

Методичні вказівки з організації самостійної роботи з дисципліни «Теоретичні основи аналітичного контролю»

Сучасні промислові підприємства не можуть досягти високих техніко-економічних показників без організації технічного і аналітичного контролю виробництва на всіх його стадіях. По суті, такий контроль є невід'ємною частиною кожного виробничого процесу. Його виконують різні служби підприємства в залежності від об'єкта контролю. Наприклад, виконавцями контрольних операцій можуть бути представники цехів і відділів підприємства: головний технолог, головний енергетик, головний механік тощо. Основна частина контрольних операцій в цехах і ділянках хімічних виробництв виконується безпосередньо їх персоналом за участю хіміків-аналітиків виробничих лабораторій і повинна контролюватися саме хіміком-технологом. Тому крім знань і навичок підтримки технологічних режимів виробничого процесу хімік-технолог повинен розбиратися в методах хімічного та інструментального аналізу, знати сучасні методики виконання вимірювань.

Мета навчальної дисципліни – надати майбутнім магістрам теоретичні і практичні знання з аналітичного контролю у виробництві харчової та косметичної продукції, а саме знання про загальні принципи забезпечення і контролю якості хімічної продукції, методики відбору проб та їх підготовки до аналізу, причини неправильності аналітичних вимірювань, процедуру валідації методик вимірювань, етапи проведення аналітичних вимірювань, вимоги до контролю якості вимірювань, лабораторного середовища, обладнання, хімічного посуду та реактивів, основи метрологічного забезпечення аналітичного контролю та менеджменту якості аналітичних лабораторій.

Для досягнення поставленої мети студенту необхідно ознайомитись з загальними вимогами до аналітичної служби підприємств, опанувати загальні принципи забезпечення якості і контролю якості продукції харчових і косметичних виробництв, розуміти методології пробопідготовки, як першого етапу аналітичного контролю, та раціонального вибору методу аналізу, опанувати методи метрологічного забезпечення аналітичного контролю, ознайомитись з процедурою бенчмаркінгу аналітичної лабораторії, документообороту і управління документами з питань аналітичного контролю, опанувати методологію менеджменту якості аналітичних лабораторій.

Теми лекційних занять

№ з/п	Назва теми	Кількість годин
1.	Аналітична служба і аналітичний контроль виробництва.	4
2.	Загальні принципи забезпечення якості і контролю якості хімічної продукції.	2
3.	Пробопідготовка як перший етап аналітичного контролю.	2
4.	Методологія раціонального вибору методу і методик аналізу.	4

5.	Валідація методик виконання вимірювань.	4
6.	Проведення вимірювань в аналітичному контролі виробництва.	2
7.	Обробка результатів вимірювань в аналітичному контролі.	2
8.	Моніторинг якості аналітичних вимірювань на основі аналізу контрольних карт.	2
9.	Метрологічні основи аналітичного контролю: порівняння результатів аналізів.	2
10.	Метрологічні основи аналітичного контролю: оцінка невизначеності вимірювань..	4
11.	Бенчмаркінг (еталонне тестування) аналітичної лабораторії.	2
12.	Менеджмент якості для аналітичних лабораторій.	2

Теми практичних занять

№ з/п	Назва теми практичного заняття	Кількість годин
1	Загальна схема аналітичного контролю виробництва. Поняття карт аналітичного контролю.	8
2	Статистична обробка результатів експериментів. Приклади найпоширеніших критеріїв перевірки гіпотез.	8
3	Оцінка невизначеності результатів непрямих вимірювань. Закон поширення невизначеностей.	8
4	Контроль якості косметичних засобів. Презентація та захист рефератів з аналітичного контролю у виробництві.	8

Індивідуальні завдання

№ з/п	Назва	Кількість годин
1	<p>«Аналітичний контроль у виробництві косметичної продукції»:</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Контроль якості косметичних засобів піномийного призначення. 2. Контроль якості туалетного мила. 3. Контроль якості косметичних кремів. 4. Контроль якості косметичних засобів догляду за волоссям. 5. Контроль якості косметичних засобів догляду та нігтями. 6. Контроль якості косметичних масок, скрабів, лосьйонів. 	

	<p>7. <i>Контроль якості виробів декоративної косметики.</i> 8. <i>Контроль якості засобів гігієни зубів і ротової порожнини.</i> 9. <i>Контроль якості парфумерних засобів.</i> Частина 1. <i>Нормативно-технічна документація щодо контролю якості косметичної продукції.</i> Частина 2. <i>Теоретичні основи методів встановлення фізико-хімічних показників косметичної продукції.</i></p>	<p>12 год. 12 год.</p>
		<p>24 год.</p>

ПИТАННЯ ДО САМОСТІЙНОЇ ТА КОНТРОЛЬНОЇ РОБОТИ

1. Аналітична служба і методи аналізу речовини.
2. Хімічні величини, способи їх вираження і вимірювання.
3. Аналітичний сигнал, градувальна функція.
4. Абсолютні і відносні методи аналізу.
5. Градування. Зразки порівняння і стандартні зразки.
6. Спосіб зовнішніх стандартів.
7. Загальна схема аналітичного контролю виробництва.
8. Поняття про сертифіковані методики виконання вимірювань.
9. Загальні принципи забезпечення якості і контролю якості хімічної продукції.
10. Поняття процедури забезпечення якості.
11. Система менеджменту якості, забезпечення якості та контролю якості.
12. Міжнародні стандарти та їх основні положення.
13. Належна лабораторна практика.
14. Пробопідготовка як перший етап аналітичного контролю.
15. Види проб для аналізу. Плани відбору проб.
16. Нормативні та юридичні вимоги до пробопідготовки.
17. Кількість проб та їх розмір. Невизначеність відбору проби.
18. Відбір субпроби (частини проби).
19. Транспортування та термін зберігання проб.
20. Операції подрібнення аналізованих матеріалів та переведення їх в розчин.
21. Методологія раціонального вибору методу аналізу.
22. Фактори, які визначають вибір методу аналізу: межа визначення, прецизійність, ступінь вилучення аналиту, точність, час аналізу, розмір проби, необхідне обладнання, вартість аналізу, безпека аналізу, вибірковість.
23. Причини неправильності аналітичних вимірювань.
24. Валідація методик вимірювань.
25. Статистичні критерії валідації.
26. Модернізація і розробка нової методики виконання вимірювань.
27. Критерії проведення процедури валідації.

28. Проведення вимірювань у аналітичному контролі виробництва.
29. Забезпечення метрологічної простежуваності: зразки порівняння, хімічні стандарти.
30. Вимоги до контролю якості вимірювань, до лабораторного середовища, до обладнання та хімічного посуду.
31. Хімічні реактиви та витратні матеріали.
32. Клас чистоти реактивів, маркіровка, приготування, маніпуляції, зберігання реактивів та утилізація відходів.
33. Метрологічне забезпечення аналітичного контролю: основи статистики.
34. Поняття сукупностей і вибірок даних, розподілення даних, основні розрахунки метрологічних показників.
35. Похибки і невизначеності вимірювань.
36. Випадкова похибка: чисельні характеристики відтворюваності.
37. Умови аналізу і відтворюваність результатів.
38. Випадкова похибка: інтервальна оцінка.
39. Систематична похибка: загальні підходи до оцінки.
40. Метрологічне забезпечення аналітичного контролю: порівняння результатів аналізів.
41. Значуще і незначне розходження випадкових величин.
42. Порівняння середнього і константи: простий тест Стьюдента.
43. Порівняння двох середніх.
44. Модифікований і наближений простий тест Стьюдента.
45. Порівняння відтворюваних двох серій даних.
46. Тест Фішера.
47. Виявлення промахів. Q-тест.
48. Метрологічне забезпечення аналітичного контролю: спеціальні прийоми перевірки і підвищення правильності.
49. Оцінка невизначеності результатів непрямих вимірювань.
50. Закон поширення невизначеностей.
51. Чутливість, селективність і їх характеристики.
52. Поняття контрольних карт: карти Шухарта, змінного середнього, кумулятивних сум та розмаху.
53. Бенчмаркінг аналітичної лабораторії.
54. Програми перевірки кваліфікації персоналу.
55. Використання статистичних методів у програмах перевірки кваліфікації.
56. Опорні значення, цільовий діапазон, оцінки та їх інтерпретація.
57. Документація аналітичного контролю. Основні і допоміжні документи.
58. Управління, ідентифікація і контроль документами та записами.
59. Звіти про результати, їх зберігання та архівування.
60. Поняття компетентності і повноваження персоналу висловлювати думки і тлумачити результати аналізу.
61. Менеджмент якості для аналітичних лабораторій.
62. Стандарти якості, що доступні для лабораторій.
63. Вимоги належної лабораторної практики.
64. Внутрішній аудит якості.

65. Організація менеджменту аналітичних лабораторій.

РЕКОМЕНДОВАНА ЛІТЕРАТУРА

1. Основы аналитической химии. В 2 кн. / Под ред. Ю.А.Золотова. 3-е изд. М.: Высшая школа, 2004. Кн. 1. 359 с. Кн. 2. 503 с.
2. Чарыков А.К. Математическая обработка результатов химического анализа. Методы обнаружения и оценки ошибок. Л.: Химия, 1984. 168 с.
3. Дворкин В.И. Метрология и обеспечение качества количественного химического анализа. М.: Химия, 2001. 261 с.
4. ГОСТ 8.010-99 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений. Основные положения (Державна система забезпечення єдності вимірювань. Методики виконання вимірювань. Основні положення) [Електронний ресурс] // ГП «Укрметрестандарт»: <http://www.ukrcsm.kiev.ua>.
5. Налимов В.В. Применение математической статистики при анализе вещества. М.: Физматгиз, 1960. 431 с.
6. Дерффель К. Статистика в аналитической химии. М.: Мир, 1994. 267 с.
7. Гармаш А.В., Сорокина Н.М. Метрологические основы аналитической химии. М.: изд-во МГУ, 2012. 47 с.
8. Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях. Руководство ЕВРАХИМ/СИТАК. 2-е изд. / Под ред. Л.А.Конопелько. СПб.: ВНИИМ им. Д.И.Менделеева, 2003. 142 с.
9. Валидация аналитических методик. Руководство для лабораторий по валидации методик и сопутствующим вопросам. Неопределенность в аналитических измерениях. Руководство по количественному описанию неопределенности в аналитических измерениях. / пер с англ. под ред. Г.Р. Нежиховского, Р.Л. Кадиса – 2016. – с.320.
10. ИСО/МЭК 17025:2005 – Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий, Женева: Международная Организация по Стандартизации; 2005 г.
11. ИСО 8258. Контрольные карты Шухарта. Женева: Международная Организация по Стандартизации; 1991 г.
12. ИСО 7870-1. Контрольные карты – Часть 1: Общее руководство. Женева: Международная Организация по Стандартизации; 2007г.
13. ИСО 7873. Контрольные карты для среднего арифметического значений с предупредительными линиями. Женева: Международная Организация по Стандартизации; 1993 г.
14. Миллер Я.Н., Миллер Я.К. Статистика и хемометрика для аналитической химии. 6-ое издание. Харлоу: Prentice Hall, 2010 г.