

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение  
высшего образования

«Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»  
(НИТУ МИСИС)

УТВЕРЖДАЮ

Проректор по дополнительному  
образованию

В.Л. Петров

«01» марта 2024 г.

**ДОПОЛНИТЕЛЬНАЯ ПРОФЕССИОНАЛЬНАЯ ПРОГРАММА  
ПРОФЕССИОНАЛЬНОЙ ПЕРЕПОДГОТОВКИ**

***АНАЛИТИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ СОСТАВА ОБЪЕКТОВ,  
СОДЕРЖАЩИХ ДРАГОЦЕННЫЕ МЕТАЛЛЫ***

**Трудоёмкость программы 250 часов**

Программа соответствует программам высшего образования  
по направлениям подготовки: 27.04.01 «Стандартизация и метрология» и  
27.03.02 «Управление качеством» уровня магистратуры

Разработано:  
зав. кафедрой СиАК

Филичкина В.А.

«01» марта 2024 г.

Москва 2024

## **1 Цель программы**

Формирование представления о методах химического анализа, их возможностях в решении задач аналитического контроля материалов, содержащих драгоценные металлы.

## **2 Задачи программы:**

- изучить основы методов, применяемых в оценке элементного состава материалов, содержащих драгоценные металлы;
- научить выбору методов и методик, комбинированию методов для решения задач аналитического контроля электронного лома как сырья для получения полупродуктов, содержащих цветные и драгоценные металлы;
- рассмотреть правила работы в аналитической лаборатории и выбор методик аналитического контроля с целью уменьшения погрешности результатов анализа.

**3 Новый вид профессиональной деятельности** (новая квалификация), на приобретение которой направлена программа:

- техник по техническому контролю качества продукции;
- инженер по качеству II категории;
- инженер по техническому контролю качества продукции II категории.

**4 Характеристика новой квалификации** и связанных с ней видов профессиональной деятельности, трудовых функций и (или) уровней квалификации в соответствии с профессиональным стандартом 40.010 «Специалист по техническому контролю качества продукции»

Обобщенные трудовые функции:

- Контроль количественных и качественных характеристик продукции (А4);
- Контроль качества продукции на всех стадиях производственного процесса (В5).

Трудовые функции:

- Контроль материалов, сырья, полуфабрикатов и комплектующих изделий на входном контроле (код А01/4, уровень квалификации 4);
- Анализ качества материалов, сырья, полуфабрикатов и комплектующих изделий (код В, уровень квалификации 5).

**5 Характеристика компетенций**, подлежащих совершенствованию, и (или) перечень новых компетенций, формирующихся в результате освоения программы в соответствии с профессиональным стандартом 40.010 «Специалист по техническому контролю качества продукции»:

- выполнять измерения, контроль и испытания материалов, сырья, полуфабрикатов и комплектующих изделий с применением аттестованных методик (А4);
- использовать методики измерений, контроля и испытаний материалов, сырья, полуфабрикатов и комплектующих изделий (А4);
- выбирать методы контроля, контрольно-измерительные приборы и инструменты для контроля характеристик поступающих материалов, сырья, полуфабрикатов и комплектующих изделий (А4);
- использовать методики измерений, контроля и испытаний материалов, сырья, полуфабрикатов и комплектующих изделий (В5);
- выбирать методы контроля, средства измерений и средства контроля для контроля характеристик материалов, сырья, полуфабрикатов и комплектующих изделий (В5);

- использовать средства измерений и средства контроля для контроля характеристик материалов, сырья, полуфабрикатов и комплектующих изделий (B5).

## 6 Планируемые результаты обучения

В результате освоения программы обучающиеся будут

*знать:*

- основы методов, применяемых в оценке элементного состава материалов, содержащих драгоценные металлы;

*уметь:*

- выбирать метод химического анализа, или подбирать комбинацию методов для решения конкретных задач входного, промежуточного контроля и контроля конечного продукта;

- использовать методики химического анализа;

*владеть:*

- правилами работы в аналитической лаборатории и техникой выполнения методик аналитического контроля с целью минимизации потерь и погрешностей.

7 **Перечень профессиональных стандартов и требований** соответствующих федеральных государственных образовательных стандартов среднего профессионального и (или) высшего образования к результатам освоения образовательных программ, на основании которых реализуется программа профессиональной переподготовки:

- профессиональный стандарт 40.010 «Специалист по техническому контролю качества продукции»;

- ОС НИТУ МИСИС по направлению 27.04.01 «Стандартизация и метрология».

## 8 Учебный план

№	Наименование разделов дисциплин, тем	Все го, час	в том числе				Дис-тан-ци-онно	Форма кон-троля
			Самос-тоятель-ная работа	в ауди-тори и	лекции + прак-тические	Конс-ультации		
1	2	3	4	5	6	7	8	9
1	Аналитический контроль материалов, содержащих драгоценные и благородные металлы. Классификация методов, аналитический сигнал. Процесс анализа.	30	26	4	3	1	4	зачет
2	Техника проведения анализа. Источники погрешностей в химическом анализе.	40	36	4	3	1	2	зачет
3	Химические методы аналитического контроля: гравиметрический и титриметрический методы анализа драгоценных металлов. Методы подготовки проб к анализу	30	26	4	3	1	2	зачет
4	Атомно-эмиссионный (оптико-эмиссионный с искровым возбуждением), рентгенофлуоресцен-тный методы анализа: сущность методов и аналитические возможности для	41	35	6	5	1	5	зачет

	анализа объектов, содержащих драгоценные металлы.							
Продолжение Учебного плана								
1	2	3	4	5	6	7	8	9
5	Физико-химические методы анализа драгоценных металлов. Комбинирование методов при анализе драгоценных металлов и концентратов.	30	27	3	2	1	3	зачет
6	Методы пробирного концентрирования драгоценных металлов (серебряный или золотой корольёк, никелевый штейн)	39	36	3	2	1	3	зачет
13	<b>Итого часов учебной нагрузки</b>	<b>210</b>	<b>186</b>	<b>24</b>	<b>18</b>	<b>6</b>		
14	Итоговая аттестация (выпускная работа)	40	30	10		10		защита
15	<b>Всего часов по учебному плану</b>	<b>250</b>	<b>216</b>	<b>34</b>	<b>18</b>	<b>16</b>		

## 9 Содержание программы

**Тема 1.** Аналитический контроль материалов, содержащих драгоценные и благородные металлы. Классификация методов, аналитический сигнал. Процесс анализа.

1.1 Аналитический контроль как один из видов испытаний для получения информации о химическом составе объектов металлургического производства.

1.2 Возникновение и основные этапы развития аналитического контроля.

1.3 Результаты аналитического контроля – важнейший источник исходной информации для оптимизации процессов металлургической технологии и повышения качества продукции. Зависимость качества продукции от ее химического состава.

1.4 Инструмент контроля химического состава – арсенал методов аналитической химии.

1.5 Методы аналитической химии, их достоинства и недостатки. Основные стадии аналитического метода.

1.6 Оптимизация процессов аналитических измерений и получение максимальной информации из результатов аналитических экспериментов. Методика анализа.

1.7 Процесс анализа от постановки задачи до результата.

**Тема 2.** Техника проведения анализа. Источники погрешностей в химическом анализе.

2.1 Требования к выполнению анализа: метод и методика.

2.2 Источники погрешностей в химическом анализе.

2.3 Классификация погрешностей.

2.4 Минимизация вклада погрешностей в результат анализа.

**Тема 3.** Химические методы аналитического контроля: гравиметрический и титриметрический методы анализа драгоценных металлов. Методы подготовки проб к анализу.

3.1 Задача количественного анализа

3.2 Общая характеристика химических методов количественного определения элементов. Их высокая точность и применение в создании стандартных образцов состава.

3.3 Гравиметрия. Сущность метода. Операции метода.

- 3.4 Осаждаемая и гравиметрическая формы осадка.
- 3.5 Условия получения осадков различной структуры. Соосаждение и его виды.
- 3.6 Титриметрия. Требования к реакциям, применяемым в титриметрии. Способы выражения концентрации растворов. Классификация методов титриметрии и способов титрования.
- 3.7 Сущность методов кислотно-основного и окислительно-восстановительного титрования. Индикация точки эквивалентности.
- 3.8 Место химических методов в аналитическом контроле состава образцов, содержащих драгоценные металлы.
- 3.9 Пробоподготовка как важный этап анализа. Методы подготовки проб к анализу.

**Тема 4.** Атомно-эмиссионный (оптико-эмиссионный с искровым возбуждением), рентгенофлуоресцентный спектральные методы анализа: сущность методов и аналитические возможности для анализа объектов, содержащих драгоценные металлы.

- 4.1 Общая характеристика и сущность спектроскопических методов анализа. Виды и параметры (характеристики) электромагнитного излучения. Спектр электромагнитного излучения.
- 4.2 Классификация спектроскопических методов анализа.
- 4.3 Атомно-эмиссионный спектральный анализ (АЭСА). Качественная и количественная характеристики АЭСА.
- 4.4 Происхождение эмиссионных спектров. Теория строения атома и возникновение спектральных линий. Характер спектров.
- 4.5 Аппаратура метода АЭСА. Источники атомизации и возбуждения. Оптические характеристики спектральных приборов.
- 4.6 Рентгенофлуоресцентный метод анализа. История развития метода.
- 4.7 Происхождение рентгеновских спектров.
- 4.8 Рентгеновский спектр образца, его характеристичность.
- 4.9 Закон Мозли.
- 4.10 Метрологические характеристики и аналитические возможности атомных спектральных методов анализа.

**Тема 5.** Физико-химические методы анализа драгоценных металлов. Комбинирование методов при анализе драгоценных металлов и концентратов.

- 5.1 Сущность метода молекулярной абсорбционной спектроскопии.
- 5.2 Спектр поглощения вещества.
- 5.3 Основной закон поглощения света растворами (закон Бугера-Ламберта-Бера).
- 5.4 Аппаратура метода фотометрического анализа.
- 5.5 Использование фотометрии для экспрессного определения элементов и примесей в металлах и сплавах.
- 5.6 Проверка подчиняемости растворов основному закону фотометрии.
- 5.7 Причины отклонения окрашенных растворов от подчинения основному закону фотометрии и их устранение.
- 5.8 Способы получения окрашенных растворов в методе молекулярной абсорбционной спектроскопии.
- 5.9 Способы определения концентрации в фотометрических методах анализа. фотометрических методов анализа и их разновидности.
- 5.10 Комбинирование гравиметрических и высокотехнологичных методов анализа для решения задач аналитического контроля образцов, содержащих драгоценные металлы.

**Тема 6.** Методы пробирного концентрирования драгоценных металлов (серебряный или золотой король, никелевый штейн).

- 6.1 Основные методы пробирного коллектирования драгоценных металлов.
- 6.2 Стадии пробирного анализа, различие гравиметрического окончание от атомно-абсорбционного.

- 6.3 Взятие аналитической навески, предварительные операции для удаления мешающих примесей и сегрегации благородных металлов.
- 6.4 Флюсы и коллекторы, применяемые в пробирной плавке, их физико-химические свойства.
- 6.5 Приготовление шихты, шихтование проб.
- 6.6 Тигельное плавление, физико-химические процессы протекающие при плавке.
- 6.7 Продукты тигельной плавки.
- 6.8 Оборудование и материалы, применяемые в пробирном анализе при тигельной плавке.
- 6.9 Методика тигельного плавления.
- 6.10 Применение медного коллектора в пробирном анализе как одна из разновидностей, оценка различных способов плавления.
- 6.11 Купелирование свинцового сплава. Проверка качества капелей.
- 6.12 Квартование золотосеребряного королька, засада серебра.
- 6.13 Разваривание королька благородных металлов и подготовка золотой корточкой к взвешиванию.
- 6.14 Взвешивание золотой корточкой. Работа на микроаналитических весах.
- 6.15 Предупредительный контроль как способ получения достоверного результата

## **10 Итоговая аттестация.**

В результате прохождения обучения слушатели готовят итоговую работу, которая включает рассмотрение теоретических основ выбранного метода анализа, результаты практической реализации методики анализа, обработку результатов анализа и их представление.

### ***Примерная тематика итоговых работ:***

- Комбинирование химических и спектральных методов при анализе материалов с высоким содержанием Pt и Pd;
- Разработка методики подготовки проб отходов производства коллектированием благородных металлов на никелевый штейн для атомно-спектрального анализа;
- Применение методов атомного спектрального анализа для контроля качества производства серебра;
- Пробирный анализ как метод входного контроля вторичного сырья, содержащего драгоценные металлы.

Защита работы проводится в виде доклада с презентацией основных тезисов в дистанционном формате.

### **Методика оценивания итоговой работы слушателей.**

Оценка "отлично" ставится в случае, если:

- проведён анализ состояния и степени изученности объекта и методов его исследования на основе собранных и изученных материалов;
- проведено исследование в рамках поставленной задачи;
- написано заключение и оформлен список использованных источников;
- подготовлены окончательный вариант выпускной квалификационной работы, доклад и презентация к её защите.

Оценка "хорошо" ставится в случае, если информация в представленных материалах недостаточно полная, презентация построена логично в соответствии с объемом собранной информации.

Оценка "удовлетворительно" ставится в случае, если информация в представленных материалах неполная, в докладе отсутствует логика, презентация построена небрежно.

Оценка "неудовлетворительно" ставится в случае:

- задания не выполнены в срок без уважительных причин;
- не подготовлен и не представлен текст итоговой работы.

## **11 Организационно-методические условия реализации программы**

### **11.1 Условия реализации программы**

Программа профессиональной переподготовки реализуется в смешанном формате: лекции и практические занятия проводятся в MS Teams, несколько лабораторных занятий планируются на рабочих местах слушателей.

В MS Teams создается команда «Дополнительная профессиональная программа переподготовки\_АВРОРА», слушателям перед занятием рассылается ссылка, по которой они подключаются к занятию.

Оповещение и обратная со слушателями осуществляется через чат в команде, а также через личные e-mail.

Все материалы программы выгружаются в файлы этой команды.

Сюда же слушатели загружают свои зачетные работы и итоговую работу.

Итоговая работа оформляется в соответствии с требованиями стандартов (раздел 11.2.2).

### **11.2 Учебно-методическое обеспечение программы**

#### **11.2.1 Рекомендуемая литература, нормативные документы и ресурсы информационно-телекоммуникационной сети «Интернет»**

##### **а) основная литература.**

1. Филичкина В. А., Скорская О. Л., Муравьева И. В. Методы и средства аналитического контроля материалов. Химические и физико-химические методы аналитического контроля. Учебное пособие. – М.: МИСиС, 2015

2. Скорская О. Л., Филичкина В. А. Методы и средства аналитического контроля материалов. Атомно-эмиссионный спектральный анализ. Учебное пособие. – М.: МИСиС, 2015

3. Сальников В.Д. Современные методы аналитического контроля материалов. – М.: МИСиС, 2020 – <https://avidreaders.ru/book/sovremennye-metody-analiticheskogo-kontrolya-materialov.html>

4. Сальников В. Д., Филичкина В. А., Муравьева И. В. Методы контроля и анализа веществ. Рентгеновские методы анализа (N 3099). Лабораторный практикум.– М.: МИСиС, 2017

5. Сальников В. Д., Муравьева И. В. Методы контроля и анализа веществ. Физические методы анализа (N 3539). Практикум. – М.: МИСиС, 2019

6. Сальников В. Д., Муравьева И. В. Методы контроля и анализа веществ. Химические и физико-химические методы анализа (N 3540). Методические указания к практическим занятиям. – М.: МИСиС, 2019

7. Карпов Ю.А., Барановская В.Б., Марьина Г.Е., Филичкина В.А. Аккредитация испытательных (аналитических) лабораторий: курс лекций (N 3098) – М.: Изд. Дом НИТУ «МИСиС», 2017

8. Карпов Ю.А., Савостин А.П., Сальников В.Д. Аналитический контроль в металлургическом производстве. Учебное пособие для вузов. – М.: ИКЦ «Академкнига», 2006. – 352 с.

9. Карпов Ю.А., Савостин А.П. Методы пробоотбора и пробоподготовки. Учебное пособие. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2003. – 243 с.

##### **б) дополнительная литература.**

1. Отто М. Современные методы аналитической химии. В 2-х томах/ Перевод с нем. под ред. Гармаша А.В.–М.: Техносфера, 2003 – [https://eknigi.org/nauka\\_i\\_ucheba/114417-sovremennye-metody-analiticheskoy-ximii-v-2-x.html](https://eknigi.org/nauka_i_ucheba/114417-sovremennye-metody-analiticheskoy-ximii-v-2-x.html)

2. Муравьева И. В. Методы контроля и анализа веществ. Потенциометрический метод аналитического контроля. Лабораторный практикум: Учебное пособие для студентов вузов.– М.: 2013

3. Муравьева И. В., Скорская О. Л. Методы контроля и анализа веществ. Потенциометрический метод контроля и анализа веществ. Учебное пособие для студентов вузов.– М.: МИСиС, 2012

3. Воробьева Г. Н., Муравьева И. В. Метрология, стандартизация и сертификация. Учебное пособие. – М.: МИСиС, 2019

4. Богомолова С. А., Муравьева И. В. Метрология и измерительная техника. Технические требования к средствам измерений. Электронный учебник. М.: МИСиС, 2019

5. Богомолова С. А., Муравьева И. В. Метрологическое обеспечение процессов жизненного цикла продукции. Электронный учебник. – М.: МИСиС, 2019

6. Причард Э., Барвик В. Контроль качества в аналитической химии. /Пер. с англ. под ред. И.В. Болдырева – СПб.: ЦОП «Профессия», 2011. – 320 с.

### 11.2.2 Методические указания

1. ГОСТ 7.32-2017 СИБИБД. Отчет о научно-исследовательской работе. Структура и правила оформления (с Поправками)

<https://docs.cntd.ru/document/1200157208>

2. ГОСТ 8.417-2002 Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Единицы величин (с Поправками) <https://docs.cntd.ru/document/1200031406>

3. ГОСТ Р 7.0.12-2011 Система стандартов по информации, библиотечному и издательскому делу. Библиографическая запись. Сокращение слов и словосочетаний на русском языке. Общие требования и правила М.: Стандартинформ, 2012. – <https://docs.cntd.ru/document/1200093114>

4. Воробьева Г.Н. К применению ГОСТ 7.32 -2017 в вузе. Требования. // Вестник Науки и Образования № 14 (68) 2019. – <https://cyberleninka.ru/article/n/k-primeneniyu-gost-7-32-2017-v-vuze-trebovaniya>

5. Воробьева Г.Н. К применению ГОСТ 7.32 -2017 в вузе. Нормоконтроль. // Вестник Науки и Образования № 14(68) 2019. – <https://cyberleninka.ru/article/n/k-primeneniyu-gost-7-32-2017-v-vuze-normokontrol>

### 11.3 Организация самостоятельной работы слушателей.

Самостоятельная работа осуществляется в соответствии с рекомендациями, изложенными в Руководстве по самостоятельной работе, проводимой в рамках ДП профессиональной переподготовки «Аналитический контроль состава объектов, содержащих драгоценные металлы» (Приложение 1).

Автор:

ФИО	Должность	Структурное подразделение	Контактные данные (телефон, email)
Филичкина В. А.	Зав. кафедрой	Кафедра сертификации и аналитического контроля	8 (916) 905 7023 Filichkina.va@misis.ru

**РУКОВОДСТВО ПО САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЕ**

**в рамках  
дополнительной профессиональной программы  
профессиональной переподготовки**

**АНАЛИТИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ СОСТАВА ОБЪЕКТОВ, СОДЕРЖАЩИХ  
ДРАГОЦЕННЫЕ МЕТАЛЛЫ**

Составитель: \_\_\_\_\_ Филичкина В.А.

## Цель руководства

Обеспечить освоение программы переподготовки «Аналитический контроль состава объектов, содержащих драгоценные металлы» с наибольшей эффективностью.

## Структура руководства

1. Перечень тем курса
2. Список основных и дополнительных источников
3. Терминологический словарь

### 1 Перечень тем курса «Аналитический контроль состава объектов, содержащих драгоценные металлы»

**Тема 1. Аналитический контроль материалов, содержащих драгоценные и благородные металлы. Классификация методов, аналитический сигнал. Процесс анализа.**

#### Содержание темы:

- 1 Аналитический контроль как один из видов испытаний для получения информации о химическом составе объектов производства.
- 2 Возникновение и основные этапы развития аналитического контроля.
- 3 Результаты аналитического контроля – важнейший источник исходной информации для оптимизации процессов металлургической технологии и повышения качества продукции. Зависимость качества продукции от ее химического состава.
- 4 Инструмент контроля химического состава – арсенал методов аналитической химии.
- 5 Методы аналитической химии, их достоинства и ограничения.
- 6 Оптимизация процессов аналитических измерений и получение максимальной информации из результатов аналитических экспериментов. Методика анализа.
- 7 Процесс анализа от постановки задачи до результата.

#### Контрольные вопросы по теме:

- 1 Каковы задачи аналитического контроля состава?
- 2 Что такое аналитический сигнал?
- 3 Каковы основные стадии химического анализа?
- 4 Классы методов химического анализа.

#### При изучении темы необходимо:

изучить материал источников из списка литературы 1а, 7а, 9а, 6б.

**Результатом изучения темы 1 является «Описание процесса на рабочем месте».**

**Тема 2. Техника проведения анализа. Источники погрешностей в химическом анализе.**

#### Содержание темы:

- 1 Требования к выполнению анализа: метод и методика.
- 3 Классификация погрешностей.
- 4 Минимизация вклада погрешностей в результат анализа.

#### Контрольные вопросы по теме:

- 1 Роль аналитического контроля в металлургическом производстве.

2 Методы, используемые в контроле металлургического производства. Общая характеристика.

3 Погрешности анализа. Их классификация и характеристика.

4 Метрологические характеристики методов анализа.

5 Предел обнаружения и предел определения.

6 Метод анализа и методика анализа, в чем отличие.

**При изучении темы необходимо:**

**изучить материал источников из списка литературы 8а, 3б, 6б.**

***Результатом изучения темы 2 является «Создание причинно-следственной диаграммы (диаграммы Исикавы) для выявления источников погрешностей».***

**Тема 3. Химические методы аналитического контроля: гравиметрический и титриметрический методы анализа драгоценных металлов. Методы подготовки проб к анализу.**

**Содержание темы:**

**1 Задача количественного анализа**

2 Общая характеристика химических методов количественного определения элементов. Их высокая точность и применение в создании стандартных образцов состава.

3 Гравиметрия. Сущность метода. Операции метода.

4 Осаждаемая и гравиметрическая формы осадка.

5 Условия получения осадков различной структуры. Соосаждение и его виды.

6 Титриметрия. Требования к реакциям, применяемым в титриметрии. Способы выражения концентрации растворов. Классификация методов титриметрии и способов титрования.

7 Сущность методов кислотно-основного и окислительно-восстановительного титрования. Индикация точки эквивалентности.

8 Методы подготовки проб к анализу.

**Контрольные вопросы по теме:**

1. Что такое кислоты и основания с точки зрения современной теории кислот и оснований?

2. Раскройте понятия терминов рН раствора, титр раствора, рН-индикаторы, показатель титрования, интервал рН перехода окраски индикаторов, стандартные вещества, титрант, стандартизация растворов титрантов, кривые титрования, точка эквивалентности, скачок титрования.

3. Как вычисляют рН растворов сильных и слабых кислот и оснований?

4. Что представляют собой кислотно-основные индикаторы?

5. Почему они реагируют на изменение рН раствора изменением окраски?

6. Какими количественными параметрами описывают рН-индикаторы?

7. Как устанавливают точную концентрацию растворов титрантов в случае стандартных и нестандартных веществ?

8. Как строят кривые титрования кислот и оснований различной силы?

9. Какие количественные характеристики имеет кривая титрования?

10. На чем основан выбор индикатора для установления точки эквивалентности кислотно-основного титрования?

11. Как устанавливают точную концентрацию растворов титрантов в случае стандартных и нестандартных веществ?

12. На чем основан выбор индикатора для установления точки эквивалентности окислительно-восстановительного титрования

13. Рабочие растворы, индикация точки эквивалентности в феррометрии.

14. Рабочие растворы, индикация точки эквивалентности в иодометрии.

**При изучении темы необходимо:**

изучить материал источников из списка литературы 1а,6а, 9а.

**Результатом изучения темы 3 является «Описание процесса химического анализа титриметрическим методом и характеристика основных источников потерь».**

#### **Тема 4. Атомно-эмиссионный (оптико-эмиссионный с искровым возбуждением), рентгенофлуоресцентный методы анализа**

##### **Содержание темы:**

1 Общая характеристика и сущность спектроскопических методов анализа. Виды и параметры (характеристики) электромагнитного излучения. Спектр электромагнитного излучения.

2 Классификация спектроскопических методов анализа.

3 Атомно-эмиссионный спектральный анализ (АЭСА).

4 Происхождение эмиссионных спектров. Источники атомизации и возбуждения.

Характер спектров. Качественная и количественная характеристики АЭСА.

5 Аппаратура метода АЭСА. Оптические характеристики спектральных приборов.

6 Рентгенофлуоресцентный метод анализа. История развития метода.

7 Происхождение рентгеновских спектров.

8 Рентгеновский спектр образца, его характеристичность.

9 Закон Мозли.

10 Метрологические характеристики и возможности атомных спектральных методов анализа.

##### **Контрольные вопросы по теме:**

1 На чем основан метод атомно-эмиссионного спектрального анализа?

2 Какие используются источники атомизации и возбуждения атомов в методе АЭСА?

3 Каковы основные узлы приборов в методе АЭСА?

4 Что является аналитическим сигналом в качественном и количественном методе АЭСА?

5 Какие линии в спектре атомной эмиссии называют резонансными, последними, гомологическими?

6 Почему спектр атомной эмиссии называют характеристическим?

7 Выполнение каких условий позволяет повысить правильность и чувствительность определения в методе АЭСА?

8 На чем основан метод атомно-абсорбционной спектроскопии?

9 Что является аналитическим сигналом в методах качественного и количественного метода АААА?

10 Почему метод АААА является высокочувствительным и избирательным?

11 Какие используются источники атомизации и возбуждения атомов в методе АААА?

12 Опишите сущность рентгенофлуоресцентного анализа.

15 Каковы источники рентгеновского излучения?

16 Как получается рентгеновский спектр вещества?

17 Почему в качестве диспергирующего устройства в рентгеновских методах используют кристалл-анализаторы?

##### **При изучении темы необходимо:**

изучить материал источников из списка литературы 2а, 3а, 4а, 8а, 1б.

**Результатом изучения темы 4 является «Описание процесса химического анализа атомно-эмиссионным методом и характеристика основных источников потерь».**

#### **Тема 5. Физико-химические методы анализа драгоценных металлов. Комбинирование методов при анализе драгоценных металлов и концентратов.**

##### **Содержание темы:**

- 1 Сущность метода молекулярной абсорбционной спектроскопии.
- 2 Спектр поглощения вещества.
- 3 Основной закон поглощения света растворами (закон Бугера-Ламберта-Бера).
- 4 Аппаратура метода фотометрического анализа.
- 5 Использование фотометрии для экспрессного определения элементов и примесей в металлах и сплавах.
- 6 Проверка подчиняемости растворов основному закону фотометрии.
- 7 Причины отклонения окрашенных растворов от подчинения основному закону фотометрии и их устранение.
- 8 Способы получения окрашенных растворов в методе молекулярной абсорбционной спектроскопии.
- 9 Способы определения концентрации в фотометрических методах анализа. фотометрических методов анализа и их разновидности.

#### **Контрольные вопросы по теме:**

- 1 На чем основан метод молекулярной абсорбционной спектроскопии?
- 2 Что представляет спектр поглощения вещества?
- 3 Основной закон поглощения света растворами (закон Бугера-Ламберта-Бера).
- 4 Опишите принципиальную схему прибора в методе молекулярной абсорбционной спектроскопии.
- 5 Каким образом можно проверить подчиняемость растворов основному закону фотометрии.
- 6 С помощью каких реакций можно получить окрашенные растворы в методе молекулярной абсорбционной спектроскопии?
- 7 Опишите требования, предъявляемые к фотометрируемым растворам.
- 8 Какие причины вызывают отклонение окрашенных растворов от подчинения основному закону фотометрии? Каким образом это можно устранить?
- 9 Какие существуют способы определения концентрации в фотометрических методах анализа?
- 10 Каковы возможности фотометрии для экспрессного определения элементов и примесей в металлах и сплавах?

#### **При изучении темы необходимо:**

изучить материал источников из списка литературы 1а, 6а, 8а, 1б.

*Результатом изучения темы 5 является «Описание процесса химического анализа физико-химическим методом и характеристика основных источников потерь».*

### **Тема 6. Методы пробирного концентрирования драгоценных металлов (серебряный или золотой королёк, никелевый штейн).**

#### **Содержание темы:**

1. Основные методы пробирного коллектирования драгоценных металлов.
2. Стадии пробирного анализа.
3. Взятие аналитической навески, предварительные операции для удаления мешающих примесей и сегрегации благородных металлов.
4. Флюсы и коллекторы, применяемые в пробирной плавке, их физико-химические свойства.
5. Приготовление шихты, шихтование проб.
6. Тигельное плавление, физико-химические процессы протекающие при плавке.
7. Продукты тигельной плавки.
8. Оборудование и материалы, применяемые в пробирном анализе при тигельной плавке.

9. Методика тигельного плавления.
10. Применение медного коллектора в пробирном анализе как одна из разновидностей, оценка различных способов плавления.
11. Купелирование свинцового сплава. Проверка качества капелей.
12. Квартование золотосеребряного королька, засада серебра.
13. Разваривание королька благородных металлов и подготовка золотой корточкой к взвешиванию.
14. Взвешивание золотой корточкой. Работа на микроаналитических весах.
15. Предупредительный контроль как способ получения достоверного результата

### **Контрольные вопросы по теме:**

- 1 Какие методы пробирного коллектирования драгоценных металлов используются.
- 2 Опишите стадии пробирного анализа, различие гравиметрического окончания от атомно-абсорбционного.
- 3 Какие существуют предварительные операции для удаления мешающих примесей и сегрегации благородных металлов при взятии навески.
- 4 Какие флюсы и коллекторы применяют в пробирной плавке, их физико-химические свойства.
- 5 Для чего проводят шихтование проб.
- 6 Продукты тигельной плавки. Методика тигельного плавления.
- 7 Применение медного коллектора в пробирном анализе как одна из разновидностей, оценка различных способов плавления.
- 8 Купелирование свинцового сплава. Проверка качества капелей.
- 9 Квартование золотосеребряного королька, засада серебра.
- 10 Разваривание королька благородных металлов и подготовка золотой корточкой к взвешиванию.

### **При изучении темы необходимо:**

изучить материал источников из списка литературы 8а, 9а, 6б.

***Результатом изучения темы 6 является «Описание процесса пробирного концентрирования и характеристика основных источников потерь».***

## **2 Список основных и дополнительных источников**

**Рекомендуемая литература, нормативные документы и ресурсы информационно-телекоммуникационной сети «Интернет».**

### **а) основная литература.**

1. Филичкина В. А., Скорская О. Л., Муравьева И. В. Методы и средства аналитического контроля материалов. Химические и физико-химические методы аналитического контроля. Учебное пособие. – М.: МИСиС, 2015
2. Скорская О. Л., Филичкина В. А. Методы и средства аналитического контроля материалов. Атомно-эмиссионный спектральный анализ. Учебное пособие. – М.: МИСиС, 2015
3. Сальников В.Д. Современные методы аналитического контроля материалов. – М.: МИСиС, 2020 – <https://avidreaders.ru/book/sovremennyye-metody-analiticheskogo-kontrolya-materialov.html>
4. Сальников В. Д., Филичкина В. А., Муравьева И. В. Методы контроля и анализа веществ. Рентгеновские методы анализа (N 3099). Лабораторный практикум.– М.: МИСиС, 2017
5. Сальников В. Д., Муравьева И. В. Методы контроля и анализа веществ. Физические методы анализа (N 3539). Практикум. – М.: МИСиС, 2019

6. Сальников В. Д., Муравьева И. В. Методы контроля и анализа веществ. Химические и физико-химические методы анализа (N 3540). Методические указания к практическим занятиям. – М.: МИСиС, 2019

7. Карпов Ю.А., Барановская В.Б., Марьина Г.Е., Филичкина В.А. Аккредитация испытательных (аналитических) лабораторий: курс лекций (N 3098) – М.: Изд. Дом НИТУ «МИСиС», 2017

8. Карпов Ю.А., Савостин А.П., Сальников В.Д. Аналитический контроль в металлургическом производстве. Учебное пособие для вузов. – М.: ИКЦ «Академкнига», 2006. – 352 с.

9. Карпов Ю.А., Савостин А.П. Методы пробоотбора и пробоподготовки. Учебное пособие. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2003. – 243 с.

#### **б) дополнительная литература.**

1 . Отто М. Современные методы аналитической химии. В 2-х томах/ Перевод с нем. под ред. Гармаша А.В.–М.: Техносфера, 2003 – [https://eknigi.org/nauka\\_i\\_ucheba/114417-sovremennye-metody-analiticheskoy-ximii-v-2-x.html](https://eknigi.org/nauka_i_ucheba/114417-sovremennye-metody-analiticheskoy-ximii-v-2-x.html)

2. Муравьева И. В. Методы контроля и анализа веществ. Потенциометрический метод аналитического контроля. Лабораторный практикум: Учебное пособие для студентов вузов.– М.: 2013

3. Муравьева И. В., Скорская О. Л. Методы контроля и анализа веществ. Потенциометрический метод контроля и анализа веществ. Учебное пособие для студентов вузов.– М.: МИСиС, 2012

3. Воробьева Г. Н., Муравьева И. В. Метрология, стандартизация и сертификация. Учебное пособие. – М.: МИСиС, 2019

4. Богомолова С. А., Муравьева И. В. Метрология и измерительная техника. Технические требования к средствам измерений. Электронный учебник. М.: МИСиС, 2019

5. Богомолова С. А., Муравьева И. В. Метрологическое обеспечение процессов жизненного цикла продукции. Электронный учебник. – М.: МИСиС, 2019

6. Причард Э., Барвик В. Контроль качества в аналитической химии. /Пер. с англ. под ред. И.В. Болдырева – СПб.: ЦОП «Профессия», 2011. – 320 с.

### 3 Терминологический словарь

Термин	Определение
Аликвота	Определенный объем жидкого, газообразного или сыпучего вещества, представляющий собой часть целого
Аналитический реагент	Химическое соединение, при взаимодействии с которым аналит дает аналитический сигнал
Аналитический сигнал	Сигнал, возникающий в анализируемом образце как отклик на внешнее воздействие, дающий информацию о химическом составе образца и регистрируемый в ходе анализа
Атомно-эмиссионный анализ	Метод анализа, основанный на получении и исследовании атомного спектра излучения по длинам волн спектральных линий (качественный анализ – идентификация элементов) и по их интенсивности (количественный анализ – определение содержания элементов)
Аттестация методики анализа	Процедура установления и подтверждения соответствия методики анализа предъявляемым к ней метрологическим требованиям
Гравиметрический метод анализа	Основан на точном измерении массы аналита, выделенного в виде труднорастворимого соединения (осадка) определенного состава
Интервал рН перехода окраски индикаторов	значение рК индикатора плюс, минус 1
Качественный химический анализ	Экспериментальное установление факта присутствия или отсутствия (обнаружение) аналита в пробе при заданном пороговом значении его содержания
Количественный химический анализ	Экспериментальное количественное определение содержания одного или ряда аналитов химическими, физико-химическими и физическими методами
Кривые титрования	графическое изображение изменения рН раствора от концентрации реагирующих веществ
Маскирование мешающих ионов	Прием связывания мешающих ионов в прочные растворимые комплексные соединения, не взаимодействующие с аналитическим реагентом
Матрица (основа)	Компонент или совокупность компонентов, образующих материал и являющихся его основой
Метод анализа	Описание принципов, положенных в основу определения компонента
Методика анализа	Документированная совокупность операций и правил, выполнение которых обеспечивает получение результата анализа с установленными характеристиками достоверности (для качественного анализа) или погрешности (для количественного анализа)
Мешающие ионы	Ионы, которые наряду с определяемым ионом реагируют с аналитическим реагентом и дают

Молярная концентрация раствора	сходный аналитический сигнал Число молей вещества в одном литре раствора
Нормальная концентрация раствора	Число эквивалентов вещества в одном литре раствора
Показатель титрования(pT)	то значение pH, при котором заканчивается титрование с данным индикатором показателем титрования и
Рентгеновский спектральный анализ	Метод анализа, основанный на получении и изучении рентгеновских характеристических спектров, причем по положению линии в спектре устанавливают качественный состав, а по относительной интенсивности линий – количественное содержание аналита
pH раствора	мера кислотности или основности водных, а также и неводных растворов
pH-индикаторы	органические соединения, имеющие хромофорные группы и обладающие слабыми кислотными или основными свойствами
Скачок титрования	резкое изменение pH раствора от одной капли добавленного титранта
Спектр вещества	Распределение энергии в веществе в шкале частот или длин волн
Спектр излучения	Разложенное по длинам волн (частотам) электромагнитное излучение
Титр раствора	отношение массы навески к объему раствора, показывает число граммов вещества в одном миллилитре раствора
Титрант	Раствор известной концентрации, которым титруют
Титриметрический анализ	Основан на измерении объема реагента, израсходованного на реакцию с определяемым веществом
Титрование	Прибавление титрованного раствора реактива к анализируемому раствору для определения точно эквивалентного (равного) количества
Точка эквивалентности	момент титрования, когда достигается эквивалентность (равенство) количеств взаимодействующих веществ
Фаза	Гомогенная часть многофазного объекта (гетерогенной системы), имеющая определенный химический состав и строение
Физико-химические методы анализа	Методы анализа, в которых получение аналитического сигнала основано на химических реакциях, а фиксация его осуществляется с помощью физических приборов
Физические методы анализа	Методы анализа, в которых получение аналитического сигнала основано на изменении физических параметров вещества (материала), фиксация аналитического сигнала осуществляется с помощью физических приборов
Фотометрический метод анализа	Метод анализа, основанный на измерении

Химические методы анализа	<p>поглощения электромагнитного излучения молекулами аналита, причем степень поглощения пропорциональна концентрации аналита в растворе</p> <p>Методы анализа, в которых получение аналитического сигнала основано на химических реакциях, а фиксация осуществляется органолептически (с помощью органов чувств аналитика)</p>
Химический анализ вещества	Обнаружение и определение компонентов (аналитов), из которых состоит вещество
Химический состав вещества (материала)	Совокупность компонентов (аналитов), из которых состоит вещество (материал)