания по организации и проведению лекционных, практических (семинарских) и лабораторных занятий с перечнем учебно-методического обеспечения

Самостоятельная работа обучающихся по подготовке к лекционным и практическим

(семинарским) занятиям проводится с использованием учебно-методической литературы и интернет-ресурсов. В случае возникновения вопросов они могут быть заданы преподавателю на индивидуальной консультации или по электронной почте.

Перечень учебно-методического обеспечения для самостоятельной работы обучающихся по дисциплине:

1. Отто, М. Современные методы аналитической химии. (в 2-х томах) . Т. 2 / Перев. с нем. под ред. А.В. Гармаша. - М. : Технофера, 2004. - 288 с.

2. Метрология. Аналитические измерения в пищевой и перерабатывающей промышленности [Электронный ресурс]: учебник для вузов / А.А. Бегунов - СПб. : ГИОРД, 2014. Режим доступа: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785988791713.html>

3. Введение в аналитическую химию [Электронный ресурс] / Ю.А. Золотов - М. : Лаборатория знаний, 2016. - <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785932082157.html>

5.2. Указания для обучающихся по освоению дисциплины

Таблица 4

Содержание самостоятельной работы обучающихся

Номер радела (темы)	Темы/вопросы, выносимые на самостоятельное изучение	Кол-во часов	Формы работы
Тема 1. Хемометрика как наука. История развития хемометрики.	Предмет изучения хемометрики. Объект изучения хемометрики. Задачи хемометрики. История развития хемометрики.	10	Индивидуальная работа
Тема 2. Метрологические основы химического анализа.	Метрология как основа хемометрики. Основные понятия метрологии.	10	Индивидуальная работа
Тема 3. Измерения в химии. Характеристика средств измерений.	Измерения в химии. Ошибки измерений. Класс точности средств измерений. Характеристика средств измерений.	10	Индивидуальная работа
Тема 4. Ошибки количественного анализа.	Правильность и воспроизводимость результатов количественного анализа. Классификация ошибок количественного анализа. Значащие цифры и правила округления.	10	Индивидуальная работа
Тема 5. Обработка результатов анализа методами математической статистики.	Грубые промахи. Расчет метрологических параметров. Представление результатов количественного анализа.	12	Индивидуальная работа
Тема 6. Проверка нормальности распределения результатов химического анализа.	Сравнение методов анализа по воспроизводимости. Метрологическая характеристика методов анализа по правильности. Оценка допустимого расхождения результатов параллельных определений.	14	Индивидуальная работа
Тема 7. Линейный метод наименьших квадратов.	Метод наименьших квадратов. Независимая переменная. Угловой коэффициент. Свободный член. Отклонение.	10	Индивидуальная работа
Тема 8. Линейная корреляция и	Корреляция. Корреляционная связь. Коэффициент корреляции. Предел	14	Индивидуальная работа

коэффициент корреляции. Предел обнаружения.	обнаружения. Стандартное отклонение фонового сигнала.		
---	---	--	--

5.3. Виды и формы письменных работ, предусмотренных при освоении дисциплины, выполняемые обучающимися самостоятельно

По каждой теме, изученной обучающимся самостоятельно, должен быть написан конспект. Конспект должен быть выполнен в ученической тетради в клетку (строчки «через клеточку») «от руки». На титульном листе должны быть разборчиво написаны фамилия, имя, отчество, факультет, курс, группа, тема. Конспект должен отражать основные понятия, формулы, постулаты. В конце работы ставится число и подпись.

6. ОБРАЗОВАТЕЛЬНЫЕ И ИНФОРМАЦИОННЫЕ ТЕХНОЛОГИИ

В соответствии с требованиями ФГОС ВО по направлению подготовки реализация компетентностного подхода предусматривает использование в учебном процессе активных и интерактивных форм проведения занятий в сочетании с внеаудиторной работой с целью формирования и развития требуемых компетенций обучающихся.

При реализации различных видов учебной работы по дисциплине могут использоваться электронное обучения и дистанционные образовательные технологии.

6.1. Образовательные технологии

Название образовательной технологии	Темы, разделы дисциплины	Краткое описание применяемой технологии
Интерактивная лабораторная работа	Пробоотбор. Калибровка и химический анализ	<ol style="list-style-type: none"> 1. Мотивация. Создание ситуации, в которой возникает желание изучать новый материал. 2. Разработка способа решения проблемы. В течение 5 минут будут работать 2 группы студентов над решением проблемы в форме мозгового штурма. 3. Реализация найденного решения. В результате у студентов будет сформирован комплекс новых знаний. 4. Подведение итогов работы со студентами. Проведение миниопроса студентов. Дидактические средства, используемые на занятии: презентация, проектор, компьютер, доска, наглядные пособия.

Учебные занятия по дисциплине могут проводиться с применением информационно-телекоммуникационных сетей при опосредованном (на расстоянии) интерактивном взаимодействии обучающихся и преподавателя в режимах *on-line* и/или *off-line* в формах: видеолекций, лекций-презентаций, видеоконференций, собеседования в режиме чата, выполнения виртуальных лабораторных работ и др.

6.2. Информационные технологии

При реализации различных видов учебной и внеучебной работы используются следующие информационные технологии:

- электронные учебники и образовательные сайты как источники информации;
- электронная почта преподавателя;
- виртуальная обучающая среда (или система управления обучением *LMS Moodle*) или иные информационные системы, сервисы и мессенджеры.

Возможно применение новых технологий для проведения очных (традиционных) лекций и семинаров с использованием презентаций, интерактивных средств взаимодействия участников образовательного процесса и т.д.

6.3. Перечень программного обеспечения и информационных справочных систем

- Лицензионное программное обеспечение:

1. Microsoft Office 2013 (Гражданско-правовой договор № 782 от «07» декабря 2012 г. Microsoft (61280983)) на 228 компьютеров;
2. Microsoft Windows 7 Professional (Гражданско-правовой договор №775 от 10.12.2012) на 1001 компьютер;
3. Платформа дистанционного обучения *LMS Moodle* (виртуальная обучающая среда).

- Современные профессиональные базы данных, информационные справочные системы:

1. <http://asu.edu.ru>
2. <https://biblio.asu.edu.ru> (Электронная библиотека «Астраханский государственный университет» собственной генерации на платформе ЭБС «Электронный Читальный зал – БиблиоТех»)
3. <http://www.studentlibrary.ru> (Электронно-библиотечная система (ЭБС) ООО Гражданско-правовой договор № 146 от 02.08.2016 г. «Политехресурс» «Консультант студента». www.studentlibrary.ru)

7. ФОНД ОЦЕНОЧНЫХ СРЕДСТВ ДЛЯ ТЕКУЩЕГО КОНТРОЛЯ И ПРОМЕЖУТОЧНОЙ АТТЕСТАЦИИ ПО ДИСЦИПЛИНЕ

7.1. Паспорт фонда оценочных средств

При проведении текущего контроля и промежуточной аттестации по дисциплине «Хемотрика» проверяется сформированность у обучающихся компетенций, указанных в разделе 3 настоящей программы. Этапность формирования данных компетенций в процессе освоения образовательной программы определяется последовательным освоением дисциплин и прохождением практик, а в процессе освоения дисциплины – последовательным достижением результатов освоения содержательно связанных между собой разделов, тем.

Таблица 5
Соответствие разделов, тем дисциплины, результатов обучения по дисциплине и оценочных средств

№ п/п	Контролируемые разделы (темы) дисциплины	Код контролируемой компетенции	Наименование оценочного средства
-------	--	--------------------------------	----------------------------------

		(или ее части)	
1	Хемометрика как наука. История развития хемометрики.	ОПК-3, ОПК-5, ПК-4	Собеседование
2	Метрологические основы химического анализа	ОПК-3, ОПК-5, ПК-4	Собеседование
3	Измерения в химии. Характеристика средств измерений.	ОПК-3, ОПК-5, ПК-4	Практическое задание
4	Ошибки количественного анализа.	ОПК-3, ОПК-5, ПК-4	Собеседование Практическое задание
5	Обработка результатов анализа методами математической статистики.	ОПК-3, ОПК-5, ПК-4	Собеседование Практическое задание
6	Проверка нормальности распределения результатов химического анализа.	ОПК-3, ОПК-5, ПК-4	Собеседование Практическое задание Контрольная работа 1
7	Линейный метод наименьших квадратов.	ОПК-3, ОПК-5, ПК-4	Практическое задание
8	Линейная корреляция и коэффициент корреляции. Предел обнаружения.	ОПК-3, ОПК-5, ПК-4	Собеседование Практическое задание Контрольная работа 2

7.2. Описание показателей и критериев оценивания компетенций, описание шкал оценивания

Таблица 6
Показатели оценивания результатов обучения в виде знаний

Шкала оценивания	Критерии оценивания
5 «отлично»	демонстрирует глубокое знание теоретического материала, умение обоснованно излагать свои мысли по обсуждаемым вопросам, способность полно, правильно и аргументированно отвечать на вопросы, приводить примеры
4 «хорошо»	демонстрирует знание теоретического материала, его последовательное изложение, способность приводить примеры, допускает единичные ошибки, исправляемые после замечания преподавателя
3 «удовлетворительно»	демонстрирует неполное, фрагментарное знание теоретического материала, требующее наводящих вопросов преподавателя, допускает существенные ошибки в его изложении, затрудняется в приведении примеров и формулировке выводов
2 «неудовлетворительно»	демонстрирует существенные пробелы в знании теоретического материала, не способен его изложить и ответить на наводящие вопросы преподавателя, не может привести примеры

Таблица 7
Показатели оценивания результатов обучения в виде умений и владений

Шкала оценивания	Критерии оценивания
5 «отлично»	демонстрирует способность применять знание теоретического материала при выполнении заданий, последовательно и правильно выполняет задания, умеет обоснованно излагать свои мысли и делать необходимые выводы
4 «хорошо»	демонстрирует способность применять знание теоретического материала при выполнении заданий, последовательно и правильно выполняет

	задания, умеет обоснованно излагать свои мысли и делать необходимые выводы, допускает единичные ошибки, исправляемые после замечания преподавателя
3 «удовлетворительно»	демонстрирует отдельные, несистематизированные навыки, не способен применить знание теоретического материала при выполнении заданий, испытывает затруднения и допускает ошибки при выполнении заданий, выполняет задание при подсказке преподавателя, затрудняется в формулировке выводов
2 «неудовлетворительно»	не способен правильно выполнить задание

7.3. Контрольные задания или иные материалы, необходимые для оценки знаний, умений, навыков и (или) опыта деятельности

Тема 1. Хемометрика как наука. История развития хемометрики.

1. Вопросы для собеседования

- 1) Дайте определение понятию «хемометрика».
- 2) В каком году и кем зародились основы хемометрики?
- 3) Каковы основные направления использования хемометрики?
- 4) Предмет хемометрики как науки
- 5) История развития хемометрики в XX веке.
- 6) История развития хемометрики в XXI веке.

Тема 2. Метрологические основы химического анализа

1. Вопросы для собеседования

- 1) Дайте определение метрологии. Какие она имеет цели и задачи?
- 2) Назовите значения теоретической, законодательной и прикладной метрологии.
- 3) В чем отличие между статическими и динамическими измерениями?
- 4) В чем отличие между прямыми и косвенными измерениями?
- 5) В чем отличие методов непосредственной оценки и сравнения с мерой?
- 6) Как определить диапазон измерений средства измерения?
- 7) Какие существуют погрешности измерения?
- 8) Что такое поверка, калибровка?

Тема 3. Измерения в химии. Характеристика средств измерений.

1. Практическое задание «Характеристика средств измерений»

Охарактеризуйте (укажите: средство измерений, физическая величина, единица физической величины, вид единицы, вид измерения по времени, метод измерения) средства измерения, используемые в предлагаемой методике анализа.

1) ГОСТ 1437-75 «НЕФТЕПРОДУКТЫ ТЕМНЫЕ. УСКОРЕННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕРЫ»

3.1. Анализируемый нефтепродукт взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г в фарфоровой лодочке, на дно которой помещено небольшое количество шамота. Навеску равномерно распределяют по всей лодочке.

3.2. Массу нефтепродукта в лодочке засыпают предварительно просеянным и прокаленным шамотом (массу кокса шамотом не засыпают) и помещают в кварцевую трубку перед входом в печь. Трубку быстро закрывают пробкой и пропускают через систему воздух со скоростью около 0,5 дм³/мин, измеряя скорость подачи воздуха с помощью реометра или другого измеряющего устройства.

Сжигание нефтепродукта проводят при 900 - 950 °С в течение 30 - 40 мин, а для летучих продуктов (нефтеф) и продуктов, содержащих 50 % и более ароматических соединений, в

течение 50 - 60 мин, постепенно передвигая трубку с лодочкой вдоль печи, не давая продукту воспламениться. После этого трубку с лодочкой помещают в центральную, наиболее раскаленную часть печи, где ее прокаливают еще в течение 15 мин.

3.3. По окончании сжигания трубку с лодочкой постепенно в течение 10 - 15 мин отодвигают в обратном направлении, отсоединяют приемник от трубки и промывают кварцевое колено 25 дм³ дистиллированной воды, сливая ее в приемник. Содержимое приемника титруют 0,02 моль/дм³ (0,02 н.) раствором гидроокиси натрия в присутствии 8 капель смешанного индикатора до перехода фиолетовой окраски раствора в ярко-зеленую.

2) ГОСТ 2070-82 «НЕФТЕПРОДУКТЫ СВЕТЛЫЕ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЙОДНЫХ ЧИСЕЛ И СОДЕРЖАНИЯ НЕПРЕДЕЛЬНЫХ УГЛЕВОДОРОДОВ»

1.3. Проведение испытания

1.3.1. Взвешивают в стаканчиках необходимое количество нефтепродукта с погрешностью не более 0,0004 г в зависимости от предполагаемого йодного числа.

1.3.2. Наливают в коническую колбу вместимостью 500 см³ с притертой пробкой 15 см³ этилового спирта и опускают туда стаканчик с нефтепродуктом, слегка приоткрывая крышку стаканчика. Из бюретки добавляют 25 см³ спиртового раствора йода, плотно закрывают колбу пробкой, предварительно смоченной раствором йодистого калия, осторожно встряхивают колбу. Прибавляют 150 см³ дистиллированной воды, быстро закрывают колбу пробкой, содержимое колбы встряхивают в течение 5 мин и оставляют в темноте еще на 5 мин. Обмывают пробку и стенки колбы небольшим количеством дистиллированной воды. Добавляют 20 - 25 см³ раствора йодистого калия и титруют раствором тиосульфата натрия. Когда жидкость в колбе примет светло-желтый цвет, прибавляют от 1 до 2 см³ раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синевато-фиолетового окрашивания.

1.3.3. Для вычисления йодного числа проводят контрольный опыт но без нефтепродукта.

3) ГОСТ 5985-79 «НЕФТЕПРОДУКТЫ. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИСЛОТНОСТИ И КИСЛОТНОГО ЧИСЛА»

3. Проведение испытания

3.1. Для испытания светлых нефтепродуктов отбирают от 50 до 100 см³ пробы.

При испытании пластичных смазок в коническую колбу вместимостью 250 см³ помещают 5 - 8 г испытуемого продукта, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г.

3.2. В другую коническую колбу наливают 50 см³ 85 %-ного этилового спирта и кипятят с обратным холодильником водяным или воздушным в течение 5 мин. В прокипяченный спирт добавляют 8 - 10 капель (0,25 см³) индикатора нитрозинового желтого и нейтрализуют в горячем состоянии при непрерывном перемешивании 0,05 н. спиртовым раствором гидроокиси калия до первого изменения желтой окраски в зеленую.

3.3. Определение кислотности

В колбу с нейтрализованным горячим спиртом приливают испытуемую пробу и кипятят в течение 5 мин (точно) с обратным холодильником при постоянном перемешивании.

Если содержимое колбы после кипячения все еще сохраняет зеленую окраску, испытание прекращают и считают, что кислотность испытуемой пробы отсутствует.

В случае изменения окраски смесь в горячем состоянии титруют спиртовым раствором гидроокиси калия при непрерывном интенсивном перемешивании до изменения желтой (или желтой с оттенками) окраски спиртового слоя или смеси в зеленую (или зеленую с оттенками). Окраска должна быть устойчивой без перемешивания в течение 30 с.

Титрование проводят в горячем состоянии быстро во избежание влияния углекислого газа, содержащегося в воздухе.

3.4. Определение кислотного числа

В коническую колбу помещают пробу испытуемого продукта. Добавляют при взбалтывании не менее 40 см³ щелочного голубого до полного растворения пробы. Затем содержимое колбы титруют при легком взбалтывании спиртовым раствором гидроокиси калия до изменения голубой окраски на красную или голубого оттенка на красный.

Параллельно проводят контрольный опыт без испытуемой пробы, применяя то же количество раствора щелочного голубого.

В случае плохого растворения пробы содержимое колбы кипятят с обратным холодильником в течение 5 мин при постоянном перемешивании.

При испытании смазки продолжительность кипячения увеличивают на 5 мин после полного ее растворения.

4) ГОСТ 6370-83 «НЕФТЬ, НЕФТЕПРОДУКТЫ И ПРИСАДКИ. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕХАНИЧЕСКИХ ПРИМЕСЕЙ»

2. Подготовка к испытанию

2.3. Бумажный или стеклянный фильтр промывают тем же растворителем, который применяют при испытании.

Бумажный фильтр помещают в чистый сухой стаканчик для взвешивания.

Стаканчик с фильтром с открытой крышкой или стеклянный фильтр сушат в сушильном шкафу при температуре (105 ± 2) °С в течение 45 мин, после чего стаканчик закрывают крышкой. Стеклянный фильтр или стаканчик с фильтром охлаждают в эксикаторе в течение 30 мин и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

Стаканчик с фильтром или стеклянный фильтр высушивают и взвешивают до получения расхождения между двумя последовательными взвешиваниями не более 0,0004 г. Повторные высушивания фильтра производят в течение 30 мин.

3. Проведение испытания

3.1. В стакан помещают подготовленную пробу испытуемого продукта и разбавляют подогретым растворителем (бензином, толуолом).

Содержимое стакана фильтруют через подготовленный бумажный фильтр, помещенный в стеклянную воронку или стеклянный фильтр, укрепленный в штативе.

Остатки нефтепродукта или твердые примеси, приставшие к стенкам стакана, снимают стеклянной палочкой и смывают на фильтр горячим чистым бензином (толуолом), нагретым до 40 °С (80 °С).

3.5. После фильтрации фильтр с осадком при помощи промывалки с резиновой грушей промывают подогретым до 40 °С бензином до тех пор, пока на фильтре не будет следов нефтепродукта и растворитель не будет стекать совершенно прозрачным и бесцветным.

3.7. По окончании промывки фильтр с осадком переносят в стаканчик для взвешивания с открытой крышкой, в котором сушился чистый фильтр. Стаканчик с фильтром с открытой крышкой или стеклянный фильтр сушат в сушильном шкафу при температуре (105 ± 2) °С не менее 45 мин. Затем стаканчик закрывают крышкой, стаканчик с фильтром или стеклянный фильтр охлаждают в эксикаторе в течение 30 мин и взвешивают, с погрешностью не более 0,0002 г.

Стаканчик с фильтром или стеклянный фильтр высушивают и взвешивают до получения расхождения между двумя последовательными взвешиваниями не более 0,0004 г. Повторные высушивания фильтра так же, как и последующие охлаждения, проводят в течение 30 мин.

5) ГОСТ 1567-97 (ИСО 6246-95) «НЕФТЕПРОДУКТЫ. БЕНЗИНЫ АВТОМОБИЛЬНЫЕ И ТОПЛИВА АВИАЦИОННЫЕ. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СМОЛ ВЫПАРИВАНИЕМ СТРУЕЙ»

Собирают аппарат, как указано на рисунке (Рисунок - Аппарат для определения содержания смол выпариванием струей: 1 - фильтр из хлопчатобумажной или стеклянной ваты; 2 - гнездо для термометра (произвольное); 3 - термометры; 4 - съемный держатель (адаптер); 5 - медный экран 500 - 600 мкм; 6 - терморегулятор; 7 - баня (цельнометаллический блок); 8 - расходомер; 9 - стакан; 10 - пароперегреватель; 11 - пароулавливатель). При комнатной температуре регулируют поток воздуха так, чтобы получить из одного выпускного отверстия скорость потока $600 \text{ см}^3/\text{с}$ при постоянном местоположении конического держателя.

Регулируют скорость потока в каждом выпускном отверстии 510 - 690 см³/с, отмечают общую скорость потока, указанную расходомером.

10 Проведение испытания

10.1 Лабораторные стаканы, включая стакан для контрольного опыта, промывают растворителем до тех пор, пока не удалят все смолы.

Стаканы взвешивают с погрешностью не более 0,1 мг относительно контрольного стакана.

10.5 В каждый из стаканов помещают по 50 или 25 см³ топлива, за исключением стакана для контрольного опыта, для каждого топлива используют один стакан.

10.6 По окончании нагревания стаканы вынимают из бани и переносят для охлаждения в емкость, которую помещают около весов, и охлаждают не менее 2 ч. Стаканы взвешивают.

10.7 Стаканы, содержащие нерастворимую в гептане порцию смол, отделяют. Остальные стаканы промывают для повторного использования.

10.8 В каждый из стаканов и контрольный стакан добавляют 25 см³ гептана и встряхивают в течение 30 с. Смесь выдерживают 10 мин.

10.9 Раствор гептана сливают и отбрасывают, предотвратив потери любого твердого остатка.

10.10 Повторяют экстрагирование, добавляя повторно 25 см³ гептана. Экстрагирование проводят третий раз, если экстракт окрашен.

10.11 Стаканы, включая стакан для контрольного опыта, помешают в баню для выпаривания, температура которой 160 - 165 °С, и, не устанавливая конических держателей, сушат их в течение 5 мин.

10.12 По окончании сушки стаканы удаляют из бани и помещают в емкость для охлаждения, стоящую около весов; охлаждают не менее 2 ч. Взвешивают и записывают массу стаканов.

Тема 4. Ошибки количественного анализа.

1. Вопросы для собеседования

- 1) Каковы источники ошибок количественного анализа?
- 2) Приведите классификацию ошибок анализа.
- 3) Охарактеризуйте систематическую ошибку анализа.
- 4) Охарактеризуйте случайную ошибку анализа.
- 5) Чем обусловлены грубые ошибки анализа?
- 6) Какие цифры называют значащими при обработке результатов анализа?

2. Практическое задание «Правила округления»

- 1) Укажите, сколько значащих цифр содержат числа, записанные в приведенной ниже форме. Укажите нули, являющиеся значащими. 0,216; 90,7; 800,0; 0,0670.
- 2) Приведите результаты вычисления молярной массы HNO₃ по значениям относительных атомных масс, представив только значащие цифры, и укажите, какой из участников арифметических действий лимитирует точность результата.
- 3) Приведите результат вычисления молярной концентрации раствора HNO₃, имеющего плотность $\rho=1,413$ кг/дм³, если массовая доля раствора в процентах составляет $\omega=70$ %, с наибольшим возможным числом значащих цифр и укажите, какой из участников арифметических действий лимитирует точность результата.
- 4) Чему равно значение pH для раствора $1,9 \cdot 10^{-2}$ М раствора HNO₃?
- 5) Чему равна концентрация H⁺ для раствора с pH 4,75?

Тема 5. Обработка результатов анализа методами математической статистики.

1. Вопросы для собеседования

- 1) Дайте определения следующим понятиям: варианта, стандартное отклонение.
- 2) Дайте определения следующим понятиям: дисперсия, выборка.

- 3) Дайте определения следующим понятиям: полуширина доверительного интервала, воспроизводимость.
- 4) Дайте определения следующим понятиям: правильность, доверительный интервал.
- 5) Приведите классификацию ошибок анализа.
- 6) Для чего и как проводится исключение грубых промахов?

2. Практическое задание «Статистическая обработка результатов анализа»

- 1) Пусть содержание определяемого компонента в анализируемом образце, найденное в пяти параллельных единичных определениях, оказалось равным, %: 3,01; 3,04; 3,08; 3,16 и 3,31. Проведите статистическую обработку результатов анализа (оцените их воспроизводимость) при доверительной вероятности $P=0,95$.
- 2) При анализе лекарственного препарата метазона потенциометрическим методом найдены следующие значения рН этого раствора: 4,50; 4,52; 4,55; 4,60; 4,70; 4,75. Определите доверительный интервал среднего значения рН раствора метазона при доверительной вероятности $P=0,95$ и относительную ошибку среднего.

Тема 6. Проверка нормальности распределения результатов химического анализа.

1. Вопросы для собеседования

- 1) Как осуществляется сравнение двух методов анализа по воспроизводимости?
- 2) Как проводится оценка допустимого расхождения результатов параллельных определений?
- 3) Для чего используют анализ стандартного образца?

1. Практическое задание «Статистическая обработка результатов анализа»

- 1) Определение содержания основного вещества в жидком лекарственном препарате двумя методами – газожидкостной хроматографией (ГЖХ) и осадительного титрования – дало следующие результаты для массовой доли основного вещества, %:
Метод ГЖХ: 98,20; 98,30; 98,30; 98,40; 98,40; 98,50; 98,50; 98,60; 98,60; 98,70; 98,70.
Метод осадительного титрования: 98,30; 98,40; 98,40; 98,50; 98,50; 98,60; 98,60; 98,70; 98,70; 98,70; 98,80.
Охарактеризуйте воспроизводимость обоих методов при доверительной вероятности $P=0,95$. Проведите сравнение двух методов по воспроизводимости и правильности при доверительной вероятности $P=0,99$. Истинное значение содержания активного вещества в препарате 98,50%.
- 2) Вещество проанализировали на содержание олова и при трех параллельных определениях нашли массу олова, мг: 0,075; 0,080; 0,085. Оцените сходимость результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P=0,95$.

2. Комплект заданий для контрольной работы

Вариант 1.

1. Дайте определения следующим понятиям: правильность, доверительный интервал.
2. Приведите классификацию ошибок анализа.
3. Спектрофотометрическим методом провели контроль качества лекарственной формы – таблеток ацифеина – на содержание в них примеси 4-аминофенола. В пяти параллельных определениях нашли следующее содержание (массовую долю) указанной примеси, %: 0,010; 0,010; 0,020; 0,030; 0,020. Рассчитайте доверительный интервал и относительную ошибку определения среднего результата при доверительной вероятности 0,95.
4. Для оценки правильности методики анализа образец поваренной соли тщательно проанализировали методом неводного потенциометрического титрования и нашли содержание (массовую долю) хлорида натрия в пяти параллельных определениях равным,

%, 99,930; 99,910; 99,900; 99,910; 99,920. Истинное содержание основного вещества в поваренной соли равно 99,900%. Охарактеризуйте методику анализа по правильности при доверительной вероятности 0,95.

Вариант 2.

1. Дайте определения следующим понятиям: варианта, стандартное отклонение.
2. Как проводится оценка допустимого расхождения результатов параллельных определений?
3. При контроле качества этилового эфира рефрактометрическим методом получены следующие результаты для показателя преломления при параллельных измерениях: 1,4493; 1,4494; 1,4500; 1,4499; 1,4497. Охарактеризуйте воспроизводимость полученных данных, рассчитав доверительный интервал и относительную ошибку среднего результата при доверительной вероятности 0,95.
4. При контроле качества лекарственного препарата пирецетама методом ВЭЖХ содержание основного вещества найдено равным, %: 98,9; 99,4; 99,1; 99,7; 99,5. Истинное значение содержания пирецетама в препарате составляет 99,3%. Охарактеризуйте методику анализа по правильности при доверительной вероятности 0,95.

Вариант 3.

1. Дайте определения следующим понятиям: дисперсия, выборка.
2. Для чего и как проводится исключение грубых промахов?
3. С целью контроля качества определили пикнометрическим методом плотность раствора серной кислоты и нашли его плотность в пяти параллельных определениях равной, г/мл: 1,061; 1,058; 1,060; 1,060; 1,059. Рассчитайте доверительный интервал и относительную ошибку определения средней плотности при доверительной вероятности 0,95.
4. Раствор анальгина для инъекций проанализировали с целью оценки правильности методики анализа способом йодиметрического титрования на содержание анальгина и нашли в пяти параллельных определениях массу анальгина в 1 мл раствора, равную, г: 0,500; 0,499; 0,497; 0,502; 0,503. Истинное содержание анальгина в 1 мл раствора равно 0,500 г. Охарактеризуйте методику анализа по правильности при доверительной вероятности 0,95.

Вариант 4.

1. Дайте определения следующим понятиям: полуширина доверительного интервала, воспроизводимость.
2. Как осуществляется сравнение двух методов анализа по воспроизводимости?
3. При определении массовой доли механических примесей в нефти получены следующие результаты в пяти параллельных определениях, %: 0,10; 0,30; 0,10; 0,20; 0,20. Охарактеризуйте воспроизводимость результатов анализа, рассчитав доверительный интервал и относительную ошибку среднего результата анализа при доверительной вероятности 0,95.
4. При контроле качества лекарственного препарата пирецетама содержание посторонних примесей найдено равным, %: 0,45; 0,50; 0,48; 0,52; 0,55. Истинное значение содержания пирецетама в препарате составляет 0,50%. Охарактеризуйте методику анализа по правильности при доверительной вероятности 0,95.

Тема 7. Линейный метод наименьших квадратов.

1. Практическое задание «Градуировочный график по методу наименьших квадратов»

1) В растворе определяли массовую концентрацию железа спектрофотометрическим методом, измеряя оптические плотности растворов, окрашенных в результате реакции взаимодействия иона железа с сульфосалициловой кислотой. Для построения градуировочной зависимости были измерены оптические плотности растворов с возрастающими концентрациями железа, обработанных сульфосалициловой кислотой.

C, мг	0,010	0,020	0,030	0,040	0,050
A	0,100	0,210	0,290	0,420	0,530

По полученным данным при помощи метода наименьших квадратов рассчитать параметры наилучшей прямолинейной зависимости и построить градуировочный график.

Тема 8. Линейная корреляция и коэффициент корреляции. Предел обнаружения.

1. Вопросы для собеседования

- 1) Как рассчитывают коэффициент корреляции?
- 2) Что такое предел обнаружения?
- 3) Как вычисляется стандартное отклонение фонового сигнала?
- 4) Какую формулу для расчета предела обнаружения рекомендует использовать Международный союз по теоретической и прикладной химии?

2. Практическое задание «Проверка нормальности распределения результатов химического анализа»

1) Группа студентов из 20 человек провела анализ воздуха хроматографическим методом на содержание азота. Для дальнейшего расчета были отобраны 100 результатов.

V, %	m						
79,20	1	79,60	2	80,05	5	80,45	3
79,25	1	79,65	3	80,10	5	80,50	3
79,30	1	79,70	3	80,15	6	80,55	2
79,35	1	79,80	7	80,20	4	80,60	2
79,40	2	79,85	5	80,25	4	80,65	3
79,45	2	79,90	4	80,30	5	80,70	1
79,50	2	79,95	3	80,35	4	80,75	2
79,55	3	80,00	6	80,40	3	80,80	1

Оцените характер распределения результатов анализа двумя методами.

3. Комплект заданий для контрольной работы

Вариант 1.

1. Даны оптические плотности (A) окрашенных растворов, которые измерены при соответствующих концентрациях комплексообразователя C(X). Полученные данные приведены в таблице:

C(X), мг/см ³	0,02	0,04	0,06	0,08	0,10
A(Y)	0,110	0,208	0,330	0,447	0,547

При помощи метода наименьших квадратов рассчитать параметры наилучшей прямолинейной зависимости и построить градуировочный график.

2. В таблице приведены данные анализа воздуха хроматографическим методом на содержание кислорода:

X, %	18.10	18.20	18.30	18.40	18.50	18.60	18.70	18.80
m _i	1	1	1	1	2	2	4	3

X, %	18.90	19.00	19.10	19.20	19.30	19.40	19.50	19.60
m _i	1	3	4	4	5	4	3	6
X, %	19.70	19.80	19.90	20.00	20.10	20.20	20.30	20.40
m _i	5	5	6	4	4	5	4	3
X, %	20.50	20.60	20.70	20.80	20.90	21.00	21.10	21.20
m _i	3	3	2	2	3	1	2	3

Вычислите асимметрию и эксцессу, их дисперсии, произвести сравнение и оценить наблюдаемое распределение. Построить гистограмму и оценить имеет ли огибающая ее кривая вид, характерный для кривой нормального распределения.

Вариант 2.

1. Даны оптические плотности (A) окрашенных растворов, которые измерены при соответствующих концентрациях комплексобразователя C(X). Полученные данные приведены в таблице:

C(X), мг/см ³	0,03	0,06	0,09	0,12	0,15
A(Y)	0,190	0,375	0,570	0,768	0,959

При помощи метода наименьших квадратов рассчитать параметры наилучшей прямолинейной зависимости и построить градуировочный график.

2. В таблице приведены данные анализа воздуха хроматографическим методом на содержание кислорода:

X, %	19,00	19,05	19,10	19,15	19,20	19,25	19,30	19,35
m _i	1	1	1	1	2	2	4	3
X, %	19,40	19,45	19,50	19,55	19,60	19,65	19,70	19,75
m _i	1	3	4	4	5	4	3	6
X, %	19,80	19,85	19,90	19,95	20,00	20,05	20,10	20,15
m _i	5	5	6	4	4	5	4	3
X, %	20,20	20,25	20,30	20,35	20,40	20,45	20,50	20,55
m _i	3	3	2	2	3	1	2	3

Вычислите асимметрию и эксцессу, их дисперсии, произвести сравнение и оценить наблюдаемое распределение. Построить гистограмму и оценить имеет ли огибающая ее кривая вид, характерный для кривой нормального распределения.

Вопросы для экзамена

1. Хемометрика как наука. Предмет изучения хемометрики.
2. Хемометрика как наука. Объект изучения хемометрики.
3. Хемометрика как наука. Задачи хемометрики.
4. История развития хемометрики.
5. Метрология как основа хемометрики. Основные понятия метрологии.
6. Измерения в химии. Ошибки измерений.
7. Класс точности средств измерений. Характеристика средств измерений.
8. Правильность и воспроизводимость результатов количественного анализа.
9. Классификация ошибок количественного анализа.
10. Грубые промахи.
11. Расчет метрологических параметров.
12. Сравнение методов анализа по воспроизводимости.
13. Метрологическая характеристика методов анализа по правильности.
14. Оценка допустимого расхождения результатов параллельных определений.
15. Линейный метод наименьших квадратов.
16. Линейная корреляция и коэффициент корреляции.
17. Предел обнаружения.

7.4. Методические материалы, определяющие процедуры оценивания знаний, умений, навыков и (или) опыта деятельности

Текущий и внутрисеместровый контроль, промежуточная аттестация учебных достижений студентов проводится путем балльно-рейтинговой системы. Общая оценка учебных достижений студента в семестре по учебному курсу определяется как сумма баллов, полученных студентом по различным формам текущего и промежуточного контроля в течение данного семестра. Итоговой формой отчетности является экзамен, поэтому балльная оценка распределяется на две составляющие: семестровую (текущий контроль по учебной дисциплине в течение семестра) – 50 баллов и экзаменационную – 50 баллов. 50 баллов семестрового контроля состоят из 40 баллов полученных на различных формах текущего контроля и 10 баллов, включающих различного рода бонусы (отсутствие пропусков занятий, активная работа в течение семестра).

Таблица 7
Технологическая карта рейтинговых баллов по дисциплине

Контролируемые мероприятия	Количество баллов за одно мероприятие	Количество мероприятий	Максимальное количество баллов	Срок предоставления
1. Собеседование				
1.1. полный ответ по вопросу	1,5	6	9	по расписанию
1.2. дополнение	0,15	6	1	по расписанию
2. Практическое задание	2	6	12	
3. Контрольная работа	9	2	18	по расписанию
Промежуточный контроль			40	
4. Бонусы				
4.1. посещение занятий	0,55	9	5	по расписанию
4.2. активность студента на занятии	0,55	9	5	
Всего			50	
5. Экзамен	в соответствии с установленными критериями		50	по расписанию
Итого			100	

Преподаватель, реализующий дисциплину, в зависимости от уровня подготовленности обучающихся может использовать иные формы, методы контроля и оценочные средства, исходя из конкретной ситуации.

8. УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ И ИНФОРМАЦИОННОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

а) Основная литература:

1. Отто, М. Современные методы аналитической химии.(в 2-х томах) . Т. 2 / Перев. с нем. под ред. А.В. Гармаша. - М. : Техносфера, 2004. - 288 с. (11 экз.)
2. Метрология. Аналитические измерения в пищевой и перерабатывающей промышленности [Электронный ресурс]: учебник для вузов / А.А. Бегунов - СПб. : ГИОРД, 2014. Режим доступа: <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785988791713.html>
3. Введение в аналитическую химию [Электронный ресурс] / Ю.А. Золотов - М. : Лаборатория знаний, 2016. - <http://www.studentlibrary.ru/book/ISBN9785932082157.html>

б) Дополнительная литература:

1. Аналитическая химия. Проблемы и подходы: В 2 т. Т.1 / Ред. Р.Кельнер, Ж.-М. Мерме, М.Отто, Г.М.Видмер; Под ред. Золотова. - М. : Мир-АСТ, 2004. - 608 с. (2 экз.)
2. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа. В 2-х т. Т. 1 : рек. ГОУ ВПО "Казанский гос. технол. ун-т" в качестве учеб. для студентов вузов...по хим.-технол. направлениям; Рег. № рецензии 390 от 20 ноября 2008 г. ФГУ "ФИРО" / под ред. А.А. Ищенко. - 2-е изд. ; испр. - М. : Академия, 2012. - 351, [1] с. (2 экз.)

в) Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет», необходимый для освоения дисциплины:

1. <http://asu.edu.ru>
2. <https://biblio.asu.edu.ru> (Электронная библиотека «Астраханский государственный университет» собственной генерации на платформе ЭБС «Электронный Читальный зал – БиблиоТех»)
3. <http://www.studentlibrary.ru> (Электронно-библиотечная система (ЭБС) ООО Гражданско-правовой договор № 146 от 02.08.2016 г. «Политехресурс» «Консультант студента». www.studentlibrary.ru)

9. МАТЕРИАЛЬНО-ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Материально-техническое обеспечение учебной дисциплины включает в себя аудиторию для проведения лабораторных занятий. Проведение занятий сопряжено с применением компьютеров для выполнения поисковой работы, вычислений и работе в информационных системах.

При необходимости рабочая программа дисциплины (модуля) может быть адаптирована для обеспечения образовательного процесса инвалидов и лиц с ограниченными возможностями здоровья, в том числе для обучения с применением дистанционных образовательных технологий. Для этого требуется заявление студента (его законного представителя) и заключение психолого-медико-педагогической комиссии (ПМПК).