

С.А. Федорова

**ПРАКТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ
О Р Г А Н И З А Ц И И
НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ
Р А Б О Т Ы**

**Учебно-методическое пособие
по выполнению курсовой работы по дисциплине**

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Федеральное государственное автономное образовательное
учреждение высшего образования
«СЕВАСТОПОЛЬСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

ИНСТИТУТ ЯДЕРНОЙ ЭНЕРГИИ И ПРОМЫШЛЕННОСТИ

С.А. Федорова

**ПРАКТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ
ОРГАНИЗАЦИИ
НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ РАБОТЫ**

Учебно-методическое пособие
по выполнению курсовой работы по дисциплине

Севастополь
СевГУ
2025

УДК 001.89(075.8)
ББК 72.5я73
Ф33

Р е ц е н з е н т :
Г.В. Кучерик - канд. техн. наук, доцент

Федорова С.А.

Ф33 Практические основы организации научно-исследовательской работы : учебно-методическое пособие по выполнению курсовой работы по дисциплине / С.А. Федорова; Севастопольский государственный университет, Институт ядерной энергии и промышленности. – Севастополь: СевГУ, 2025. – 44 с. – Текст : электронный.

ISBN 978-5-6052888-8-6

Предназначено для студентов 1-го курса очной формы обучения специальности 18.04.01 «Химическая технология».

Описаны основные этапы выполнения курсовой работы по организации и проведению курсовой работы с использованием полного факторного эксперимента, дробного факторного эксперимента и ортогональных центральных композиционных планов при постанове и проведению химического эксперимента.

УДК 001.89(075.8)
ББК 72.5я73

Рассмотрено и утверждено на заседании кафедры «Химия и химические технологии», протокол № 4 от 16 декабря 2024 г.

Рассмотрено и рекомендовано к изданию на заседании ученого совета Института ядерной энергии и промышленности, протокол № 5 от 30 января 2025 г.

ISBN 978-5-6052888-8-6



© ФГАОУ ВО «Севастопольский
государственный университет», 2025

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	4
1 Оформление текстовой части курсовой работы	7
1.1 Набор текста ВКР	7
1.2 Оформление рисунков, таблиц, формул, приложений	8
2 Анализ основных групп методов исследования для решения поставленной задачи	9
3 Разработка методики экспериментального исследования	10
4 Планирование эксперимента	11
4.1 Полный факторный эксперимент	11
4.2 Дробный факторный эксперимент	13
4.3 Ортогональный центральный композиционный план	13
4.4 Составление плана модельных растворов, согласно матрице планирования	18
4.5 Расчет концентраций	22
4.5.1 Расчет концентрации раствора, содержащего Pb^{2+}	23
4.5.2 Алгоритм расчета концентраций	26
5 Техника безопасности при выполнении работы	26
6 Результаты выполнения экспериментального исследования	29
6.1 Результаты проведения полного факторного эксперимента	29
6.2 Результаты проведения ДФЭ и использование ОЦКП	40
Заключение	41
Библиографический список	41
ЛИТЕРАТУРА	43

ВВЕДЕНИЕ

Курсовая работа по дисциплине «Практические основы организации НИР» разработана для подготовки магистров к организации и проведению самостоятельных научных исследований по направлению химической технологии с использованием математических методов. Работа нацелена на обобщение знаний студентов по методам и методикам определения различных катионов в химической лаборатории использованию математического аппарата с элементами регрессионного и дисперсионного анализов для аналитических выводов по проведенному исследованию. Использование полного факторного эксперимента (ПФЭ), дробного факторного эксперимента (ДФЭ), ортогонального центрального композиционного планирования (ОКЦП) позволяет уменьшить количество опытов и получить зависимость в количественной форме (регрессионная модель).

В задании требуется определить влияние различных факторов (температура, pH, различные катионы) на определение конкретного катиона в модельной среде. Зависимость прописывается в количественной форме для ПФЭ, ДФЭ, ОКЦП и сопоставляется с результатами экспериментальных данных. Перед проведением работы студенты проводят калибровку посуды, с которой будут работать, и очистку веществ, которые будут использованы для приготовления реагентов, необходимых для выполнения работы.

Целью курсовой работы является адаптация математических методов планирования эксперимента к организации многофакторных исследований в химической технологии. Это позволяет сократить объемы химических опытов, сохраняя при этом достоверность результатов исследований.

Работа ориентирована на составление количественного описания влияния исследуемых факторов на исследуемый объект. В качестве технологических сред в работе используются либо сточные воды, либо питьевая вода. Для составления матрицы планирования необходимо знать

минимальные и максимальные значения факторов в исследуемой области. Чтобы их обозначить, студент должен владеть информацией о предельно допустимых значениях исследуемых показателей в заданной технологической среде. Кроме того, начальный выбор области исследования (составление модельных растворов), является приблизительным. По результатам далее необходимо определять следующую область значений факторов, осуществлять движения к оптимальному значению. Студент должен уметь определять направление движения к оптимуму и размеры области исследования в факторном пространстве.

При выборе методики анализа исследуемой зависимости нужно учитывать точность используемого метода анализа, особенности выполнения методики эксперимента. Как правило, в научно исследовательской работе приходится вносить коррективы – наличие нескольких комплексообразователей в анализируемом растворе может сказаться на цвете пробы. Кроме того, выбранный метод и методика исследования должны состыковываться с используемым оборудованием. Только в этом случае может быть получен достоверный результат с заданной степенью точности.

В работе рассматриваются: введение, анализ основных групп методов исследования для решения поставленной задачи, разработка методики экспериментального исследования (аналитические расчеты, выбор оборудования, выбор реагентов, ход выполнения работы), планирование эксперимента, техника безопасности при выполнении работы, экспериментальное исследование (описание проведения эксперимента, результаты исследования, анализ полученных результатов), заключение. Соответственно разделы работы:

АННОТАЦИЯ

ЗАДАНИЕ

СОДЕРЖАНИЕ

АНАЛИЗ ОСНОВНЫХ ГРУПП МЕТОДОВ ИССЛЕДОВАНИЯ

РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОГО ИССЛЕДОВАНИЯ

ПЛАНИРОВАНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТА

ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ ВЫПОЛНЕНИИ РАБОТЫ

РЕЗУЛЬТАТЫ ВЫПОЛНЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОГО ИССЛЕДОВАНИЯ

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

ПРИЛОЖЕНИЯ

Во введении дается краткая характеристика объекта исследования. Например, нужно определить влияние рН, никеля, кобальта и температуры на определения трехвалентного железа в питьевой воде. Описываем: где встречается сочетание эти компонентов, в каких концентрациях.

Четко формулируются цель и задачи исследования.

Также во введение описываются требования по содержанию железа в питьевой воде, чем они обусловлены, формы, в которых ионы железа присутствуют в питьевой воде (1 - 2 абзаца), объект исследования, цель исследования, задачи исследования.

Ниже рассмотрим подробнее выполнение каждой части.

1 ОФОРМЛЕНИЕ ТЕКСТОВОЙ ЧАСТИ КУРСОВОЙ РАБОТЫ

1.1 Набор текста ВКР

Работа оформляется на русском языке. Текст курсовой работы (КР) набирается на компьютере на листах формата А4 (210х297 мм) без рамки, в текстовом редакторе Word. По четырем сторонам листа оставляются поля: с левой стороны – 30 мм, с правой – 10 мм, сверху – 20 мм, снизу – 20 мм. Абзацный отступ везде одинаков и равен 1,25 см. Печатаение текста производится на одной стороне листа, черным цветом средней жирности, шрифтом Times New Roman кегль 14 или 12. Кроме листа задания. Для него используется двухсторонняя печать. Межстрочный интервал – полуторный, перенос – автоматический, выравнивание – по ширине. Все страницы, включая иллюстрации и приложения, нумеруются по порядку без пропусков и повторений арабскими цифрами, проставляемыми посередине верхнего поля страницы. Нумерация страниц проставляется, начиная с 4 листа. Первый лист – титул – не нумеруется, задание вставляется в КР. Поскольку задание печатается с двух сторон, то его нумеруют 2 и 3. Таким образом, раздел «Введение» начинается с 4 страницы.

Каждый раздел (глава) начинается с новой страницы. Название раздела (главы) отделяют от последующего текста интервалом в полторы строки (интервал 1,5). Переносить слова не допускается. Название раздела располагают «по центру». Названия подразделов и пунктов располагаются «по ширине». Точка в конце названия раздела не ставится, название не подчеркивается.

Разделы, подразделы и пункты нумеруются арабскими цифрами. После номера главы, подраздела и пункта в тексте точку не ставят. Не допускается размещать названия пункта, подпункта в конце страницы, а сам текст печатать на другой странице.

Структурные элементы «СОДЕРЖАНИЕ», «ВВЕДЕНИЕ», «ЗАКЛЮЧЕНИЕ», «БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК» не нумеруют,

т.к. эти названия являются заголовками структурных элементов. Заголовки структурных элементов КР размещают посередине, печатают заглавными буквами без точки в конце, жирным шрифтом, не подчеркивают.

1.2 Оформление рисунков, таблиц, формул, приложений

Рисунки

Все иллюстрации (фотографии, схемы, графики, диаграммы, и пр.) именуются рисунками. Иллюстрации, которые используют в КР, размещаются под текстом, в котором впервые дана ссылка на них, или на следующей странице. При необходимости иллюстрации можно вынести в приложение к работе. На все без исключения иллюстрации должны быть приведены ссылки по тексту КР.

Таблицы

Таблицы, которые используются в ВКР, размещаются под текстом, в котором впервые приведена ссылка на них, или на следующей странице.

В таблице допускается использовать 12 кегль, интервал 1. Высота строк таблицы должна быть не менее 8 мм.

Если содержание таблицы разрывается, то следующую страницу начинают с повтора заголовков и подзаголовков таблицы.

Формулы

При использовании формул используется графический редактор формул Word. Пояснения символов должны быть приведены в тексте или непосредственно под формулой.

Располагается формула посередине страницы, нумерация записывается в круглых скобках с правого края страницы. Пояснения каждого символа следует давать с новой строки в той последовательности, в которой символы приведены в формуле. Первая строка пояснения должна начинаться со слова «где» без двоеточия после него.

Рисунки, таблицы и формулы отделяются от основного текста одним интервалом.

Приложения

Каждое приложение следует начинать с новой страницы с указанием наверху страницы слова «Приложение» и его обозначения. Приложения обозначают заглавными буквами русского алфавита начиная с А, за исключением букв Ё, З, Й, О, Ч, Ь, Ы, Ъ. После слова «Приложение» следует буква, обозначающая его последовательность.

Приложение должно иметь заголовок, который записывают симметрично относительно текста с прописной буквы отдельной строкой.

Нумерация иллюстраций, таблиц, формул, которые используются в тексте приложения, осуществляется в пределах каждого приложения. Например, рисунок Б.3 – третий рисунок приложения Б, таблица А.2 – вторая таблица приложения А, формула В.3 – третья формула приложения В.

Если литература цитируется только в приложении, то она перечисляется в конце каждого приложения в библиографическом списке этого приложения. Перед номером ссылки и в перечне ссылок ставят обозначение приложения.

Все приложения перечисляются в содержании с указанием их номеров и заголовков.

2 АНАЛИЗ ОСНОВНЫХ ГРУПП МЕТОДОВ ИССЛЕДОВАНИЯ ДЛЯ РЕШЕНИЯ ПОСТАВЛЕННОЙ ЗАДАЧИ

В этой главе описывается общая характеристика методов анализа: физические, химические и физико-химические, которые позволяют определить заданные катионы в модельной среде. Проводится анализ методов анализа, включенных в эти группы, указываются их достоинства, недостатки. Отдельным пунктом рассматривается их применимость для

решения поставленной задачи. Приводятся методики проведения выбранного метода анализа, общая характеристика и особенности применения.

3 РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОГО ИССЛЕДОВАНИЯ

Приводится выбранная в предыдущей главе методика проведения исследования. Затем, отдельным абзацем, описывается назначение каждого элемента этой методики. Например, рН поддерживается на уровне 8,5 ед.рН, поскольку в кислой среде возможно образование комплексного соединения, окраска которого может искажать результаты исследования при использовании КФК-3, который планируется использовать в нашей работе. Для проведения нашего исследования рассмотренная методика может быть доработана. Например, поскольку серная кислота в рассматриваемой методике используется только для подкисления, то мы заменяем прекурсор на аналогичный по действию компонент. Кроме того, если в методике используются какие-либо реагенты для устранения мешающего влияния каких-либо ионов, а в нашей модельной среде их нет, то нет смысла «отягощать» исследуемую среду дополнительными составляющими. Если вводим ионы, которые мешают, то нет смысла их устранять, т.к. именно их влияние мы определяем количественно параметрами модельного уравнения.

Выбранная и доработанная методики приводятся полностью.

Затем описывается выбор необходимого оборудования для проведения одного опыта.

Далее следует описание хода выполнения работы. Описание должно быть кратким, понятным. Например, отбираем аликвоту объемом 10 мл пипеткой Мора.

В этой же главе приводятся результаты калибровки посуды и подготовки реагентов к исследованию: особенности их приготовления, очистки (при необходимости).

4 ПЛАНИРОВАНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТА

Применение методов математического планирования в проведении регрессионного анализа приводит к сокращению числа опытов при сохранении достоверности точности получаемого уравнения регрессии.

4.1 Полный факторный эксперимент

Если на исследуемый объект воздействует несколько различных факторов одновременно, то целесообразно использовать метод полного факторного эксперимента (ПФЭ). В матрице указываются нижние и верхние значения интервала варьирования (+1 или -1). Построенная матрица может использоваться для различных серий опытов. А вот сами значения концентраций элементов, которые соответствуют кодированным переменным (+1 или -1), могут изменяться. Например, в первом опыте используют растворы с концентрациями 0,5 мг/л и 1,0 мг/л, что соответствует нижнему и верхнему уровням (-1 и +1). После анализа результатов серии опытов с этими концентрациями пришли к выводу, что интервал нужно сузить. Например, 0,6 мг/л и 0,8 мг/л. Концентрационный состав исследуемого раствора этой серии опытов меняется: был интервал по одному из компонентов 0,5 мг/л и 1,0 мг/л, а стал 0,6 мг/л и 0,8 мг/л. Но типы комбинаций максимальных и минимальных значений остаются прежними, соответствуют разработанной матрице. В матрице планирования (таблица 1) указан x_0 (Pb^{2+}), который характеризует свободный член уравнения. При составлении анализируемых проб следует помнить, что в каждой пробе содержится одинаковая концентрация Pb^{2+} , а остальные факторы варьирuem. Далее, при описании матриц мы не будем указывать x_0 (Pb^{2+}), поскольку он постоянный, но помним, что во всех пробах Pb^{2+} присутствует в одинаковой концентрации.

Таблица 1 - Матрица планирования ПФЭ для 3 факторов

№ опыта	x_0 (Pb^{2+})	x_1 (Bi^{2+})	x_2 (Ni^{2+})	x_3 (Zn^{2+})	y
1.	+1	-1	-1	-1	y_1
2.	+1	+1	-1	-1	y_2
3.	+1	-1	+1	-1	y_3
4.	+1	+1	+1	-1	y_4
5.	+1	-1	-1	+1	y_5
6.	+1	+1	-1	+1	y_6
7.	+1	-1	+1	+1	y_7
8.	+1	+1	+1	+1	y_8

Таким образом, при использовании ПФЭ для трех факторов необходимо приготовить 8 модельных растворов с неповторяющимися комбинациями максимальных и минимальных значений по каждому из анализируемых факторов. При этом следует помнить, что для оценки воспроизводимости опытов с помощью критерия Кохрена, следует проводить параллельные опыты.

После проведения эксперимента в соответствии с планом, находят уравнение регрессии, которое представляет собой математическое описание рассматриваемого процесса. Мы в нашем исследовании ограничимся линейной частью. Далее проверяют значимость коэффициентов уравнения, а по ним оценивают степень влияния анализируемых факторов на целевую функцию. В общем виде уравнение множественной линейной регрессии для трех факторного эксперимента имеет вид

$$y = b_0 + b_1 \cdot x_1 + b_2 \cdot x_2 + b_3 \cdot x_3 , \quad (1)$$

где b_0, b_1, b_3 – коэффициенты уравнения регрессии.

Такой метод планирования эксперимента подходит для исследований, в которых число варьируемых фактором невелико. С увеличением количества факторов растет и число опытов, а математическое выражение становится громоздким. В этом случае можно использовать дробный факторный эксперимент.

4.2 Дробный факторный эксперимент

Дробный факторный эксперимент (ДФЭ) может использоваться только в том случае, если полностью отсутствует или пренебрежительно мало влияние на функцию отклика эффектов взаимодействия факторов исследуемого процесса. При этом ортогональность плана должна сохраняться. Для этого нужно, чтобы факторы варьировались по какому-то генерирующему соотношению. Чаще всего используют перемножение соответствующих столбцов (таблица 2). Столбец x_3 получаем перемножением столбцов первого и второго $x_1 * x_2$.

Таблица 2 - Матрица планирования ДФЭ

№ опыта	$x_1 (Bi^{2+})$	$x_2 (Ni^{2+})$	$x_3 (Zn^{2+})=x_1 * x_2$	y
1.	-1	-1	+1	y_1
2.	+1	-1	-1	y_2
3.	-1	+1	-1	y_3
4.	+1	+1	+1	y_4

4.3 Ортогональный центральный композиционный план

В случаях, когда линейного приближения недостаточно для моделирования изучаемого объекта с требуемой точностью, возникает необходимость перехода от полинома первого порядка к полиному второго порядка. Однако при увеличении количества независимых переменных растет и число уравнений, с помощью которых можно найти значения переменных. Сократить число опытов можно, используя центральные композиционные планы. Эти методы основаны на допущении, что если гипотеза о линейности математической модели, соответствующей исследуемому процессу, в результате анализа экспериментальных данных не подтвердилась, то нет необходимости повторно проводить все эксперименты для получения модели высших порядков. Достаточно добавить несколько специально спланированных точек. Так получается полином второго

порядка. Построение матрицы планирования с использованием ортогонального центрального композиционного плана (ОЦКП) предусматривает проведение только одного опыта, условия которого соответствуют начальным значениям всех учитываемых факторов (в центре плана), т. е. $m_0 = 1$ (m_0 – число опытов в центре плана).

Предположим, что при проведении ПФЭ с тремя варьируемыми параметрами линейная модель получилась неадекватной. Для лучшей визуализации метода, представим куб, каждая из вершин которого содержит экспериментальные точки.

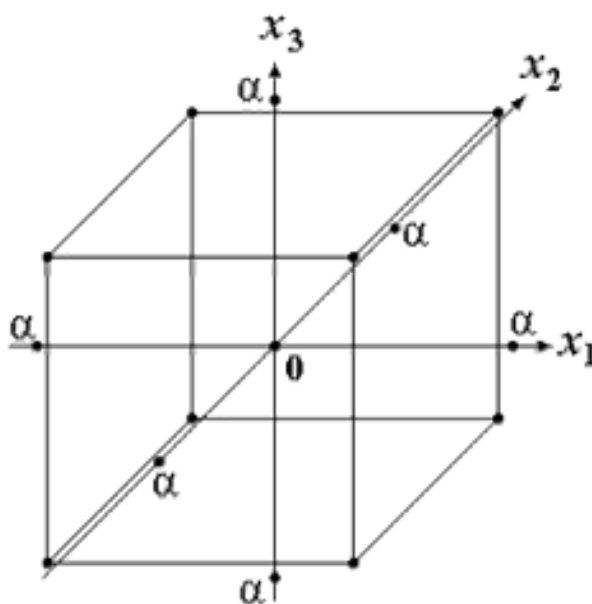


Рисунок 1 – Представление ОЦКП в виде куба для трех факторов

Метод ОЦКП предполагает, что к этим восьми экспериментальным точкам добавляют еще шесть «звездных» точек (нижняя и верхняя граница варьирования фактора). Эти «звездные» точки расположены на расстоянии большем, чем ± 1 (безразмерные величины, принятые в ПФЭ), то есть выходят за пределы куба. Расстояние от центра куба, соответствующее значению всех учитываемых факторов, равно α . Таким образом, в ОЦКП каждый фактор рассматривается на 5 уровнях: $-\alpha$, -1 , 0 , 1 , $+\alpha$.

Таблица 3 - Матрица планирования для ОЦКП (общий вид)

Количество точек	№ опыта	x_1	x_2	x_3	$x_1 x_2$	$x_1 x_3$	$x_2 x_3$	$x_1 x_2 x_3$	$x_4 = x_1^2 - a$	$x_5 = x_2^2 - a$	$x_6 = x_3^2 - a$	y
Точки плана ПФЭ $N_0 = 2^n, 2^3$	1.	-1	-1	-1	+1	+1	+1	-1	1-a	1-a	1-a	y_1
	2.	+1	-1	-1	-1	-1	+1	+1	1-a	1-a	1-a	y_2
	3.	-1	+1	-1	-1	+1	-1	+1	1-a	1-a	1-a	y_3
	4.	+1	+1	-1	+1	-1	-1	-1	1-a	1-a	1-a	y_4
	5.	-1	-1	+1	-1	+1	-1	+1	1-a	1-a	1-a	y_5
	6.	+1	-1	+1	-1	+1	-1	-1	1-a	1-a	1-a	y_6
	7.	-1	+1	+1	-1	-1	+1	-1	1-a	1-a	1-a	y_7
	8.	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	1-a	1-a	1-a	y_8
Звездные точки 2п	9.	$-\alpha$	0	0	0	0	0	0	$\alpha^2 - a$	-a	-a	y_9
	10.	$+\alpha$	0	0	0	0	0	0	$\alpha^2 - a$	-a	-a	y_{10}
	11.	0	$-\alpha$	0	0	0	0	0	-a	$\alpha^2 - a$	-a	y_{11}
	12.	0	$+\alpha$	0	0	0	0	0	-a	$\alpha^2 - a$	-a	y_{12}
	13.	0	0	$-\alpha$	0	0	0	0	-a	-a	$\alpha^2 - a^2$	y_{13}
	14.	0	0	$+\alpha$	0	0	0	0	-a	-a	$\alpha^2 - a$	y_{14}
Нулевая точка p_0	15.	0	0	0	0	0	0	0	-a	-a	-a	y_{15}

Для выполнения условия ортогональности плана необходимо, чтобы сумма элементов любого столбца (кроме нулевого, где значения фактора равно 1), включая столбцы, соответствующие квадратам фактора, была равна нулю. Для этого, члены столбцов, соответствующие квадратам факторов, нужно преобразовать, в противном случае, сумма квадратов факторов не будет равна нулю. Преобразованные элементы отличаются на величину a , которая зависит от числа факторов.

$$x'_{ij} = x_{ij}^2 - a. \quad (2)$$

Тогда, сумму элементов столбца, соответствующего квадратам факторов можно записать как

$$\sum_{j=1}^N x'_{ij} = \sum_{j=1}^N (x_{ij}^2 - a) = \sum_{j=1}^N x_{ij}^2 - N \cdot a = 0. \quad (3)$$

Следовательно,

$$a = \frac{\sum_{j=1}^N x_{ij}^2}{N}. \quad (4)$$

Параметр α определяем из условия ортогональности столбцов x'_4 и x'_5 :

$$\sum_{j=1}^N x'_4 \cdot x'_5 = 0. \quad (5)$$

Из таблицы 3 подставим соответствующие значения для каждого опыта с учетом того, общее число опытов для плана ПФЭ $N_0 = 2^n$, звездные точки $-2n$, нулевая точка $-n_0$, где n – количество факторов.

$$\sum_{j=1}^N x'_4 \cdot x'_5 = N_0(1 - a)^2 - 4a(a^2 - 1) + a^2(2n - 4) + n_0 a^2 = 0. \quad (6)$$

Общее число опытов для ОЦКП равно:

$$N = N_0 + 2n + n_0. \quad (7)$$

Выразим из уравнения (7) n_0 и подставим в уравнение (6).

$$\frac{N_0}{N} - 2 \frac{N_0 + 2a^2}{N} \cdot a + a^2 = 0. \quad (8)$$

Получаем для $j = 1, 2$ или 3

$$a = \frac{\sum_{j=1}^N x_{ij}^2}{N} = \frac{N_0 + 2a^2}{N}. \quad (9)$$

Если (9) подставить в уравнение (8), то получим

$$\frac{N_0}{N} - 2 \cdot a^2 + a^2 = 0. \quad (10)$$

Определяем из (10) выражение для a :

$$a = \sqrt{\frac{N_0}{N}} = \sqrt{\frac{2^n}{2^{n+2} \cdot n + n_0}}; \quad (11)$$

$$\frac{N_0 + 2 \cdot a^2}{N} = a = \sqrt{\frac{N_0}{N}}. \quad (12)$$

Откуда плечо звездных точек:

$$\alpha = \sqrt{\frac{1}{2}(\sqrt{N \cdot N_0} - N_0)} . \quad (13)$$

Рассмотрим ОЦКП для трех факторов. Тогда:

$$N_0 = 2^3 = 8 ;$$

$$N = 8 + 1 \cdot 3 + 1 = 15;$$

$$a = \sqrt{\frac{8}{15}} \approx 0,73;$$

$$\alpha = \sqrt{\frac{1}{2}(\sqrt{15 \cdot 8} - 8)} \approx 1,215;$$

$$1 - a = 1 - 0,73 = 0,27;$$

$$\alpha^2 - a = 1,215^2 - 0,73 = 0,75.$$

Тогда наш план (таблица 3) принимает вид (таблица 4).

Таблица 4 - Матрица ОЦКП для трехфакторного эксперимента

№ ОПЫТ а	X ₀	X ₁	X ₂	X ₃	X ₁ X ₂	X ₁ X ₃	X ₂ X ₃	X ₁ X ₂ X ₃	x ₁ ²	x ₂ ²	x ₃ ³	y
1.	+1	-1	-1	-1	-1	-1	+1	-1	0,27	0,27	0,27	y ₁
2.	+1	+1	-1	-1	-1	-1	+1	+1	0,27	0,27	0,27	y ₂
3.	+1	-1	+1	-1	-1	+1	-1	+1	0,27	0,27	0,27	y ₃
4.	+1	+1	+1	-1	+1	-1	-1	-1	0,27	0,27	0,27	y ₄
5.	+1	-1	-1	+1	-1	+1	-1	+1	0,27	0,27	0,27	y ₅
6.	+1	+1	-1	+1	-1	+1	-1	-1	0,27	0,27	0,27	y ₆
7.	+1	-1	+1	+1	-1	-1	+1	-1	0,27	0,27	0,27	y ₇
8.	+1	+1	+1	+1	+1	+	+1	+1	0,27	0,27	0,27	y ₈
9.	+1	-1,22	0	0	0	0	0	0	0,75	-0,73	-0,73	y ₉
10.	+1	+1,22	0	0	0	0	0	0	0,75	-0,73	-0,73	y ₁₀
11.	+1	0	-1,22	0	0	0	0	0	-0,73	0,75	-0,73	y ₁₁
12.	+1	0	+1,22	0	0	0	0	0	-0,73	0,75	-0,73	y ₁₂
13.	+1	0	0	-1,22	0	0	0	0	-0,73	-0,73	0,75	y ₁₃
14.	+1	0	0	+1,22	0	0	0	0	-0,73	-0,73	0,75	y ₁₄
15.	+1	0	0	0	0	0	0	0	-0,73	-0,73	-0,73	y ₁₅
Σx _i ²	15	10,9768	10,9768	10,9768	8	8	8	8	4,3727	4,3727	4,3727	

Как видим, условие ортогональности выполняется. Однако, сумма квадратов факторов для разных столбцов в ОЦКП не является одинаковой (В ПФ она одинакова).

4.4 Составление плана модельных растворов согласно матрице планирования

Для приготовления модельных растворов соответственно матрицам планирования (табл. 1, 2, 4) определяем состав раствора. Для этого выбираем интервал варьирования и начальный уровень для каждого компонента приготавливаемого модельного раствора. Эти характеристики выбираем произвольно.

Например, при исследовании влияния Bi^{+3} , Ni^{+2} , Zn^{+2} на определение Pb^{+2} , мы можем выбрать характеристики, приведенные в таблице 5.

Таблица 5 - Основные характеристики эксперимента

Характеристика	$x_1 (\text{Bi}^{2+})$	$x_2 (\text{Ni}^{2+})$	$x_3 (\text{Zn}^{2+})_2$
Основной уровень, мг/л	0,0105	0,00225	0,00225
Интервал варьирования, мг/л	0,0035	0,00075	0,00075
Нижний уровень, мг/л	0,0070	0,00150	0,00150
Верхний уровень, мг/л	0,0140	0,00300	0,00300

Используя данные таблицы 5, зададимся условиями для проведения ПФЭ и ДФЭ. При этом концентрации компонентов (значения величин уровней варьирования факторов) одинаковы для каждой матрицы. Условия представлены в таблицах 6 и 7.

Таблица 6 - Состав модельных растворов для проведения ПФЭ
для варьирования трех факторов

№ опыта	$x_0 (Pb^{2+})$	$x_1 (Bi^{2+})$	$x_2 (Ni^{2+})$	$x_3 (Zn^{2+})$	y
1.	0,0030	0,007	0,0015	0,0015	y_1
2.	0,0030	0,014	0,0015	0,0015	y_2
3.	0,0030	0,007	0,003	0,0015	y_3
4.	0,0030	0,014	0,003	0,0015	y_4
5.	0,0030	0,007	0,0015	0,003	y_5
6.	0,0030	0,014	0,0015	0,003	y_6
7.	0,0030	0,007	0,003	0,003	y_7
8.	0,0030	0,014	0,003	0,003	y_8

Таблица 7 - Состав модельных растворов для проведения ДФЭ

№ опыта	$x_0 (Pb^{2+})$	$x_1 (Bi^{2+})$	$x_2 (Ni^{2+})$	$x_3 (Zn^{2+})$	y
1.	0,0030	0,007	0,0015	0,0030	y_1
2.	0,0030	0,014	0,0015	0,0015	y_2
3.	0,0030	0,007	0,0030	0,0015	y_3
4.	0,0030	0,014	0,0030	0,0030	y_4

Для составления ОЦКП эксперимента будем использовать величины факторов влияния (концентрации влияющих компонентов) из таблицы 5. Преобразованная матрица ОЦКП со значениями фактором варьирования представлена в таблице 8. Поскольку мы не можем приготовить растворы типа $x_1 \cdot x_2$ и $x_1 \cdot x_2 \cdot x_3$, то эти столбцы обнуляем. Эта часть плана ОЦКП соответствует плану ПФЭ, описанному ранее. Например, при исследовании влияния Bi^{+3} , Ni^{+2} , Zn^{+2} а определение Pb^{+2} , концентрация Pb^{+2} постоянна, это фактор x_0 , его концентрация в каждом модельном растворе будет 0,003г/л. Тогда состав проб соответствует приведенному в таблице 8.

Таблица 8 - Состав модельных растворов для проведения ОЦКП

№ опыта	x_0	x_1	x_2	x_3	y
1.	0,0030	0,0007	0,0015	0,0015	y_1
2.	0,0030	0,0014	0,0015	0,0015	y_2
3.	0,0030	0,0007	0,0030	0,0015	y_3
4.	0,0030	0,0014	0,0030	0,0015	y_4
5.	0,0030	0,0007	0,0015	0,0030	y_5
6.	0,0030	0,0014	0,0015	0,0030	y_6
7.	0,0030	0,0007	0,0030	0,0030	y_7
8.	0,0030	0,0014	0,0030	0,0030	y_8
9.	0,0030	0,000854	0	0	y_9
10.	0,0030	0,001708	0	0	y_{10}
11.	0,0030	0	0,00183	0	y_{11}
12.	0,0030	0	0,00366	0	y_{12}
13.	0,0030	0	0	0,00183	y_{13}
14.	0,0030	0	0	0,00366	y_{14}
15.	0,0030	0	0	0	y_{15}

На основании данных таблиц 6-8 проводим планирование последовательности проводимых опытов для исследования влияния концентрации Bi^{3+} , Ni^{2+} , Zn^{2+} на определение ионов Pb^{2+} в сточных водах. Для снижения систематической погрешности используем рандомизацию. Т.е. запланированные опыты будем проводить в случайной последовательности. Для рандомизации эксперимента воспользуемся специальной таблицей случайных чисел, фрагмент которой приведен в таблице 9.

Таблица 9 - Фрагмент таблицы случайных чисел

1	2	3	4	5	6	7	8	9
1534	7106	2836	7873	5574	7545	7590	5573	1203
6128	8993	4102	2551	0303	2358	6427	7067	9325
6047	8566	8644	9343	9237	6175	3500	8754	2913
0806	5201	5705	7355	1448	9562	7514	9205	0402
9915	8274	4525	5695	5725	9640	7172	6988	0227
2882	7158	4341	5786	1178	1173	0670	0820	3463
9213	1223	4388	9760	6691	6861	8214	8813	0611
8410	9836	3899	3683	1253	1683	6988	9979	8026
9974	2362	2103	4326	3825	9079	6187	2721	1489

Таким образом, для ПФЭ, в котором параллельно проводится три серии по 8 опытов, рандомизация даст следующий порядок измерения приготовленных проб, содержащих одинаковую концентрацию Pb^{2+} , а

концентрацию Bi^{3+} , Ni^{2+} , Zn^{2+} сообразно приведенным значениям в таблицах 6-8.

Таблица 10 – Порядок реализация ПФЭ с учетом рандомизации измерений (без учета постоянной составляющей Pb^{2+} в каждой пробе)

№ п/п	План эксперимента						Результат					
	$x_1 (\text{Bi}^{2+})$		$x_2 (\text{Ni}^{2+})$		$x_3 (\text{Zn}^{2+})$		Оптическая плотность					
	Код	Значение	Код	Значение	Код	Значение	№ пор.	Значение	№ пор.	Значение	№ пор.	Значение
1.	-1	0,007	-1	0,0015	-1	0,0015	15		1		14	
2.	+1	0,014	-1	0,0015	-1	0,0015	3		5		11	
3.	-1	0,007	+1	0,003	-1	0,0015	4		2		17	
4.	+1	0,014	+1	0,003	-1	0,0015	6		21		16	
5.	-1	0,007	-1	0,0015	+1	0,003	12		10		18	
6.	+1	0,014	-1	0,0015	+1	0,003	8		20		13	
7.	-1	0,007	+1	0,003	+1	0,003	7		22		19	
8.	+1	0,014	+1	0,003	+1	0,003	9		23		24	

Следует заметить, что при рандомизации с использованием таблицы случайных чисел, не обязательно последовательность выполнения опытов может быть только такой, которая представлена в таблице 10. Смысл таблицы – подобрать случайный, неповторяющийся порядок. В первой строке первого столбца стоит число 1534. У нас 24 опыта (8 опытов по 3 параллельных). Мы можем взять числа 15, 3, 4 или 1, 5, 3, 4.

Таблица 11 - Порядок реализация ДФЭ с учетом рандомизации измерений (без учета постоянной составляющей Pb^{2+} в каждой пробе)

№ п/п	План эксперимента						Результат Pb^{2+}					
	$x_1 (\text{Bi}^{2+})$		$x_2 (\text{Ni}^{2+})$		$x_3 (\text{Zn}^{2+})$		Концентрации					
	Код	Значение	Код	Значение	Код	Значение	№ пор.	Значение	№ пор.	Значение	№ пор.	Значение
1.	-	0,007	-	0,0015	+	0,003	1		6		9	
2.	+	0,014	-	0,0015	-	0,0015	5		12		2	
3.	-	0,007	+	0,003	-	0,0015	3		8		10	
4.	+	0,014	+	0,003	+	0,003	4		7		11	

Таблица 12 - Порядок реализация ОЦКП с учетом рандомизации измерений (без учета постоянной составляющей Pb^{2+} в каждой пробе)

	План эксперимента						Результат					
	$x_1 (Bi^{2+})$		$x_2 (Ni^{2+})$		$x_3 (Zn^{2+})$		Концентрации Pb^{2+}					
№ п/п	Код	Значение	Код	Значение	Код	Значение	№ пор.	Значение	№ пор.	Значение	№ пор.	Значение
1.	-1	0,0007	-1	0,0015	-1	0,0015	1		22		35	
2	+1	0,0014	-1	0,0015	-1	0,0015	5		36		29	
3	-1	0,0007	+1	0,0030	-1	0,0015	3		23		34	
4	+1	0,0014	+1	0,0030	-1	0,0015	4		28		26	
5	-1	0,0007	-1	0,0015	+1	0,0030	6		41		14	
6	+1	0,0014	-1	0,0015	+1	0,0030	12		45		18	
7	-1	0,0007	+1	0,0030	+1	0,0030	8		25		19	
8	+1	0,0014	+1	0,0030	+1	0,0030	7		43		24	
9	-1,22	0,000854	0	0	0	0	9		21		26	
10	+1,22	0,001708	0	0	0	0	15		26		31	
11	0	0	-1,22	0,00183	0	0	2		30		32	
12	0	0	+1,22	0,00366	0	0	13		11		33	
13	0	0	0	0	-1,22	0,00183	10		17		34	
14	0	0	0	0	+1,22	0,00366	20		40		42	
15	0	0	0	0	0	0	27		16		44	

Таким образом мы формируем состав исследуемых проб и определяем порядок проведения измерений.

4.5 Расчет концентраций

Здесь приводятся расчеты концентраций реагентов, которые определены нашей методикой для нахождения концентрации анализируемого вещества. Например, при определении влияния Bi^{3+} , Ni^{2+} , Zn^{2+} на определение ионов Pb^{2+} , мы описываем методики определения ионов Pb^{2+} . На основании матриц планирования ПЭФ, ДФЭ, ОЦКП определяем количество реагентов и посуды. При описании оборудования, обязательно указывается класс точности. Это влияет на результаты исследования.

При описании используемых реагентов указывается их чистота (о.с.ч., ч.д.а и т.п.). Если реактивы, из которых будут готовиться растворы, старые,

или вызывают сомнение в вопросе чистоты, то следует их очистить. Чаще используется перекристаллизация. Способ очистки и его результаты также приводятся в работе в главе «Разработка методики экспериментального исследования».

Для проведения экспериментального исследования будем использовать модель исследуемой среды, для того чтобы исключить влияние факторов, неучтенных в методике и снизить погрешность измерения. Для этого необходимо приготовить ряд растворов. Все растворы будем готовить разбавлением. Концентрации исходных растворов выбираем исходя из двух условий: возможность взвесить навеску на аналитических весах (масса не должна быть меньше 0,0001 г) и концентрация компонента в аликвоте, переносимой в анализируемый раствор не должна значительно превосходить свое реальное содержание и содержание исследуемого катиона в анализируемой технологической среде (питьевая вода, сточная вода, вода 1 контура АЭУ и т.п.). Как правило, навеска в пределах 0,5 г – 5 г. Исследуемая концентрация либо в пределах ПДК по компонентам, либо сопоставимая между собой. Этот выбор отражается в выводах и параметрах полученных моделей (ПФЭ,ДФЭ, ОЦКП).

Кроме того, здесь же приводятся расчеты концентраций реагентов, которые указаны в методике для нахождения концентраций анализируемого вещества. При подборе методики учитываем диапазон планируемых измерений.

Например, для исследования влияния ионов Bi^{3+} , Ni^{2+} , Zn^{2+} на определение ионов Pb^{2+} в сточных водах будет используем фотометрический метод с дитизоном. При определении ионов двухвалентного свинца диапазон измерений составляет 0,002 до 0,03 мг/дм³.

4.5.1 Расчет концентрации раствора, содержащего Pb^{2+}

Например, в анализируемой пробе концентрация Pb^{2+} в воде равна 0,05 мг/л. Рассчитаем концентрацию исходного раствора и навеску

соединения, содержащего Pb^{2+} . Принимаем объем колбы для приготовления исходного раствора равной 100 мл, объем аликвоты для каждого этапа разбавления 10 мл. Аликвоту отбираем пипеткой Мора. Учитывая первое условие, указанное выше, мы понимаем, что разбавление необходимо проводить несколько раз (рис. 2).

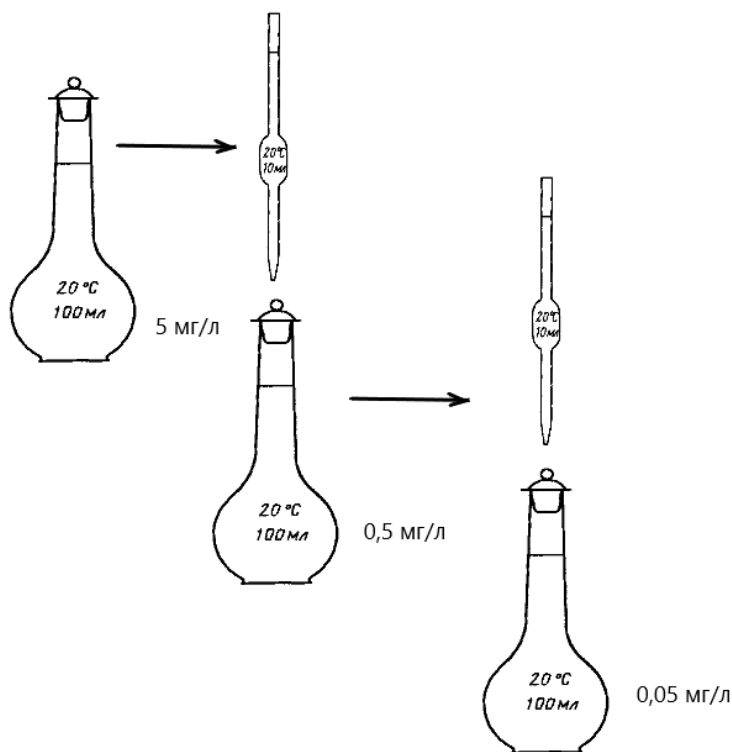


Рисунок 2 – Приготовление заданной концентрации разбавлением

Итак, нам нужно, чтобы после добавления всех реагентов и доведения до метки мерной колбы на 100 мл искомый раствор было 0, 05 мг/л (см. рис. 2). Для приготовления раствора такой концентрации для Pb^{+2} (0,05 мг=0,00005г) на в 1 л раствора:

0,00005 г – в 1000 мл раствора

X г – в 100 мл раствора.

X=0,000005 г

Если готовим из соли $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$, то

207 г (Pb^{+2}) – в 325 г ($\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$)

0,000005 г (Pb^{+2}) – в x г ($\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$)

$X=0,00000785$ г.

Это достаточно маленькая навеска.

Определим общее количество анализируемых проб, которые будут содержать 0,05 мг/л Pb^{+2} . Так, если проводим 3-х факторный ПФЭ, то количество проб составляет 8, с учетом проведения параллельных проб – 16. Следовательно, нам необходимо будет отобрать пипеткой Мора на 10мл 160 мл. Наименьшая мерная колба, которая вместит этот объем – 200 мл. Определим концентрацию Pb^{+2} в этой мерной колбе.

$C_0=0,05$ мг/л Pb^{+2} или 0,00000785 г $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$,

$C_1=0,05*200/10=1$ мг/л Pb^{+2} или 0,000157 г $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$,

$C_2=1*100/10=10$ мг/л Pb^{+2} или 0,00157 г $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$,

$C_3=10*100/10=100$ мг/л Pb^{+2} или 0,0157 г $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$,

$C_4=100*100/10=1000$ мг/л Pb^{+2} или 0,157 г $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$,

$C_5=1000*100/10=10000$ мг/л Pb^{+2} или 1,570 г $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$.

Итого, получается 4 разбавления, 400 мл раствора.

Можно использовать колбы на 200 или 250 мл. Тогда:

$C_0=0,05$ мг/л Pb^{+2} или 0,00000785 г $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$,

$C_1=0,05*200/10=1$ мг/л Pb^{+2} или 0,000157 г $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$,

$C_2=1*250/10=25$ мг/л Pb^{+2} или 0,003925 г $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$,

$C_3=25*250/10=625$ мг/л Pb^{+2} или 0,098125 г $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$,

$C_4=625*100/10=1000$ мг/л Pb^{+2} или 0,98125 г $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$.

Итого, получается 3 разбавления, 800 мл раствора.

Целесообразнее использовать первый вариант приготовления – 4 разбавления и 400 мл раствора.

Навеску 1,5 г $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ растворяем в мерной колбе на 100 мл (C_4), затем отбираем пипеткой Мора 10 мл, переносим в колбу на 100 мл (C_3), так же готовим (C_2), отбираем пипеткой Мора 10 мл, переносим в колбу на

200 мл (C_1). Из мерной колбы на 200 мл отбираем раствор пипеткой Мора на 10 мл и переносим в мерные колбы на 100 мл, куда добавляем соответствующие реагенты согласно методике эксперимента.

По такому же принципу рассчитываем концентрация других компонентов. Значения приготавливаемых концентраций определяем исходя из состава модельных растворов, который формируем, опираясь на соответствующие матрицы планирования.

4.5.2 Алгоритм расчета концентраций

Алгоритм расчета концентраций можно представить следующими этапами:

1. Определяем концентрацию катиона и навеску соответствующей ему соли в конечном растворе (куда добавляем реагенты, согласно методике).
2. Определяем в соответствии с матрицей планирования количество проб, в которых будет конечная концентрация катиона (C_0). Умножаем на количество параллельных проб (2 или 3).
3. Определяем необходимый объем раствора, из которого будем отбирать пипеткой Мора на 10 мл раствор C_1 для при приготовления раствора C_0 . Определяем навеску соли, необходимой для его приготовления.
4. Если навеска в пределах 0,5 г – 5 г, то готовим раствор.
5. Если навеска менее 0,5 г – 5 г, то пересчитываем C_2 , C_3 и т., до тех пор, пока навеска соли не будет в пределах 0,5 г – 5 г.

5 ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ ВЫПОЛНЕНИИ РАБОТЫ

Так как в данной работе используются электрические приборы, стеклянная посуда, кислоты, токсические вещества, а также нагретые растворы, необходимо строго соблюдать правила техники безопасности при работе с ними.

Данная работы выполняется в соответствии с условиями безопасности проведения работ, которые основаны на:

- Требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.
- Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019.
- Организация обучения работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004.
- Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004
- Иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

Там образом, перед проведением лабораторных исследований необходимо убедиться, что помещение для анализа удовлетворяет требованиям, описанным далее. Помещение химической лаборатории должно быть просторным и светлым. Лаборатория должна быть снабжена необходимыми приборами и оборудованием. В каждой лаборатории должна быть хорошая вентиляция, необходимо наличие вытяжного шкафа, в котором проводят работы с использованием токсичных или ядовитых соединений. В специальных вытяжных шкафах хранят легколетучие, вредные, дурно пахнущие и легковоспламеняющиеся вещества (кислоты и щелочи, органические жидкости и др.). В лаборатории также необходимы водопровод, канализация, проводка электрического тока. Лаборатория должна иметь установку для дистилляции воды, так как все опыты нужно проводить только с использованием дистиллированной воды. Кроме рабочих столов в лаборатории должны быть шкафу для хранения посуды и реактивов, приборные столы для установки различных приборов. При проведении исследований необходимо соблюдать правила, представленные ниже.

1. Работа должна быть предварительно спланирована студентов и одобрена преподавателем.

2. На лабораторном столе во время работы не должно быть посторонних предметов.

3. В лаборатории следует работать в хлопчатобумажном халате, волосы должны быть убраны.

4. Строго запрещается в лаборатории принимать пищу.

5. До и после выполнения работы необходимо вымыть руки.

6. Работать нужно аккуратно, результат опыта зависит от чистоты проведения эксперимента.

7. Все опыты с ядовитыми и пахучими веществами выполнять в вытяжном шкафу.

8. Химические реактивы брать только шпателем, пинцетом или ложечкой (не руками!).

9. Неизрасходованные реактивы не высыпать и не выливать обратно в те сосуды, откуда они были взяты.

10. Работу с твердыми щелочами проводить только в защитных очках и перчатках.

11. Жидкости переливать через химические воронки. Склянку, из которой переливают жидкость, необходимо держать этикеткой к руке во избежание её порчи.

12. Нельзя наклоняться над сосудом, в котором происходит нагревание или кипячение жидкости.

13. При разбавлении концентрированных кислот и щелочей небольшими порциями приливать кислоту (или концентрированный раствор щелочи) в воду, а не наоборот.

14. Опасные продукты реакции сливать только в соответствующие склянки в вытяжном шкафу.

15. Отбор растворов в пипетку производить только с помощью груши.

16. Избегать попадания растворов в кюветное отделение прибора, а также на поверхность стола, на котором он стоит.

17. Не трогать электроприборы мокрыми руками.

18. Перед началом работы осмотреть электроприборы на наличие неисправностей, оголенных проводов.

19. Перед началом работы с электроприборами ознакомиться с местами расположения средств пожаротушения электрических приборов.

20. Перед началом работы с концентрированными щелочами и кислотами ознакомиться с методами их нейтрализации при попадании на кожные покровы, в глаза, а также рабочие поверхности.

Кроме того, в главе, посвященной безопасности работы в химической лаборатории, следует указать меры безопасности с отдельными группами веществ, если таковые используются согласно методике эксперимента.

6 РЕЗУЛЬТАТЫ ВЫПОЛНЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОГО ИССЛЕДОВАНИЯ

На основании матриц планирования для ПФЭ, ДФЭ и ОЦКП проводим измерение оптических плотностей анализируемых проб (если используем фотоколориметрический метод анализа). Полученные результаты вносим в соответствующие таблицы. На основании этих данных произведем составление математической модели (уравнения регрессии), описывающего влияние концентрации Bi^{3+} , Ni^{2+} , Zn^{2+} на определение ионов Pb^{2+} в сточных водах с учетом погрешностей измерения.

При выполнении работы следует помнить, что точность расчетных значений связана только с методом измерений, точностью приборов. Если на приборе определяем 2 знака после запятой, то в расчетах допустимо не более 3-4 знаков после запятой (в зависимости от погрешности формулы расчета).

6.1 Результаты проведения полного факторного эксперимента

Например, исследуем влияние концентрации Bi^{3+} , Ni^{2+} , Zn^{2+} на определение ионов Pb^{2+} фотоколориметрическим методом. Приготовили

модельные растворы, определили их оптические плотности, результаты изменений занесли в таблицу 13.

Таблица 13 - Результаты измерений в соответствии планом ПФЭ

План эксперимента									Результат определения оптической плотности						
№ п/п	x_0 (Pb^{2+})		x_1 (Bi^{2+})		x_2 (Ni^{2+})		x_3 (Zn^{2+})		№ пор.	Значение	№ пор.	Значение	№ пор.	Значение	Среднее значение
	Код	Значение	Код	Значение	Код	Значение	Код	Значение							
1	+1	0,05	-1	0,007	-1	0,0015	-1	0,0015	15	0,4617	1	0,4617	21	0,4617	0,4617
2	+1	0,05	+1	0,014	-1	0,0015	-1	0,0015	3	0,4620	5	0,4621	14	0,4621	0,4621
3	+1	0,05	-1	0,007	+1	0,003	-1	0,0015	4	0,4618	2	0,4628	11	0,4628	0,4625
4	+1	0,05	+1	0,014	+1	0,003	-1	0,0015	6	0,4621	13	0,4619	17	0,4619	0,4620
5	+1	0,05	-1	0,007	-1	0,0015	+1	0,003	12	0,4617	10	0,4587	16	0,4587	0,4597
6	+1	0,05	+1	0,014	-1	0,0015	+1	0,003	8	0,4621	20	0,4641	18	0,4641	0,4634
7	+1	0,05	-1	0,007	+1	0,003	+1	0,003	7	0,4618	22	0,4616	24	0,4616	0,4617
8	+1	0,05	+1	0,014	+1	0,003	+1	0,003	9	0,4621	23	0,4618	19	0,4618	0,4619

1. Рассчитаем коэффициенты регрессии на основании данных таблицы 13.

Коэффициенты полинома рассчитываются по формуле 14, где в качестве x_i берем кодированные значения (коды) соответствующих столбцов для

$$b_i = \frac{\sum x_i * y_i}{\sum x_i^2}; \quad (14)$$

$$b_0 = \frac{0,4617 + 0,4621 + 0,4625 + 0,4620 + 0,4597 + 0,4634 + 0,4617 + 0,4619}{8} = 0,4619$$

$$b_1 = \frac{-0,4617 + 0,4621 - 0,4625 + 0,4620 - 0,4597 + 0,4634 - 0,4617 + 0,4619}{8} = 0,0005$$

$$b_2 = \frac{-0,4617 - 0,4621 + 0,4625 + 0,4620 - 0,4597 - 0,4634 + 0,4617 + 0,4619}{8} = -0,0001$$

$$b_3 = \frac{-0,4617 - 0,46211 - 0,4625 - 0,4620 + 0,4597 + 0,4634 + 0,4617 + 0,4619}{8} = -0,0002$$

2. Составим уравнение регрессии для данной модели, используя формулу (1). Поскольку значения $b_1 - b_3$ пренебрежимо малы, то ограничимся только линейной составляющей, взаимовлияние факторов оценивать не имеет смысла:

$$y = b_0 + b_1 \cdot x_1 + b_2 \cdot x_2 + b_3 \cdot x_3 . \quad (15)$$

3. Расчет дисперсии воспроизводимости произведем по формуле 16:

$$s_y^2 = \frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N s_j^2 , \quad (16)$$

где N – число серий опытов;

s_j^2 – оценка дисперсий для каждого параллельного опыта, рассчитывается по формуле (16):

$$s_j^2 = \frac{1}{k-1} \sum_{i=1}^k (y_{ij} - \bar{y}_j)^2 , \quad (17)$$

где y_{ji} – значение фактора варьирования;

$\bar{y}_j$ – среднее значение фактора варьирования;

k – число параллельных опытов.

Определим оценку дисперсии используя формулу (16):

$$s_{j1}^2 = \frac{1}{3-1} [(0,4617 - 0,4617)^2 + (0,4617 - 0,4617)^2 + (0,4617 - 0,4617)^2] = 0$$

$$s_{j2}^2 = \frac{1}{3-1} [(0,4620 - 0,4621)^2 + (0,4621 - 0,4621)^2 + (0,4621 - 0,4621)^2] = 3,33 \cdot 10^{-9}$$

$$s_{j3}^2 = \frac{1}{3-1} [(0,4618 - 0,4625)^2 + (0,4628 - 0,4625)^2 + (0,4625 - 0,4625)^2] \\ = 3,33 \cdot 10^{-7}$$

$$s_{j4}^2 = \frac{1}{3-1} [(0,4621 - 0,4620)^2 + (0,4619 - 0,4620)^2 + (0,4619 - 0,4620)^2] \\ = 1,33 \cdot 10^{-8}$$

$$s_{j5}^2 = \frac{1}{3-1} [(0,4617 - 0,4597)^2 + (0,4587 - 0,4597)^2 + (0,4587 - 0,4597)^2] \\ = 3 \cdot 10^{-6}$$

$$s_{j6}^2 = \frac{1}{3-1} [(0,4621 - 0,04634)^2 + (0,4641 - 0,4634)^2 + (0,4641 - 0,4634)^2] \\ = 3,33 \cdot 10^{-6}$$

$$s_{j7}^2 = \frac{1}{3-1} [(0,4618 - 0,4617)^2 + (0,4618 - 0,4617)^2 + (0,4618 - 0,4617)^2] \\ = 3,33 \cdot 10^{-8}$$

$$s_{j8}^2 = \frac{1}{3-1} [(0,4621 - 0,4619)^2 + (0,4618 - 0,4619)^2 + (0,4618 - 0,4619)^2] \\ = 3 \cdot 10^{-8}$$

По рассчитанным значениям определим дисперсию воспроизводимости по формуле (16):

$$s_y^2 = \frac{1}{8-1} (0 + 3,33 \cdot 10^{-9} + 3,33 \cdot 10^{-7} + 1,33 \cdot 10^{-8} + 3 \cdot 10^{-6} + 3,33 \cdot 10^{-6} + 3,33 \cdot 10^{-8} + 3 \cdot 10^{-8}) = 6,75 \cdot 10^{-7}$$

4. Рассчитаем оценку дисперсии среднего значения:

$$s_{\bar{y}}^2 = \frac{s_y^2}{k};$$

$$s_{\bar{y}}^2 = \frac{6,75 \cdot 10^{-7}}{3} = 2,25 \cdot 10^{-7}. \quad (18)$$

5. Рассчитаем ошибку в определении коэффициентов регрессии по формуле

$$s = \sqrt{\frac{s_{\bar{y}}^2}{N}}; \quad (19)$$

$$s = \sqrt{\frac{2,25 \cdot 10^{-7}}{8}} = 1,68 \cdot 10^{-4}.$$

6. Оценка значимости коэффициентов в уравнении регрессии

Для оценки значимости коэффициентов в уравнении (5) сначала необходимо определить значение коэффициента Стьюдента по специальной таблице (таблица 14), учитывая, что доверительная вероятность $P = 0,95$ и число степеней свободы равно 7 (8 опытов -1).

Таблица 14 - Граничные значения t-критерия Стьюдента

Число степеней свободы v	Доверительная вероятность		
	P=0,95	P=0,99	P=0,999
1	12,706	63,657	636,619
2	4,303	9,925	31,598
3	3,182	5,841	12,941
4	2,776	4,604	8,610
5	2,571	4,032	6,859
6	2,447	3,707	5,959
7	2,365	3,499	5,405
8	2,306	3,355	5,041
9	2,262	3,250	4,781
10	2,228	3,169	4,587
11	2,201	3,106	4,487
12	2,179	3,055	4,318

Тогда значение коэффициента Стьюдента равно $t = 2,365$. Далее рассчитаем величину доверительного интервала:

$$S_{bt} = t \cdot s ; \quad (20)$$

$$S_{bt} = 2,365 \cdot 1,68 \cdot 10^{-4} = 4 \cdot 10^{-4}.$$

Определим значимость коэффициентов регрессии, сравнивая их модуль со значением, полученным по формуле 10:

$$|b_0| = 0,4619 > 4 \cdot 10^{-4} \text{ значим}$$

$$|b_1| = 5 \cdot 10^{-4} > 4 \cdot 10^{-4} \text{ значим}$$

$$|b_2| = 1 \cdot 10^{-4} < 4 \cdot 10^{-4} \text{ не значим}$$

$$|b_0| = 2 \cdot 10^{-4} < 4 \cdot 10^{-4} \text{ не значим}$$

Таким образом, из четырех коэффициентов значимыми являются два. Тогда уравнение 5 примет вид

$$y = 0,4619 + 5 \cdot 10^{-4} x_1. \quad (21)$$

7. Оценка адекватности уравнения регрессии

Для выполнения проверки уравнения регрессии на адекватность найдем расчетные значения функции отклика. Для этого подставим в уравнение (21) значение безразмерного символа (кода) в соответствии с матрицей планирования (таблица 13):

$$y_1^p = 0,4619 + 5 \cdot 10^{-4} \cdot (-1) = 0,4614$$

$$y_2^p = 0,4691 + 5 \cdot 10^{-4} \cdot (+1) = 0,4623$$

$$y_3^p = 0,4619 + 5 \cdot 10^{-4} \cdot (-1) = 0,4614$$

$$y_4^p = 0,4619 + 5 \cdot 10^{-4} \cdot (+1) = 0,4623$$

$$y_5^p = 0,4619 + 5 \cdot 10^{-4} \cdot (-1) = 0,4614$$

$$y_6^p = 0,4619 + 5 \cdot 10^{-4} \cdot (+1) = 0,4623$$

$$y_7^p = 0,4619 + 5 \cdot 10^{-4} \cdot (-1) = 0,4614$$

$$y_8^p = 0,4619 + 5 \cdot 10^{-4} \cdot (+1) = 0,4623$$

Строим диаграмму, на которой показаны практические и расчетные значения оптической плотности.

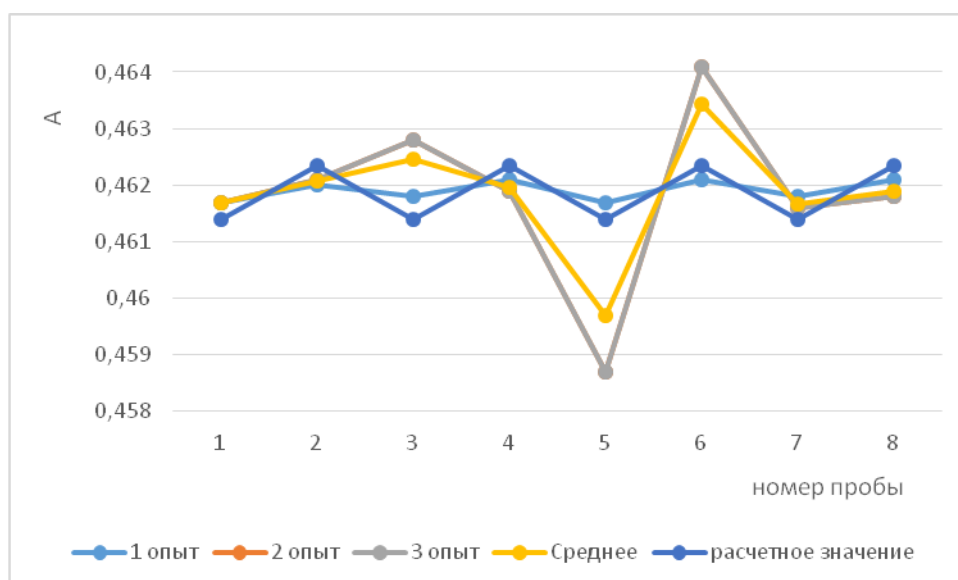


Рисунок 3 – Диаграмма практических и расчетных значений оптической плотности анализируемых проб

Как видно на рисунке 3, расчетные и практические в большинстве точек совпадают. Особенно четко прослеживается совпадение расчетных значений и результатов первой пробы. Максимальное отклонение составляет 0,4 %, минимальное - 0,07 %.

8. Проверка дисперсии адекватности

Определим данную величину по формуле

$$s_{ад}^2 = \frac{1}{N-B} \sum_{j=1}^N (\bar{y}_j - y_j^P)^2 \quad (22)$$

где В - число коэффициентов регрессии искомого уравнения, включая и свободный член.

$$s_{ад}^2 = \frac{1}{8-2} [(0,4617 - 0,4614)^2 + (0,4621 - 0,4623)^2 + (0,4625 - 0,4614)^2 + (0,4620 - 0,4623)^2 + (0,4597 - 0,4614)^2 + (0,4634 - 0,4623)^2 + (0,4617 - 0,4614)^2 + (0,4619 - 0,4623)^2] = 0,000001$$

Определение расчетного значения критерия Фишера проводят по разным формулам. Мы возьмем за основы дисперсии адекватности и воспроизводимости:

$$F_{\text{расч}} = \frac{\max(s_{\text{ад}}^2, s_y^2)}{\min(s_{\text{ад}}^2, s_y^2)}; \quad (23)$$

$$s_{\text{ад}}^2 = 0,000001 = 10 \cdot 10^{-7}, \quad s_y^2 = 6,75 \cdot 10^{-7},$$

или

$$F_{\text{расч}} = \frac{s_{\text{ост}}^2}{s_y^2};$$

$$F_{\text{расч}} = \frac{10 \cdot 10^{-7}}{6,75 \cdot 10^{-7}} = 1,429.$$

При вычислении по приведенной формуле в числителе указывается большая, а в знаменателе – меньшая из оценок дисперсии.

Фактическое значение F-критерия (23) сравнивается с табличным при уровне значимости α и числе степеней свободы k_1 – объясненной дисперсии (количество объясняющих переменных) и k_2 – необъясненной дисперсии; $k_2 = N - m - 1$ (N – количество экспериментальных точек, m – количество объясняющих переменных).

Для нашей модели (21)

$$y = 0,4619 + 5 \cdot 10^{-4} x_1$$

$k_1 = 1$ (одна переменная x_1),

$k_2 = 24 - 1 - 1 = 22$. (24 экспериментальных точки, 1 переменная x_1).

k_1 - число степеней свободы большей дисперсии, k_2 - число степеней свободы меньшей дисперсии.

Полученное уравнение регрессии адекватно описывает результаты эксперимента, если выполняется условие $F_{\text{расч}} < F_{\text{табл}}$. В противном случае следует провести эксперимент и уменьшить интервал варьирования.

Для определения критерия Фишера вначале определяем уровень значимости (0.1, 0.05 или 0.02). Если значений в таблице не указано, то можно проэкстраполировать.

Для $\alpha=0,10$ табличное значение критерия Фишера 6249,3. $F_{\text{расч}} < F_{\text{табл}}$.

Для $\alpha=0,05$ табличное значение критерия Фишера 248,183. $F_{\text{расч}} < F_{\text{табл}}$.

Для $\alpha=0,02$ табличное значение критерия Фишера 1557,02. $F_{\text{расч}} < F_{\text{табл}}$.

Как правило, рассматривает уровень значимости 5 % (как и при определении значимости коэффициентов уравнения регрессии с использованием критерия Стьюдента). Таким образом, при различных уровнях значимости (0,10; 0,05; 0,02) полученное уравнение (212) адекватно описывает результаты эксперимента.

Значения критерия Фишера (F-критерия) для уровня значимости $q = 1\%$

v_1 – число степеней свободы большей дисперсии; v_2 – число степеней свободы меньшей дисперсии

v_2	v_1											
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	15	20
1	4052,2	4999,5	5403,4	5624,6	5763,6	5859,0	5928,4	5981,1	6022,5	6055,8	6157,3	6208,7
2	98,50	99,00	99,17	99,25	99,30	99,33	99,36	99,37	99,39	99,40	99,43	99,45
3	34,12	30,82	29,46	28,71	28,24	27,91	27,67	27,49	27,35	27,23	26,87	26,69
4	21,20	18,00	16,69	15,98	15,52	15,21	14,98	14,80	14,66	14,55	14,20	14,02
5	16,26	13,27	12,06	11,39	10,97	10,67	10,46	10,29	10,16	10,05	9,72	9,55
6	13,75	10,92	9,78	9,15	8,75	8,47	8,26	8,10	7,98	7,87	7,56	7,40
7	12,25	9,55	8,45	7,85	7,46	7,19	6,99	6,84	6,72	6,62	6,31	6,16
8	11,26	8,65	7,59	7,01	6,63	6,37	6,18	6,03	5,91	5,81	5,52	5,36
9	10,56	8,02	6,99	6,42	6,06	5,80	5,61	5,47	5,35	5,26	4,96	4,81
10	10,04	7,56	6,55	5,99	5,64	5,39	5,20	5,06	4,94	4,85	4,56	4,41
11	9,65	7,21	6,22	5,67	5,32	5,07	4,89	4,74	4,63	4,54	4,25	4,10
12	9,33	6,93	5,95	5,41	5,06	4,82	4,64	4,50	4,39	4,30	4,01	3,86
13	9,07	6,70	5,74	5,21	4,86	4,62	4,44	4,30	4,19	4,10	3,82	3,66
14	8,86	6,51	5,56	5,04	4,69	4,46	4,28	4,14	4,03	3,94	3,66	3,51
15	8,68	6,36	5,42	4,89	4,56	4,32	4,14	4,00	3,89	3,80	3,52	3,37
16	8,53	6,23	5,29	4,77	4,44	4,20	4,03	3,89	3,78	3,69	3,41	3,26
17	8,40	6,11	5,18	4,67	4,34	4,10	3,93	3,79	3,68	3,59	3,31	3,16
18	8,29	6,01	5,09	4,58	4,25	4,01	3,84	3,71	3,60	3,51	3,23	3,08
19	8,18	5,93	5,01	4,50	4,17	3,94	3,77	3,63	3,52	3,43	3,15	3,00
20	8,10	5,85	4,94	4,43	4,10	3,87	3,70	3,56	3,46	3,37	3,09	2,94
21	8,02	5,78	4,87	4,37	4,04	3,81	3,64	3,51	3,40	3,31	3,03	2,88
22	7,95	5,72	4,82	4,31	3,99	3,76	3,59	3,45	3,35	3,26	2,98	2,83
23	7,88	5,66	4,76	4,26	3,94	3,71	3,54	3,41	3,30	3,21	2,93	2,78
24	7,82	5,61	4,72	4,22	3,90	3,67	3,50	3,36	3,26	3,17	2,89	2,74
25	7,77	5,57	4,68	4,18	3,85	3,63	3,46	3,32	3,22	3,13	2,85	2,70
26	7,72	5,53	4,64	4,14	3,82	3,59	3,42	3,29	3,18	3,09	2,81	2,66
27	7,68	5,49	4,60	4,11	3,78	3,56	3,39	3,26	3,15	3,06	2,78	2,63
28	7,64	5,45	4,57	4,07	3,75	3,53	3,36	3,23	3,12	3,03	2,75	2,60
29	7,60	5,42	4,54	4,04	3,73	3,50	3,33	3,20	3,09	3,00	2,73	2,57
30	7,56	5,39	4,51	4,02	3,70	3,47	3,30	3,17	3,07	2,98	2,70	2,55

Рисунок 4 - Значения критерия Фишера для уровня значимости $\alpha = 0,1$

1. Таблица значений F-критерия Фишера при уровне значимости $\alpha = 0,05$

$k_1 \backslash k_2$	1	2	3	4	5	6	8	12	24	∞
1	161,45	199,50	215,72	224,57	230,17	233,97	238,89	243,91	249,04	234,52
2	18,51	19,00	19,16	19,25	19,30	19,33	19,37	19,41	19,45	19,50
3	10,13	9,55	9,28	9,12	9,01	8,94	8,84	8,74	8,64	8,53
4	7,71	6,94	6,59	6,39	6,26	6,16	6,04	5,91	5,77	5,63
5	6,61	5,79	5,41	5,19	5,05	4,95	4,82	4,68	4,53	4,36
6	5,99	5,14	4,76	4,53	4,39	4,28	4,15	4,00	3,84	3,67
7	5,59	4,74	4,35	4,12	3,97	3,87	3,73	3,57	3,41	3,23
8	5,32	4,46	4,07	3,84	3,69	3,58	3,44	3,28	3,12	2,93
9	5,12	4,26	3,86	3,63	3,48	3,37	3,23	3,07	2,90	2,71
10	4,96	4,10	3,71	3,48	3,33	3,22	3,07	2,91	2,74	2,54
11	4,84	3,98	3,59	3,36	3,20	3,09	2,95	2,79	2,61	2,40
12	4,75	3,88	3,49	3,26	3,11	3,00	2,85	2,69	2,50	2,30
13	4,67	3,80	3,41	3,18	3,02	2,92	2,77	2,60	2,42	2,21
14	4,60	3,74	3,34	3,11	2,96	2,85	2,70	2,53	2,35	2,13
15	4,54	3,68	3,29	3,06	2,90	2,79	2,64	2,48	2,29	2,07
16	4,49	3,63	3,24	3,01	2,85	2,74	2,59	2,42	2,24	2,01
17	4,45	3,59	3,20	2,96	2,81	2,70	2,55	2,38	2,19	1,96
18	4,41	3,55	3,16	2,93	2,77	2,66	2,51	2,34	2,15	1,92
19	4,38	3,52	3,13	2,90	2,74	2,63	2,48	2,31	2,11	1,88
20	4,35	3,49	3,10	2,87	2,71	2,60	2,45	2,28	2,08	1,84
21	4,32	3,47	3,07	2,84	2,68	2,57	2,42	2,25	2,05	1,81
22	4,30	3,44	3,05	2,82	2,66	2,55	2,40	2,23	2,03	1,78
23	4,28	3,42	3,03	2,80	2,64	2,53	2,38	2,20	2,00	1,76
24	4,26	3,40	3,01	2,78	2,62	2,51	2,36	2,18	1,98	1,73
25	4,24	3,38	2,99	2,76	2,60	2,49	2,34	2,16	1,96	1,71
26	4,22	3,37	2,98	2,74	2,59	2,47	2,32	2,15	1,95	1,69
27	4,21	3,35	2,96	2,73	2,57	2,46	2,30	2,13	1,93	1,67
28	4,20	3,34	2,95	2,71	2,56	2,44	2,29	2,12	1,91	1,65
29	4,18	3,33	2,93	2,70	2,54	2,43	2,28	2,10	1,90	1,64
30	4,17	3,32	2,92	2,69	2,53	2,42	2,27	2,09	1,89	1,62
35	4,12	3,26	2,87	2,64	2,48	2,37	2,22	2,04	1,83	1,57
40	4,08	3,23	2,84	2,61	2,45	2,34	2,18	2,00	1,79	1,51
45	4,06	3,21	2,81	2,58	2,42	2,31	2,15	1,97	1,76	1,48
50	4,03	3,18	2,79	2,56	2,40	2,29	2,13	1,95	1,74	1,44
60	4,00	3,15	2,76	2,52	2,37	2,25	2,10	1,92	1,70	1,39
70	3,98	3,13	2,74	2,50	2,35	2,23	2,07	1,89	1,67	1,35
80	3,96	3,11	2,72	2,49	2,33	2,21	2,06	1,88	1,65	1,31
90	3,95	3,10	2,71	2,47	2,32	2,20	2,04	1,86	1,65	1,31
100	3,94	3,09	2,70	2,44	2,30	2,19	2,03	1,85	1,63	1,26
125	3,92	3,07	2,68	2,44	2,29	2,17	2,01	1,83	1,60	1,21
150	3,90	3,06	2,66	2,43	2,27	2,16	2,00	1,82	1,59	1,18
200	3,89	3,04	2,65	2,42	2,26	2,14	1,98	1,80	1,57	1,14

Рисунок 5 – Значения критерия Фишера для уровня значимости $\alpha = 0,05$

Значения критерия Фишера (F-критерия) для уровня значимости $\alpha = 2\%$

v_1 – число степеней свободы большей дисперсии; v_2 – число степеней свободы меньшей дисперсии

v_2	v_1											
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	15	20
1	1012,5	1249,5	1350,5	1405,8	1440,6	1464,5	1481,8	1495,0	1505,3	1513,7	1539,1	1551,9
2	48,51	49,00	49,17	49,25	49,30	49,33	49,36	49,37	49,39	49,40	49,43	49,45
3	20,62	18,86	18,11	17,69	17,43	17,25	17,11	17,01	16,93	16,86	16,66	16,55
4	14,04	12,14	11,34	10,90	10,62	10,42	10,27	10,16	10,07	10,00	9,78	9,67
5	11,32	9,45	8,67	8,23	7,95	7,76	7,61	7,50	7,42	7,34	7,12	7,01
6	9,88	8,05	7,29	6,86	6,58	6,39	6,25	6,14	6,05	5,98	5,76	5,65
7	8,99	7,20	6,45	6,03	5,76	5,58	5,44	5,33	5,24	5,17	4,95	4,84
8	8,39	6,64	5,90	5,49	5,22	5,04	4,90	4,79	4,70	4,63	4,42	4,30
9	7,96	6,23	5,51	5,10	4,84	4,65	4,52	4,41	4,33	4,26	4,04	3,92
10	7,64	5,93	5,22	4,82	4,55	4,37	4,23	4,13	4,04	3,97	3,76	3,64
11	7,39	5,70	4,99	4,59	4,34	4,15	4,02	3,91	3,83	3,76	3,54	3,43
12	7,19	5,52	4,81	4,42	4,16	3,98	3,85	3,74	3,66	3,59	3,37	3,25
13	7,02	5,37	4,67	4,28	4,02	3,84	3,71	3,60	3,52	3,45	3,23	3,11
14	6,89	5,24	4,55	4,16	3,90	3,72	3,59	3,48	3,40	3,33	3,11	3,00
15	6,77	5,14	4,45	4,06	3,81	3,63	3,49	3,39	3,30	3,23	3,02	2,90
16	6,67	5,05	4,36	3,97	3,72	3,54	3,41	3,30	3,22	3,15	2,93	2,82
17	6,59	4,97	4,29	3,90	3,65	3,47	3,34	3,23	3,15	3,08	2,86	2,74
18	6,51	4,90	4,22	3,84	3,59	3,41	3,27	3,17	3,09	3,02	2,80	2,68
19	6,45	4,84	4,16	3,78	3,53	3,35	3,22	3,12	3,03	2,96	2,74	2,63
20	6,39	4,79	4,11	3,73	3,48	3,30	3,17	3,07	2,98	2,91	2,70	2,58
21	6,34	4,74	4,07	3,69	3,44	3,26	3,13	3,02	2,94	2,87	2,65	2,53
22	6,29	4,70	4,03	3,65	3,40	3,22	3,09	2,99	2,90	2,83	2,61	2,49
23	6,25	4,66	3,99	3,61	3,36	3,19	3,05	2,95	2,87	2,80	2,58	2,46
24	6,21	4,63	3,96	3,58	3,33	3,15	3,02	2,92	2,83	2,77	2,55	2,43
25	6,18	4,59	3,93	3,55	3,30	3,13	2,99	2,89	2,81	2,74	2,52	2,40
26	6,14	4,56	3,90	3,52	3,28	3,10	2,97	2,86	2,78	2,71	2,49	2,37
27	6,11	4,54	3,87	3,50	3,25	3,07	2,94	2,84	2,76	2,69	2,46	2,34
28	6,09	4,51	3,85	3,47	3,23	3,05	2,92	2,82	2,73	2,66	2,44	2,32
29	6,06	4,49	3,83	3,45	3,21	3,03	2,90	2,80	2,71	2,64	2,42	2,30
30	6,04	4,47	3,81	3,43	3,19	3,01	2,88	2,78	2,69	2,62	2,40	2,28

Рисунок 6 – Значения критерия Фишера для уровня значимости $\alpha = 0,02$

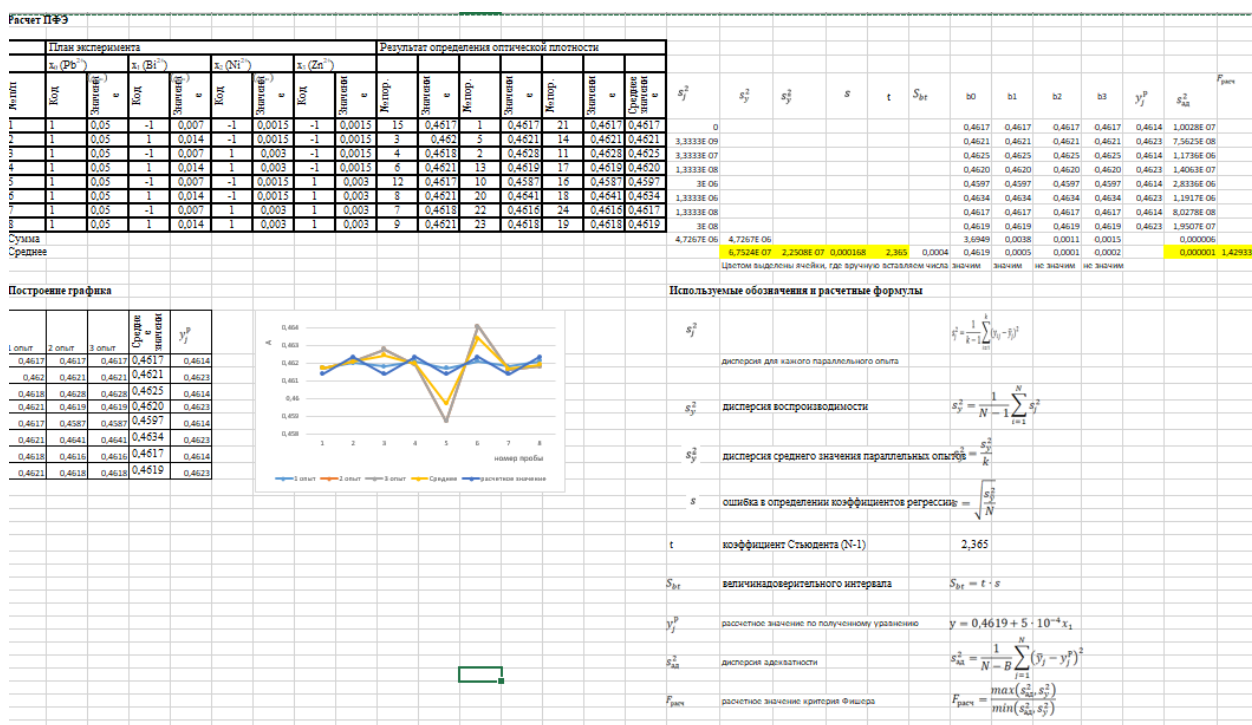
Проводить интерпретации полученной модели можно только в том случае, если она записана в кодированных переменных. В этом случае на коэффициенты не влияет масштаб факторов, и мы можем по величине коэффициентов судить о степени влияния того или иного фактора на значение целевой функции. Чем больше абсолютное значение коэффициента, тем больше его влияние на анализируемый фактор.

Так, по величин коэффициентов в уравнении можно сделать вывод, что концентрация ионов висмута в рассматриваемом интервале концентраций может завышать значения определения катионов свинца. При этом помним, что определяли в качестве целевой функции не концентрацию, а оптическую

плотность. Выводы относим к концентрациям анализируемых модельных растворов ввиду их прямой пропорциональности. Однако влияние неучтенных факторов на определяемый показатель еще больше, так как величина свободного члена больше, чем остальных коэффициентов.

6.2 Результаты проведения ДФЭ и использование ОЦКП

Расчеты уравнений для ДФЭ и ОЦКП аналогичны приведенным выше. Для каждого расчета к курсовой работе прикладывается файл *.xls. Цветом в таблице указываются ячейки, в которые вручную вносятся изменения (количество опытов, значимые факторы, расчетные коэффициенты и т.п.). Пример шаблона приведен на рисунке 7.



В конце главы делается обобщение о том, какие планы целесообразнее использовать при решении поставленной задачи.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В курсовой работе следует отразить следующие моменты:

1. Краткая характеристика объекта и предмета исследования (где встречаются подобные сочетания, почему важно уметь анализировать указанную зависимость).
2. Соответствие цели и задач, поставленных во введении, тем результатам, которые получили в ходе исследования.
3. Результаты ПФЭ: уравнение, значимость коэффициентов, адекватность уравнения. Особенности проведения эксперимента (при наличии).
4. Результаты ДФЭ: уравнение, значимость коэффициентов, адекватность уравнения. Особенности проведения эксперимента (при наличии).
5. Результаты ОЦКП: уравнение, значимость коэффициентов, адекватность уравнения. Особенности проведения эксперимента (при наличии).
6. Сопоставление ПФЭ, ДФЭ и ОЦКП при проведении исследования в данном диапазоне исходных данных и используемого метода (методики) анализа.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

Библиографический список включает в себя все литературные источники, которые используются в КР (без учета литературы, которая используется только в приложениях и там же описывается): статьи (печатные и электронные), литература из электронно-библиотечной системы, нормативные документы, печатные и электронные книги, сборники, и другие документы.

Библиографический список оформляют в порядке первого упоминания в тексте. Ссылку заключают в квадратные скобки. Используется сплошная нумерация арабскими цифрами для всего текста КР. Ссылки нумеруются в том порядке, в каком они впервые встречаются в тексте работы.

Библиографические ссылки в тексте выпускной квалификационной работы оформляют в соответствии с требованиями ГОСТ Р 7.0.5-2008.

Например:

1. Стратегия экологической безопасности Российской Федерации на период до 2025 года.

<https://normativ.kontur.ru/document?moduleId=1&documentId=292172>

(Дата обращения 13.11.2024г)

2. Гавриш В.М., Чайка Т.В., Баранов Г.А., Федорова С.А. Влияние добавок нанопорошковых смесей WC, TiC, TaC на прочностные свойства бетона// Materialstoday: proceedings, Том 19, Часть 5, 2019, Страницы 1961-1964, Available online, 25 July, 2019.

<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2019.07.051>, ISSN: 2214-7853, 2019 г.

3. Федорова С.А., Купов А.Б. Влияние нанопорошка SiO₂ на очистку модельных сред (Pb²⁺, Ni²⁺, Cu²⁺, Cd²⁺, Zn²⁺) // Инновационные подходы в современной науке. сб. ст. по материалам CXVIII междунар. науч.-практ. конф. – № 10 (118). – М., Изд. «Интернаука», 2022. – С.95 - 98.

4. Федорова С.А. Влияние нанопорошка диоксида кремния на электропроводность модельных сред, содержащих катионы Na⁺, Mg²⁺, Fe³⁺ //Энергетические установки и технологии: научный журнал. – Севастополь: СевГУ, 2020. Т. 6. № 2. – С. 105-110.

5. ГОСТ Р 51232-98. Вода питьевая Общие требования к организации и методам контроля качества https://vodakanazer.ru/docs/doc_gost-51232-98.pdf (Дата обращения 13.11.2024 г).

11. Нитрозо-нафтол определение кобальта. - Справочник химика 21 // <https://www.chem21.info/info/1231004/> (Дата обращения 10.11.2024 г).

ЛИТЕРАТУРА

1. Дисперсия воспроизводимости
<https://studfile.net/preview/8430503/page:3/>(Дата обращения 19.11.2024)
2. Евдокимов А. Н., Курзин А. В. Моделирование химико-технологических процессов (экспериментально-статистические модели): учебное пособие / ВШТЭ СПбГУПТД. – СПб. 2018. – 106 с.
https://nizrp.narod.ru/metod/kaforgchem/2019_02_06_01.pdf
(Дата обращения 22.11.2024)
3. Казаков Ю.Б. Методы планирования эксперимента. Конспект лекций. – Иваново: Ивановский государственный энергетический университет (ИГЭУ). – 40 с.
4. Касьянов В.А. Эконометрика. Учебное пособие. ГОУ ВПО УГТУ–УПИ, Екатеринбург – 2008.
<https://study.urfu.ru/Aid/Publication/8688/1/Kasyanov.pdf>
(Дата обращения 22.11.2024)
5. Моргунов А. П. Планирование и анализ результатов эксперимента : учеб. пособие / А. П. Моргунов, И. В. Ревина ; Минобрнауки России, ОмГТУ. – Омск : Изд-во ОмГТУ, 2014.
https://www.omgtu.ru/general_information/institutes/engineering_institute/departament_of_quot_mechanical_engineering_quot/educational-methodical-activity/У.П.РЕВИ%20НА%20ПЛ.%20ЭКС_statistica_print.pdf
(Дата обращения 19.11.2024)
6. Основы регрессионного анализа.pdf
<https://portal.tpu.ru/SHARED/i/INNA/Stady/planir%20izm%20exp/Tab/Основы%20регрессионного%20анализа.pdf> (Дата обращения 20.11.2024)
7. ПФЭ.pdf
https://moodle.kstu.ru/pluginfile.php/52378/mod_resource/content/1/ПФЭ.pdf (Дата обращения 11.11.2024)

8. Таблица значений F-критерия Фишера
file:///C:/Users/СевГУ/Downloads/Стат_таблицы.pdf

(Дата обращения 25.11.2024)

9. Федорова С.А. Практические основы организации НИР. Часть 1. Работа с данными химического эксперимента в среде Excel: учебное пособие. – Севастополь: СНУЯЭиП, 2014. – 148 с.

У ч е б н о е и з д а н и е

Федорова Светлана Александровна

**ПРАКТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ
ОРГАНИЗАЦИИ
НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ РАБОТЫ**

Учебно-методическое пособие

В авторской редакции

Изд. № 1/2025. Объем 2,75 п.л. Усл. печ. л. 2,56. Уч.-изд. л. 2,695.
Издательский центр ФГАОУ ВО «Севастопольский государственный университет»