

УДК 543
ББК 24.4
Б30

*Печатается по решению редакционно-издательского совета
Казанского национального исследовательского технологического университета*

Рецензенты:

*ведущий инженер Федерального государственного бюджетного учреждения
науки «Институт органической и физической химии им. А.Е. Арбузова»
Казанского научного центра Российской академии наук канд. хим. наук
В. Т. Иванов*

*ст. науч. сотр. НИЛ магнитной радиоспектроскопии и квантовой
электроники им. С.А. Альшиулера ФГАОУ ВО КФУ канд. физ.-мат. наук
М. Р. Гафуров*

Бахтеев С. А.

Б30 Метрологическое обеспечение лабораторных работ по аналитической химии : учебное пособие / С. А. Бахтеев, Р. А. Юсупов; Минобрнауки России, Казан. нац. исслед. технол. ун-т. – Казань : Изд-во КНИТУ, 2017. – 140 с.

ISBN 978-5-7882-2286-8

Кратко даны теоретические основы метрологического обеспечения различных методов анализа. Рассмотрены методики выполнения анализов химическими и физико-химическими методами. Приведены алгоритмы метрологической обработки аналитических расчетов для оценки результатов анализа в соответствии с требованиями стандарта.

Предназначено для студентов второго и третьего курсов, изучающих дисциплины «Общая теория измерений» и «Аналитическая химия и физико-химические методы анализа».

Подготовлено на кафедре аналитической химии, сертификации и менеджмента качества.

**УДК 543
ББК 24.4**

ISBN 978-5-7882-2286-8

© Бахтеев С. А., Юсупов Р. А., 2017

© Казанский национальный исследовательский
технологический университет, 2017

ОГЛАВЛЕНИЕ

ПЕРЕЧЕНЬ СОКРАЩЕНИЙ И УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ	3
ВВЕДЕНИЕ	6
1. ОСНОВЫ ОБЩЕЙ ТЕОРИИ ИЗМЕРЕНИЙ	8
1.1. Основные понятия и их определения	8
1.2. Погрешности измерения	14
1.3. Основные замечания по ГОСТ Р ИСО 5725	23
2. ФУНКЦИИ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ И ИХ АНАЛИЗ	26
2.1. Описание случайных погрешностей с помощью функций распределения	26
2.2. Моменты случайных погрешностей	28
2.3. Виды распределения результатов наблюдения и случайных погрешностей	31
2.4. Определение вида закона распределения	34
2.5. Информационный метод определения закона распределения	36
2.6. Точечные оценки истинного значения и среднеквадратического отклонения	38
2.7. Методы определения оценок	39
2.8. Оценка с помощью интервалов	40
2.9. Проверка нормальности распределения результатов наблюдений	42
2.10. Историческая справка	46
2.11. Статистическая модель расчетов точности измерения	50
2.12. Постановка эксперимента по оценке точности	522
2.13. Использование значений точности на практике	59
Нахождение пределов	59
2.14. Методы контроля стабильности результатов измерений в пределах лаборатории	69
2.15. Использование стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости при оценке деятельности лабораторий	71
2.16. Положение дел в области применения статистических методов	72
3. ОБРАБОТКА ДАННЫХ. РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗМЕРЕНИЙ И АЛГОРИТМ ИХ ОЦЕНКИ	74
3.1. Представление результата измерения	74
3.2. Алгоритм оценки результата измерения по двухбалльной (пять и два) шкале	75
3.3. Алгоритм оценки результата измерения по четырехбалльной шкале	76
3.4. Анализ выборок по статистическим критериям	77

3.5. Анализ выборок по технологическим критериям.....	78
3.6. Обработка данных косвенного эксперимента в случае применения линейной регрессии	79
3.7. Анализ функции распределения наблюдений. Проверка нормальности распределения наблюдений	80
3.8. Ознакомление с алгоритмами распознавания функций распределения Коши и Пуассона	81
3.9. Ознакомление с другими функциями распределений	82
4. ХАРАКТЕРИСТИКА ОСНОВНЫХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА И ИХ МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ.....	86
4.1. Основные характеристики анализа и его классификация	86
4.2. Количество, концентрация, содержание вещества. Титриметрия.....	89
5. ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ ПО ХИМИЧЕСКИМ МЕТОДАМ АНАЛИЗА	93
5.1. Определение соотношения объемов растворов гидроксида натрия и хлороводородной кислоты.....	93
5.2. Стандартизация раствора хлороводородной кислоты.....	94
5.3. Стандартизация раствора хлороводородной кислоты.....	97
5.4. Определение содержания слабых оснований.....	98
5.5. Определение содержания меди(II)	99
5.6. Определение общей жесткости воды	101
5.7. Измерение карбонатной жесткости воды.....	102
5.8. Измерение массовой доли железа(II) в техническом образце соли Мора.....	104
5.9. Измерение содержания окислителей.....	105
6. ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ ПО ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫМ МЕТОДАМ АНАЛИЗА.....	108
6.1. Хроматография. Качественный анализ смесей предельных углеводов.....	108
6.2. Хроматография. Количественный анализ смеси предельных углеводородов.....	110
6.3. Потенциометрическое титрование. Определение концентраций соляной и уксусной кислот методом касательных.....	111
6.4. Потенциометрическое титрование. Использование метода Грана для измерения точки эквивалентности.....	113
6.5. Потенциометрия.....	115
6.6. Фотоколориметрия. Определение Cu(II).....	116
6.7. Спектрофотометрия. Определение концентраций метилового оранжевого.....	118

6.8. Кинетический метод анализа. Определение концентрации Mo(VI).....	120
6.9. Рентгенофлуоресцентный анализ (РФА). Анализ сплава на основе золота.....	121
7. ПРИМЕРЫ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ПРОГРАММНОГО ПАКЕТА МП-343.....	123
7.1. Общие сведения о программе.....	123
7.2. Выполнение работы 3.1.....	124
7.3. Выполнение работы 3.2.....	126
7.4. Выполнение работы 3.3.....	127
7.5. Выполнение работы 3.6.....	128
7.6. Линейный регрессионный анализ при кинетическом методе анализа.....	130
ЛИТЕРАТУРА.....	133
ОГЛАВЛЕНИЕ.....	138

Ответственный за выпуск доц. С. Г. Смердова

Подписано в печать 17.11.2017

Формат 60×84 1/16

Бумага офсетная

Печать ризографическая

8,14 усл. печ. л.

8,75 уч.-изд. л.

Тираж 100 экз.

Заказ

Издательство Казанского национального исследовательского
технологического университета

Отпечатано в офсетной лаборатории Казанского национального
исследовательского технологического университета

420015, Казань, К. Маркса, 68