

Документ подписан простой электронной подписью
Информация о владельце:
ФИО: Романчук Иван Сергеевич
Должность: Ректор
Дата подписания: 29.01.2025 12:05:32
Уникальный программный ключ:
6319edc2b582ffdacea443f01d5779368d0957ac34f5cd074d81181530452479

Приложение к рабочей
программе дисциплины

МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ
ПО ОРГАНИЗАЦИИ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ ОБУЧАЮЩИХСЯ

| | |
|---|--|
| Наименование дисциплины | <i>Контроль качества в химической лаборатории</i> |
| Направление подготовки / Специальность | <i>04.03.01 Химия</i> |
| Направленность (профиль) / Специализация | <i>Химия</i> |
| Форма обучения | <i>очная</i> |
| Разработчики | <i>Шигабаева Гульнара Нургаллаевна, заведующий кафедрой органической и экологической химии</i> |

1. Темы дисциплины для самостоятельного освоения обучающимися
Отсутствуют.

2. План самостоятельной работы:

| № п/п | Учебные встречи | Виды самостоятельной работы | Форма отчетности / контроля | Количество баллов | Рекомендуемый бюджет времени на выполнение (ак.ч.) |
|-------|--|--|-----------------------------------|-------------------|--|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 1 | Основные положения обеспечения единства измерений (ОЕИ) | Проработка лекций, решение задач, подготовка устного сообщения | Презентация сообщения | 2 | 5 |
| 2 | Техническое регулирование и метрологическое обеспечение. Погрешность и неопределенность измерений | Расчетные задачи | Текст оформленных задач | 2 | 5 |
| 3 | Методики (методы) измерений, применяемые в химико-аналитических лабораториях. Внедрение стандартизованных методик (методов) количественного химического анализа (МКХА) в лаборатории | Решение практических заданий по материалам лекций | Решение задач по кейсам | 10 | 5 |
| 4 | Требования к метрологическому обеспечению технических средств: средств измерений, испытательного и вспомогательного оборудования | Изучение лекционного материала | Сравнительный анализ различных СИ | 3 | 5 |
| 5 | Стандартные образцы в системе контроля качества результатов измерений. Требования | Решение практических заданий | Решение задач | 3 | 5 |

| | | | | | |
|---|---|---|--|----|----|
| | к стандартным образцам, аттестованным смесям, химическим реактивам | | | | |
| 6 | Общие положения контроля качества результатов измерений. Виды и формы контроля | Подготовка к контрольной работе | Решение задач | 5 | 5 |
| 7 | Элементы системы внутреннего контроля: оперативный контроль и контроль стабильности результатов измерений | Изучение лекционного материала | Решение практических задач по вопросам лекционного материала | 5 | 10 |
| 8 | Подготовка к зачету | Повторение лекционного материала и решение заданий с практических занятий | Контрольная работа и тест | 10 | 14 |
| 9 | Итого | | | 40 | 54 |

3. Требования и рекомендации по выполнению самостоятельных работ обучающихся, критерии оценивания.

Подготовка устного сообщения.

Примерное задание. Подготовить устное сообщение по теме выбранного реферата.

Рекомендации по выполнению:

- изучить конспекты лекций
- ознакомиться с информацией по литературе.
- самостоятельность (возможно использование ИИ с правильной интерпретацией)
- визуализация работы за счет изображения классификации.
- в выводах необходимо опираться на лекционный материал и изученными в рамках практических занятий модели.
- подготовить презентацию и устный доклад на 30 минут.

Решение задач.

Примерное задание. Расчетным способом установить значения показателей качества метода измерений, регламентированного в ГОСТ 4011-72, п. 2 «Вода питьевая. Методы измерения концентрации общего железа. 2. Измерение массовой концентрации общего железа с сульфосалициловой кислотой» в диапазоне измерений массовых концентраций общего железа (0,1-2,0) мг/дм³, если в ГОСТ 4011-72, п. 2 установлено, что допустимое расхождение между параллельными определениями не должно превышать 25 %.

Рекомендации по выполнению:

- самостоятельность
- минимум текста, максимум графических построений.

Решение практических заданий по материалам лекций.

Данный вид заданий носит разноплановый характер, задания нацелены на приобретение обучающимися навыков обработки большого массива экспериментальных данных, метрологическая обработка, нахождение всех видов погрешностей, расчет и правильная интерпретация полученных расчетов, применения полученной информации для решения практических задач. Расчет всех метрологических характеристик.

Примерное задание. На основе данных таблицы 1 построить контрольную карту Шухарта (ККШ) для контроля внутрилабораторной прецизионности результатов измерений в рабочих пробах массовой концентрации анионных СПАВ в очищенной сточной воде по РД 52.24.368-2006 (в единицах измеряемых содержаний) для диапазона измерений от 0,010 мг/дм³ до 0,050 мг/дм³.

По результатам построения ККШ в таблицу 1 занести данные о несоответствии результатов контрольных процедур пределу действия и пределу предупреждения, а также результаты интерпретации данных ККШ, требующие корректирующих действий.

Таблица 1

| Объект | | | вода сточная очищенная | | |
|--|---|--------|---|--|---|
| Определяемый показатель | | | АСПАВ | | |
| НД на методику измерений | | | РД 52.24.368-2006 «Массовая концентрация анионных синтетических поверхностно-активных веществ в водах. Методика выполнения измерений экстракционно-фотометрическим методом» | | |
| Единица измерений | | | мг/дм ³ | | |
| Диапазон измерений | | | 0,010 – 0,050 | | |
| Показатель точности, Δ | | | 0,007 | | |
| Показатель воспроизводимости, σ_R | | | 0,004 | | |
| Период заполнения ККШ | | | 20.04.2020 – 20.06.2020 | | |
| Предел предупреждения | | | ... | | |
| Предел действия | | | ... | | |
| Средняя линия | | | ... | | |
| Номер контрольной процедуры, l | Результаты контрольных измерений в рабочих пробах | | Результат контрольной процедуры $R_{k_l} = X_1 - X_2 $ | Выводы о несоответствии результата контрольной процедуры пределу действия и пределу предупреждения | Результаты интерпретации данных ККШ, требующие корректирующих действий с целью обеспечить стабильность процедуры измерений в рабочих пробах |
| | X_1 | X_2 | | | |
| 1 | 0,0130 | 0,0112 | ... | ... | ... |
| 2 | 0,0205 | 0,0230 | ... | ... | ... |
| 3 | 0,0190 | 0,0262 | ... | ... | ... |
| 4 | 0,0280 | 0,0345 | ... | ... | ... |
| 5 | 0,0340 | 0,0260 | ... | ... | ... |
| 6 | 0,0338 | 0,0323 | ... | ... | ... |
| 7 | 0,0110 | 0,0150 | ... | ... | ... |
| 8 | 0,0435 | 0,0415 | ... | ... | ... |
| 9 | 0,0220 | 0,0232 | ... | ... | ... |
| 10 | 0,0202 | 0,0225 | ... | ... | ... |
| 11 | 0,0108 | 0,0120 | ... | ... | ... |
| 12 | 0,0216 | 0,0189 | ... | ... | ... |
| 13 | 0,0319 | 0,0330 | ... | ... | ... |
| 14 | 0,0176 | 0,0250 | ... | ... | ... |
| 15 | 0,0175 | 0,0270 | ... | ... | ... |
| 16 | 0,0448 | 0,0436 | ... | ... | ... |
| 17 | 0,0115 | 0,0136 | ... | ... | ... |

| | | | | | |
|----|--------|--------|-----|-----|-----|
| 18 | 0,0225 | 0,0213 | ... | ... | ... |
| 19 | 0,0422 | 0,0410 | ... | ... | ... |
| 20 | 0,0218 | 0,0240 | ... | ... | ... |

Рекомендации по выполнению:

- изучить конспекты лекций
- освоить основные термины и понятия, методы построения карты Шухарта.
- обучающийся самостоятельно выбирает дату и время выполнения задания в пределах установленного срока, задания, выполненные вне установленного срока, на проверку не принимаются
- анализ необходимо выполнить последовательно и сопроводить комментариями собственноручно в тетради или на листах формата А4
- таблица данных должна быть заполнена четко, все элементы подробно объяснены, а расчеты сопровождаются формулами и записями дополнительно.

Будет оцениваться самостоятельность, поэтому необходимо подробно расписывать свое решение, опираясь на примеры задач, решенных в аудитории.

Подготовка к контрольной работе.

Примерное задание. Решить тестовую контрольную работу. Тестовая контрольная работа является инструментом текущего контроля знаний, умений и навыков обучающегося по группам тем дисциплины.

Рекомендации по выполнению:

- изучить конспекты лекций
- освоить основные термины и понятия
- обучающийся самостоятельно выбирает дату и время выполнения задания в пределах установленного срока, задания, выполненные вне установленного срока, на проверку не принимаются
- работу необходимо выполнить последовательно и сопроводить комментариями собственноручно в тетради или на листах формата А4
- графические изображения должны быть четкими, подробно объяснены

Будет оцениваться самостоятельность, поэтому необходимо подробно расписывать свое решение, опираясь на примеры задач, решенных в аудитории.

Подготовка к практическим занятиям.

В ходе подготовки к практическим занятиям рекомендуется изучить основную и дополнительную литературу, публикации в научных изданиях, материалы, размещенные на электронных образовательных ресурсах.

Рекомендации для подготовки:

- изучить конспекты лекций
- освоить основные термины и понятия

Подготовка к зачету.

Зачет проводится в письменной форме (контрольная работа и тест) – это вид проверки знаний и умений учащихся, который направлен на выявление степени усвоения изученного материала. Итоговая контрольная работа проводится в аудитории продолжительностью 150 минут. Составление заданий контрольной работы и проверку решений осуществляет лектор.

Рекомендации для подготовки:

- изучить конспекты лекций
- освоить основные термины и понятия

4. Рекомендации по самоподготовке к промежуточной аттестации по дисциплине.

Зачет проводится письменно в форме контрольной работы. Контрольная работа

является инструментом промежуточной аттестации обучающегося в 8-м семестре. Контрольная работа проводится в аудитории продолжительностью 150 минут. Составление заданий контрольной работы и проверку решений осуществляет лектор.

Рекомендации для подготовки:

- изучить конспекты лекций
- освоить основные термины и понятия

Вопросы к зачету

1. Метрология – наука об измерениях. Основные понятия, термины и определения. Единицы величин, допускаемых к применению в Российской Федерации: наименования и обозначения, правила применения и написания; основные, производные, внесистемные, относительные и логарифмические единицы Международной системы единиц (СИ). Воспроизведение единицы величины и единство измерений (воспроизведение основной и производной единицы величины, передача и хранение единицы величины, эталоны единиц СИ).

2. Общие положения и принципы технического регулирования. Федеральный закон «О техническом регулировании» № 184-ФЗ, основные положения.

3. Технические регламенты (ТР): цели принятия ТР, содержание и применение ТР, виды ТР, порядок разработки, принятия, изменения и отмены ТР.

4. Подтверждение соответствия: цели, принципы, формы, добровольное подтверждение соответствия, знаки соответствия, обязательное подтверждение соответствия, декларирование соответствия, обязательная сертификация, организация обязательной сертификации, знак обращения на рынке.

5. Права и обязанности заявителя в области обязательного подтверждения соответствия, государственный контроль (надзор) за соблюдением требований ТР. Информация о нарушении требований ТР и отзыв продукции.

6. Основы метрологического обеспечения (МО). Нормативно-правовые основы метрологии. Федеральный закон «Об обеспечении единства измерений» № 102-ФЗ, основные положения.

7. Основные положения: цель, задачи и состав Государственной системы обеспечения единства измерений (ГСИ).

8. Государственный метрологический надзор за обеспечением единства измерений (ОЕИ) в Российской Федерации.

9. Приведите классификацию видов и методов измерений, погрешностей измерений и их характеристик. Охарактеризуйте способы оценивания характеристик погрешностей (неопределенности) измерений.

10. Основные понятия и определения серии стандартов ГОСТ Р ИСО 5725-1-6-2002.

11. Концепция погрешности и неопределенности измерений: основные положения стандартов ГОСТ Р 54500.1-2011 / Руководство ИСО/МЭК 98-1:2009 «Неопределенность измерения. Часть 1. Введение в руководства по неопределенности измерения», ГОСТ Р 54500.3-2011 / Руководство ИСО/МЭК 98-3:2008 «Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения».

12. Перечислите общие требования, предъявляемые к методикам (методам) измерений в свете требований Федерального закона «Об обеспечении единства измерений» № 102-ФЗ и ГОСТ Р 8.563-2009 «ГСИ. Методики (методы) измерений».

13. Показатели качества методик (методов) измерений: формы представления и способы выражения в соответствии с РМГ 61-2010 «ГСИ. Показатели точности, правильности и прецизионности методик количественного анализа. Методы оценки» и положениями ПМГ 96-2009 «ГСИ. Результаты и характеристики качества измерений. Формы представления».

14. Проведите сопоставительный анализ характеристик погрешности и неопределенности.
15. Приведите алгоритмы оценки приемлемости результатов измерений (в условиях повторяемости, прецизионности и воспроизводимости).
16. Установление расчетных значений показателей качества методик (методов) измерений (при отсутствии регламентации показателей качества в НД на методики (методы) измерений).
17. Внедрение стандартизованных методик (методов) количественного химического анализа (МКХА) в лаборатории. Процедуры подтверждения соответствия реализуемой в лаборатории МКХА требованиям нормативного документа: экспериментальная проверка правильности использования МКХА в лаборатории: по РМГ-76-2004 «ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа» (способ I), по Р 50.2.060-2008 «ГСИ. Внедрение стандартизованных методик количественного химического анализа в лаборатории. Подтверждение соответствия установленным требованиям» (способ II).
18. Отчет по внедрению МКХА в конкретной лаборатории: содержание, правила составления и оформления, заключение по результатам внедрения.
19. Классификация средств измерений (СИ). Нормирование метрологических характеристик средств измерений (СИ).
20. Перечислите требования к метрологическому обеспечению СИ в свете Федерального закона «Об обеспечении единства измерений» № 102-ФЗ.
21. Метрологическое обеспечение СИ: государственные испытания, сертификация, поверка и калибровка.
22. Метрологическое обеспечение испытательного оборудования (ИО): аттестация по ГОСТ Р 8.568-97 «ГСИ. Аттестация испытательного оборудования. Основные положения».
23. Вспомогательное оборудование (ВО) и его техническое обеспечение (проверка технического состояния).
24. Основные термины и понятия в области стандартных образцов (СО). Категории стандартных образцов. Разработка СО, основные этапы и содержание работ, нормирование метрологических характеристик СО.
25. Требования к СИ и МКХА, применяемых для установления метрологических характеристик СО. Способы установления аттестованных значений СО и характеристик погрешности (неопределенности) аттестованных значений СО. Способы установления прослеживаемости аттестованных значений СО к единицам физических величин системы СИ или опорным значениям.
26. Общие требования к производителям СО. Подготовка, оформление и рассмотрение материалов испытаний СО в целях утверждения типа (МИ 3300-2010): описание типа, паспорт и этикетка СО. Применение СО.
27. Общие требования к разработке аттестованных смесей (АС) и документальное подтверждение их качества. Расчет метрологических характеристик АС по РМГ 60-2003 «ГСИ. Смесей аттестованные. Общие требования к разработке».
28. Степени чистоты химических реактивов. Общие требования к химическим реактивам, применяемым в химико-аналитических лабораториях. Особенности применения химических реактивов с истекшим сроком годности.
29. Количественный химический анализ (КХА) – специфический вид измерений. Погрешности измерений по ГОСТ 8.563-2009. Особенности прослеживаемости результатов КХА.
30. Контроль качества результатов КХА. Общие положения контроля. Виды и формы контроля. Внутренний контроль качества результатов КХА. Элементы системы внутреннего контроля: оперативный контроль процедуры анализа и контроль стабильности результатов анализа.

31. Алгоритмы оперативного контроля процедуры анализа: контрольные процедуры для контроля погрешности (КПКП) с применением образцов для контроля (ОК), метода добавок совместно с методом разбавления пробы, метода добавок, метода разбавления пробы, контрольной методики анализа, метода варьирования навески. Оперативный контроль повторяемости.

32. Контроль стабильности результатов анализа с применением контрольных карт: общие представления, контрольные карты Шухарта (ККШ) и контрольные карты кумулятивных сумм.

33. Построение ККШ в единицах измеряемых содержаний, приведенных и относительных величинах (расчет значений средней линии, предела предупреждения, предела действия, результата контрольной процедуры, нанесение результатов контрольных процедур на карту (построение карты), интерпретация данных ККШ; применение статистических таблиц.).

34. Алгоритмы проведения контрольных процедур, используемых при построении контрольных карт: для контроля повторяемости, внутрилабораторной прецизионности.

35. Контроль повторяемости, внутрилабораторной прецизионности, погрешности. Анализ данных контрольных карт и их интерпретация.

36. Контроль погрешности с использованием контрольных карт на основе применения контрольных проб.

37. Построение контрольной карты кумулятивных сумм. Контроль погрешности с использованием контрольных карт кумулятивных сумм.

38. Контроль стабильности результатов анализа в форме периодической проверки подконтрольности процедуры выполнения анализа с применением ОК, метода добавок с использованием одной рабочей пробы, метода добавок с использованием нескольких рабочих проб.

39. Контроль стабильности результатов анализа в форме выборочного статистического контроля внутрилабораторной прецизионности и погрешности результатов анализа. Приемочные и браковочные числа.

40. Проверка квалификации лабораторий посредством межлабораторных сличительных испытаний (МСИ): общие положения.

41. Роль и место испытательных лабораторий в деятельности по оценке соответствия в свете требований Федерального закона «Об обеспечении единства измерений» № 102-ФЗ, Федерального закона «О техническом регулировании» № 184-ФЗ, ГОСТ ISO/IEC 17025-2019, ГОСТ ISO/IEC 17011-2018.

42. Основные положения Федерального закона «Об аккредитации в национальной системе аккредитации» № 412-ФЗ от 28.12.2013. Федеральная служба по аккредитации РФ.

43. Критерии аккредитации лабораторий (Приказ Министерства экономического развития РФ от 30.05.2014 № 326, ГОСТ ISO/IEC 17025-2019).

44. Подача заявления на прохождение процедуры подтверждения компетентности (ПК) лабораторией. Сроки и порядок прохождения. Результаты ПК.

45. Документы, подтверждающие соответствие лаборатории критериям аккредитации: Руководство по качеству, документы, подтверждающие соблюдение установленных требований к работникам лаборатории и документ, содержащий сведения о работниках лаборатории, документ по оснащенности лаборатории средствами измерений (СИ), документ по оснащенности лаборатории испытательным оборудованием (ИО), документ по оснащенности лаборатории вспомогательным оборудованием (ВО), документ по оснащенности лаборатории стандартными образцами (СО), документ по помещениям, используемым для проведения исследований (испытаний), измерений. Формы и примеры оформления.

46. Документы, описывающие систему менеджмента качества (СМК) лаборатории. Руководство по качеству: требования к содержанию и оформлению. Заявление о Политике в области качества.

47. Выписка из реестра аккредитованных лиц (аттестат аккредитации) и область аккредитации лаборатории: принципы и особенности оформления. Рекомендуемые образцы документов, подтверждающих соответствие лаборатории критериям аккредитации.

48. Оформление документов, подтверждающих соответствие лаборатории критериям аккредитации. Область аккредитации испытательной лаборатории (центра). Рекомендации по описанию области аккредитации испытательной лаборатории (центра) (Приказ Росаккредитации от 25.01.2019 № 11). Правила составления и оформления области аккредитации лаборатории.

Задача в билет к зачету (пример варианта)

Расчетным способом установить значения показателей качества метода измерений, регламентированного в ГОСТ 26488-85 «Почвы. Определение нитратов по методу ЦИНАО» в диапазонах измерений массовой доли азота нитратов (2,5-5,0) млн⁻¹ и (5,0-30,0) млн⁻¹, если в ГОСТ 26488-85 установлено, что допускаемые относительные отклонения от среднего арифметического результатов повторных анализов при выборочном статистическом контроле при доверительной вероятности $P=0,95$ составляют 30 % при массовой доле азота нитратов в почве до 5 млн⁻¹, 10 % – свыше 5 млн⁻¹.

Литература:

1. Москвичева, Е. Л. Основы стандартизации и сертификации: учебно-методическое пособие / Е. Л. Москвичева, А. В. Керов. – Самара: Самарский государственный технический университет, ЭБС АСВ, 2018. – 120 с. – ISBN 2227-8397. – Текст: электронный // Электронно-библиотечная система IPR BOOKS: [сайт]. – URL: <http://www.iprbookshop.ru/90684.html> (дата обращения: 14.01.2025). – Режим доступа: для авторизир. пользователей.