

О.М. Юрченко, Ж.О. Кормош

Хімічна метрологія, стандартизація та сертифікація

*Методичні рекомендації до лабораторних робіт
для студентів хімічного факультету
за напрямом підготовки 6.040101 “хімія”*

СХІДНОЄВРОПЕЙСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
ІМЕНІ ЛЕСІ УКРАЇНКИ
ХІМІЧНИЙ ФАКУЛЬТЕТ
Кафедра аналітичної хімії та екотехнологій

О.М. Юрченко, Ж.О. Кормош

Хімічна метрологія, стандартизація та сертифікація

*Методичні рекомендації до лабораторних робіт
для студентів хімічного факультету
за напрямом підготовки 6.040101 “хімія”*

**Луцьк
2017**

УДК 006.91:378(075)

ББК 24.я73

М83

*Рекомендовано до друку науково-методичною радою Східноєвропейського національного університету імені Лесі Українки
(протокол №6 від 15.03.2017 р.)*

Укладачі: к.ф.-м.н. Юрченко О.М., к.х.н. Кормош Ж.О.

Рецензенти: кандидат технічних наук, доцент кафедри туризму та цивільної безпеки Луцького національного технічного університету Федорчук-Мороз В.І.
кандидат біологічних наук, доцент кафедри органічної та біоорганічної хімії СНУ імені Лесі Українки Осип Ю.Л.

М83 Хімічна метрологія, стандартизація та сертифікація. Методичні рекомендації до лабораторних робіт для студентів хімічного факультету за напрямом підготовки 6.0501301 “хімічна технологія”/
Укладачі: Юрченко О.М., Кормош Ж.О. – Луцьк: Вежа-друк. – 48 с.

Анотація: дані методичні рекомендації містять пояснювальну записку, навчальну програму курсу, лабораторні роботи, задачі, довідкові дані, список цитованої літератури.

Рекомендовано студентам хімічного факультету за напрямом підготовки 6.040101 “хімія”

УДК 006.91:378(075)

ББК 24.я73

М83

© Юрченко О.М., Кормош Ж.О., 2017

Пояснювальна записка

Метою викладання навчальної дисципліни “Хімічна метрологія, стандартизація та сертифікація” є формування у студентів розуміння, знань, умінь і навичок в областях діяльності - стандартизація, метрології та сертифікація, що дозволить оцінювати забезпечення належної якості продукції, процесів та послуг.

Основними завданнями вивчення дисципліни “ Хімічна метрологія, стандартизація та сертифікація ” є отримання знань та практичних навичок в галузі стандартизації, сертифікації та метрології для того, щоб володіти інформацією про стан стандартизації, сертифікації та метрології та вміти її застосовувати в хімічних технологіях та виробництвах.

Згідно з вимогами освітньо-професійної програми **студенти повинні:**

знати :

- суть, основні поняття, мету й напрямки розвитку стандартизації, основні нормативні документи та якими службами, організаціями, міністерствами здійснюється стандартизація;
- сертифікацію, тобто як здійснюється процедура, за допомогою якої третя сторона дає письмову гарантію, що продукція, процес або послуга відповідають заданим вимогам;
- предмет і завдання метрології, видів і методів вимірювання, а також різновиди похибок.

вміти :

- проводити вимірювання фізичних величин, використовуючи технічні засоби вимірювання;
- розраховувати метрологічні характеристики результатів вимірювань;
- проводити перевірку приладів;
- використовувати стандартні зразки для проведення метрологічних вимірювань в хімічному аналізі.

Програма навчальної дисципліни

Змістовий модуль 1. Основи стандартизації.

Тема 1. Суть стандартизації, її мета та завдання.

Основні поняття і визначення в галузі стандартизації. Методичні основи стандартизації та напрямки розвитку. Види стандартизації. Державна система стандартизації. Система органів і служб із стандартизації. Міжнародна стандартизація, міжнародні організації з стандартизації.

Тема 2. Об'єкти стандартизації. Нормативні документи з стандартизації.

Мета і основні принципи стандартизації. Об'єкти стандартизації. Нормативні документи з стандартизації. Категорії стандартів і об'єкти стандартизації. Види стандартів. Розробка стандартів, основні стадії розробки стандартів. Державний нагляд за впровадженням і дотриманням стандартів. Роль уніфікації в промисловому виробництві. Контроль технічної документації.

Змістовий модуль 2. Основи сертифікації

Тема 1. Основні положення із сертифікації.

Загальні відомості про розвиток сертифікації. Основні положення державної системи сертифікації УкрСЕРПО. Вимоги до органів серифікації продукції і системи якості та порядок їх акредитації. Вимоги до випробувальних лабораторій та порядок їх акредитації. Загальні вимоги до випробувальних лабораторій. Атестація виробництва та вимоги до нормативних документів на продукцію, що сертифікується. Порядок проведення робіт з сертифікації продукції. Перспективи сертифікації. Сертифікація систем безпеки якості.

Змістовий модуль 3. Основи метрології

Тема 4. Основні поняття та завдання метрології. Метрологічні служби.

Види метрології. Теоретична метрологія. Практична (прикладна) метрологія. Законодавча метрологія. Метрологічні служби та їх діяльність. Державна метрологічна служба. Відомча метрологічна служба. Метрологічна служба підприємства (організації).

Тема 5. Види і методи вимірювань. Засоби вимірювання. Хімічні стандарти.

Вимірювання фізичної величини. Класифікація вимірювань (за способом вимірювання, за характеристикою точності, за числом вимірювань в ряду вимірювань, за відношенням до зміни вимірювальної величини, за метрологічним призначенням, за вираженням результату вимірювання, за способом знаходження числового значення шуканої фізичної величини).

Засоби вимірювання (ЗВ). Класифікація (за метрологічним призначенням, за конструктивним виконанням; за рівнем автоматизації, за рівнем стандартизації, за відношенням до вимірювальної величини, за метрологічним призначенням, за конструктивним виконанням, за рівнем стандартизації, за відношенням до вимірюваної величини). Метрологічні ЗВ. Еталони, зразкові засоби вимірювання, перевіряючі установки (пристрої), засоби порівняння, стандартні зразки. Міри. Вимірювальні прилади, системи та установки. Метрологічні характеристики засобів вимірювання. Методика вимірювань. Вимірювання, їх метрологічне

забезпечення. Похибки вимірювань. Метрологічний нагляд і контроль. Державні випробування засобів вимірювання.

Основні типи стандартних зразків. Застосування стандартних зразків при визначенні складу та властивостей речовин і матеріалів. Хімічні реактиви та їх класифікація.

Тема 6. Метрологічні аспекти хімічного аналізу.

Аналітичні процеси та аналітичні сигнали. Специфіка хімічного аналізу як метрологічної процедури. Основні етапи та джерела похибок в хімічному аналізі. Відбір середньої проби. Переведення проби у форму зручну для аналізу. Розділення компонентів проби на групи. Переведення визначуваного компонента в аналітично активну форму. Кінцеве визначення. Оцінка вмісту визначуваного компонента за градувальним графіком або калібрувальною залежністю. Розрахунок і оцінка надійності результатів аналізу. Аналіз (логічний і математичний) одержаних результатів і вироблення рекомендацій для оптимізації аналізу.

Тема 7. Класифікація похибок хімічного аналізу.

Абсолютні і відносні похибки. Різні типи зв'язку між виміряною величиною та її похибкою. Градувальні графіки, коефіцієнт інструментальної чутливості та його зв'язок з точністю аналізу. Похибки хімічного аналізу. Систематичні і випадкові похибки. Промахи. Постійна і пропорційна систематичні похибки. Систематичні похибки I – III типу.

Тема 8. Елементи математичної статистики.

Статистичні показники. Середні значення. Міра розсіювання (розкиду). Стандартне відхилення. Вибірковий розмах. Інтерквартильний розмах. Асиметрія та ексцес. Квантиль.

Теоретичні розподіли. Гаусів (або нормальний) розподіл. Розподіл Пуасона. Спеціальні розподіли. t – розподіл (розподіл Ст'юдента). F – розподіл (розподіл Фішера). χ^2 - розподіл (розподіл Пірсона).

Статистичні гіпотези і методи їх перевірки. Гіпотеза про рівність двох дисперсій. Порівняння декількох дисперсій. Критерій Бартлета (M - критерій). Критерій Кохрена (G - критерій). Порівняння двох середніх. Критерій Ст'юдента (t - критерій). Порівняння частот. Виявлення грубих похибок. Q - критерій. Гіпотеза про рівність двох математичних очікувань при пов'язаних вибірках.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №1

Повірка мірного аналітичного посуду

У хімічних лабораторіях найчастіше використовують наступний мірний посуд: піпетки, бюретки, колби, циліндри, мензурки.

Піпетки застосовують для точного вимірювання (дозування) об'єму рідини. Випускають різні типи мірних піпеток для різноманітних цілей, різних класів точності і на різні об'єми. Відлік звичайних розчинів проводиться по нижньому меніску рідини.

Традиційні скляні піпетки для аналітичної хімії випускають двох типів:

1) Мірна піпетка Мора (неградуйована), на заданий об'єм (1, 5, 10, 20, 50, 100, 200 мл тощо). Піпетки Мора мають одну кругову мітку у верхній частині і призначені для відбирання проб рідин певного об'єму. Такі піпетки звичайно забезпечують меншу похибку вимірювання, ніж градуйовані. ГОСТ 29169-91 визначає границі допустимих похибок піпеток, які залежать від номінального об'єму піпетки та класу точності піпетки. Піпетки Мора з однією міткою іноді називають аліквотними піпетками.

2) Градуйовані (звичайно циліндричні, на 1, 2, 10 мл та ін.). Наприклад, піпетки на 5 мл зазвичай градуують через 0,5 мл. Градуйовані піпетки дозволяють вимірювати об'єм зазвичай з точністю $\pm 0,1$ або $0,2$ мл.

Бюретка - скляна градуйована трубка, призначена для точного відмірювання рідини і має по всій своїй довжині однаковий діаметр, який зменшується в неградуйованій нижній частині і закінчується скляним краном, гумовою трубкою із затискачем Мора чи скляною кулькою, щільно вставленою у просвіт гумової трубки (затвор Бунзена). Бюретки як правило розраховані на ємність 10; 25; 50 і 100 мл. В аналітичній бюретці градуювання починається з «0», що знаходиться зверху, а далі йдуть поділки шкали до значення ємності, цифрове позначення якої знаходиться в нижній частині. Для титрування та відмірювання невеликої кількості рідини застосовують бюретки невеликого об'єму — мікробюретки з ємністю 1–5 мл, калібровані по 0,01 мл.

Мірні колби служать для приготування розчину точної концентрації. Існують мірні колби на 50, 100, 250, 500 і 1000 мл. Вони є плоскодонними і мають дуже вузьке горло, на якому нанесена тонка мітка, що вказує межу рідини, яка за вказаної температури займає об'єм вказаний на колбі. Горло мірної колби роблять вузьким, тому порівняно невелика зміна об'єму рідини в колбі помітно відбивається на положенні меніска. Мірні колби мають притерті корки.

Мірні градуйовані циліндри і мензурки використовують для

наближеного вимірювання об'єму рідини чи сипучої речовини. Їх виготовляють на 5, 10, 25, 50, 100, 150, 250, 500, 1000 і 2000 мл і градуують на певні об'єми, наносячи поділки. Мірні циліндри бувають з пришліфованою пробкою, носиком.

В аналітичній лабораторії не повинен використовуватися неперевірений мірний посуд. Перевірка мірного посуду полягає у визначенні його дійсного вмісту.

Перед перевіркою мірний посуд ретельно миють і висушують. Висушений мірний посуд, що використовують на "вилиття" (піпетки і бюретки), перед перевіркою змочують дистильованою водою: наливають її в посуд, який перевіряють, і дають постояти 1-2 хв, після чого виливають, як і при звичайному використанні. Перевірка мірного посуду полягає у визначенні маси дистильованої води, наливої в посуд до мітки (мірні колби і пікнометри) або вилитої з неї (піпетки і бюретки) при даній температурі і атмосферному тиску. Для перевірки мікропіпеток і мікробюреток замість води застосовують ртуть. За знайденою масою води або ртуті визначають дійсну місткість мірного посуду, використовуючи таблиці густини води або ртуті для визначених температури та тиску. При перевірці піпеток воду з них спускають у бюкс із кришкою і зважують. Не виливаючи воду з бюкса, спускають у нього знову повну піпетку і зважують. Так роблять і втретє. Із трьох значень маси води беруть середнє. При перевірці бюреток вимірюють масу всього її об'єму, а потім - масу води через кожні 10 мл. Для точного калібрування перевіряють масу кожного мілілітра.

За масою води (m) обчислюють об'єм мірного посуду (V) з врахуванням температури t і густини води ρ .

Реагенти, обладнання та апаратура

- | | |
|-----------------------|----------------------|
| 1. Вода дистильована | 6. Ваги аналітичні |
| 2. Термометр | 5. Ваги технохімічні |
| 3. Мірна колба | 7. Різноважки |
| 4. Мірна піпетка Мора | 8. Скляний бюкс |
| 5. Стакан | |

Хід роботи

1. Калібрування мірної колби (циліндра).

Бездоганно чисту суху колбу (циліндр) зважують (щонайменше тричі) і знаходять середнє значення її маси. Дистильованою водою заповнюють колбу до мітки (за нижнім краєм меніску). Попередньо визначають температуру води. З верхньої частини горловини фільтрувальним папером видаляють краплини води, що залишились на стінках і зважують заповнену

колбу на технохімічних терезах щонайменше 3 рази. За масою води в колбі (m) обчислюють об'єм (V) з врахуванням температури і густини води (1)

$$V=m/\rho \quad (1).$$

Обчислений об'єм і буде справжнім значенням об'єму колби, яким слід користуватися. У випадку калібрування при температурі відмінній від 20°C, її об'єм приводять до об'єму при 20°C.

$$V_{20} =m 1000/ m_t \quad (2)$$

де m - маса води в мірній колбі при температурі t , m_t - маса води при температурі t, що займає об'єм 1000 см³ при 20°C (табл. 1), V₂₀ - справжній об'єм.

Калібрування піпеток Мора (чи бюреток).

Скляний бюкс чи стакан старанно миють, сушать, а тоді зважують (послідовно на технохімічних та на аналітичних терезах). Піпетку заповнюють дистильованою водою до мітки (за нижнім краєм меніску), вміст виливають у бюкс і зважують. За різницею мас визначають масу води обчислюють об'єм піпетки (бюретки).

Всі визначення проводять що найменше тричі і обчислюють середнє значення та похибки.

Таблиця 1

Густина та питома вага води при різній температурі

Температура, °C	Густина, г/см ³	Маса води, що займає об'єм 1000 см ³ при 20°C
12	0,99952	999,52
13	0,99946	999,46
14	0,99927	999,27
15	0,99913	999,13
16	0,99897	998,97
17	0,99880	998,80
18	0,99862	998,62
19	0,99843	998,43
20	0,99823	998,23
21	0,99802	998,02
22	0,99780	997,80
23	0,99756	997,56
24	0,99732	997,32
25	0,99707	997,07
26	0,99681	996,81

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №2

Використання сторонніх стандартів для повірки спектрофотометра

Точність вимірювань і визначення вмісту речовин у розчинах залежить від наладки спектрофотометрів. Для повірки правильності вимірювань оптичної густини існують стандарти спектрального пропускання (т.з. сторонні стандарти). Цими стандартами є водні розчини деяких солей: Купрум сульфата, Кобальт-Амоній сульфата та Калій хромата. Перші два розчини служать стандартами спектрального пропускання для видимої області спектра. Використання стандартів дозволяє здійснити перерахунок показів будь-якого приладу до показів приладу, на якому розроблялась методика визначення.

При використанні стороннього стандарту на приладі вимірюють поглинання (оптичну густину) розчину стандартного взірця речовини і обчислюють його питоме поглинання E . На цьому ж приладі вимірюють поглинання точного розчину стороннього стандарту. При проведенні аналізу речовин на іншому приладі (чи в інший час) вимірюють поглинання як її розчину, так і розчину стороннього стандарту. На основі даних обчислюють поправочний коефіцієнт і вводять його у формулу для розрахунку концентрацій:

$$c = \frac{A \cdot P \cdot K \cdot 100}{\varepsilon \cdot a} \quad (1)$$

де A - поглинання;

P – розведення;

a – наважка;

ε - питоме поглинання речовини;

K - поправочний коефіцієнт; $K = \frac{A_c^P}{A_c}$

A_c^P - поглинання розчину стороннього стандарту на приладі, на якому

вимірювалась величина ε ;

A_c - поглинання розчину стороннього стандарту на використаному приладі.

Реагенти, обладнання та апаратура

- | | |
|--|--|
| 1. K_2CrO_4 , $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ | 6. Різноважки |
| $CoSO_4 \cdot (NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O$, «х.ч.» | 7. Спектрофотометр (СФ-10, СФ-18, СФ-26, СФ-46 або інший). |
| 2. Вода дистильована | 8. Кювети кварцеві товщиною 1 см |
| 3. Мірна колба об'ємом 500 см ³ | |
| 4. Ваги технохімічні | |
| 5. Ваги аналітичні | |

Хід роботи

1. Приготування стандартних розчинів для повірки

а) Розчин Калій хромату. Розчинити 0.02 г K_2CrO_4 в 0.05 н розчині КОН. Перенести в мірну колбу об'ємом 500 мл і довести до мітки тим же розчином. Після перемішування використовують нефільтрований розчин.

б) Розчин Кобальт-Амоній сульфату. Наважку $CoSO_4 \cdot (NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O$ (14,481 г) помістити в стакан і залити дистильованою водою, до якої додали 10 мл сульфатної кислоти (густиною 1,835 г/мл). Після розчинення наважки розчин перенести в мірну колбу об'ємом 1 л і довести дистильованою водою до мітки. Розчин перемішати і використовувати нефільтрованим.

в) Розчин Купрум сульфату. Наважку $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ (20 г) помістити в стакан і залити дистильованою водою, до якої додали 10 мл сульфатної кислоти (густиною 1,835 г/мл). Після розчинення наважки розчин перенести в мірну колбу об'ємом 1 л і довести дистильованою водою до мітки. Розчин перемішати і використовувати нефільтрованим.

2. Записують спектр поглинання стандартного розчину в кюветі з товщиною шару 1 см у вказаних викладачем межах та інтервалом (як правило, 10-20 нм).

Порівнюють значення оптичної густини з табличними (додаток1), обчислюють значення молярних коефіцієнтів поглинання (при різних довжинах хвиль) за формулою:

$$\varepsilon = \frac{A}{l \cdot C} \quad (2)$$

Тоді розраховують поправочний коефіцієнт при максимальній довжині хвилі.

Дані вносять в таблицю:

$\lambda, \text{нм}$	A_c^p	A_c	ε	K
200				
...				

Таблиця 2

**Оптична густина стандартних розчинів хромату калію, сульфату
кобальту-амонію та сульфату купруму (товщина шару 1 см)**

$\lambda_{\text{нм}}$	K_2CrO_4	$\lambda_{\text{нм}}$	K_2CrO_4	$\lambda_{\text{нм}}$	K_2CrO_4	$(\text{NH}_4)_2\text{Co}(\text{SO}_4)_2$	CuSO_4
215	1.4318	280	0.7235	345	0.4202	—	—0.0090
220	0.4559	285	0.5952	350	0.5528	0.0038	—
225	0.2218	290	0.4295	355	0.6948	—	0.0063
230	0.1675	295	0.2782	360	0.8297	0.0040	—
235	0.2076	300	0.1518	365	0.9393	—	0.0046
240	0.2993	305	0.0809	370	0.9914	0.0050	—
245	0.3893	310	0.0458	375	0.9872	—	0.0035
250	0.4962	315	0.0434	380	0.9281	0.0065	—
255	0.5719	320	0.0620	385	0.8281	—	0.0028
260	0.6345	325	0.0915	390	0.6840	0.0088	—
265	0.6968	330	0.1475	395	0.5229	—	0.0023
270	0.7447	335	0.2187	400	0.3872	0.0125	0.0021
275	0.7620	340	0.3143	404.7	0.2840	0.0144	—

$\lambda_{\text{нм}}$	K_2CrO_4	$(\text{CoSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4)$	CuSO_4	$\lambda_{\text{нм}}$	$\text{CoSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	CuSO_4
410	0.1972	0.0168	0.0019	560	0.0496	0.0390
420	0.1261	0.0224	0.0016	570	0.0308	0.0487
430	0.0841	0.0340	0.0014	578	0.0219	0.0518
435.8	0.0650	0.0437	0.0013	580	0.0207	0.0680
(Hg)	—	—	—	587.6	0.0167	0.0885
440	0.0535	0.0522	0.0012	(He)	—	—
450	0.0325	0.0730	0.0011	590	0.0158	0.1125
460	0.0173	0.1031	0.0011	600	0.0137	0.1430
470	0.0083	0.1213	0.0012	610	0.0124	0.0038
480	0.0035	0.1349	0.0014	620	0.0115	0.0055
490	0.0009	0.1472	0.0018	630	0.0112	0.0079
491.6	—	0.1497	0.0019	640	0.0110	0.180
(Hg)	—	—	—	650	0.0105	0.224
500	—	0.1635	0.0026	660	0.0097	0.274
501.6	—	0.1661	0.0028	670	0.0087	0.332
(He)	—	—	—	680	0.0076	0.392
510	—	0.1742	0.011	690	0.0066	0.459
520	—	0.1689	0.0135	700	0.0054	0.527
530	—	0.1452	0.0155	710	0.0046	0.592
540	—	0.1113	0.0219	720	0.0038	0.656
546.1	—	0.0910	0.0292	730	0.0032	0.715
(Hg)	—	—	—	740	0.0030	0.768
550	—	0.0775	0.0368	750	0.0028	0.817

Лабораторна робота №3

Метод визначення вологи та сухих речовин в цукрі

Реагенти, обладнання та апаратура

- | | |
|--------------------------|-----------------------------------|
| 1. Стаканчики з кришками | 5. Шафа сушильна |
| 2. Ексикатор | 6. ексикаторимачі для стаканчиків |
| 3. Термометр | 7. Силікагель чи кальцій хлорид. |
| 4. Годинник механічний | |

Хід роботи

1. Пусті відкриті стаканчики для зважування разом з кришками ставлять у попередньо нагріту до температури $105 \pm 1^\circ\text{C}$ сушильну шафу та витримують протягом 30 хв. Потім стаканчики виймають, закривають кришками і поміщають в ексикатор, заповнений силікагелем або безводним (прожареним протягом 1 год) CaCl_2 . Коли термометр, вставлений у кришку ексикатора, покаже температуру, яка на 2°C вища за температуру навколишнього повітря, стаканчики виймають і зважують з похибкою рівною $0,0001$ г. Під час вимірювання температури термометр повинен торкатися до одного із стаканчиків для зважування.

2. У стаканчики поміщають 20-30 г цукру-піску чи попередньо швидко подрібненого цукру-рафінаду, чи 30 гр цукру-сирцю, закривають кришкою і зважують з похибкою 0.0001 г. Товщина шару цукру у стаканчику не повинна перевищувати 10 мм(що регулюється діаметром стаканчика).

3. Наважки висушують з відкритою кришкою стаканчика у сушильній шафі. Стаканчики для зважування з наважками у сушильній шафі ставлять таким чином, щоб температура повітря на рівні $2,5 \pm 0,5$ см над стаканчиками становила $105 \pm 1^\circ\text{C}$. Тривалість висушування-3 години.

Потім стаканчики з пробами закривають кришками, виймають із сушильної шафи, вміщують в ексикатор, охолоджують відповідно до п. 1, і зважують з похибкою $0,0001$ г.

4. Якщо масова частка вологи у цукрі-сирці вища ніж $0,5\%$, висушування до постійної маси проводять до того часу, доки різниця між результатами двох паралельних визначень не перевищує $0,0001$ г. Перед кожним зважуванням стаканчики з наважками охолоджують у ексикаторі відповідно до п. 1. У всіх випадках необхідно зважувати у можливо короткий час.

Масову частку вологи W у відсотках обчислюють за формулою:

$$W = \frac{100 * (m_2 - m_3)}{m_2 - m_1},$$

де m_2 – маса стаканчика для зважування з наважкою цукру перед

висушуванням, г.

m_3 – маса стаканчика для зважування з наважкою цукру після висушування, г.

m_1 - маса стаканчика для зважування, г.

За кінцевий результат випробування приймають середнє арифметичне результатів трьох паралельних визначень, допущена розбіжність між якими не повинна перевищувати 0,01% у абсолютному значенні. Якщо розбіжність перевищує цю величину, то випробування повторюють.

Розбіжність між результатами визначення, виконаними у двох різних лабораторіях, не повинна перевищувати 0,02% у абсолютному значенні.

Масову частку сухих речовин X у відсотках, обчислюють за формулою:

$$X=100-W.$$

де W – масова частка вологи, %.

Вимірювання повторюють щонайменше тричі, після чого проводять статистичну обробку результатів, обчислюючи наступні метрологічні параметри:

1. Середнє значення (X):

$$x = \frac{X_1 + X_2 + \dots + X_n}{n} \quad (3)$$

2. Стандартне відхилення (S):

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - x)^2}{n - 1}} \quad (4)$$

3. Відносне стандартне відхилення (S):

$$Sr = \frac{S}{X} \quad (5)$$

4. Інтервал достовірних значень (імовірність $P=0,95$):

$$\varepsilon_{P,n} = t_{P,n} \cdot \frac{S}{\sqrt{n}} \quad (6)$$

де $t_{P,n}$ - коефіцієнт Стюдента при $P=0,95$.

5. Відносну похибку визначення (W):

$$W = \frac{\varepsilon_{P,n}}{X} \cdot 100\% \quad (7)$$

6. Результати аналізу представляють у вигляді:

$$(\bar{X} \pm \varepsilon_{P,n})$$

Лабораторна робота №4

Визначення масової частки оцтової кислоти в харчовому продукті „оцет столовий”

Масову частку оцтової кислоти визначають за кількістю натрій

гідроксиду, що витрачається на титрування проби оцту. Діапазон вимірювань від 0,1 до 12,5 %.

Точка еквівалентності посунута в область лужного середовища (рН=9), тому найкраще скористатись індикатором фенолфталеїном. Попередньо розчин лугу стандартизують за оксалатною кислотою (з цим же індикатором).

Реагенти, обладнання та апаратура

- | | |
|--|------------------------------|
| 1. Оксалатна кислота $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$,
«х.ч.» | 7. Ваги технохімічні |
| 2. Гідроксид натрію NaOH | 8. Ваги аналітичні |
| 3. Мірні колби об'ємом 100, 250,
500 мл | 9. Різноважки |
| 4. Колби для титрування | 10. Скляний бюкс (стакан) |
| 5. Бюретка | 11. Індикатор фенолфталеїн |
| 6. Мірна піпетка | 12. Препарат «оцет столовий» |

Хід роботи

1. Стандартизація розчину лугу.

Для встановлення точної концентрації лугу в конічну колбу на 100 см³ відбирають піпеткою аліквотну частину стандартного розчину оксалатної кислоти з концентрацією 0,05 моль/л, додають до розчину 2-3 краплі фенолфталеїну і титрують із бюретки розчином NaOH до появи блідо-рожевого забарвлення. Роблять 3-4 паралельних титрування і для підрахунку беруть середнє із результатів, що добре сходяться.

Розрахунок концентрації розчину NaOH проводять за формулою:

$$N_1 = \frac{N_2 \cdot V_2}{V_1}$$

де N_1 - концентрація розчину лугу, моль-екв/л;

V_1 - об'єм лугу, взятого для титрування, мл;

N_2 - концентрація розчину кислоти, моль-екв/л;

V_2 - об'єм кислоти, витраченої на титрування, мл.

2. Визначення вмісту оцтової кислоти в зразку.

Хімічний стакан ретельно зважують спочатку на технохімічних, а тоді аналітичних терезах. Вносять 4-6 г досліджуваного оцту і знову зважують. Наважку кількісно переносять в мірну колбу місткістю 100 мл доводять об'єм до мітки дистильованою водою, перемішують вміст. Мірною піпеткою відбирають 10 мл розчину в конічну колбу, додають 2-3 краплі розчину фенолфталеїну і титрують стандартизованим розчином натрій гідроксиду до

появи рожевого забарвлення, яке не зникає протягом 30 с.

Масову частку оцтової кислоти розраховують за формулою:

$$\omega(CH_3COOH) = \frac{N_{NaOH} \cdot V_{NaOH} \cdot M_{CH_3COOH} \cdot V_k \cdot 100}{1000 \cdot m \cdot V_a} \quad (2)$$

Зробити щонайменше 3 паралельні визначення та провести статистичну обробку результатів за алгоритмом, наведеним в роботі №3.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №5

Оцінка чутливості визначення Феруму (III) з сульфосаліциловою кислотою фотометричним методом

Межа визначення – число, що характеризує найменший концентраційний рівень речовини, який можна визначити як статистично відмінний від сигналу холостої проби:

$$Y_{\min} = y_{\text{хол}} + kS_{\text{хол}} \quad (1)$$

$$C_{\min, k} = f(y_{\text{хол}}) \quad (2)$$

де Y_{\min} - найменший аналітичний сигнал проби, $y_{\text{хол}}$ - середнє значення сигналу холостого дослідження ($n > 20$); $S_{\text{хол}}$ - стандартне відхилення сигналу холостого дослідження:

$$S_{\text{хол}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}{n-1}} \quad (3)$$

Для фотометричних методів, де сигналом є оптична густина, отримуємо рівняння:

$$A_{\min} = A_{\text{хол}} + kS_{\text{хол}} \quad (4)$$

Використання значення $k=3$ забезпечує рівень імовірності 99,86%, при якому

$$Y_{\min} \geq y_{\text{хол}} + kS_{\text{хол}} \quad (5)$$

Такий сигнал вважається мінімально визначуваним.

В даній лабораторній роботі необхідно оцінити чутливість спектрофотометричним методом визначення Феруму (III) сульфосаліциловою кислотою.

Реагенти, обладнання та апаратура

1. Стандартний розчин Феруму (III) з концентрацією 100 мкг/см³
2. 10% розчин сульфосаліцилової кислоти
3. 10% водний розчин аміаку
4. Мірні піпетки на 1 та 10 мл
5. Фотоколориметр КФК-2 (ФЕК-56) чи спектрофотометр СФ-46
6. Кювети з товщиною шару 2 см
- 7.

4. Мірні колби на 100 мл

Хід роботи

В мірну колбу місткістю 100 см³ вносять 0,1 та 1,0 см³ стандартного розчину солі Феруму (III) з концентрацією 100 мкг/см³, додають 10 см³ 10% розчину сульфосаліцилової кислоти, перемішують, додають 10 см³ 10% водного розчину аміаку, доводять дистильованою водою до мітки, перемішують і через 5 хвилин фотометрують при 416 нм відносно дистильованої води. Проводять щонайменше 5 паралельних вимірів, знаходять A та S_A.

Паралельно проводять вимірювання сигналу холостої проби, що містить всі компоненти проби, крім Феруму. Проводять щонайменше 10 паралельних вимірів, знаходять A та S_A. Дані записують у таблицю.

Концентрація Fe(III), мкг/см ³	A	S _A
0		
0,1		
1,0		

Обчислюють мінімальне значення аналітичного сигналу:

$$A_{\min} = A_{\text{хол}} + 3S_{\text{хол}} \quad (6)$$

Тоді значення

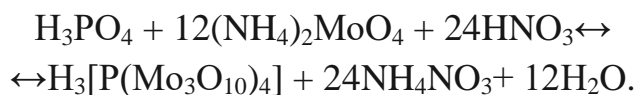
$$C_{\min,k} = k(A_{\min} - A_{\text{хол}}) \quad (7)$$

де k - зв'язок між концентрацією і оптичною густиною (рівняння 2) визначають за даними, приведеними у таблиці.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №6

Розрахунок рівняння калібрувального графіка із використанням методу найменших квадратів при фотометричному визначенні Фосфору

При взаємодії ортофосфатів із амоній молібдатом в кислому середовищі (рН~1) утворюється забарвлена в жовтий колір фосфомолібденова гетерополікислота:



При дії відновника, наприклад сульфіту чи аскорбінової кислоти,

молібден(VI) у гетерополікіслоті відновлюється до середнього ступеня окислення +5,5, який відповідає суміші еквівалентних кількостей Mo(VI) і Mo(V). Внаслідок цього утворюється сполука синього кольору – молібденова синь. Інтенсивність забарвлення розчину пропорційна концентрації ортофосфатів.

Найчастіше калібрувальний графік є лінійною залежністю, яка виражається рівнянням:

$$y = a + bx \quad (1)$$

Значення коефіцієнтів a і b обчислюють методом регресійного аналізу (метод найменших квадратів, МНК).

Якщо в результаті аналізу отримано n пар відповідних значень величин y та x , то залежність між ними має вигляд:

$$Y = f(a_i, x) \quad (2)$$

Необхідно з n пар величин x_i, y_i знайти такий оптимальний набір параметрів $\{a_j\}$, щоб всі n рівнянь виконувались найбільш точно. Цій умові відповідає найменша сума квадратів відхилень:

$$\sum_{i=1}^n \delta_{y_i}^2 = \sum_{i=1}^n [y_i - f(x_i, a_0, a_1, \dots, a_n)]^2 = \min \quad (3)$$

Тобто, завдання полягає в тому, щоб сума квадратів відхилень експериментальних точок (x_i, y_i) вздовж ординати від проведеної прямої виявилась мінімальною. Для цього знаходять параметри a і b :

$$b = \frac{n \sum x_i y_i - \sum x_i \sum y_i}{n \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2} \quad (4)$$

$$a = \frac{\sum y_i - b \sum x_i}{n} \quad (5)$$

Параметри a і b є випадковими величинами, тому для них слід вирахувати дисперсію (стандартне відхилення). Для цього, перш за все, знаходять дисперсію, що характеризує відмінність вимірних значень y_i відносно вирахованих Y_i :

$$S_0^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (y_i - Y_i)^2}{n-2} \quad (6)$$

Звідси:

$$\sum (y_i - Y_i)^2 = S_0^2(n-2) = \sum y_i^2 - a \sum y_i - b \sum x_i y_i \quad (7)$$

Тоді дисперсії для параметрів a і b обчислюють за формулами:

$$S_b^2 = \frac{S_0^2 \sum x_i^2}{n \sum (x_i - \bar{x})^2} = \frac{n S_0^2}{n \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2} \quad (8)$$

$$S_a^2 = \frac{S_0^2 \sum x_i^2}{n \sum (x_i - \bar{x})^2} = \frac{S_0^2 \sum x_i^2}{n \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2} = \frac{S_b^2}{n} \sum x_i^2 \quad (9)$$

Довірчий інтервал для величин a і b обчислюють:

$$\Delta b = t_{P,f} S_b \quad (10)$$

$$\Delta a = t_{P,f} S_a \quad (11)$$

де $t_{P,f}$ – коефіцієнт Стьюдента при ймовірності P (як правило, $P = 0,95$) і числу ступенів волі $f = n - 2$.

Реагенти, обладнання та апаратура

- | | |
|---|--|
| 1. Стандартний розчин дигідрофосфату калію, 0,01 мг Р/мл. | 5. Мірні піпетки на 10 мл. |
| 2. 10% розчин солі Мора | 6. Фотоколориметр КФК-2 (ФЕК-56) чи спектрофотометр СФ-46. |
| 3. 5% розчин амоній молібдату. | 7. Кювети з товщиною шару 5 см. |
| 4. Мірні колби на 50 мл. | |

Хід роботи

В мірні колби місткістю 50 см³ вводять відповідні кількості 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 15,0; 20,0 см³ стандартного розчину дигідрофосфату калію з концентрацією 0,01 мг Р/мл, додають 10 мл води, 5 мл 5% розчину амоній молібдату і при енергійному перемішуванні по краплинах доливають 2 мл 10% розчин солі Мора, доводять rischi дистильованою водою. Вміст колб перемішують і через 10 хвилин фотометрують на фотоколориметрі (КФК-2 чи ФЕК-56) або спектрофотометрі при довжині хвилі 670 нм в кюветах з товщиною поглинального шару 5 см. Розчином порівняння є дистильована вода. Для кожного розчину оптичну густину вимірюють 3-5 раз, обраховують середнє значення.

Отримані дані записують в таблицю:

x_i (C _P , мг/л)	y_i (A _i)	x_i^2	y_i^2	$x_i y_i$	$x_i + y_i$	$(x_i + y_i)^2$
0,01						
0,02						
...						
0,40						

З рівнянь (4, 5) обчислюємо параметри b і a .

Тоді знаходимо суму квадратів для дисперсії, що характеризує близькість виміряних і обчислених значень (рівняння 6, 7).

Дисперсії параметрів a і b обчислюємо з рівнянь (8, 9).

Для ймовірності $P=0,95$ знаходимо значення коефіцієнту Стьюдента t ($f=n-2$), а тоді з рівнянь (10, 11) вираховуємо довірчий інтервал параметрів a і b .

Записуємо рівняння градууювального графіку для визначення Купруму, обчислене методом найменших квадратів:

$$A = (a \pm \Delta a) + (b \pm \Delta b)C \quad (12)$$

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №7

Оцінка метрологічних характеристик йонселективного електрода

В основі всіх методів з використанням йонселективних електродів (ІСЕ) лежить рівняння Нернста. Для того, щоб перевірити, наскільки точно відповідає робота електрохімічного ланцюга рівнянню Нернста, слід отримати калібрувальні графіки для розчинів з точно відомими активностями. В аналітичній практиці здебільшого користуються емпіричною формою рівняння Нернста:

$$E = E_0 + S \lg a_x, \quad (1)$$

де E - е.р.с. електродного ланцюга;

E_0 - е.р.с. електродного ланцюга в розчині з $\lg a_x = 0$; тобто $a_x = 1$;

S - кутовий коефіцієнт із знаком (+) для катіонів і (-) для аніонів.

Це рівняння в напівлогарифмічних координатах можна розглядати як рівняння прямої.

Для перевірки функції електроду необхідно отримати калібрувальну криву. Для цього, виходячи з 0,1 М розчину йону, що визначають, готують поступовим розведенням розчини меншої концентрації доти, доки вимірювальний пристрій не перестане реагувати на ефект розведення (зміну активності). Зрозуміло, що йонна сила розчину має підтримуватись сталою.

Після проведених вимірювань наносять значення е.р.с. в лінійному масштабі на вісь ординат, а концентрації (в логарифмічному масштабі) - на вісь абсцис.

Кут нахилу кривої (S) визначається зарядом йону і рівний $58/z$ (для однозарядної частинки - 58, для двозарядної частинки 29).

Згідно рекомендацій IUPAC, межею визначення вважається така концентрація визначуваного йону, при якій вимірний сигнал вдвічі більший (менший) сигналу фону. Це відповідає відхиленню від рівняння Нернста $18/z$ ($58/z \lg 2$).

Важливою метрологічною характеристикою електродів є їх селективність. Вплив сторонніх йонів на е.р.с. гальванічного ланцюгу може бути кількісно охарактеризований величиною коефіцієнту селективності. Комісією IUPAC рекомендовано використовувати метод для визначення коефіцієнту селективності при сталій активності сторонніх йонів і змінній – тих, що визначають.

Для розрахунку визначають точку перетину на кривій (тобто точку, де обидві величини логарифмічного виразу в рівнянні Нернста рівні). За активністю визначуваних йонів (a_x), що визначається по осі абсцис і сталій активності сторонніх йонів (a_s) обчислюють коефіцієнт селективності:

$$K_{x-s} = a_x/a_s \quad (2)$$

Реагенти, обладнання та апаратура

1. Стандартний розчин хлориду амонію з концентрацією 0,1 моль/л. ЕВ-74
 2. 1 М розчин натрій хлориду
 3. Потенціометр рН-121 чи йонометр ЕВ-74
 4. Йонселективний електрод ЕМ - NH₄-01
 5. Хлорсрібний електрод порівняння
 6. Мірні колби місткістю 100 мл
 7. Мірні піпетки на 10 мл
- Готують зважуванням на аналітичних терезах 5,35 г препарату NH₄Cl маркування "х.ч." і розчиненням в дистильованій воді (об'єм розчину 1000 мл).

Хід роботи

Готують серію калібрувальних розчинів амоній хлориду з концентраціями: 10^{-1} , 10^{-2} , 10^{-3} , 10^{-4} , 10^{-5} моль/л. Розчин з найбільшою концентрацією готують зважуванням на аналітичних терезах 5,35 г препарату NH₄Cl маркування "х.ч." і розчиненням в дистильованій воді до об'єму 1000 мл. Розчини меншої концентрації готують послідовними розведенням дистильованою водою.

Калібрування проводять від менших концентрацій до більших, попередньо промиваючи електрод розчином, в якому буде вимірюватись потенціал.

За отриманими значеннями потенціалів і відповідними їм величинами концентрації йона амонію (pNH_4) будують графік, що характеризує амонійну функцію електроду і використовується для обрахунку метрологічних характеристик електроду (кут нахилу, межі лінійності, межа виявлення). Дані заносять в таблицю:

C_{NH_4Cl} ,	10^{-4}	10^{-3}	10^{-2}	10^{-1}
pNH_4	4,0	3,0	2,06	1,1
E, мВ				
E ₁ , мВ				

Для виявлення селективності електроду по відношенню до іонів натрію проводять аналогічні дослідження, вводячи в кожну мірну колбу 10 см³ 1М розчину NaCl.

За отриманими значеннями потенціалів (E_i) і відповідними їм величинами концентрації амонію (pNH_4) будують графік, що характеризує амонійну функцію електроду в присутності іонів натрію і використовується для обрахунку межі визначення та коефіцієнту селективності електроду (р-ня 2).

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №8

Визначення обмінної та гідролітичної кислотності ґрунту потенціометричним методом

Розрізняють два види кислотності: актуальну (або активну) і потенціальну.

Актуальна кислотність – це кислотність ґрунтового розчину, зумовлена підвищеною концентрацією в ньому іонів гідрогену. Ця кислотність створюється карбонатною кислотою (H_2CO_3), водорозчинними органічними кислотами, які виділяються при розкладанні органічної речовини. Актуальна кислотність виражається величиною рН. Реакцію ґрунтового розчину характеризують величиною рН водної витяжки.

Потенціальна кислотність зумовлена наявністю іонів гідрогену та алюмінію в твердій фазі ґрунту. Характеризує сумарну концентрацію кислот і кислотних агентів, що існують у даному ґрунті як у дисоційованому, так і не дисоційованому стані. Вона поділяється на обмінну та гідролітичну кислотність.

Обмінна кислотність ґрунту зумовлена обмінно-поглинутими іонами гідрогену та алюмінію, які можуть бути витіснені з ґрунтово-вбирного комплексу (ГВК) катіонами нейтральних солей. Обмінна кислотність виражається в міліграм-еквівалентах на 100 г. ґрунту і величиною рН сольової витяжки. За показниками рН сольової витяжки визначають ступінь кислотності ґрунту.

Гідролітична кислотність характеризує повну кислотність ґрунту, оскільки вона включає всю потенціальну та актуальну кислотність. Гідролітична кислотність виражається в міліграм-еквівалентах на 100 г. ґрунту. За гідролітичною кислотністю визначають норму вапна для вапнування кислих ґрунтів.

Для характеристики всіх ґрунтів визначають рН водної витяжки; для ґрунтів, ненасичених основами, визначають рН сольової витяжки, обмінну та гідролітичну кислотність. Ці показники використовують для визначення потреби у вапнуванні кислих ґрунтів.

Реагенти, обладнання та апаратура

- | | |
|------------------------------------|---|
| 1. Зразок ґрунту | 5. 1 н розчин КСІ |
| 2. Конічні колби на 100 мл | 6. 1 н розчин CH_3COONa |
| 3. Потенціометр | 7. Буферні розчини |
| 4. Електроди – скляний хлорсрібний | 8. Дистильована вода |

Хід роботи

1. Підготовка проби.

Відібраний для аналізу ґрунт висушують на повітрі протягом декількох діб. Повітряно-сухий ґрунт розміщують на чистому папері, вилучають корені рослин, каміння та інші включення і перемішують з основною масою. Пересівають ґрунт через сито діаметром 1мм.

2. Визначення кислотності ґрунту.

Для визначення обмінної кислотності зважують на технічних терезах 20 г ґрунту, переносять у колбу, додають 50 мл 1 н розчину КСІ, закривають корком і збовтують протягом 5 хв. Відстоюють 10-15 хв і після осадження основної маси, відбирають порцію розчину, фільтрують через фільтрувальний папір.

Для визначення гідролітичної кислотності зважують 30 г ґрунту, переносять в колбу, заливають 75 мл 1 н розчину CH_3COONa , струшують 5 хв, відстоюють 10-15 хв і фільтрують.

Перед початком роботи настраюють рН-метр буферними розчинами з рН=4,01; 6,86; 9,18. Під час виконання роботи справність приладу періодично контролюють за буферним розчином з рН=6,86. Переносючи електроди з одного ґрунтового розчину в інший, їх споліскують дистильованою водою і витирають залишки води на електродах фільтрувальним папером.

Вимірювання повторюють щонайменше тричі, після чого проводять статистичну обробку результатів за алгоритмом, наведеним в роботі №3.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №9

Визначення вмісту сірчистої кислоти в кондитерських виробах

Реагенти, обладнання та апаратура

- | | |
|--|--|
| 1. Зразок продукту | 7. Розчин сульфатної кислоти (1:3 об.) |
| 2. Мірні колби на 250 мл | 8. 0,01 М розчин йоду |
| 3. Конічні колби на 250 мл | 9. Розчин крохмалю |
| 4. Дистильована вода | 10. Бюретка |
| 5. 1 М розчин NaOH | |
| 6. 1 М розчин $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ | |

Хід роботи

20 г подрібненого продукту переносять в мірну колбу місткістю 250 мл, доливають дистильованою водою до половини об'єму колби, закривають гумовою або притертою пробкою і збовтують протягом 10 хв. Потім додають дистильовану воду до позначки, перемішують і дають відстоятись до появи в суспензії прозорого шару. Отриманий розчин фільтрують в суху колбу через складчастий паперовий фільтр.

У конічну колбу місткістю 200...250 мл піпеткою вносять 50 мл фільтрату і 25 мл розчину NaOH (концентрацію розчину NaOH попередньо встановлюють титруванням з розчином оксалатної кислоти, див. лабораторну роботу №3), колбу закривають кришкою, збовтують і залишають у спокої на 15 хв. До вмісту колби за допомогою циліндра додають 10 мл розчину сульфатної кислоти (1:3 води за об'ємом), 1 мл крохмалю і титрують 0,01 М розчином йоду до появи синього забарвлення, що не зникає під час перемішування.

Контрольний дослід проводять за тих самих умов, але замість фільтрату беруть 50 мл дистильованої води.

Масову частку сірчистої кислоти, %, визначають за формулою:

$$x = \frac{(V - V_1)K \cdot 0,32 \cdot 100 \cdot V_2}{m \cdot 1000 \cdot V_3},$$

де V , V_1 , - об'єм 0,01 М розчину йоду, витраченого на титрування відповідно досліджуваного фільтрату та контрольної проби, мл;

K - поправковий коефіцієнт до розчину йоду;

0,32 - кількість міліграмів двооксиду сірки, яка відповідає 1 мл 0,01 М розчину йоду;

V_2 - місткість мірної колби, мл;

V_3 - об'єм фільтрату, взятого для титрування, мл;

m - маса наважки продукту, г.

Вимірювання повторюють щонайменше тричі, після чого проводять статистичну обробку результатів за алгоритмом, наведеним в роботі №3.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА №10

Визначення вмісту нітратів у фруктах, овочах та продуктах їх перероблення іонометричним методом

Метод полягає у вилученні нітратів розчином алюмокалієвих галунів з наступним вимірюванням концентрації нітратів з іонселективним нітратним електродом. Для іонометричного методу нижня границя масової концентрації нітратів становить 0,6 мг/см³ досліджуваного розчину.

Метод використовують для продуктів, які не містять хлоридів, і продуктів, у яких вміст хлоридів не перевищує вміст нітратів більше ніж у 50 разів.

Реагенти, обладнання та апаратура

- | | |
|----------------------------------|--------------------------------|
| 1. Зразок продукту | 7. 0,1 М розчин KNO_3 |
| 2. Мірні колби на 100 мл | Іонселективний нітратний |
| 3. Конічні колби | електрод |
| 4. Іономір | 8. Електрод порівняння |
| 5. Водяна баня | (хлорсрібний) |
| 6. Алюмокалієві галуни, «ч.д.а.» | 9. Склянки на 100 мл |
| | 10. Ваги лабораторні |

Хід роботи

1. Підготовка порівняльних розчинів.

Порівняльні розчини Калій нітрату з концентраціями 10^{-2} - 10^{-4} моль/л готують з 0,1 М розчину KNO_3 ($p\text{CNO}_3=1$), використовуючи для розведення 1% розчин алюмокалієвого галуна.

Для цього відбирають піпеткою 10 см^3 0,1 М розчину KNO_3 , вносять у мірну колбу місткістю 100 см^3 , доводять об'єм до 100 см^3 розчином алюмокалієвих галунів, перемішують. Отримують 0,01 М розчин KNO_3 ($p\text{CNO}_3=2$). Подальшим послідовним розведенням готують 10^{-3} , 10^{-4} М розчини Калій нітрату ($p\text{CNO}_3$ рівне відповідно 3, 4).

2. Підготовка зразків до досліджень.

Наважку масою 10,0 г досліджуваного продукту подрібнюють і поміщають у плоскодонну або конічну колбу, доливають 50 см^3 1% розчину алюмокалієвих галунів закривають корком і струшують протягом 5хв., потім переносять у склянку для вимірювання.

Для рідких продуктів визначення проводять безпосередньо у продуктах без розведення, додаючи 1г алюмокалієвих галунів на 100 г продукту, потім переносять у склянку для вимірювання.

Для сушених овочів чи фруктів наважку 10,0 г поміщають у плоскодонну або конічну колбу, доливають 100 см^3 1% розчину алюмокалієвих галунів, нагрівають на водяній бані протягом 5 хв., до розм'якшення продуктів, охолоджують до кімнатної температури, струшують протягом 5хв., потім переносять у склянку для вимірювання.

3. Проведення вимірювань.

Використовують нітратний та хлорсрібний електроди. Перед кожним вимірюванням електроди промивають дистильованою водою, осушують фільтрувальним папером, промивають порівняльним розчином і тільки потім занурюють у досліджуваний розчин. Показ приладу зчитують тоді, коли встановиться відносно постійне значення. Вимірювання починають з

порівняльних розчинів, зазначених у пункті 1 (від низьких концентрацій, промиваючи кожен раз електроди розчином вищої концентрації).

Результати вимірювань заносять до таблиці.

С NO ₃ ⁻ , моль/л	pC NO ₃ ⁻	E, мВ

За отриманими даними будують калібрувальний графік. По осі абсцис відкладають значення молярної концентрації нітрат-іонів (pCNO₃⁻) в розчинах, а по осі ординат – відповідне значення потенціалу E у мілівольтах.

Електрод має лінійну функцію у діапазоні концентрації нітрат-іонів (pCNO₃⁻) від одного до чотирьох з нахилом (56±3) мВ на одиницю концентрації нітрат-іонів (pCNO₃⁻) за температури (25±5) °С.

Якщо характеристика електрода відрізняється від заданої, електрод не придатний до роботи.

Досліджувану пробу перемішують, поміщають у склянку, занурюють у неї електроди та вимірюють потенціал електродної пари E у мілівольтах. За отриманими значеннями потенціалу електродної пари E у мілівольтах за калібрувальним графіком визначають масову концентрацію нітрат-іонів pC_{NO₃}, перераховують вміст нітрат-іонів у мг/кг.

Вміст нітратів в мг/кг розраховують за формулою

$$X = \frac{(V + \frac{\omega m}{100\rho}) 10^{-pC} \cdot 62 \cdot 10^6}{100m},$$

де 62 – молярна маса нітрат-йону, г/моль; V – об'єм екстрагуючого розчину, мл; 1000 – коефіцієнт переводу мл в л; 10^{-pC} – концентрація нітратів у витяжці, моль/л; m – маса проби; 100 – коефіцієнт перерахунку з відсотків; ω – вологість проби, %; ρ – густина води, г/мл; 10⁶ – коефіцієнт перерахунку у мг/кг.

Перелік тем рефератів

1. Коротка історія розвитку стандартизації; метрології, сертифікації
2. Коротка структура і зміст Законів України «Про захист прав споживачів», «Про забезпечення єдності вимірювань», «Про технічне регулювання»
3. Стандартизація. Нормативні документи: терміни та визначення. Аспекти стандартизації в стандартах на продукцію, процеси і на методи контролю. Структурні елементи стандарту. Обов'язкові вимоги технічних регламентів
4. Стандартизація. Функції стандартизації. Система органів і служб стандартизації в Україні.
5. Стандартизація. Міжгалузеві системи (комплекси) стандартів)
6. Метрологія. Постановка завдання. Етапи процесу дослідних і технічних вимірювань.
6. Сертифікація. Системи сертифікації. Схеми сертифікації. Органи з сертифікації та випробувальні лабораторії. Інспекційний контроль сертифікованих об'єктів.
7. Діючі стандарти в галузі охорони навколишнього середовища.
8. Основні засади інжинірингу якості
9. Особливості стандартизації та сертифікації в Україні та закордоном
10. Особливості нагляду за якістю продукції
11. Методи контролю якісного стану довкілля
12. Методи контролю якісного стану продукції
13. Нормативні документи України в галузі сертифікації та стандартизації
14. Методи статистичної обробки результатів вимірювань
15. Правила відбору зразків харчових продуктів для аналізу
16. Хімічне маркування
17. Вимірювання хімічних речовин в природних об'єктах
18. Хімічні стандарти та маркування хімічної продукції
19. Метрологічне забезпечення контролю газоподібних речовин
20. Метрологічне забезпечення контролю рідин
21. Метрологічне забезпечення контролю газоподібних речовин
22. Метрологічне забезпечення контролю твердих речовин
23. Міжнародні метрологічні організації
24. Стандартизація. Вимоги до нормативних документів та їх види.
25. Міжгалузеві системи стандартів.
26. Системи стандартів хімічних виробництв
27. Маркування товарів. Штрихове кодування.
28. Валідація та акредитація виробництв. Процедура оцінювання відповідності.
29. Документування систем якості.
30. Законодавчі документи України в галузі метрології, стандартизації та сертифікації.
31. Метрологія та забезпечення якості кількісного хімічного аналізу

32. Еталони фізичних величин. Передача розмірів одиниць фізичних величин.
33. Специфіка кількісного хімічного аналізу як галузі метрології.
34. Забезпечення якості результатів хімічного аналізу
35. Зразки порівняння і стандартні зразки
36. Метрологічні характеристики методик кількісного хімічного аналізу
37. Проблеми відбору проби
38. Робастність, селективність і специфічність кількісного аналізу в метрології
39. Атестація методик кількісного хімічного аналізу.
40. Внутрішньолабораторний контроль якості кількісного хімічного аналізу
41. Вибір контрольних матеріалів в кількісному хімічному аналізі.
42. Внутрішньолабораторний контроль без перетворення і з перетворенням вихідних результатів
43. Контроль збіжності
44. Багатовимірні методи контролю якості аналітичних методик
45. Комп'ютерне забезпечення внутрішньолабораторного контролю якості хімічного аналізу
46. Міжлабораторні експерименти
47. Методи обробки результатів міжлабораторних експериментів
48. Схеми з одним зразком та з кількома зразками порівняння
49. Зовнішня оцінка якості результатів кількісного хімічного аналізу. Акредитація лабораторій.

Задачі

1. Зразок натрій броміду «хімічно чистий» проаналізували на вміст домішок нітратів, одержали наступні результати у %: 0,0054; 0,0050; 0,0065; 0,0043; 0,0062. Обробіть одержані результати методом математичної статистики.
2. Порівняйте результати, які одержані спектрометричним і полярографічним методами, якщо в магній-цирконієвому сплаві знайдено цирконію (%): а) 18; 15; 16; 19; б) 20; 19,5; 21; 18; 22; 19. Оцініть відтворюваність методів.
3. Знайдіть середнє значення, моду, медіану, відносне стандартне відхилення результатів визначення магнію у зразку природної води: 0,18; 0,21; 0,20; 0,19; 0,22; 0,19 (мг/дм³).
4. При титруванні розчину хлоридної кислоти розчином гідроксиду натрію були отримані такі результати(см): 13,2; 14; 13,8; 13,9; 13,5. Вирахуйте відносне стандартне відхилення.
5. Атомно-адсорбційним методом визначали вміст кальцію в сироватці крові. Отримали наступні результати (мкг/мл): 103; 104; 108; 110; 109; 111; 107. Зробіть висновок про наявність чи відсутність систематичної похибки.
6. Для побудови градуювального графіка при фотометричному визначенні

бензену в етанолі виміряли оптичні густини розчинів з різним вмістом бензену:

C, мг/мл	0,3	0,6	0,9	1,2	1,5	1,8	2,1	2,4
A	0,14	0,26	0,37	0,55	0,68	0,92	1,22	1,5

Розрахуйте методом найменших квадратів (МНК) рівняння градуувального графіка.

7. В результаті визначення масової відсоткової частки Fe^{3+} в препараті отримані наступні результати (%) : 80,44; 81,04; 80,65; 80,94; 80,35; 80,75. Істинне значення $m_{\text{Fe}^{3+}} = 80,83\%$.

Провести статистичну обробку результатів аналізу:

1. Перевірити наявність грубої похибки аналізу .
2. Розрахувати довірчий інтервал .
3. Розрахувати відносну невизначеність аналізу .
4. Перевірити наявність систематичної похибки .

8. В результаті визначення масової відсоткової частки NaCl в препараті отримані наступні результати (%) : 78,44; 78,50; 78,45; 78,40; 78,36; 78,41. Істинне значення $m_{\text{NaCl}} = 78,44\%$. Провести статистичну обробку результатів аналізу.

9. В результаті визначення масової відсоткової частки KI в препараті отримані наступні результати (%) : 30,42; 31,21; 31,19; 31,17; 31,35; 31,31. Істинне значення $m_{\text{KI}} = 31,37\%$.

Провести статистичну обробку результатів аналізу :

10. В результаті визначення масової відсоткової частки NaBr в препараті отримані наступні результати (%) : 28,35; 29,12; 29,03; 28,84; 28,93; 28,89. Істинне значення $m_{\text{NaBr}} = 29,00\%$.

Провести статистичну обробку результатів аналізу.

11. В результаті визначення масової відсоткової частки Fe^{2+} в препараті отримані наступні результати (%) : 54,32; 53,24; 53,16; 53,46; 53,62; 53,55. Істинне значення $m_{\text{Fe}^{2+}} = 54,28\%$. Провести статистичну обробку результатів аналізу.

12. В результаті визначення масової відсоткової частки $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ в препараті отримані наступні результати (%) : 40,21; 41,34; 41,12; 40,96; 41,02; 40,87. Істинне значення $m_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4} = 41,00\%$.

Провести статистичну обробку результатів аналізу.

13. В результаті визначення масової відсоткової частки NaHCO_3 в препараті отримані наступні результати (%) : 21,28; 22,43; 20,12; 22,31; 22,22; 22,33. Істинне значення $m_{\text{NaHCO}_3} = 22,28\%$.

Провести статистичну обробку результатів аналізу.

14. В результаті визначення масової відсоткової частки Na_2CO_3 в препараті отримані наступні результати (%) : 60,21; 61,34; 61,43; 61,12; 61,51; 61,39. Істинне значення $m_{\text{Na}_2\text{CO}_3} = 61,50\%$.

Провести статистичну обробку результатів аналізу.

15. В результаті визначення масової відсоткової частки KBr в препараті отримані наступні результати (%) : 10,16; 10,94; 11,21; 11,04; 11,31;

- 11,15. Істинне значення $m_{\text{KBr}} = 11,20\%$.
Провести статистичну обробку результатів аналізу.
16. В результаті визначення масової відсоткової частки KHCO_3 в препараті отримані наступні результати (%) : 28,03; 29,64; 29,83; 30,01; 29,77; 29,85. Істинне значення $m_{\text{KHCO}_3} = 30,00\%$. Провести статистичну обробку результатів аналізу.
17. В результаті визначення масової відсоткової частки K_2CO_3 в препараті отримані наступні результати (%) : 99,84; 98,22; 98,34; 98,53; 98,10; 98,47. Істинне значення $m_{\text{K}_2\text{CO}_3} = 99,30\%$. Провести статистичну обробку результатів аналізу.
18. В результаті визначення масової відсоткової частки NaI в препараті отримані наступні результати (%) : 74,36; 73,04; 73,44; 73,21; 73,34; 73,12. Істинне значення $m_{\text{NaI}} = 73,20\%$.
Провести статистичну обробку результатів аналізу.
19. В результаті визначення масової відсоткової частки Fe^{2+} в препараті отримані наступні результати (%) : 80,45; 81,05; 80,66; 80,95; 80,34; 80,75. Істинне значення $m_{\text{Fe}^{2+}} = 80,83\%$. Провести статистичну обробку результатів аналізу.
20. В результаті визначення масової відсоткової частки KCl в препараті отримані наступні результати (%) : 78,45; 78,50; 78,45; 78,40; 78,35; 78,45. Істинне значення $m_{\text{KCl}} = 78,44\%$.
Провести статистичну обробку результатів аналізу.
21. В результаті визначення масової відсоткової частки KBr в препараті отримані наступні результати (%) : 30,43; 31,22; 31,19; 31,18; 31,36; 31,34. Істинне значення $m_{\text{KBr}} = 31,37\%$.
Провести статистичну обробку результатів аналізу.
22. В результаті визначення масової відсоткової частки фенолу в препараті отримані наступні результати (%): 28,03; 29,64; 29,83; 30,01; 29,77; 29,85. Істинне значення $m_{\text{фенолу}} = 30,00\%$.
Провести статистичну обробку результатів аналізу.
23. При визначенні вмісту вуглецю у чавуні в різних зразках одержали наступні результати(%): 4,52; 4,51; 4,57; 4,53; 4,54; 4,51; 4,53; 4,56. Обробіть одержані результати статистичним методом.
24. Стандартний зразок, який містить 11,6 % ацетону, був проаналізований студентом А, який одержав наступні результати: 11,4; 11,5; 11,3 % ацетону. Студент Б проаналізував другий зразок із вмістом ацетону 2,3 %, його результати 2,5; 2,1; 2,4%. Порівняйте: 1) абсолютне та відносне відхилення від середніх двох вибірок; 2) абсолютну та відносну похибки середнього із двох вибірок.
25. Студент при титруванні розчину хлоридної кислоти розчином гідроксиду натрію отримав наступні результати (см): 18,6; 18,5; 18,7; 18,4; 18,3. Вирахуйте середнє значення, медіану та відносне стандартне відхилення.
26. Два студенти визначили молярну концентрацію розчину хлоридної кислоти і одержали наступні результати (моль/л):
1) 0,2301; 0,2305; 0,2304

2) 0,2313; 0,2311; 0,2312

Чи значима різниця між результатами, які були одержані учнями?

27. Для лікарської форми-пігулок цитрамону – при контролі якості препарату визначили масу пігулок в шести паралельних пробах, мг: 121, 123, 123, 125, 122, 124. Зробіть висновок про наявність чи відсутність систематичної помилки.
28. При визначенні кальцію в стандартному зразку крейди студент одержав наступні результати (%): 25,50; 25,60; 25,70; 25,80. Істинне значення кальцію у зразку $W = 30,50\%$. Представте вміст кальцію, виконавши статистичну обробку результатів.
29. Істинний вміст Al_2O_3 у зразку складає 8,30%, а знайдений у результаті аналізу – 8,20%. Визначити абсолютну та відносну похибки.
30. Отримані наступні результати трьох паралельних визначень Ca у сироватці крові хворого з діагнозом – збільшення щитовидної залози : вміст Ca, мг-екв/л – 5,05; 5,10; 5,15. Який довірчий інтервал для середнього із цих даних із довірчою імовірністю 90%.
31. Знайдіть середнє значення, моду, медіану, відносне стандартне відхилення результатів визначення Кальцію у зразку природної води: 0,35; 0,36; 0,36; 0,37; 0,37; 0,35 (мг/дм³)
32. При вимірюванні рН досліджуваного розчину були одержані наступні результати: 7,35; 7,36; 7,33; 7,35. Визначте надійний інтервал середнього значення.
33. При контролі якості метіоніну, методом високоефективної рідинної хроматографії визначено вміст основної речовини (W- масову частку), %: 88,5; 87,9; 88,1; 88,4. Визначте інтервал середнього значення.
34. При вимірюванні рН досліджуваного розчину були одержані наступні результати: 5,93; 5,94; 5,93; 5,95.
35. В міську лабораторію лікарні поступили зразки крові деяких хворих. При комплексонометричному визначенні кальцію в сироватці, одержали наступні результати (мкг/л): 1) 130, 132, 131. 2) 150, 156, 152. 3) 112, 115, 114. Знайдіть дисперсію і стандартне відхилення об'єднаної вибірки.
36. Обробіть одержані результати методом математичної статистики: 4,97; 4,95; 5,00; 4,98; 5,04; 5,02; 4,99.
37. Чотири аналітики отримали серії результатів визначення вмісту кислоти, визначити чи значуща різниця між результатами ($P=0,99$):
- 1) 0,1112; 0,1111; 0,1116;
 - 2) 0,1113; 0,1117; 0,1114;
 - 3) 0,1111; 0,1116; 0,1112;
 - 4) 0,1106; 0,1103; 0,1104.
38. Студент одержав наступні результати визначення молярної концентрації розчину сульфатної кислоти (моль/ л): 0,1001; 0,1005; 0,1008; 0,1004; 0,1005. Зробіть висновок про наявність чи відсутність відносної похибки; знайдіть розмах варіювання і перевірте однорідність вибірки.
39. При кількісному визначенні Феруму перманганатометричним методом в середовищі соляної кислоти одержали такі результати (в %): 74,03; 74,17;

74,21; 74,23; 74,38. Розрахуйте систематичну похибку, обґрунтуйте появу і запропонуйте шляхи ліквідації.

40. Визначте чи існує значима різниця із довірчою імовірністю 95% між середніми результатами :

Відоме значення	Середнє значення	Стандартне відхилення	Кількість вимірювань
1,37% Fe	1,39 % Fe	s= 0,04%	4
4 мкг/мл C ₂ H ₅ OH	3,7 мкг/мл C ₂ H ₅ OH	s = 0,07 мкг/мл	5
48,5% Cu	48,2% Cu	s = 0,3%	3
pH= 9,4	pH= 9,68	s = 0,02	5

41. При вимірюванні pH досліджуваного розчину були одержані наступні результати: 5,95; 5,92; 5,95; 5,93; 5,94. Визначте надійний інтервал середнього значення.

42. Розчин анальгін проаналізували методом йодометричного титрування на вміст анальгін. В 4 паралельних пробах визначили масу анальгін в 1 мл розчину: 0,403; 0,400; 0,497; 0,498 мкг. Істинне значення W = 0.400 мкг. Обробіть отримані результати методом математичної статистики

43. Подати результат аналізу на вміст соди в зразку методом кислотно-основного титрування, якщо отримано наступні результати: 98,10; 98,15; 98,08; 98,22; 98,10; 98,24 %.

44. При визначенні вмісту берилію в стандартному зразку бронзи (2,12 %) отримали наступні результати: 2,05, 2,09, 2,05, 2,12, 2,18, 2,05, 2,18, 2,19, 2,25. Чи присутня систематична похибка в методі?

45. Істинний вміст Fe₂O₃ у зразку складає 6,25%, а знайдений в результаті аналізу – 6,15%. Визначити абсолютну та відносну похибки.

46. Знайдіть середнє значення, моду та медіану результатів визначення кальцію у зразку природної води: 4,25; 4,00; 4,11; 4,32; 4,61; 4,55.

47. Студент при титруванні розчину хлоридної кислоти розчином гідроксиду натрію отримав наступні результати (см³): 31,3; 31,6; 31,5; 31,0; 31,1; 31,5. Обчисліть середнє значення, моду, медіану та відносне стандартне відхилення.

48. Знайдіть середнє значення, моду, медіану, відносне стандартне відхилення результатів визначення магнію у зразку природної води: 0,25; 0,21; 0,21; 0,23; 0,23; 0,25 (мг/л).

49. Використовуючи Q-критерій, визначте, які з результатів необхідно відкинути у наступних вибірках:

а) 25,10; 24,62; 24,70; 24,66; 25,03;

б) 95,10; 94,62; 94,65; 94,70; 94,77.

50. Використовуючи Q-критерій, визначте, які з результатів необхідно відкинути у наступних вибірках:

а) 0,25; 0,21; 0,21; 0,23; 0,23; 0,25;

б) 12,3; 12,6; 12,5; 12,6; 12,8.

10. Скільки значущих цифр міститься в числах: а) 3,008614, б) 0, 67680, в) 0,0647, г) 83,96, д) 12,30, є) $4,175 \cdot 10^{-6}$; ж) 0,0607?

51. Для отримання градуовального графіку при фотометричному визначенні в зразку питної води виміряли оптичні густини розчинів з різним вмістом нітриту:

C, мг/л	0,05	0,10	0,15	0,20	0,25	0,30	0,35	0,40	0,45	0,50
A	0,14	0,28	0,41	0,54	0,66	0,79	0,92	1,06	1,17	1,30

Розрахуйте методом найменших квадратів(МНК) рівняння градуовального графіку.

52. Для отримання градуовального графіку при фотометричному визначенні бензену в етанолі виміряли оптичні густини розчинів з різним вмістом бензену:

C, мг/мл	0,2	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5	3,0
A	0,20	0,37	0,64	0,93	1,22	1,50	1,80

Розрахуйте МНК рівняння градуовального графіку.

53. Чи має значення різниця (із довірчою імовірністю 95%) між експериментальними середніми x_1 і x_2 у випадках, наведених нижче? Об'єднане стандартне відхилення позначено через s .

x_1	x_2	n_1	n_2	Стандартне відхилення
1,078	1,063	2	2	$s = 0,010$
1,078	1,063	9	7	$s = 0,010$

54. Чи значима різниця при довірчій імовірності 0,95 між експериментальними даними середніми x_1 та x_2 у наведених нижче випадках? Об'єднане стандартне відхилення позначено через s .

	x_1	x_2	n_1	n_2	Стандартне відхилення
1)	14,1	14,5	2	3	$s = 0,2$
2)	14,1	14,5	6	8	$s = 0,2$

55. Для перевірки якості роботи заводській лабораторії запропонували виконати два паралельні аналізи чистої бензойної кислоти (% C = 68,74; % H = 4,953). Допускається, що відносне стандартне відхилення використаного методу складає $(s)_r \rightarrow \delta_r = 0,4\%$ для карбону і 0,6% для гідрогену. Середні значення отриманих результатів були рівні: % C=68,5 і % H=4,88. Чи показують отримані дані на наявність систематичної похибки у будь-якому із визначень із довірчою імовірністю 95%?

56. Отримані наступні результати трьох паралельних визначень Са у сироватці крові хворого з діагнозом – збільшення щитовидної залози: вміст Са, мг-екв/л – 3,15; 3,25; 3,26. Який довірчий інтервал для середнього із цих даних із довірчою імовірністю 95%.

57. Отримані наступні результати чотирьох паралельних визначень фториду в джерельній воді: 0.89; 0.96; 0.87; 0.94 мг/мл F. Які довірчі межі для середнього значення цього аналізу з довірчою імовірністю 95 і 99%?

58. Отримано наступні результати визначення сірки у зразку забрудненого гасу: 0,724; 0,693; 0,755% S. Розрахуйте довірчі границі для середнього цього аналізу з довірчою імовірністю 95%.

59. Аналітик отримав наступні результати паралельних аналізів зразків повітря: вміст SO_2 , $n \cdot 10^{-4}\%$ = 10,8; 9,2. Обрахуйте довірчий інтервал для середнього із цих даних із довірчою імовірністю 95 %.
60. Хімік отримав наступні результати трьох паралельних визначень вміст ліндану у препараті інсектициду: 7,47; 6,98; 7,27. Обчислити довірчий інтервал для середнього із трьох даних з довірчою імовірністю 95 %.
61. При визначенні концентрації Ca мг-екв/л у сироватці крові методом ізотопного розведення були одержані наступні дані:
 1) 3,569; 3,573; 3,569;
 2) 3,569; 3,573; 3,569;
 3) 5,015; 5,032; 5,023; 5,020
 Об'єднайте дані для розрахунку S аналізу.
62. Розрахуйте S по об'єднаних даних спектрофотометричного визначення нітрат-йонів в мкг/мл в пробах води із річки:
 1) 0,147; 0,133; 0,143;
 2) 0,197; 0,187; 0,192; 0,190.
63. Було знайдено, що при гравіметричному визначенні Se втрати із-за розчинності складають 2,5 мг. Розрахуйте відносну похибку (у %) аналізу зразка, що містить біля 16% Se, якщо вихідні проби мали масу: а) 1,00 г, б) 0,500 г, в) 0,250 г, г) 0,100 г.
64. Було знайдено, що метод визначення Br в органічних сполуках має постійну помилку 0,2 мг Br. Розрахуйте відносну помилку (у %) результатів аналізу зразку, що містить біля 10 % Br, якщо взяті наступні наважки: а) 10 мг, б) 50 мг, в) 100 мг, г) 500 мг, д) 1000 мг.
65. При аналізі стандартного зразка, що містить 10,3 % ацетону, були отримані наступні результати: 10,2; 9,9; 10,3 % ацетону. Аналіз другого стандартного зразку із складом 0.4 % ацетону показав результати: 0,38; 0,34; 0,35 % ацетону.
 а) Порівняйте відтворюваність обох аналізів по величинам відносного та абсолютного відхилення від середніх;
 б) Порівняйте помилки обох аналізів по абсолютному та відносному значенню.
66. Стандартний зразок, який містить 1,31 % H_2O , був проаналізований студентом А, який одержав наступні результати: 1,28; 1,26; 1,29 % H_2O . студент Б проаналізував другий стандартний зразок із вмістом H_2O 8,67 %, його результати 8,48; 8,55 8,53 % H_2O . Порівняйте:
 а) абсолютне та відносне відхилення від середніх двох вибірок;
 б) абсолютну та відносну похибки середнього із двох вибірок.
67. При зважуванні на аналітичних терезах порожнього тигля одержані наступні результати (в г): 8,2636; 8,2632; 8,2618; 8,2608. Знайдіть середню масу тигля та визначте надійний інтервал середнього значення.
68. При визначенні вмісту амоніаку в досліджуваному взірці були одержані наступні результати (в г): 0,2117; 0,2183; 0,2354; 0,2178. Представте вміст амоніаку, виконавши статистичну обробку отриманих результатів.
69. Для перевірки методу визначення SO_2 в атмосфері, приготували

стандартний зразок розведенням відміряної кількості SO_2 відповідним об'ємом повітря. По методиці було проаналізовано декілька частин зразку по 100 мл кожна з концентрацією SO_2 $9,8 \cdot 10^{-4}\%$. Одержані результати :

Номер проби	$\text{SO}_2, n \cdot 10^{-4}\%$	Номер проби	$\text{SO}_2, n \cdot 10^{-4}\%$
1	9,9	5	8,8
2	9,1	6	8,8
3	9,2	7	9,0
4	10,0	—	—

Для цієї вибірки розрахуйте: а) середнє, б) медіану, моду, в) відтворюваність, виражену величиною розмаху варіювання, г) відтворюваність, виражену величиною середнього абсолютного і відносного відхилення від середнього, д) абсолютну та відносну похибки проби 1, є) абсолютну та відносну похибки середнього.

70. Розрахуйте молярність розчину HCl , якщо на титрування хімічно чистого карбонату калію ($m_1=0,1046$ г; $m_2=0,088$ г; $m_3=0,1050$ г) використали відповідно $V_1=21,17$, $V_2=22,08$, $V_3=21,22$ cm^3 розчину хлоридної кислоти. Визначте надійний інтервал середнього значення.
71. Для перевірки методу визначення кальцію наважку чистого CaCO_3 розчинили в HCl . Після добавлення ряду компонентів, щоб одержати подібність із зразком, суміш розбавили точно до 500 мл. При аналізі цим методом декілька аліквотних частин по 50 мл, кожна з яких містила точно 400 мг Ca , були одержані наступні результати :

Номер проби	Знайдено Ca , мг	Номер проби	Знайдено Ca , мг
1	398	4	392
2	396	5	393
3	398	6	401

Для цієї вибірки розрахуйте: а) середнє, б) медіану, в) відтворюваність, виражену величиною розмаху варіювання, г) відтворюваність, виражену величиною середнього абсолютного і відносного відхилення від середнього, д) абсолютну та відносну похибки проби 1, є) абсолютну та відносну похибки середнього.

72. При йодометричному визначенні "активного" хлору в білильному вапні (яке містить 32,05 % „активного” хлору) з використанням хімічного посуду без шліфів одержані наступні результати (в %): 30,94; 31,19; 31,20; 31,22; 31,35. Вкажіть на наявність чи відсутність систематичної помилки. Якщо вона є, розрахуйте її значення.
73. При визначенні аскорбінової кислоти йодхлориметричним (I) броматометричним (II) методами одержані наступні результати:
- 1) 99,00 %; 99,16 %; 99,22 %; 99,36 %; 99,39 %;
 - 2) 98,96 %; 99,05 %; 99,12 %; 99,17 %; 99,30 %.

Дайте оцінку відтворюваності двох методів аналізу.

74. При кількісному визначенні вмісту Феруму (вміст феруму в препараті 99,05 %) перманганатометричним методом в середовищі НСІ одержані наступні результати (в %): 85,02; 85,18; 85,24; 85,25; 85,45. Дайте відповідь про наявність чи відсутність систематичної помилки. Розрахуйте її значення, обґрунтуйте появу і запропонуйте шляхи її ліквідації.
75. При визначенні п-амінобензойної кислоти нітритометричним методом (I) і зворотнім броматометричним титруванням (II) одержані наступні результати (в %): 1) 98,96; 98,97; 99,03; 99,11; 99,12; 2) 99,01; 99,28; 99,54; 99,80; 99,82. Дайте оцінку відтворюваності двох методів аналізу.
76. При визначенні Феруму перманганатометричним (I) і хроматометричним (II) методом одержані наступні результати (в %):
 1) 98,96; 98,97; 99,03; 99,11; 99,12;
 2) 99,01; 99,28; 99,54; 99,80; 99,82.
 Дайте оцінку відтворюваності двох методів аналізу.
77. Аналізуючи стандартний зразок сталі із вмістом кобальту 0,62 %, аналітик одержав наступні результати (в %): 0,71; 0,72; 0,68; 0,74. Визначити надійний інтервал середнього значення.
78. Студент одержав наступні результати при титруванні розчину калій карбонату хлоридною кислотою (мл): 12,40; 12,31 6; 12,22; 12,35; 12,27. Знайдіть розмах варіювання і перевірте однорідність вибірки.
79. Визначаючи константу дисоціації кислоти, хімік одержав наступні значення: $4,27 \cdot 10^{-4}$; $4,63 \cdot 10^{-4}$; $4,18 \cdot 10^{-4}$; $4,30 \cdot 10^{-4}$. Чи може він залишити всі результати для подальшої обробки?
80. Два студенти визначали молярну концентрацію розчину ацетатної кислоти і одержали наступні результати (моль/л):
 1) 0,2213; 0,2212; 0,2209; 0,2211;
 2) 0,2206; 0,2203; 0,2207; 0,2205.
 Чи значима різниця між результатами, які були одержані студентами?
81. При визначенні вмісту вуглецю в сталі в різних зразках одержали наступні результати (%): 0,42, 0,44, 0,47, 0,41, 0,44, 0,43, 0,40, 0,43. Обробіть одержані результати методом математичної статистики.
82. При визначенні кремнію в латуні фотометричним методом одержані наступні результати (%): $1,2 \cdot 10^{-4}$; $1,4 \cdot 10^{-4}$; $1,3 \cdot 10^{-4}$; $1,5 \cdot 10^{-4}$; $1,1 \cdot 10^{-4}$. Представте вміст кремнію, виконавши статистичну обробку результатів.
83. При вимірюванні рН досліджуваного розчину були одержані наступні результати: 6,95, 6,93, 6,95, 6,94. Визначте надійний інтервал середнього значення.
84. Визначення вмісту біологічно-активної речовини в рідкому лікарському препараті газорідиною хроматографією і осаджувальним титруванням дало наступні значення для масової частки основної речовини, %:
 1) 98,20; 98,30; 98,30; 98,40; 98,40; 98,50; 98,50; 98,60; 98,60; 98,70; 98,70;
 2) 98,30; 98,40; 98,40; 98,50; 98,50; 98,60; 98,60; 98,70; 98,70; 98,70; 98,80.
 Істинне значення вмісту активної речовини в препараті $W=98,50\%$. Дайте оцінку відтворюваності двох методів.

85. Методом вискоєфективної рідинної хроматографії був проведений аналіз лікарського препарату калагель на міст в ньому фармакологічно-активної речовини – лідокаїну гідрохлориду. Були одержані наступні результати (в %): 100,10; 100,50; 100,70; 101,00; 101,30; 101,40; 101,40. Представте вміст активної речовини, виконавши статистичну обробку результатів.
86. При розробці спектрофотометричної методики визначення індометацину в лікарській формі (в мазі індометацину 5 %-ної) був проаналізований зразок мазі, який містить 0,0200 г індометацину. В результаті шести паралельних аналізів знайдена маса індометацину (в г): 0,0196; 0,0198; 0,0199; 0,0200; 0,0202; 0,0205. Зробіть висновок про наявність чи відсутність систематичної помилки.
87. При визначенні (в цілях контролю якості) домішок в зразку лікарського препарату-етилового ефіру а-бромізавалер'янової кислоти методом газорідинної хроматографії знайдено сумарний вміст домішок (масова частка) в п'яти паралельних аналізах, %: 1,30; 1,40; 1,50; 1,60; 1,60. Визначте надійний інтервал середнього значення.
88. З метою контролю якості лікарського препарату мезатону 1 %-ного розчину для ін'єкцій - потенціометричним методом були одержані наступні результати значення рН цього розчину: 4,50; 4,52; 4,55; 4,60; 4,70; 4,75. Представте значення рН розчину, виконавши статистичну обробку результатів.
89. При проведенні 5 паралельних аналізів вмісту компоненту в досліджуваному препараті були одержані наступні результати у %: 3,01; 3,03; 3,04; 3,05; 3,11. Обробіть одержані результати методом математичної статистики.
90. Радіофармацевтичний препарат (мікросфери альбуміну, мічені радіоактивним ізотопом технеція), який використовується при діагнозі захворювання легень, проаналізували на вміст Стануму (II) і одержали результати (в мкг): 0,075; 0,080; 0,085. Визначте надійний інтервал середнього значення.
91. При контролі якості лікарської форми-пігулок натрію диклофенаку - провели тестування на вивільнення фармакологічно-активної речовини в 0,1М водному розчині НСІ. В п'яти паралельних аналізах з'ясували, що за 120 хв. в розчин переходить така кількість натрію диклофенаку (% від декларуємої маси): 8,5; 8,3; 8,9; 8,8; 9,1. Зробіть висновок щодо наявності чи відсутності систематичної похибки.
92. Зразок натрію хлориду "хімічно чистий" проаналізували на вміст домішок сульфатів. Одержали наступні результати (в %): 0,0004; 0,0007; 0,0006; 0,0005; 0,0008. Обробіть одержані результати методом математичної статистики.
93. При контролі якості лікарської форми гліборалу (глібенкламід) пігулки проаналізували на однорідність дозування (на вміст фармакологічно-активної речовини окремо в кожній пігулці). В п'яти паралельних аналізах знайшли масу гліборалу, (в мг): 5,00; 4,96; 4,97; 5,04; 5,02. Обробіть

- одержані результати методом математичної статистики.
94. Спектрофотометричним методом провели контроль якості лікарської форми (таблеток ацифеїну) на вміст домішок 4-амінофенолу. В п'яти паралельних дослідженнях одержали наступні значення вмісту домішок (%): 0,0020; 0,0020; 0,0010; 0,0030; 0,0010. Зробіть висновок про наявність чи відсутність систематичної похибки.
 95. При контролі якості рідкого лікарського препарату-етилового ефіру *a*-бромізовалер'янової кислоти рефрактометричним методом одержані наступні результати для показника заломлення при 5 паралельних вимірах: 1,4497; 1,4493; 1,4494; 1,4500; 1,4499. Визначте інтервал середнього значення.
 96. Зразок натрію хлориду „хімічно чистий” проаналізували на вміст домішок фосфатів. Одержали наступні результати (% вміст фосфат-йонів): 0,0010; 0,0012; 0,0009; 0,0014; 0,0008. Представте вміст фосфат-йонів, виконавши статистичну обробку результатів.
 97. З метою контролю якості лікарського препарату - отінуму (вушні краплі у флаконах) пікнометричним методом визначили його густину у п'яти паралельних пробах, г/мл: 1,060; 1,058; 1,059; 1,060; 1,061. Обробіть одержані результати методом математичної статистики.
 98. При контролі якості лікарського препарату – метаформінугідрохлориду – визначили втрату маси після висушування. Одержали наступні результати у п'яти паралельних дослідженнях (в %): 0,20; 0,10; 0,10; 0,30; 0,20. Визначте надійний інтервал середнього значення.
 99. Для лікарської форми-пігулок амізолу - при контролі якості препарату визначили масу пігулок в п'яти паралельних пробах, мг: 133; 135; 134; 133; і 34. Зробіть висновок про наявність чи відсутність систематичної помилки.
 100. Розчин анальгіну (для ін'єкцій 50%) проаналізували методом йодометричного титрування на вміст анальгіну. В п'яти паралельних пробах визначили масу анальгіну в 1 мл розчину, г: 0,500; 0,497; 0,499; 0,503; 0,502. істинне значення $W=0,500$ г. Обробіть одержані результати методом математичної статистики.
 101. Зразок натрію хлориду „хімічно чистий” проаналізували на вміст домішок бромідів, одержали наступні результати у %: 0,0030; 0,0010; 0,0020; 0,0010; 0,0040. Обробіть одержані результати методом математичної статистики.
 102. Для оцінювання відтворюваності і правильності методики аналізу зразок препарату метіоніну ретельно проаналізували методом неводного потенціометричного титрування і знайшли вміст (W — масову частку) основної речовини в п'яти паралельних пробах, %: 99,910; 99,900; 99,930; 99,910; 99,920. Істинне значення $W=99,900\%$. Зробіть висновок про наявність чи відсутність систематичної помилки.

Додаток 1

t- розподіл (розподіл Стьюдента)

залежно від числа ступенів вільності f і довірчої ймовірності

f	Ймовірність P							
	0,20	0,60	0,80	0,90	0,95	0,98	0,99	0,999
1	0,325	1,376	3,078	6,314	12,71	31,82	63,65	636,6
2	0,289	1,061	1,886	2,920	4,303	6,965	9,925	31,60
3	0,277	0,978	1,638	2,353	3,182	4,541	5,841	12,94
4	0,271	0,941	1,533	2,132	2,776	3,747	4,604	8,610
5	0,267	0,920	1,476	2,016	2,571	3,365	4,032	6,859
6	0,265	0,906	1,440	1,943	2,447	3,143	3,707	5,969
7	0,263	0,896	1,415	1,895	2,365	2,998	3,499	5,405
8	0,262	0,889	1,397	1,860	2,306	2,896	3,355	5,041
9	0,261	0,883	1,383	1,833	2,262	2,821	3,250	4,781
10	0,260	0,879	1,372	1,812	2,228	2,764	3,169	4,587
11	0,260	0,876	1,363	1,796	2,201	2,718	3,106	4,437
12	0,259	0,873	1,356	1,782	2,179	2,681	3,055	4,318
13	0,259	0,870	1,350	1,771	2,160	2,650	3,012	4,221
14	0,258	0,863	1,345	1,761	2,145	2,624	2,977	4,140
15	0,258	0,866	1,341	1,753	2,131	2,602	2,947	4,073
16	0,258	0,865	1,337	1,746	2,120	2,583	2,921	4,015
17	0,257	0,863	1,333	1,740	2,110	2,567	2,898	3,965
18	0,257	0,862	1,330	1,734	2,101	2,552	2,878	3,922
19	0,257	0,861	1,328	1,729	2,093	2,539	2,861	3,883
20	0,257	0,860	1,325	1,725	2,086	2,528	2,845	3,850
21	0,257	0,859	1,323	1,721	2,080	2,518	2,831	3,819
22	0,256	0,858	1,321	1,717	2,074	2,508	2,819	3,792
23	0,256	0,858	1,319	1,714	2,069	2,500	2,807	3,767
24	0,256	0,857	1,318	1,711	2,064	2,492	2,797	3,745
25	0,256	0,856	1,316	1,708	2,060	2,485	2,787	3,725
26	0,256	0,856	1,315	1,706	2,056	2,479	2,779	3,707
27	0,256	0,855	1,314	1,703	2,052	2,473	2,771	3,690
28	0,256	0,855	1,313	1,701	2,048	2,467	2,763	3,674
29	0,256	0,854	1,311	1,699	2,045	2,462	2,756	3,659
30	0,256	0,854	1,310	1,697	2,042	2,457	2,750	3,646
40	0,256	0,851	1,303	1,684	2,021	2,423	2,704	3,551
60	0,254	0,848	1,296	1,671	2,000	2,390	2,660	3,460
120	0,254	0,845	1,289	1,658	1,980	2,358	2,617	3,373
∞	0,253	0,842	1,282	1,645	1,960	2,326	2,576	3,291

Додаток 2

***F*-розподіл (розподіл Фішера)**

Процентні точки *F*-розподілу (межі інтегрування) в залежності від чисел ступенів свободи f_1 і f_2 для двох рівнів довірчої ймовірності: $P=0,95$ (верхній рядок) і $P=0,99$ (нижній рядок); f_1 - число ступенів вільності для більшої дисперсії; f_2 – число ступенів вільності для меншої дисперсії

f	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	12
2 f_1	18,51	19,00	19,16	19,25	19,30	19,33	19,36	19,37	19,38	19,39	19,41
f_2	98,49	99,00	99,17	99,25	99,30	99,33	99,34	99,36	99,38	99,40	99,42
3 f_1	10,13	9,55	9,28	9,12	9,01	8,94	8,88	8,84	8,81	8,78	8,74
f_2	34,12	30,82	29,46	28,71	28,24	27,91	27,67	27,49	27,34	27,23	27,05
4 f_1	7,71	6,94	6,59	6,39	6,26	6,16	6,09	6,04	6,00	5,96	5,91
f_2	21,20	18,00	16,69	15,93	15,52	15,21	14,93	14,80	14,66	14,54	14,37
5 f_1	6,61	5,79	5,41	5,19	5,05	4,95	4,88	4,82	4,78	4,74	4,68
f_2	16,26	13,27	12,06	11,39	10,97	10,67	10,45	10,27	10,15	10,05	9,89
6 f_1	5,99	5,14	4,76	4,53	4,39	4,28	4,21	4,15	4,10	4,06	4,00
f_2	13,74	10,92	9,78	9,15	8,75	8,47	8,26	8,10	7,98	7,87	7,72
7 f_1	5,59	4,74	4,35	4,12	3,97	3,87	3,79	3,73	3,68	3,63	3,57
f_2	12,25	9,55	8,45	7,85	7,46	7,19	7,00	6,84	6,71	6,62	6,47
8 f_1	5,32	4,46	4,07	3,84	3,69	3,58	3,50	3,44	3,39	3,34	3,28
f_2	11,26	8,65	7,59	7,01	6,63	6,37	6,19	6,03	5,91	5,82	5,67
9 f_1	5,12	4,26	3,86	3,63	3,48	3,37	3,29	3,23	3,18	3,13	3,07
f_2	10,56	8,02	6,99	6,42	6,06	5,80	5,62	5,47	5,35	5,26	5,11
10 f_1	4,96	4,10	3,71	3,48	3,33	3,22	3,14	3,07	3,02	2,97	2,91
f_2	10,04	7,56	6,55	5,99	5,64	5,39	5,21	5,06	4,95	4,85	4,71
11 f_1	4,84	3,98	3,59	3,36	3,20	3,09	3,01	2,95	2,90	2,86	2,79
f_2	9,65	7,20	6,22	5,67	5,32	5,07	4,88	4,74	4,63	4,54	4,40
12 f_1	4,75	3,88	3,49	3,26	3,11	3,00	2,92	2,85	2,80	2,76	2,69
f_2	9,33	6,93	5,95	5,41	5,06	4,82	4,65	4,50	4,39	4,30	4,16
13 f_1	4,67	3,80	3,41	3,18	3,02	2,92	2,84	2,77	2,72	2,67	2,60
f_2	9,07	6,70	5,74	5,20	4,86	4,62	4,44	4,30	4,19	4,10	3,96
14 f_1	4,60	3,74	3,34	3,11	2,96	2,85	2,77	2,70	2,65	2,60	2,53
f_2	8,86	6,51	5,56	5,03	4,69	4,46	4,28	4,14	4,03	3,94	3,80

f	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	12
15 <i>f1</i>	4,54	3,68	3,29	3,06	2,90	2,79	2,70	2,64	2,59	2,55	2,48
<i>f2</i>	8,68	6,36	5,42	4,89	4,56	4,32	4,14	4,00	3,89	3,80	3,67
16 <i>f1</i>	4,49	3,63	3,24	3,01	2,85	2,74	2,66	2,59	2,54	2,49	2,42
<i>f2</i>	8,53	6,23	5,29	4,77	4,44	4,20	4,03	3,89	3,78	3,69	3,55
17 <i>f1</i>	4,45	3,59	3,20	2,96	2,81	2,70	2,62	2,55	2,50	2,45	2,38
<i>f2</i>	8,40	6,11	5,18	4,67	4,34	4,10	3,93	3,79	3,63	3,59	3,45
18 <i>f1</i>	4,41	3,55	3,16	2,93	2,77	2,66	2,58	2,51	2,46	2,41	2,34
<i>f2</i>	8,28	6,01	5,09	4,58	4,25	4,01	3,85	3,71	3,60	3,51	3,37
19 <i>f1</i>	4,38	3,52	3,13	2,90	2,74	2,63	2,55	2,48	2,43	2,38	2,31
<i>f2</i>	8,18	5,93	5,01	4,50	4,17	3,94	3,77	3,63	3,52	3,43	3,30
20 <i>f1</i>	4,35	3,49	3,10	2,87	2,71	2,60	2,52	2,45	2,40	2,35	2,28
<i>f2</i>	8,10	5,85	4,94	4,43	4,10	3,87	3,71	3,56	3,45	8,37	3,23
21 <i>f1</i>	4,32	3,47	3,07	2,84	2,68	2,57	2,49	2,42	2,37	2,32	2,25
<i>f2</i>	8,02	5,78	4,87	4,37	4,04	3,81	3,65	3,51	3,40	3,31	3,17
22 <i>f1</i>	4,30	3,44	3,05	2,82	2,66	2,55	2,47	2,40	2,35	2,30	2,23
<i>f2</i>	7,94	5,72	4,82	4,31	3,99	3,76	3,59	3,45	3,35	3,26	3,12
23 <i>f1</i>	4,28	3,42	3,03	2,80	2,64	2,53	2,45	2,38	2,32	2,28	2,20
<i>f2</i>	7,88	5,66	4,76	4,26	3,94	3,71	3,54	3,41	3,30	3,21	3,07
24 <i>f1</i>	4,26	3,40	3,01	2,78	2,62	2,51	2,43	2,36	2,30	2,26	2,18
<i>f2</i>	7,82	5,61	4,72	4,22	3,90	3,67	3,50	3,36	3,25	3,17	3,03
25 <i>f1</i>	4,24	3,38	2,99	2,76	2,60	2,49	2,41	2,34	2,28	2,24	2,16
<i>f2</i>	7,77	5,57	4,68	4,18	3,86	3,63	3,46	3,32	3,21	3,13	2,99
26 <i>f1</i>	4,22	3,37	2,98	2,74	2,59	2,47	2,39	2,32	2,27	2,22	2,15
<i>f2</i>	7,72	5,53	4,64	4,14	3,82	3,59	3,42	3,29	3,17	3,09	2,96
27 <i>f1</i>	4,21	3,35	2,96	2,73	2,57	2,46	2,37	2,30	2,25	2,20	2,13
<i>f2</i>	7,68	5,49	4,60	4,11	3,79	3,56	3,39	3,26	3,14	3,06	2,93
28 <i>f1</i>	4,20	3,34	2,95	2,71	2,56	2,44	2,36	2,29	2,24	2,19	2,12
<i>f2</i>	7,64	5,45	4,57	4,07	3,76	3,53	3,36	3,23	3,11	3,03	2,90
29 <i>f1</i>	4,18	3,33	2,93	2,70	2,54	2,43	2,35	2,28	2,22	2,18	2,10
<i>f2</i>	7,60	5,42	4,54	4,04	3,73	3,50	3,33	3,20	3,08	3,00	2,87
30 <i>f1</i>	4,17	3,32	2,92	2,69	2,53	2,42	2,34	2,27	2,21	2,16	2,09
<i>f2</i>	7,56	5,39	4,51	4,02	3,70	3,47	3,30	3,17	3,06	2,98	2,84
32 <i>f1</i>	4,15	3,30	2,90	2,67	2,51	2,40	2,32	2,25	2,19	2,14	2,07
<i>f2</i>	7,50	5,34	4,46	3,97	3,66	3,42	3,25	3,12	3,01	2,94	2,80

f	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	12
34 <i>f1</i>	4,13	3,28	2,88	2,65	2,49	2,38	2,30	2,23	2,17	2,12	2,05
<i>f2</i>	7,44	5,29	4,42	3,93	3,61	3,38	3,21	3,08	2,97	2,89	2,76
36 <i>f1</i>	4,11	3,26	2,86	2,63	2,48	2,36	2,28	2,21	2,15	2,10	2,03
<i>f2</i>	7,39	5,25	4,38	3,89	3,58	3,35	3,18	3,04	2,94	2,86	2,72
38 <i>f1</i>	4,10	3,25	2,85	2,62	2,46	2,35	2,26	2,19	2,14	2,09	2,02
<i>f2</i>	7,35	5,21	4,34	3,86	3,54	3,32	3,15	3,02	2,91	2,82	2,69
40 <i>f1</i>	4,08	3,23	2,84	2,61	2,45	2,34	2,25	2,18	2,12	2,07	2,00
<i>f2</i>	7,31	5,18	4,31	3,83	3,51	3,29	3,12	2,99	2,88	2,80	2,66
42 <i>f1</i>	4,07	3,22	2,83	2,59	2,44	2,32	2,24	2,17	2,11	2,06	1,99
<i>f2</i>	7,27	5,15	4,29	3,80	3,49	3,26	3,10	2,96	2,86	2,77	2,64
44 <i>f1</i>	4,06	3,21	2,82	2,58	2,43	2,31	2,23	2,16	2,10	2,05	1,98
<i>f2</i>	7,24	5,12	4,26	3,78	3,46	3,24	3,07	2,94	2,84	2,75	2,62
46 <i>f1</i>	4,05	3,20	2,81	2,57	2,42	2,30	2,22	2,14	2,09	2,04	1,97
<i>f2</i>	7,21	5,10	4,24	3,76	3,44	3,22	3,05	2,92	2,82	2,73	2,60
48 <i>f1</i>	4,04	3,19	2,80	2,56	2,41	2,30	2,21	2,14	2,08	2,03	1,96
<i>f2</i>	7,19	5,08	4,22	3,74	3,42	3,20	3,04	2,90	2,80	2,71	2,58
50 <i>f1</i>	4,03	3,18	2,79	2,56	2,40	2,29	2,20	2,13	2,07	2,02	1,95
<i>f2</i>	7,17	5,06	4,20	3,72	3,41	3,18	3,02	2,88	2,78	2,70	2,56
55 <i>f1</i>	4,02	3,17	2,78	2,54	2,38	2,27	2,18	2,11	2,05	2,00	1,93
<i>f2</i>	7,12	5,06	4,16	3,68	3,37	3,15	2,98	2,85	2,75	2,66	2,53
60 <i>f1</i>	4,00	3,15	2,76	2,52	2,37	2,25	2,17	2,10	2,04	1,99	1,92
<i>f2</i>	7,08	4,98	4,13	3,65	3,34	3,12	2,95	2,82	2,72	2,63	2,50
65 <i>f1</i>	3,99	3,14	2,75	2,51	2,36	2,24	2,15	2,08	2,02	1,98	1,90
<i>f2</i>	7,04	4,95	4,10	3,62	3,31	3,09	2,93	2,79	2,70	2,61	2,47
70 <i>f1</i>	3,98	3,13	2,74	2,50	2,35	2,23	2,14	2,07	2,01	1,97	1,89
<i>f2</i>	7,01	4,92	4,08	3,60	3,29	3,07	2,91	2,77	2,67	2,59	2,45
80 <i>f1</i>	3,96	3,11	2,72	2,48	2,33	2,21	2,12	2,05	1,99	1,95	1,88
<i>f2</i>	6,96	4,88	4,04	3,56	3,25	3,04	2,87	2,74	2,64	2,55	2,41
100 <i>f1</i>	3,94	3,09	2,70	2,46	2,30	2,19	2,10	2,03	1,97	1,92	1,85
<i>f2</i>	6,90	4,82	3,98	3,51	3,20	2,99	2,82	2,69	2,59	2,51	2,36
125 <i>f1</i>	3,92	3,07	2,68	2,44	2,29	2,17	2,08	2,01	1,95	1,90	1,83
<i>f2</i>	6,84	4,78	3,94	3,47	3,17	2,95	2,79	2,65	2,56	2,47	2,33
150 <i>f1</i>	3,91	3,06	2,67	2,43	2,27	2,16	2,07	2,00	1,94	1,89	1,82
<i>f2</i>	6,81	4,75	3,91	3,44	3,14	2,92	2,76	2,62	2,53	2,44	2,30

f	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	12
200 f_1	3,89	3,04	2,65	2,41	2,26	2,14	2,05	1,98	1,92	1,87	1,80
f_2	6,76	4,71	3,88	3,41	3,11	2,90	2,73	2,60	2,50	2,41	2,23
400 f_1	3,86	3,02	2,62	2,39	2,23	2,12	2,03	1,96	1,90	1,85	1,78
f_2	6,70	4,66	3,83	3,36	3,06	2,85	2,69	2,55	2,46	2,37	2,23
∞f_1	3,84	2,99	2,60	2,37	2,21	2,09	2,01	1,94	1,88	1,83	1,75
f_2	6,63	4,60	3,78	3,32	3,02	2,80	2,64	2,51	2,41	2,32	2,18

Продовження додатку 2

f	14	16	20	24	30	40	50	100	200	∞
2. f_1	19,42	19,43	19,44	19,45	19,46	19,47	19,47	19,49	19,49	19,50
f_2	99,43	99,44	99,45	99,46	99,47	99,48	99,48	99,49	99,49	99,50
3. f_1	8,71	8,69	8,66	8,64	8,62	8,60	8,58	8,56	8,54	8,53
f_2	26,92	26,83	26,69	26,60	26,50	26,41	26,35	26,23	26,18	26,12
4. f_1	5,87	5,84	5,80	5,77	5,74	5,71	5,70	5,66	5,65	5,63
f_2	14,24	14,15	14,02	13,93	13,83	13,74	13,69	13,57	13,52	13,46
5. f_1	4,64	4,60	4,56	4,53	4,50	4,46	4,44	4,40	4,38	4,36
f_2	9,77	9,68	9,55	9,47	9,38	9,29	9,24	9,13	9,07	9,02
6. f_1	3,96	3,92	3,87	3,84	3,81	3,77	3,75	3,71	3,69	3,67
f_2	7,60	7,52	7,39	7,31	7,23	7,14	7,09	6,99	6,94	6,88
7. f_1	3,52	3,49	3,44	3,41	3,38	3,34	3,32	3,28	3,25	3,23
f_2	6,35	6,27	6,15	6,07	5,99	5,91	5,85	5,75	5,70	5,65
8. f_1	3,23	3,20	3,15	3,12	3,08	3,05	3,03	2,98	2,96	2,93
f_2	5,56	5,48	5,36	5,28	5,20	5,11	5,06	4,96	4,91	4,86
9. f_1	3,02	2,98	2,93	2,90	2,86	2,82	2,80	2,76	2,73	2,71
f_2	5,00	4,92	4,80	4,73	4,64	4,56	4,51	4,41	4,36	4,31
10. f_1	2,86	2,82	2,77	2,74	2,70	2,67	2,64	2,59	2,56	2,54
f_2	4,60	4,52	4,41	4,33	4,25	4,17	4,12	4,01	3,96	3,91
11. f_1	2,74	2,70	2,65	2,61	2,57	2,53	2,50	2,45	2,42	2,40
f_2	4,29	4,21	4,10	4,02	3,94	3,86	3,80	3,70	3,66	3,60
12. f_1	2,64	2,60	2,54	2,50	2,46	2,42	2,40	2,35	2,32	2,30
f_2	4,05	3,98	3,86	3,78	3,70	3,61	3,56	3,46	3,41	3,36
13. f_1	2,64	2,60	2,54	2,50	2,46	2,42	2,40	2,35	2,32	2,30
f_2	4,05	3,98	3,86	3,78	3,70	3,61	3,56	3,46	3,41	3,36

f	14	16	20	24	30	40	50	100	200	∞
14. f_1	2,48	2,44	2,39	2,35	2,31	2,27	2,24	2,19	2,16	2,13
f_2	3,70	3,62	3,51	3,43	3,34	3,26	3,21	3,11	3,06	3,00
15. f_1	2,43	2,39	2,33	2,29	2,25	2,21	2,18	2,12	2,10	2,07
f_2	3,56	3,48	3,36	3,29	3,20	3,12	3,07	2,97	2,92	2,87
16. f_1	2,37	2,33	2,28	2,24	2,20	2,16	2,13	2,07	2,04	2,01
f_2	3,45	3,37	3,25	3,18	3,10	3,01	2,96	2,86	2,80	2,75
17. f_1	2,33	2,29	2,23	2,19	2,15	2,11	2,08	2,02	1,99	1,96
f_2	3,35	3,27	3,16	3,08	3,00	2,92	2,86	2,76	2,70	2,65
18. f_1	2,29	2,25	2,19	2,15	2,11	2,07	2,04	1,98	1,95	1,92
f_2	3,27	3,19	3,07	3,00	2,91	2,83	2,78	2,68	2,62	2,57
19. f_1	2,26	2,21	2,15	2,11	2,07	2,02	2,00	1,94	1,91	1,83
f_2	3,19	3,12	3,00	2,92	2,84	2,76	2,70	2,60	2,54	2,49
20. f_1	2,23	2,18	2,12	2,08	2,04	1,99	1,96	1,90	1,87	1,84
f_2	3,13	3,05	2,94	2,86	2,77	2,69	2,63	2,53	2,47	2,42
21. f_1	2,20	2,15	2,09	2,05	2,00	1,96	1,93	1,87	1,84	1,81
f_2	3,07	2,99	2,88	2,80	2,72	2,63	2,58	2,47	2,42	2,36
22. f_1	2,18	2,13	2,07	2,03	1,98	1,93	1,91	1,84	1,81	1,78
f_2	3,02	2,94	2,83	2,75	2,67	2,58	2,53	2,42	2,37	2,31
23. f_1	2,14	2,10	2,04	2,00	1,96	1,91	1,88	1,82	1,79	1,76
f_2	2,97	2,89	2,78	2,70	2,62	2,53	2,43	2,37	2,32	2,26
24. f_1	2,13	2,09	2,02	1,98	1,94	1,89	1,86	1,80	1,76	1,73
f_2	2,93	2,85	2,74	2,66	2,58	2,49	2,44	2,33	2,27	2,21
25. f_1	2,11	2,06	2,00	1,96	1,92	1,87	1,84	1,77	1,74	1,71
f_2	2,89	2,81	2,70	2,62	2,54	2,45	2,40	2,29	2,23	2,17
26. f_1	2,10	2,05	1,99	1,95	1,90	1,85	1,82	1,76	1,72	1,69
f_2	2,86	2,77	2,66	2,53	2,50	2,41	2,36	2,25	2,19	2,13
27. f_1	2,08	2,03	1,97	1,93	1,88	1,84	1,80	1,74	1,71	1,67
f_2	2,83	2,74	2,63	2,55	2,47	2,38	2,33	2,21	2,16	2,10
28. f_1	2,06	2,02	1,96	1,91	1,87	1,81	1,78	1,72	1,69	1,65
f_2	2,80	2,71	2,60	2,52	2,44	2,35	2,30	2,18	2,13	2,06
29. f_1	2,05	2,00	1,94	1,90	1,85	1,80	1,77	1,71	1,68	1,64
f_2	2,77	2,68	2,57	2,49	2,41	2,32	2,37	2,15	2,10	2,03
30. f_1	2,04	1,99	1,93	1,89	1,84	1,79	1,76	1,69	1,66	1,62
f_2	2,74	2,66	2,55	2,47	2,38	2,29	2,24	2,13	2,07	2,01

f	14	16	20	24	30	40	50	100	200	∞
32. f_1	2,02	1,97	1,91	1,86	1,82	1,76	1,74	1,67	1,64	1,59
f_2	2,70	2,62	2,51	2,42	2,34	2,25	2,20	2,03	2,02	1,96
34. f_1	2,00	1,95	1,89	1,84	1,80	1,74	1,71	1,64	1,61	1,57
f_2	2,66	2,58	2,47	2,38	2,30	2,21	2,15	2,04	1,98	1,91
36. f_1	1,98	1,93	1,87	1,82	1,78	1,72	1,69	1,62	1,59	1,55
f_2	2,62	2,54	2,43	2,35	2,26	2,17	2,12	2,00	1,94	1,87
38. f_1	1,96	1,92	1,85	1,80	1,76	1,71	1,67	1,60	1,57	1,53
f_2	2,59	2,51	2,40	2,32	2,22	2,14	2,08	1,97	1,90	1,84
40. f_1	1,95	1,90	1,84	1,79	1,74	1,69	1,66	1,59	1,55	1,51
f_2	2,56	2,49	2,37	2,29	2,20	2,11	2,05	1,94	1,88	1,81
42. f_1	1,94	1,89	1,82	1,78	1,73	1,68	1,64	1,57	1,54	1,49
f_2	2,54	2,46	2,35	2,26	2,17	2,08	2,02	1,91	1,85	1,78
44. f_1	1,92	1,88	1,81	1,76	1,72	1,66	1,63	1,56	1,52	1,48
f_2	2,52	2,44	2,32	2,24	2,15	2,06	2,00	1,88	1,82	1,75
46. f_1	1,91	1,87	1,80	1,75	1,71	1,65	1,62	1,54	1,51	1,46
f_2	2,50	2,42	2,30	2,22	2,13	2,04	1,98	1,86	1,80	1,72
48. f_1	1,90	1,86	1,79	1,74	1,70	1,64	1,61	1,53	1,50	1,45
f_2	2,48	2,40	2,28	2,20	2,11	2,02	1,96	1,84	1,78	1,70
50. f_1	1,90	1,85	1,78	1,74	1,69	1,63	1,60	1,52	1,48	1,44
f_2	2,46	2,39	2,26	2,13	2,10	2,00	1,94	1,82	1,76	1,63
55. f_1	1,88	1,83	1,76	1,72	1,67	1,61	1,58	1,50	1,46	1,41
f_2	2,43	2,35	2,23	2,15	2,06	1,96	1,90	1,78	1,71	1,64
60. f_1	1,86	1,81	1,75	1,70	1,65	1,59	1,56	1,48	1,44	1,39
f_2	2,40	2,32	2,20	2,12	2,03	1,93	1,87	1,74	1,68	1,60
65. f_1	1,85	1,80	1,73	1,68	1,63	1,57	1,54	1,46	1,42	1,37
f_2	2,37	2,30	2,18	2,09	2,00	1,90	1,84	1,71	1,64	1,56
70. f_1	1,84	1,79	1,72	1,67	1,62	1,56	1,53	1,45	1,40	1,35
f_2	2,35	2,28	2,15	2,07	1,93	1,88	1,82	1,69	1,62	1,53
80. f_1	1,82	1,77	1,70	1,65	1,60	1,54	1,51	1,42	1,38	1,32
f_2	2,32	2,24	2,11	2,03	1,94	1,84	1,78	1,65	1,57	1,49
100. f_1	1,79	1,75	1,68	1,63	1,57	1,51	1,48	1,39	1,34	1,28
f_2	2,26	2,19	2,06	1,98	1,89	1,79	1,73	1,59	1,51	1,43
125. f_1	1,77	1,72	1,65	1,60	1,55	1,49	1,45	1,36	1,31	1,25
f_2	2,23	2,15	2,03	1,94	1,85	1,75	1,68	1,54	1,46	1,37

Додаток 4. Критерій Спірмена

Мінімальні значення абсолютних значень коефіцієнтів рангової кореляції $|R|$, при яких гіпотезу про відсутність зв'язку між двома рядами результатів вимірів можна відкинути з довірчою ймовірністю \bar{P} ($4 \leq m \leq 10$)

m	Довірча ймовірність \bar{P}				
	0,05	0,025	0,01	0,005	0,001
4	1,000				
5	0,900	1,000	1,000	1,000	
6	0,771	0,828	0,886	0,942	1,000
7	0,678	0,768	0,836	0,893	0,964
8	0,643	0,714	0,786	0,857	0,928
9	0,633	0,700	0,767	0,833	0,900
10	0,564	0,685	0,746	0,806	0,867

Додаток 5

Критичні значення теста Діксона $Q_{кр}$

Статистична функція $Q_{i,k}$	Число вимірювань N	Ступінь ризику (ймовірність похибки 2-го роду)			
		0,005	0,01	0,05	0,10
$Q_{1,0}$	3	0,994	0,988	0,941	0,886
	4	0,926	0,889	0,765	0,679
	5	0,821	0,780	0,642	0,557
	6	0,740	0,698	0,560	0,482
	7	0,680	0,637	0,507	0,434
$Q_{1,1}$	8	0,725	0,683	0,554	0,479
	9	0,677	0,635	0,512	0,441
	10	0,639	0,597	0,477	0,409
$Q_{2,1}$	11	0,713	0,679	0,576	0,517
	12	0,675	0,642	0,546	0,490
	13	0,649	0,615	0,521	0,467
$Q_{2,2}$	14	0,674	0,641	0,546	0,492
	15	0,647	0,616	0,525	0,472
	16	0,624	0,595	0,507	0,454
	17	0,605	0,577	0,490	0,438
	18	0,589	0,561	0,475	0,424
	19	0,575	0,547	0,462	0,412
	20	0,562	0,535	0,450	0,401

Використана література

1. Я.Р. Базель Вказівки до лабораторних робіт з курсу “Основи хімічної метрології” / Базель Я.Р., Воронич О.Г., Шкумбатюк Р.С. Ужгород, національний університет, 2007. - 50 с.
2. ДСТУ 2450:2006 Опти з харчової сировини. Загальні технічні умови
3. Г.В. Сайдов Практическое руководство по абсорбционной и молекулярной спектроскопии / Сайдов Г.В., Свердлов О.В. - Л.: В-во ЛДУ, 1974. - 86 с.
4. ДСТУ 3659-97 (ГОСТ 12570-98) Цукор. Метод визначення вологи та сухих речовин ДСТУ 3661-97 (гост 12571-98) Цукор.
5. ДСТУ 4948:2008 Фрукти, овочі та продукти їх перероблення. Методи визначення вмісту нітратів (Замінює ГОСТ 29270-95) .
6. В.И. Дворкин Метрология и обеспечение качества количественного химического анализа / Дворкин В.И. – М.: Химия, 2001. – 263 с.
7. Технологія харчових та біологічно активних добавок: Метод. рекомендації до вивчення дисципліни, проведення практичних та лабораторних робіт для студ. за напрямом підготовки 6.051701 “Харчові технології та інженерія” спеціальності “Технологія продуктів оздоровчого та профілактичного призначення” ден. форми навчання / Уклад.: Н.П.Івчук, Т.І.Миколів, О.М.Соколова, В.М.Данилова, Т.А.Мартиненко – К.:НУХТ, 2012.- 40 с.
8. Агрохімічний аналіз / [Городній М.М., Лісовал А.П., Бикін А.В. та ін.]; за ред. М.М. Городнього. – К.: Арістей, 2005. – 468 с.

Рекомендована література

1. Закон України про метрологію та метрологічну діяльність. 11 лютого 1998р. № 113 // 98 ВР м. Київ
2. ДСТУ 3410-96. Структурна схема системи сертифікації УкрСЕПРО. Додаток А.
3. ДСТУ 3411-96. Додаток Г, Е, Й. Перелік органів з сертифікації систем якості.
4. ДСТУ 3412-96. Вимоги до випробувальних лабораторій та порядок їх акредитації.
5. ДСТУ 3413-96. Порядок проведення сертифікації продукції.
6. ДСТУ 3414-96. Атестація виробництва. Порядок здійснення.
7. ДСТУ 3415-96. Реєстр системи.
8. Р 50—062-95. Акредитація аналітичних, вимірювальних та випробувальних лабораторій. К. Держстандарт України.
9. Величко О.М. Основи метрології, стандартизації та контролю якості. Навчально-методичний посібник / Величко О.М., Дудич І.І., Молнар Ш.Б. Ужгород, 2000. – 233 с.
10. Богданов М.В. Нормо контроль / Богданов М.В., Григорьева Л.И., Демидов И.К. Нормо контроль . – М.: Изд-во стандартов, 1991. – 190 с.
11. Исаев Л.К. Метрология и стандартизация в сертификации: Учебное пособие / Исаев Л.К., Малинский В.Д. – М.: Изд-во стандартов, 1996.
12. Саранча Г.А. Метрология і стандартизація / Саранча Г.А. – К.: Либідь, 1997.
13. Токар Ю.С. Основи стандартизації, метрології та сертифікації / Токар Ю.С. Караван Ю.В. – Львів: ЛНУ імені Івана Франка, 2002. – 247с.
14. ДСТУ 2681-94. Метрологія. Терміни та визначення.
15. Величко О.М., Коцюба А.М., Новиков В.М. Основи метрології та метрологічної діяльності. - К. 2000.- С.59-75.

Інтернет-ресурси

1. <http://zakon2.rada.gov.ua/laws/annot/2408-14> – Закон України «Про стандартизацію».
2. <http://www.dtk.com.ua/documents/ukr/2000/33/33nov4c.html> – Положення про Державний комітет стандартизації, метрології та сертифікації України.
3. www.dss.gov.ua – Сайт Держаної інспекції України з питань захисту прав споживачів.
4. <http://csm.kiev.ua/> — Інформаційне забезпечення у сфері технічного регулювання ДП Укрметрестстандарт.

Зміст

1.	Пояснювальна записка	3
2.	Програма навчальної дисципліни	4
3.	Лабораторна робота 1. Повірка мірного аналітичного посуду	6
4.	Лабораторна робота 2. Використання сторонніх стандартів для повірки спектрофотометра	9
5.	Лабораторна робота 3. Метод визначення вологи та сухих речовин в цукрі	12
6.	Лабораторна робота 4. Визначення масової частки оцтової кислоти в харчовому продукті „оцет столовий”	13
7.	Лабораторна робота 5. Оцінка чутливості визначення Феруму (III) з сульфосаліциловою кислотою фотометричним методом	15
8.	Лабораторна робота 6. Розрахунок рівняння калібрувального графіка із використанням методу найменших квадратів при фотометричному визначенні Фосфору	16
9	Лабораторна робота 7. Оцінка метрологічних характеристик йонселективного електрода	19
10	Лабораторна робота 8. Визначення обмінної та гідролітичної кислотності ґрунту потенціометричним методом	21
11	Лабораторна робота 9. Визначення вмісту сірчистої кислоти в кондитерських виробках	22
12	Лабораторна робота 10. Визначення вмісту нітратів у фруктах, овочах та продуктах їх переробки іонометричним методом	23
13	Перелік тем рефератів	26
14.	Задачі	27
15.	Додатки	38
16.	Використана література	46
17.	Рекомендована література	46
18.	Інтернет-ресурси	46

Навчально-методичне видання

Автори: **Юрченко** Оксана Миколаївна
Кормош Жолт Олександрович

Хімічна метрологія, стандартизація та сертифікація

*Методичні рекомендації до лабораторних робіт
для студентів хімічного факультету
за напрямом підготовки 6.040101 “хімія”*

Друкується в авторській редакції