Документ подписан простой электронной подписью
Информация о владельце:
ФИО: Щекина Вера Витальевна
Должность: Ректор
Дата подписания: 05.03.2026 09:10:45
Уникальный программный ключ:
a2232a55157e57655fb8999b1190892af5398942042033 6ffbf573a434e57789

	МИНИСТЕРСТВО ПРОСВЕЩЕНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
	федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Благовещенский государственный педагогический университет»
	ОСНОВНАЯ ОБРАЗОВАТЕЛЬНАЯ ПРОГРАММА **Рабочая программа дисциплины**

УТВЕРЖДАЮ
Декан естественно-географического факультета ФГБОУ ВО «БГПУ»

_____ И.А. Трофимцова
«28» июня 2023 г.

Рабочая программа дисциплины
ПРОБИРНЫЙ АНАЛИЗ РУД

Направление подготовки
04.03.01 ХИМИЯ

Профиль
«АНАЛИТИЧЕСКАЯ ХИМИЯ»

Уровень высшего образования
БАКАЛАВРИАТ

Принята на заседании кафедры химии
(протокол № 9 от «28» июня 2023 г.)

Благовещенск 2023

СОДЕРЖАНИЕ

1 ПОЯСНИТЕЛЬНАЯ ЗАПИСКА…….3Ошибка! Закладка не определена.

2 УЧЕБНО-ТЕМАТИЧЕСКОЕ ПЛАНИРОВАНИЕ ……Ошибка! Закладка не определена.

6

4 МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ (УКАЗАНИЯ) ДЛЯ СТУДЕНТОВ ПО ИЗУЧЕНИЮ ДИСЦИПЛИНЫОшибка! Закладка не определена.

Ошибка! Закладка не определена.

6 ДИДАКТИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ КОНТРОЛЯ Ошибка! Закладка не определена…….…….37

7 ПЕРЕЧЕНЬ ИНФОРМАЦИОННЫХ ТЕХНОЛОГИЙ, ИСПОЛЬЗУЕМЫХ В ПРОЦЕССЕ ОБУЧЕНИЯ……...53

8 ОСОБЕННОСТИ ИЗУЧЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ ИНВАЛИДАМИ И ЛИЦАМИ С ОГРАНИЧЕННЫМИ ВОЗМОЖНОСТЯМИ ЗДОРОВЬЯ……...53

9 СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ И ИНФОРМАЦИОННЫХ РЕСУРСОВ……55

10 МАТЕРИАЛЬНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ БАЗА……55

11 ЛИСТ ИЗМЕНЕНИЙ И ДОПОЛНЕНИЙ……...58

1 ПОЯСНИТЕЛЬНАЯ ЗАПИСКА

1.1 Цель дисциплины: подготовка к профессиональной деятельности.

Задачи курса – изучение теории, технологии и аппаратурного оформления основных процессов пробирного анализа золота, серебра и платиновых металлов.

1.2 Место дисциплины в структуре ООП

Дисциплина «Пробирный анализ руд» относится к дисциплинам части, формируемой участниками образовательных отношений блока Б1 (Б1.В.13).

Для освоения дисциплины «Пробирный анализ руд» обучающиеся используют знания, умения, сформированные в ходе изучения «Аналитической химии».

1.3 Дисциплина направлена на формирование следующих компетенций: ПК-1, ПК-5:

ПК-1. Владеет системой фундаментальных химических понятий и законов, **индикаторами** достижения которой является:

- ПК-1.1. Понимает основные принципы, законы, методологию изучаемых химических дисциплин, теоретические основы физических и физико-химических методов исследования.
- ПК-1.2. Использует фундаментальные химические понятия в своей профессиональной деятельности.
- ПК-1.3. Интерпретирует полученные результаты, используя базовые понятия химических дисциплин.

ПК-5. Способен осуществлять контроль качества сырья, компонентов и выпускаемой продукции химического назначения под руководством специалистов более высокой квалификации, **индикаторами** достижения которой является:

- ПК-5.1. Выбирает методы и средства контроля качества, сырья, компонентов и выпускаемой продукции химического назначения на соответствие требуемой нормативной документации.
- ПК-5.2. Выполняет стандартные операции на типовом оборудовании для характеристики сырья, промежуточной и конечной продукции химического производства.
- ПК-5.3. Составляет протоколы испытаний, отчеты о выполненной работе по заданной форме.
- ПК-5.4. Осуществляет контроль точности аналитического оборудования на соответствие требуемой нормативной документации.

1.4 Перечень планируемых результатов обучения. В результате изучения дисциплины студент должен

- знать:

- физические величины;
- средства измерений, единство измерений;
- основные понятия и термины метрологии.
- стандартные методы получения, идентификации и исследования свойств веществ и материалов, правила обработки и оформления результатов работы, нормы ТБ;
- основные методы исследования, и математической обработки данных химического эксперимента;

- уметь:

- выбирать методы диагностики веществ и материалов, проводить стандартные измерения;
- использовать различные подходы, применяемые для обработки экспериментальных данных;

- применять на практике способы статистической обработки результатов анализа;
- обрабатывать результаты анализов с помощью статистических методов.

- владеть:
- навыками планирования, анализа.
- методами регистрации и компьютер ной обработки результатов химического эксперимента.
- алгоритмами метрологических исследований;
- методами метрологической обработки результатов анализа

1.5 Общая трудоемкость дисциплины «Пробирный анализ руд» составляет 3 зачетные единицы (108 часов), из них лекционных – 32 часа, 34 часа отводится на лабораторные занятия. Полезной поддержкой курса служит проведение контрольных работ. Курс завершается зачетом.

1.6 Объем дисциплины и виды учебной деятельности

Объем дисциплины и виды учебной работы

Вид учебной работы	**Всего часов**	**Семестры 8**
Общая трудоемкость	108	108
Аудиторные занятия	66	66
Лекции	32	32
Лабораторные работы	34	34
Самостоятельная работа	42	42
Вид итогового контроля	-	зачет

2 УЧЕБНО-ТЕМАТИЧЕСКОЕ ПЛАНИРОВАНИЕ

Учебно-тематический план

№	**Наименование тем (разделов)**	**Всего часов**	**Аудиторные занятия**		**Самостоя-тельная работа**
			Лекции	**Лабораторные занятия**	
1	**Введение**	**4**	**2**	**-**	**2**
	Введение	4	2	-	2
2	**Основы опробования**	**6**	**2**	**-**	**4**
	Основы опробования	6	2	-	4
3	**Практика пробоотбирания**	**12**	**4**	**4**	**4**
	Пробоотбирание	3	2	-	1
	Практика пробоотбирания	3	2	-	1
	Сравнение различных способов взятия навески руды и их влияния на результаты пробирного анализа на примере стандартного образца	6	-	4	2
4	**Пробирный анализ**	**16**	**4**	**8**	**4**
	Пробирный анализ	5	4	-	1
	Проверка качества реактивов применяемых в пробирном анализе.	6	-	4	2
	КЗ. Проведение пробирной плавки на золото и серебро.	5	-	4	1
5	**Шерберная плавка**	**6**	**2**	**-**	**4**
	Шерберная плавка	6	2	-	4
6	**Купелирование и разваривание**	**14**	**2**	**8**	**4**
	Купелирование и разваривание	2	2	-	-

	Купелирование. Проверка качества капелей	6	-	4	2
	Разваривание корольков. Проверка золотых корточек на «засаду» серебра.	6	-	4	2
7	**Основы тигельной плавки**	**28**	**6**	**12**	**10**
	Основы тигельной плавки	3	2	-	1
	Операция шихтования аналитической пробы (с использованием металлического серебра).	6	-	4	2
	Тигельная плавка руд 1 класса	2	1	-	1
	Шихтование. Подбор шихты для руд первого класса.	6	-	4	2
	Тигельная плавка руд 2 класса	2	1	-	1
	Тигельная плавка руд 3 класса	2	1	-	1
	Шихта для руд II, III класса. Определение окислительно-восстановительной способности руды.	6	-	4	2
	Тигельная плавка руд 4 класса	1	1	-	-
8	**Оборудование пробирных лабораторий**	**8**	**4**	**-**	**4**
	Оборудование пробирных лабораторий.	8	4	-	4
9	**Техника безопасности и охрана труда в пробирных лабораториях**	**6**	**2**	**2**	**2**
	Техника безопасности и охрана труда в пробирных лабораториях	3	2	-	1
	Техника безопасности в пробирных лабораториях	3	-	2	1
10	**Опробование растворов (выпаривание в свинцовой чашечке)**	**4**	**2**	**-**	**2**
	Опробование растворов (выпаривание в свинцовой чашечке)	4	2	-	2
11	**Лигатурные сплавы, опробование сплавов**	**4**	**2**	**-**	**2**
	Лигатурные сплавы, опробование сплавов	4	2	-	2
Итого		**108**	**32**	**34**	**42**

Интерактивное обучение по дисциплине

№	Тема занятия	Вид занятия	Форма интерактивного занятия	Количество часов
1	Пробоотбирание	ЛК	Просмотр и обсуждение видеофильма «Как добывается золото». Учебный фильм	2
2	Пробирный анализ	ЛК	Просмотр и обсуждение видеофильма «Металлургия. История белого цвета». Документальный фильм,	2

			2013	
3	Основы тигельной плавки	ЛК	Просмотр и обсуждение видеофильма «Золото», 2010 (Россия)	2
4	Купелирование	ЛК	Просмотр и обсуждение учебного видеофильма «Купелирование»	2
5	Тигельная плавка руд	ЛК	Просмотр и обсуждение учебного видеофильма «Тигельная плавка»	2
6	Шерберная плавка.	ЛК	Лекция с ошибками	2
7	Купелирование и разваривание	ЛК	Лекция с ошибками	2
8	Опробование растворов (выпаривание в свинцовой чашечке)	ЛК	Лекция с ошибками	2
9	Лигатурные сплавы, опробование сплавов	ЛК	Лекция с ошибками	2
10	Оборудование пробирных лабораторий	ЛК	Лекция-дискуссия	2
11	Техника безопасности и охрана труда в пробирных лабораториях	ЛК	Круглый стол	2
ИТОГО				22

3 СОДЕРЖАНИЕ ТЕМ (РАЗДЕЛОВ)

Введение. Пробирный анализ. Цели и задачи пробирного анализа.

Общая характеристика элементов группы благородных металлов. Золото и серебро, платина и металлы платиновой группы. Физические и химические свойства. Руды благородных металлов. Классификация руд по минералогическому составу.

Пробоотбирание. Средняя проба и ее получение. Взятие средней пробы на уменьшение. Принципы пробоотбирания. Правило (таблица) Ричардса. Формула Брунтона. Вес первой пробы и степень ее сокращения.

Практика пробоотбирания. Три операции пробоотбирания: измельчение, перемешивание и сокращение.

Измельчение. Ситовый анализ.

Перемешивание: сбрасывание на конус, перекатывание, повторное пересыпание из одного сосуда в другой, просеивание.

Сокращение. Способы ручного сокращения: квартование, отбирание отдельных фракций, отбирание с помощью квартовальной лопаты, прокладка канав, отбирание с помощью рифленых делителей и отбирание вычерпыванием. Методика проведения, достоинства и недостатки данных способов. Машинное пробоотбирание. Виды пробоотбирательных машин и их характеристика.

Доводка пробы. Подготовка пробы к состоянию, удобному для анализа.

Пробирный анализ. Достоинства метода. Общая схема анализа. Специальные приемы в пробирном анализе.

Химические реакции при пробах сухим путем. Накаливание или кальцинирование. Обжигание окислительное и восстановительное. Плавление.

Пробирные реактивы. Восстановители (древесный уголь, пшеничная и ржаная мука, черный плавень, винный камень, цианистый калий и др.). Окислители (селитра, глет). Флюсы или растворяющие реактивы. Кислые флюсы (кварц, бура). Основные флюсы (сода, глет). Осадители (железо, цианистый калий, щелочи). Коллекторы - собирающие или концентрирующие примеси (пробирный или зерненный свинец, металлическое серебро). Реактивы, предохраняющие пробу от доступа воздуха и применяемые в виде так называемых покрышек (хлористый натрий, смесь сухой буры с содой).

Пробирная посуда. Характеристика пробирной посуды. Посуда из глины – шербера и тигли. Посуда из костяной золы, магнезита, цемента – капели.

Оборудование пробирных лабораторий. Печи для тигельной плавки. Печи для купелирования. Ручные инструменты для печи.

Основы тигельной плавки. Химические реакции, протекающие при тигельной плавке. Продукты тигельной плавки: свинцовый веркблей и шлак. Классификация шлаков по степени кислотности. Шпейза. Штейн.

Методика пробирного анализа. Величина навески и степень измельчения анализируемого материала. Подготовка и шихтование проб. Подбор шихты. Расчет предварительного состава шихты. Табличный расчет шихт по Б.Н. Лебедеву. Предварительные пробы. Определение окислительной и восстановительной способности руды. Контроль реактивов.

Тигельная проба для руд I класса. Определение количества восстановителя по предварительной пробе. Примеры шихт для плавки кварцевых руд. Выполнение плавки. Основные руды. Шихта для глинистых руд.

Тигельная проба для руд II класса. Плавка с селитрой и избытком глета. Количество селитры. Состав шихты. Выполнение плавки с селитрой. Плавка с железом. Состав шихты. Плавка с предварительным обжигом.

Тигельная проба для руд III класса.

Специальные методы пробирной плавки на золото и серебро (на железонатриевый шлак, на медный сплав, на никелевый штейн, щелочная плавка).

Шерберная плавка. Химизм процесса. Практика Шерберования.

Купелирование и разваривание. Основы купелирования. Потери золота и серебра при купелировании. Контроль качества капелей. Разделение золото-серебряных корольков. Условия проведения процесса, требования к кислоте. Засада. Квартование королька (таблица Розе). Прокаливание корточек. Взвешивание золотых корточек. Правила взвешивания.

Опробование растворов (выпаривание в свинцовой чашечке).

Лигатурные сплавы, **опробование сплавов**.

4 МЕТОДИЧЕСКИЕ РЕКОМЕНДАЦИИ (УКАЗАНИЯ) ДЛЯ СТУДЕНТОВ ПО ИЗУЧЕНИЮ ДИСЦИПЛИНЫ

Рабочая программа призвана помочь студентам естественно-географического факультета в организации самостоятельной работы по освоению курса «Пробирный анализ руд». Пробирный анализ является отраслью аналитической химии и основным методом определения содержания золота и серебра в твердых материалах (рудах, россыпях, концентратах, хвостах обработки, штейнах, компактном металле и т.д.).

По окончании обучения студент должен знать химические реакции, происходящие при пробирном концентрировании, методики проведения плавок, методики определения качества реактивов, применяемых в пробирном анализе, принципы шихтования проб.

Рабочая программа составлена в строгом соответствии с учебным планом и ООП.

Учебно-методические материалы по подготовке практических занятий, содержащие планы проведения занятий с указанием последовательности рассматриваемых тем, краткие теоретические и учебно-методические материалы по теме. Выполнение практикума даст возможность студентам глубже усвоить теоретический материал, применить полученные знания на практике.

Успешное освоение дисциплины предлагает активное, творческое участие студента путем планомерной, повседневной работы. Изучение дисциплины следует начинать с проработки рабочей программы, особое внимание, уделяя целям и задачам, структуре и содержанию курса.

Прежде чем приступить к выполнению заданий для самоконтроля, студентам необходимо изучить рекомендуемую по каждой теме литературу. Общий список учебной, учебно-методической и научной литературы представлен в отдельном разделе пособия.

Учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы студентов по дисциплине

№	Наименование раздела (темы)	Формы/виды самостоятельной работы	Количество часов, в соответствии с учебно-тематическим планом
1	Введение	Изучение основной литературы Изучение дополнительной литературы Конспектирование изученных источников	2
2	Основы опробования	Изучение основной литературы Изучение дополнительной литературы Оформление лабораторной работы Подготовка отчета по лабораторной работе	4
3	Практика проботбирания	Изучение основной литературы Изучение дополнительной литературы Оформление лабораторной работы Подготовка отчета по лабораторной работе	4
4	Пробирный анализ	Изучение основной литературы Изучение дополнительной литературы Оформление лабораторной работы Подготовка отчета по лабораторной работе	4
5	Шерберная плавка	Изучение основной литературы Изучение дополнительной литературы Оформление лабораторной работы Подготовка отчета по лабораторной работе	4
6	Купелирование и	Изучение основной литературы	4

	разваривание	Изучение дополнительной литературы Конспектирование изученных источников Оформление лабораторной работы	
7	Основы тигельной плавки	Изучение основной литературы Изучение дополнительной литературы Оформление лабораторной работы	10
8	Оборудование пробирных лабораторий.	Изучение основной литературы и дополнительной литературы Подготовка рефератов и презентаций	4
9	Техника безопасности и охрана труда в пробирных лабораториях.	Изучение основной литературы и дополнительной литературы	2
10	Опробование растворов (выпаривание в свинцовой чашечке).	Изучение основной литературы Изучение дополнительной литературы Оформление лабораторной работы	2
11	Лигатурные сплавы, опробование сплавов.	Изучение основной литературы и дополнительной литературы Подготовка рефератов и презентаций	2
ИТОГО			**42**

5 ПРАКТИКУМ ПО ДИСЦИПЛИНЕ

Примерный план лабораторных работ

1. Техника безопасности в пробирных лабораториях (2 ч)
2. Проверка качества реактивов, применяемых в пробирном анализе (4 ч)
3. Сравнение различных способов взятия навески руды и их влияния на результаты пробирного анализа на примере стандартного образца (4 ч)
4. Операция шихтования аналитической пробы (с использованием металлического серебра) (4 ч)
5. Шихтование. Подбор шихты для руд первого класса (4 ч)
6. Шихтование. Шихта для руд II, III класса. Определение окислительно-восстановительной способности руды (4 ч)
7. Купелирование. Проверка качества капелей (4 ч)
8. Разваривание корольков. Проверка золотых корточек на «засаду» серебра (4 ч)
9. КЗ. Проведение пробирной плавки на золото и серебро (4 ч)

Занятие 1. Техника безопасности в пробирных лабораториях

Цель: изучить правила техники безопасности в пробирных лабораториях.

Техника безопасности лаборанта пробирного анализа на этапе разваривания корольков.

1. Общие требования безопасности.

К токсическим веществам, применяемым в пробирно-аналитических лабораториях, относятся свинец и его соединения в виде паров и пыли, рудная пыль, минеральные кислоты. Источником повышенной опасности при разварке так же является высокая температура печей прокаливания (600 - 800 ^{0}С), большой электрический ток (до 100 А) и напряжение 380 В.

1.1. К работе в пробирной лаборатории могут быть допущены лица не моложе 18 лет, прошедшие медицинское освидетельствование (обязаны проходить мед. осмотр не реже 1 раза в год), прошедшие специальное обучение, инструктаж на рабочем месте, ознакомление с правилами пожарной безопасности и усвоившие безопасные приемы работы.

1.2. Техническое обслуживание печей разваривания корольков и прокаливания золотых корточек должно проводиться с соблюдением требований «Правил технической эксплуатации установок» (ПТЭ), «Правил устройства электроустановок».

1.3. Запрещается в разварочной производить какие-либо работы, связанные с касанием токовыводящих элементов печи при поданном на изделие напряжении.

1.4. Запрещается посторонним лицам доступ к панели управления печей.

1.5. Запрещается доступ посторонним лицам вовремя разварки.

1.6. Знать места расположения на рабочих местах средств пожаротушения, их назначение и правила пользования ими.

1.7. Запрещается в разварочных помещениях курить и принимать пищу.

1.8. Необходимо знать признаки отравления парами минеральных кислот, воздействие на кожу азотной кислоты и меры первой помощи.

1.9. В разварочной всегда должен быть приготовлен нейтрализующий раствор (соды или щелочи).

2. Требования безопасности перед началом работы.

2.1. Перед работой включить приточную и вытяжную вентилляции.

2.2.Все работы по шихтовке проб и разварке корольков, а так же замачивание отработанных тиглей в азотной кислоте производить в вытяжных шкафах, скорость воздуха в которых составляет не менее 1 м/сек.

2.3. Очистить печи от посторонних предметов, проверить исправность заземления.

2.4. Проверить наличие и чистоту посуды (стаканов, колб, тиглей), маркировку тиглей и их целостность (тигли с трещинами к работе непригодны).

2.5. При регенерации маточных растворов серебра с использованием водоструйных насосов проверить подачу и чистоту (визуально) водопроводной воды. При слабом напоре и грязной воде регенерацию следует отменить или проводить без применения водоструйного насоса.

3. Требования безопасности во время работы.

3.1. Следить, чтобы в разварочную не входили другие сотрудники.

3.2. Работать четко, внимательно, без спешки.

3.3. При разведении азотной кислоты лить кислоту в воду.

3.4. При нагреве кислоты следить, чтобы на нагревательной колбе не было пробки.

3.5. Во время работы не брать тигли руками во избежание термических и химических ожогов.

3.6. При регенерации маточных растворов серебра (при промывке фильтров с осажденным хлоридом серебра на воронке Бюхнера с колбой Бунзена) следить за уровнем поступающего в колбу раствора. Раствор не должен попасть в отвод колбы.

3.7. Не ставить тигли с корточками золота, промытые от серебра, сразу на печь прокаливания. Сначала просушить их на печи разваривания.

3.8. Горячие тигли с печи прокаливания не ставить сразу на деревянные подложки. Охладить их сначала в эксикаторе или непосредственно на воздухе.

3.9. Разлив азотной кислоты из бутылей и канистр большой емкости производить только с помощью сифонов и перекачивающих устройств на открытом воздухе.

3.10. Во избежание воспламенения предотвращать контакты азотной кислоты с органическими веществами (бумага, деревянные опилки).

3.11. На бутылях должны быть четкие надписи.

3.12. Нельзя набирать любые растворы в пипетки ртом.

4. Требования безопасности в аварийных ситуациях.

4.1. В случае аварийной ситуации необходимо отключить источники тока, покинуть опасную зону, сообщить об опасности непосредственному руководителю.

4.2. В случае аварийного отключения вытяжной вентиляции, снять с печей все тигли, отключить печи, покинуть опасную зону, сообщить об аварии руководителю и дежурному электрику.

4.3.При возникновении очагов пожара необходимо немедленно выключить вентиляцию, обесточить оборудование, сообщить о случившемся администрации, приступить к тушению пожара местными средствами до прихода пожарных.

4.4. В случае попадания азотной кислоты на кожу, нейтрализовать ее слабым раствором щелочи или соды, промыть многократно сильным напором холодной воды.

4.5.Битую посуду, во избежание порезов и, как следствие, заражения, не брать голыми руками.

5. Требования безопасности по окончании работы.

5.1 При круглосуточной работе не покидать рабочее место до прихода сменщика.

5.2. Сдать сменщику рабочее место чистым, сообщить обо всех неисправностях и сбоях в работе.

5.3. Сделать влажную уборку помещения.

5.4. Снять спецодежду. Категорически запрещается посещать в спецодежде места приема пищи.

5.5. Принять душ. Почистить после работы зубы.

Техника безопасности при эксплуатации плавильных печей.

1. Общие требования безопасности.

При плавке руд в тигельных печах пары оксидов свинца и других элементов, оказывающих вредное воздействие на организм человека. Источником повышенной опасности при плавке так же является высокая температура печей (до 1200° С), большой электрический ток (до 100 А), напряжение (380 В).

1.1. К работе на тигельных печах могут быть допущены лица не моложе 18 лет, прошедшие медицинское освидетельствование (обязаны проходить мед. осмотр не реже 1 раза в год), прошедшие специальное обучение, инструктаж на рабочем месте, ознакомление с правилами пожарной безопасности и усвоившие безопасные приемы работы.

1.2. Техническое обслуживание плавильных постов ТИТ-12, должно проводиться с соблюдением требований «Правил технической эксплуатации установок » (ПТЭ), «Правил устройства электроустановок » (ПУЭ), «Правил техники безопасности при эксплуатации электроустановок» (ПТБ).

1.3. Запрещается производить какие-либо работы, связанных с касанием токовыводящих элементов печи при поданном на изделие напряжении.

1.4. Запрещается посторонним лицам доступ к панели управления печей.

1.5. Запрещается доступ посторонним лицам при рабочей печи на рабочей площадке.

1.6. Работы производить в огнеупорной спецодежде, индивидуальными средствами защиты являются очки с темными стеклами.

1.7. Знать места расположения на рабочих местах средств пожаротушения, их назначение и правила пользования ими. Знать места расположения пожарной сигнализации, связи и способы вызова пожарной команды.

1.8. Запрещается в плавильном цехе курить и принимать пищу. Курить разрешается только в специально отведенных местах.

1.9. Знать отравляющие свойства паров свинцовых соединений и признаки отравления свинцом.

1.10. При ожогах от раскаленных предметов необходимо обожженное место смазать спиртом-ректификатом, а при ожоге горячей жидкостью, промыть обожженное место 1% раствором перманганата калия.

1.11. Плавильщик должен иметь вторую группу допуска с правом работы на энергетических установках, повторная проверка знаний на группу допуска проводится ежегодно.

2.1. Перед началом работы на тигельных и муфельных печах необходимо включить приточную и вытяжную вентиляции, очистить печи от посторонних предметов, застывшего шлака, проверить исправность заземления.

2.2. Проверить целостность спецодежды и средств индивидуальной защиты.

2.3. Проверить наличие и исправность инструмента (пинцета, молотка, щетки, тигельных клещей, загрузочных щипцов), проверить состояние настилов, осмотреть и, при необходимости, освободить проходы.

2.5. Плавильщик обязан визуально контролировать состояние рабочих камер и нагревательных печей. Недопустима работа на печи со снятыми рабочими кожухами.

2.6. При работе на посту для обработки веркблеев необходимо пользоваться защитной маской и рукавицами при отделении шлака от веркблея. Шлак убирать при помощи совка, веника, щетки. Молоток должен быть надежно насажен на ручку и прочно расклинен, ручка не должна иметь трещин.

3. Требования безопасности во время работы.

3.1. Не оставлять без присмотра работающие печи, не греть их без надобности.

3.2. Загрузку и выгрузку тиглей можно производить только после отключения электропитания печи.

3.3. Расплав из тиглей разливать осторожно, не допуская разбрызгивания. Во избежание выброса горючего расплава при разливе, металлические изложницы должны быть без влаги, очищены, натерты сухим мелом или графитовым порошком и нагреть для испарения влаги. Запрещается сливать расплав в мокрую изложницу.

3.4. При разливе расплава в изложницы необходимо пользоваться защитной маской.

3.5. При работе на электромеханических вальцах для прокатки фольги В-5 необходимо пользоваться пинцетом при работе с мелкими заготовками во избежание травмирования пальцев рук.

4. Требования безопасности в аварийных ситуациях.

4.1. При возникновении очагов пожара, необходимо немедленно выключить вентиляцию, обесточить оборудование, сообщить о случившемся администрации, приступить к тушению пожара местными средствами до прихода пожарных.

4.2. В случае проявления аварийной ситуации, опасности для своего здоровья или здоровья других людей следует отключить источник тока, покинуть опасную зону и сообщить об опасности непосредственному руководителю.

4.3. О несчастном случае необходимо сообщить руководству или находящемуся поблизости другому рабочему, принять меры по оказанию первой помощи пострадавшему.

4.4. При аварийном отключении электроэнергии отключить от сети тиристорные источники питания печей ТИТ - 12 .

5.Требования безопасности по окончании работ

5.1. По окончании работы лаборант обязан выключить печи и, при необходимости, вытяжную вентиляцию.

5.2. Навести чистоту на рабочем месте.

5.3. Сообщить обо всех неисправностях и замыканиях, выявленных во время работы.

5.4. Принять душ.

Техника безопасности лаборанта пробирного анализа на участке купеляции и шерберования проб.

1. Общие требования безопасности.

При обработке (купелировании) получаемого сплава свинца и драгоценных металлов (веркблея) в муфельных печах образуются пары оксидов свинца и других элементов, оказывающих вредное воздействие на организм человека. Источником повышенной опасности при купелировании так же является высокая температура печей (до 1000° С), большой электрический ток (до 100 А), напряжение (380 В).

1.1. К работе на муфельных печах могут быть допущены лица не моложе 18 лет, прошедшие медицинское освидетельствование (обязаны проходить мед. осмотр не реже 1 раза в год), прошедшие специальное обучение, инструктаж на рабочем месте, ознакомление с правилами пожарной безопасности и усвоившие безопасные приемы работы.

1.2. Техническое обслуживание установок купелирования и обжига ТИТ-2 и ТИТ-4 должно проводиться с соблюдением требований «Правил технической эксплуатации установок » (ПТЭ), «Правил устройства электроустановок » (ПУЭ), «Правил техники безопасности при эксплуатации электроустановок» (ПТБ).

1.3. Запрещается производить какие-либо работы, связанных с касанием токовыводящих элементов печи при поданном на изделие напряжении.

1.4. Запрещается посторонним лицам доступ к панели управления печей.

1.5. Запрещается доступ посторонним лицам при рабочей печи на рабочей площадке.

1. 6. Знать места расположения на рабочих местах средств пожаротушения, их назначение и правила пользования ими. Знать места расположения пожарной сигнализации, связи и способы вызова пожарной команды.

1.7. Запрещается в плавильном цехе курить и принимать пищу. Курить разрешается только в специально отведенных местах.

1.8. Знать отравляющие свойства паров свинцовых соединений и признаки отравления свинцом.

1.9. При ожогах от раскаленных предметов необходимо обожженное место смазать спиртом-ректификатом, а при ожоге горячей жидкостью, промыть обожженное место 1% раствором перманганата калия.

2.1. Перед началом работы на муфельных печах необходимо включить приточную и вытяжную вентиляции, очистить печи от посторонних предметов, проверить исправность заземления.

2.2. Проверить целостность спецодежды и средств индивидуальной защиты.

2.3. Проверить наличие и исправность инструмента (пинцета, щетки, тигельных загрузочных щипцов), проверить состояние настилов, осмотреть и, при необходимости, освободить проходы.

3. Требования безопасности во время работы.

3.1. Не оставлять без присмотра работающие печи, не греть их без надобности.

4. Требования безопасности в аварийных ситуациях.

4.1. При возникновении очагов пожара, необходимо немедленно выключить вентиляцию, обесточить оборудование, сообщить о случившемся администрации, приступить к тушению пожара местными средствами до прихода пожарных.

4.2. В случае проявления аварийной ситуации, опасности для своего здоровья или здоровья других людей следует отключить источник тока, покинуть опасную зону и сообщить об опасности непосредственному руководителю.

4.3. О несчастном случае необходимо сообщить руководству или находящемуся поблизости другому рабочему, принять меры по оказанию первой помощи пострадавшему.

4.4. При аварийном отключении электроэнергии отключить от сети питание печей купелирования и обжига ТИТ - 2 и ТИТ-4.

5.Требования безопасности по окончании работ

5.1. По окончании работы лаборант обязан выключить печи и, при необходимости, вытяжную вентиляцию.

5.2. Навести чистоту на рабочем месте.

5.3. Сообщить обо всех неисправностях и замыканиях, выявленных во время работы.

5.4. Принять душ.

Меры первой помощи при поражении электротоком.

Спасение жизни человека, пораженного электрическим током, во многом зависит от быстроты и правильности действий оказывающих ему помощь лиц. Доврачебную помощь нужно начать оказывать немедленно, по возможности на месте происшествия, одновременно вызвав медицинскую помощь.

Прежде всего, нужно как можно скорее освободить пострадавшего от действия электрического тока. Если нельзя отключить электроустановку от сети, то следует сразу же приступить к освобождению пострадавшего от токоведущих частей, используя при этом изолирующие предметы. Если он находится на высоте, то необходимо предотвратить возможность его травмирования при падении.

Освобождая человека от напряжения до 1000 В, следует воспользоваться канатом, палкой, доской и другим сухим предметом, не проводящим ток. Пострадавшего можно оттянуть за сухую одежду. При оттаскивании его за ноги не следует касаться обуви или одежды без изоляции своих рук, так как обувь и одежда могут быть сырыми и проводить электрический ток. Чтобы изолировать руки, нужно воспользоваться диэлектрическими перчатками, а при их отсутствии обмотать руку любой сухой материей. При этом рекомендуется действовать одной рукой.

От токоведущих частей напряжением свыше 1000 В пострадавшего следует освобождать с помощью штанги или изолирующих клещей, рассчитанных на соответствующее напряжение. При этом надевают диэлектрические перчатки и боты. Важно помнить об опасности шагового напряжения, когда провод лежит на земле.

Если нельзя быстро отключить питание линии электропередачи, то нужно замкнуть провода накоротко, набросив на них гибкий провод достаточного сечения. Один конец последнего предварительно заземляют (присоединяют к металлической опоре, заземляющему спуску и др.). Если пострадавший касается одного провода, то достаточно заземлить только этот провод. Доврачебная помощь после освобождения пострадавшего зависит от его состояния. Если он в сознании, то нужно обеспечить ему на некоторое время полный покой, не разрешая ему двигаться до прибытия врача.

Если пострадавший дышит очень редко и судорожно, но прощупывается пульс, надо сразу же делать искусственное дыхание по способу "изо рта в рот" или "изо рта в нос".

При отсутствии дыхания и пульса, расширенных зрачках и нарастающей синюшности кожи и слизистых оболочек нужно делать искусственное дыхание и непрямой (наружный) массаж сердца. Оказывать помощь нужно до прибытия врача. Известны случаи, когда искусственное дыхание и массаж сердца, проводимые непрерывно в течение 3...4 ч, возвращали пострадавших к жизни.

Форма отчета. Отчет должен содержать название, цель работы, перечень нормативных документов, а также правила техники безопасности в пробирной лаборатории.

Занятие 2. Проверка качества реактивов применяемых в пробирном анализе

Цель: познакомиться с операциями контроля качества реактивов применяемых в пробирном анализе.

Операция определения содержания золота и серебра в холостой пробе пробирного анализа (проверка глета)

1. Назначение и область применения

Типовой состав шихты систематически проверять на наличиесеребра и золота в коллекторе (глете). Для этого пробирному анализу на серебро и золото (с атомно-абсорбционным окончанием для золота)подвергать навеску типовой шихты – так называемую «холостую пробу». Каждая бригада – за смену должна проанализировать не менеедвух холостых проб. **В случае содержания в глете серебра и золота, найденную величину учитывать при расчетах в пробирном анализе.**

Не менее двух холостых проб анализировать с каждой партией проб на серебро (ставить в посад холостые пробы, как только меняется шихта).

2. Выполнение анализа

2.1 Навесить типовую шихту, в количестве, обычно используемом при пробирных плавках. Поместить в бумажный кулек, добавить покрышку. Сплавить и скупелировать по обычной схеме (***тигельную плавку вести на новых тиглях***).

2.2 Золотосеребряные корольки, если таковые образовались, очистить от частичек капели, расплющить в корточку и взвесить на аналитических весах 1 класса с точностью до 0,001 мг.

2.3 Результаты записать в журнал «Учет содержания металлов в холостой пробе».

2.4 Золотосеребряные корольки холостой пробы, поступившие с этапа купеляции разварить согласно регламенту пробирного анализа.

2.5 Оставшуюся золотую корточку прокалить на платформе нагревательной.

2.6 Составить сопроводительный лист для АА определения золота. Занести данные сопроводительного листа в журнал АА анализа.

2.7 В тигли с корточками, после разваривания, добавить по 3 мл царской водки (смесь азотной и соляной кислот в соотношении 1:3). Нагреть тигли на платформе нагревательной (согласно инструкции по эксплуатации платформы) до полного растворения всех видимых крупинок золота.

2.8 В градуированную пробирку поместить воронку, перелить через нее раствор из тигля, промыть тигель и воронку дистиллированной водой. Ей же довести объем до фиксированного значения. Объем раствора занести в журнал АА анализа.

2.9 Подготовить атомный спектрометр «Аналист-200» к работе по измерению концентрации золота, согласно технологическому регламенту.

2.10 Измерить концентрацию золота на приборе «Аналист-200», согласно инструкции по проведению измерений на спектрометре. Результаты измерений занести в сопроводительный лист и журнал АА анализа.

2.11 Навести порядок на рабочих местах, при необходимости сделать влажную уборку.

3. Обработка результатов

Рассчитать количество золота в холостой пробе по формуле:

$$g_{\text{золота}} = \frac{C_{\text{А}} \cdot V}{1000},$$

где:

$g_{\text{золота}}$ – вес золота в холостой пробе, мг

$C_{\text{А}}$ – измеренная величина концентрации золота по п.2.10, мг/л

V – объем раствора, по п.2.8, мл

Рассчитать количество серебра в холостой пробе по формуле:

$$g_{серебра} = G_{золото/серебр.\ корт.} - g_{золота}$$

где $g_{серебра}$ – вес серебра в холостой пробе, мг
$G_{золото/серебр.\ корт}$ – вес золотосеребряной корточки по п.2.2
$g_{золота}$ – вес золота в холостой пробе, мг

Выдать результаты по содержанию золота и серебра в холостой пробе.

Форма отчета. Отчет должен содержать название, цель работы, порядок выполнения эксперимента, расчеты и выводы по результатам работы.

Занятие 3. Сравнение различных способов взятия навески руды и их влияния на результаты пробирного анализа на примере стандартного образца

Операция перемешивания является несложной по исполнению, но очень важной по своему влиянию на результаты, т.к. перемешивание обеспечивает (либо не обеспечивает) представительность навески по отношению как к лабораторной пробе, так и к исследуемому массиву руды.

Проба, истертая до частиц размером 0,074 мм, обладает свойствами текучей жидкости и перемешивается хуже, чем крупно истертые образцы руды. Кроме этого, золото как ковкий и пластичный металл, плохо поддается истиранию и оказывается самым крупным материалом в пробе, имея при этом большой удельный вес, оно «тонет» в первую очередь и концентрируется в нижнем слое.

Если перед взятием навески проба не перемешивается должным образом, то это приведет к занижению результатов пробирного анализа и, если речь идет о геологических пробах, неправильной оценке запасов.

Целью настоящей работы является освоение различных способов перемешивания пробы перед взятием навески и исследование их влияния на результаты пробирного анализа на примере стандартного образца.

Ход работы:

1. Подготовьте 12 полиэтиленовых пакетов, рассчитайте количество стандартной шихты, необходимое для навески в 50 г.
2. Возьмите навески стандартной шихты и перенесите в пакеты, дозатором приквартуйте раствор серебра из расчета 5 мг на одну навеску.
3. Оформите рабочий лист:

номер навески в посаде	способ перемешивания и взятия навески	вес веркблея	содержание золота, г/т	исполнитель
1	не перемешивать			
2	не перемешивать			
3	перемешать 1 раз			
4	перемешать 1 раз			
5	перемешать 3 раза, навеску брать хаотично			
6	перемешать 3 раза, навеску брать хаотично			
7	перемешать 3 раза, навеску брать методом полного вычерпывания			

8	перемешать 3 раза, навеску брать методом полного вычерпывания			
9	перемешать 3 раза навеску брать линейным способом			
10	перемешать 3 раза навеску брать линейным способом			
11	перемешать 3 раза навеску брать способом полного вычерпывания, после первой навески пробу перемешать заново и взять вторую тем же способом			
12	перемешать 3 раза навеску брать способом полного вычерпывания, после первой навески пробу перемешать заново и взять вторую линейным способом			

4. Возьмите тару со стандартным образцом. Не перемешивая, наберите две параллельные навески по 50 г с точностью (±0,01 г).

5. Пересыпьте образец на лист крафтовой бумаги, перемешайте 1 раз, возьмите 2 навески по 50 г, начерпывая пробу в произвольном порядке.

6. Перемешайте пробу 3 раза, разровняйте слоем 1-1,5 см, нанесите шпателем сетку, набирайте из каждого второго квадрата, вычерпывая до дна. Вторую навеску возьмите из оставшихся квадратов.

7. Перемешайте пробу 3 раза, разровняйте слоем 1-1,5 см, нанесите борозды по 1 см, наберите навеску вычерпывая, борозды полностью, остатки сметите в навеску кисточкой. Вторую навеску возьмите из другой серии борозд.

8. Перемешайте пробу 3 раза, разровняйте слоем 1-1,5 см, нанесите шпателем сетку, набирайте из каждого второго квадрата, вычерпывая до дна. Перемешайте пробу 3 раза, возьмите вторую навеску тем же способом.

9. Перемешайте пробу 3 раза, разровняйте слоем 1-1,5 см, нанесите шпателем сетку, набирайте из каждого второго квадрата, вычерпывая до дна. Перемешайте пробу 3 раза, возьмите вторую навеску линейным способом. Вместе с рабочим листом передайте посад в плавку.

Форма отчета. Отчет должен содержать название, цель работы, порядок выполнения эксперимента, расчеты. Сравните полученные результаты с аттестованным значением для данного стандартного образца и нормативом точности. Пользуясь таблицей, рассчитайте норматив повторяемости, сделайте вывод. Сделайте выводы о влиянии способа перемешивания на качество результатов пробирного анализа.

Занятие 4. Операция шихтования аналитической пробы (с использованием металлического серебра).

Целью настоящей работы получение практических навыков шихтования аналитической пробы.

1. Назначение и область применения

Шихта - смесь материалов для получения конечных продуктов с заданным химическим составом. В состав шихты входят руда, флюс, кокс или угол и др. Шихта загружается, обычно, в виде однородной смеси.

2 Подготовка к выполнению шихтования

2.1 Скомпоновать посад.

2.2 Зарегистрировать посад в рабочем листе.

2.3 Получить у инженера-метролога для каждого посада образец для контроля качества результатов анализа.

2.4 Подготовить полиэтиленовые пакеты для смешивания компонентов шихты и пробы. Предварительно проверить пакеты на целостность.

3 Выполнение шихтования

3.1 На технических весах взять навески **компонентов шихты** (*состав которой согласован с инженером-пробирером*) и **пробы** (*вес навески пробы должен быть согласован с инженером-пробирером*) с точностью до 0,1 г. Высыпать их в полиэтиленовый пакет и тщательно перемешать.

3.2 Приготовить из крафтовой бумаги кулек и поместить в него полиэтиленовый пакет с перемешанными шихтой и пробой.

3.3 Если в пробе определяют золото, то приквартоватьзашихтованную пробу серебряной стружкой. Если в пробе определяют золото и серебро, то серебряную стружку **не приквартовывать**.

3.4 Поместить поверх полиэтиленового пакета покрышку, состав и количество которой оговорено с инженером-пробирером. Запечатать кулек.

3.5 Поставить кулек с пробой в отведенное для нее место в стойке, для переноса проб, согласно номеру по рабочему листу.

3.6 Повторить пункты 3.1 – 3.5 для **каждой пробы посада** и **контрольного образца** (*веснавески контрольного образца взять согласно «Карте внутреннего оперативного контроля качества результатов измерений», утвержденной инженером-метрологом ЦПАЛ*).

3.7 Передать посад с рабочим листом на участок тигельной плавки.

3.8 Навести порядок на рабочем месте, протереть инструмент и оборудование, при необходимости сделать влажную уборку.

Форма отчета. Отчет должен содержать название, цель работы, порядок выполнения эксперимента, расчеты.

Занятие 5. Шихтование. Подбор шихты для руд первого класса.

Цель работы: освоение операций приготовления шихты и шихтования.

Шихтование включает в себя несколько самостоятельных операций, каждая из которых влияет на конечный результат:

1. Подбор шихты.
2. Приготовление шихты.
3. Обоснование размера навески.

4. Собственно шихтование проб.

Шихта для руд первого класса

К рудам первого класса относятся наиболее простые с большой восстановительной или окислительной способностями и не содержащие большого количества мешающих компонентов. Обычно руды первого класса подразделяют на три группы: а) кварцевые и силикатные, не содержащие или содержащие малое количество сульфидов; б) основные; в) глинистые.

Традиционно, плавка руд первого класса ведется на бисиликатный шлак (либо приближенный к нему), удовлетворяющий всем основным требованиям: стекловидный, прозрачный, вязкий в начале плавки, достаточно жидкий при перегреве, хрупкий, хорошо отделяющийся от веркблея.

В качестве ориентировочного соотношения для *кварцевой руды* принимают, что количество соды должно составлять не менее 100% от массы навески . При этом, согласно Э. Бегби, около 3/5 кремнезёма ошлакуется содой и остальные 2/5 – глётом. Глет, кроме расходуемого на ошлакование, добавляют дополнительно в количестве, необходимом для образования веркблея, массой около 30 г.

При плавке чисто кварцевой руды рекомендуемый состав шихты следующий: на навеску 50 г: глет 100 г, сода 50 г, бура 10-14 г, мука 2,5 г.

Если в состав кварцевых руд входят алюмосиликаты, окись железа, кальцит, то дозировка основных флюсов может быть несколько уменьшена. Если же руда совсем не содержит сульфидов, то плавку кварцевых руд можно вести с ограниченным количеством глёта, необходимым только для получения веркблея. В присутствии сульфидов избыток глёта необходим, во избежание образования штейна и, как следствие, увеличения потерь золота и серебра.

*При плавке основных руд*шлакование производится кремнезёмом и бурой. Глет добавляется в количестве, необходимом для образования веркблея 30 г или с небольшим избытком (обычно в количестве 100% от массы руды), количество вводимой в шихту буры должно увеличиваться с увеличением количества оснований в руде, для разных типов основных руд оно варьируется от 30 до 60 г (таб. 3).

Таблица – 3 Шихты для плавки основных руд

Компоненты	Капели магнезитовые п/купелирования, г	Известняк, г	Охристая руда, г
Навеска руды, материал капели	30	30	100
Сода	30	30	100
Бура	60	25	120
Глёт	30	60	120
Стекло	-	-	25
Мука	5	2,3	5

Окись алюминия является компонентом, вызывающим наибольшие трудности в процессе пробирной плавки. Эффективно снижают температуру плавления глинозёмистых шлаков известь, соли плавиковой кислоты: криолит (Na_3AlF_6) или плавиковый шпат (CaF_2).

Известь добавляют в количестве примерно 40% от содержания глинистых минералов, кроме этого необходим значительный избыток глёта (до 50% и более от массы навески) при содержании глинозема не более 15 % (таб. 4).

В более сложных случаях вводят плавиковый шпат, который растворяет глинозём в количестве около 20 % от своей массы.

Компоненты шихты взвешиваются на технических весах с точностью 0,1 кг и тщательно перемешиваются. В производственной лаборатории шихта перемешивается в лабораторном смесителе с использованием различных истирающих элементов: шаров, стержней и др. В зависимости от количества обрабатываемых в смену проб и объема смесителя, шихта готовится на 50, 100 или 200 проб.

Таблица – 4 Шихты для плавки глинистых руд

Компоненты	Шихта №1, г	Шихта №2, г	Примечание
Руда (глина)	50	15	№1- буроохристая глина №2- чистый каолин В №1 кварц м.б. заменён на 25 г стекла В №2 бура прокалённая м.б. заменена 10 г плавленой
Известь	15	5	
Сода	60	20	
Глёт	75	45	
Бура прокалённая	25	12	
Кварц	15	12	
Восстановитель	Винный камень - 6	Мука - 2,3	

Качество размола и перемешивания шихты контролируется визуально – шихта должна быть однородной и однотонной (по цвету), тонкость размола проверяется тактильно: между пальцев растирается щепотка шихты. Хорошо размолотая шихта не имеет крупных включений и на ощупь может быть чуть крупней, чем проба (крупность которой 0,074 мм).

Серебро может добавляться непосредственно в шихту в виде соли $AgNO_3$ или AgCl, а т.ж. добавляться в навеску шихты в виде металлического серебра или раствора азотнокислого серебра. Если основной анализ ведется только на золото, то приквартовывать серебро удобней в шихту в виде соли. Однако в этом случае, необходимо проверять равномерность распределения серебра в шихте, для чего сплавляют 5-10 навесок шихты с серебром, купелируют и взвешиваюткорольки. Разброс массы корольков не должен быть более 5 ±1 мг.

В процессе тигельной плавки обычно применяют навески 10-100 г, а иногда и 200 г. Правильный выбор величины навески и степень измельчения материала являются определяющими факторами получения надежных результатов и зависят от размеров частиц золота, попадающих в навеску и их числа. Так, в статье Клифтона указывается, что реальное содержание золота в 95% случаев будет находиться в пределах ± 50% от полученного в результате химического или инструментального анализа образца, если в навеске содержится не менее 20 частиц золота. При крупности золотин 0,074 мм попадание 20 золотин обеспечивается только использованием навески 100 г и более.

При плавке чисто кварцевой руды рекомендуемый состав шихты следующий: на навеску 50 г: глет 100 г, сода 50 г, бура 10-14 г, мука 2,5 г.

Если в состав кварцевых руд входят алюмосиликаты, окись железа, кальцит, то дозировка основных флюсов может быть несколько уменьшена. Если же руда совсем не содержит сульфидов, то плавку кварцевых руд можно вести с ограниченным количеством

глёта, необходимым только для получения веркблея. В присутствии сульфидов избыток глёта необходим, во избежание образования штейна и, как следствие, увеличения потерь золота и серебра.

*При плавке основных руд*шлакование производится кремнезёмом и бурой. Глет добавляется в количестве, необходимом для образования веркблея 30 г или с небольшим избытком (обычно в количестве 100% от массы руды), количество вводимой в шихту буры должно увеличиваться с увеличением количества оснований в руде, для разных типов основных руд оно варьируется от 30 до 60 г (таб. 3).

Таблица – 3 Шихты для плавки основных руд

Компоненты	Капели магнезитовые п/купелирования, г	Известняк, г	Охристая руда, г
Навеска руды, материал капели	30	30	100
Сода	30	30	100
Бура	60	25	120
Глёт	30	60	120
Стекло	-	-	25
Мука	5	2,3	5

Окись алюминия является компонентом, вызывающим наибольшие трудности в процессе пробирной плавки. Эффективно снижают температуру плавления глинозёмистых шлаков известь, соли плавиковой кислоты: криолит (Na_3AlF_6) или плавиковый шпат (CaF_2).

Известь добавляют в количестве примерно 40% от содержания глинистых минералов, кроме этого необходим значительный избыток глёта (до 50% и более от массы навески) при содержании глинозема не более 15 % (таб. 4).

В более сложных случаях вводят плавиковый шпат, который растворяет глинозём в количестве около 20 % от своей массы.

Компоненты шихты взвешиваются на технических весах с точностью 0,1 кг и тщательно перемешиваются. В производственной лаборатории шихта перемешивается в лабораторном смесителе с использованием различных истирающих элементов: шаров, стержней и др. В зависимости от количества обрабатываемых в смену проб и объема смесителя, шихта готовится на 50, 100 или 200 проб.

Таблица – 4 Шихты для плавки глинистых руд

Компоненты	Шихта №1, г	Шихта №2, г	Примечание
Руда (глина)	50	15	№1- буроохристая глина №2- чистый каолин В №1 кварц м.б. заменён на 25 г стекла В №2 бура прокалённая м.б. заменена 10 г
Известь	15	5	
Сода	60	20	
Глёт	75	45	
Бура прокалённая	25	12	
Кварц	15	12	
Восстановитель	Винный камень - 6	Мука - 2,3	

			плавленой

Качество размола и перемешивания шихты контролируется визуально – шихта должна быть однородной и однотонной (по цвету), тонкость размола проверяется тактильно: между пальцев растирается щепотка шихты. Хорошо размолотая шихта не имеет крупных включений и на ощупь может быть чуть крупней, чем проба (крупность которой 0,074 мм).

Серебро может добавляться непосредственно в шихту в виде соли $AgNO_3$ или AgCl, а также добавляться в навеску шихты в виде металлического серебра или раствора азотнокислого серебра. Если основной анализ ведется только на золото, то приквартовывать серебро удобней в шихту в виде соли. Однако в этом случае, необходимо проверять равномерность распределения серебра в шихте, для чего сплавляют 5-10 навесок шихты с серебром, купелируют и взвешиваюткорольки. Разброс массы корольков не должен быть более 5 ±1 мг.

В процессе тигельной плавки обычно применяют навески 10-100 г, а иногда и 200 г. Правильный выбор величины навески и степень измельчения материала являются определяющими факторами получения надежных результатов и зависят от размеров частиц золота, попадающих в навеску и их числа. Так, в статье Клифтона указывается, что реальное содержание золота в 95% случаев будет находиться в пределах ± 50% от полученного в результате химического или инструментального анализа образца, если в навеске содержится не менее 20 частиц золота. При крупности золотин 0,074 мм попадание 20 золотин обеспечивается только использованием навески 100 г и более.

Для материалов с равномерным распределением золота при измельчении исходных проб до 0,044 мм в литературе рекомендуются следующие размеры навесок:

Содержание золота, г/т	0-1,0	1,0-5,0	5,0-10,0	10,0-25,0	свыше 25,0
Величина навески, г	не менее 100	50	25	10	5

Тем не менее, существующие методики определения массовой доли золота пробирным методом рекомендуют использовать навески 25-50 г для проб крупностью не более 0,074 мм. Однако, следует отметить, что в данном случае речь идет только об объектах с мелким и равномерно распределенным золотом. Объекты с крупным и неравномерным золотом во всех случаях рекомендуется анализировать с предварительным обогащением. Это может быть разделение на сите, либо один из методов гравитационного обогащения. При этом концентрат (или плюсовую фракцию) плавят полностью, общее содержание в пробе рассчитывают на всю массу материала по формуле (1):

$$\frac{C_1 \cdot 1000 + (m_{\text{пробы}} - m_k) \cdot C_2}{m_{\text{пробы}}},$$

где C_1 – содержание Au в концентрате, мг;
C_2 – содержание Au в «хвосте», г/т;
$m_{пробы}$– масса пробы, г;
m_k – масса концентрата, г.

Подготовка к выполнению шихтования

1. Рассчитать количество компонентов стандартной шихты для приготовления 100 навесок. Состав стандартной шихты следующий: глет - 50 г, сода - 70 г, бура - 30 г,

стекло -5 г, мука 1,5 или 2,5 (в зависимости от типа используемой плавильной печи), азотнокислое серебро - 0,008 г. Если в пробе определяется золото и серебро, то серебро не приквартовывается.

2. Взвесить компоненты шихты на технических весах с точностью 0,1 кг, загрузить в лабораторный смеситель, загрузить шары для смесителя.
3. Затянуть крепежные болты, закрыть защитный кожух.
4. Проверить состояние электрических деталей, выключателей, при их исправности включить смеситель.
5. Перемешивать шихту до получения однородной массы, не содержащей крупных включений (более 0,5 мм).
6. Выгрузить шихту в емкость для готовой стандартной шихты. При выполнении операции выгрузки обязательно применение респиратора, защитного фартука, нарукавников и противопылевых очков.
7. Зарегистрировать пробы и стандартный образец в рабочем листе. Каждая проба должна быть проанализирована с навеской 10, 25 и 50 г.
8. Подготовить полиэтиленовые пакеты для смешивания компонентов шихты и пробы. Предварительно проверить пакеты на целостность.
9. Оценить крупность пробы, для чего растереть пальцами щепотку материала, он должен быть однородным на ощупь, без видимых крупинок. Если материал крупный, то пробу необходимо дополнительно истереть.
10. Если материал приемлемой крупности, тщательно, 3-4 раза, перемешать пробу, поднимая ее со дна. При наличии комочков, растереть пробу скалкой, добиваясь полного отсутствия комочков, перемешать еще 3-4 раза.
11. Разровнять материал тонким ровным слоем, шпателем нанести сетку со стороной квадрата 1,5-3,0 см. Из каждой второй ячейки взять порцию руды, стараясь вычерпывать полностью, до дна, т.к. частицы золота имеют свойство оседать на дне слоя.
12. На технических весах взять навески пробы с точностью до 0,01 г.
13. Аккуратно перенести навески в пакет, положить его на ладонь, другой рукой пережать, так чтобы в пакете осталось некоторое количество воздуха и качательными движениями обоих рук тщательно перемешать пробу с шихтой, избегая просыпания материала.
14. Полиэтиленовый пакет завернуть, вложить в кулек из крафтовой бумаги.
15. Поместить поверх полиэтиленового пакета покрышку в количестве 15-20 г (одна столовая ложка).
16. Кулек закрыть.
17. Если плавка выполняется на печи с фронтальной загрузкой, проба с шихтой в полиэтиленовом пакете сразу помещается в тигель, сверху добавляется покрышка.
18. Повторить действия пунктов 7-17 для каждой пробы шихтуемой партии и **контрольного образца**.
19. Передать посад с рабочим листом на участок тигельной плавки.
20. Навести порядок на рабочем месте, протереть инструмент и оборудование, при необходимости сделать влажную уборку.
21. Взвесить полученные корольки.

Форма отчета. Отчет должен содержать название, цель работы, порядок выполнения эксперимента, расчеты. Сделать выводы о равномерности распределения серебра в шихте и о представительности навесок.

Занятие 6. Шихтование. Шихта для руд II, III класса. Определение окислительно-восстановительной способности руды.

Цель работы: получение практических навыков проведения проверки окислительно-восстановительной плавки руды. Обоснование корректировки шихты по результатам проверки окислительно-восстановительной способности.

Руды, проявляющие окислительную или восстановительную способность по отношению к свинцу (глету), а также сложные руды, содержащие большое количество примесей, мешающих пробирной плавке, зачастую при плавке со стандартной шихтой дают неудовлетворительные результаты и требуют предварительных операций, приводящих руду к I классу, либо применения специальных видов плавки.

Наиболее распространенными способами предварительной обработки руд являются различные варианты обжига и кислотное выщелачивание.

Глубокий обжиг является одним из универсальных методов приведения руды к I классу. Применяется при плавке руды и концентратов, при содержании сульфидов в руде более 10 %. Недостатками этого метода является увеличение времени анализа, а также значительные потери по серебру. Незаменимые преимущества – этого приведение практически любой «загрязненной» руды к руде I класса.

Существует несколько вариантов обжига, однако большая часть их пригодна для разовых проб и затруднительна в условиях поточного анализа.

В производственной лаборатории применяется обжиг без перегребания материала, с постепенным увеличением температуры во избежание спекания материала пробы. Температуру повышают с 450 °С до 700 °С постепенно в течение 3-4 часов. Необходимо учитывать, что в расчете содержания золота участвует масса навески до обжига.

Как альтернатива предварительным операциям, применяются специальные виды плавок, использующих шихты, способные разложить сложные руды (рис.1)

Восстановительно-осадительная плавка в присутствии избытка железа, вводимого в виде гвоздей, костылей или стружки. Неудобство использования железной стружки заключается в том, что ее избыток застревает как в шлаке, так и в веркблее, резко ухудшая качество последнего, поэтому удобней использовать гвоздь, либо подвергать пробу предварительному исследованию на содержание сульфидов, чтобы как можно точнее рассчитать количество стружки, необходимой для плавки, во избежание ее избытка.

Глет добавляют в количестве, необходимом для получения стандартного веркблея. Количество соды увеличивают в 2-3 раза, т.к. она является в этом варианте плавки практически единственным основным флюсом. Железо при плавке разлагает сульфиды и связывает серу в сульфид железа, растворимый в избытке соды. Образующийся при этом двойной сульфид железа и калия (натрия), хорошо растворяется в основном шлаке, но не растворяет благородные металлы. Для предотвращения окисления железа до окиси, в шихту вводят восстановитель. Продолжительность плавки 40-50 мин. Для удобства выливания гвоздь должен быть на 2-3 см длиннее тигля (по высоте).

Главным недостатком данного метода является невозможность его применения для «загрязненных» руд, содержащих в значительных количествах медь, мышьяк, сурьму, теллур, никель.

Окислительно-осадительная плавка, представляет собой комбинированный вариант плавки с железом. Применяется для анализа загрязненных руд: сначала руду плавят с флюсами и селитрой до прекращения кипения, затем вводят брикеты из глета и железных опилок и плавят еще 3-5 минут.

Веркблей> 45 г,
темный, нековкий,
хрупкий

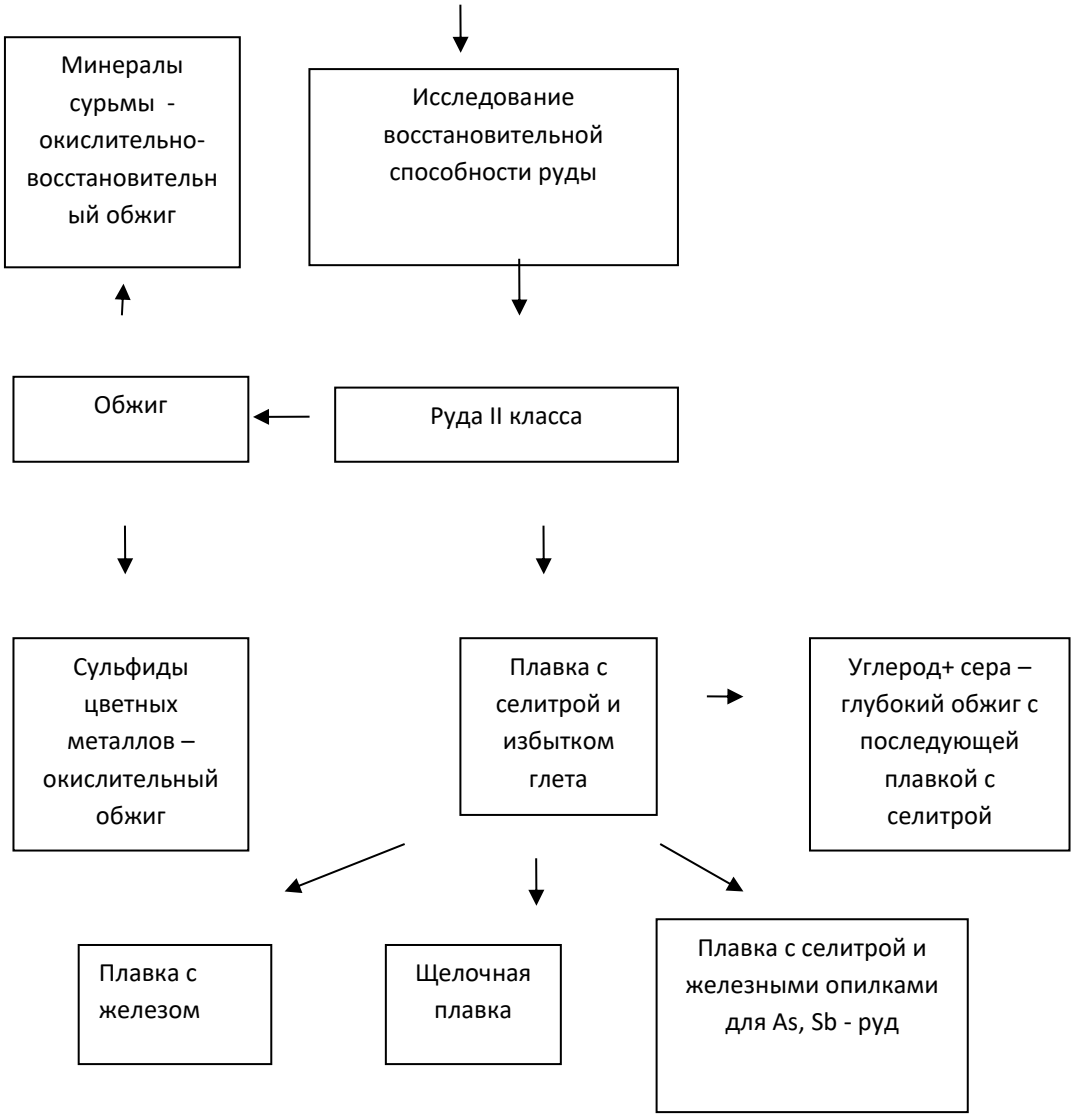

Рис. 1 Специальные виды плавки для руд II класса

Плавка с селитрой и избытком глетадает неплохие результаты, но применима в рядовом анализе в тех случаях, когда известно, хотя бы примерное содержание сульфидов в руде (например, при анализе различного рода технологических продуктов). При расчете необходимого количества селитры окислительную способность ее принимают равной 4, более точно устанавливают предварительной плавкой.

При составлении высокоглетистой шихты допускается варьирование количества реагентов в зависимости от состава объектов анализа, но во всех случаях общим является значительный избыток глета по отношению к массе навески (в 1,5-20 раз).

Селитра при плавке вызывает интенсивное выделение газов, и, как следствие, увеличение объема расплава, что приводит к переливам - механическим потерям. Кроме этого, большой избыток селитры способен частично окислять благородные металлы, особенно серебро, а также восстановитель, необходимый для образования веркблея. Поэтому, при большом содержании сульфидов в руде, берут как можно меньшие навески (15-25 г), если руда с небольшим содержанием золота, то анализ ведут с атомно-абсорбционным окончанием. Большую часть буры заменяют содой и ведут плавку сразу при высокой температуре, в этих условиях кипение протекает более спокойно. Необходимо, также, применение тиглей большего объема.

«Загрязненная» руда может в некоторых количествах содержать мышьяк, медь, теллур, сурьму, никель, в этом случае количество глета увеличивают на 15-20% по отношению к количеству, которое необходимо для окисления сульфидов.

Недостатками применения высокоглетистой шихты являются: высокий расход тиглей из-за быстрого разъедания их шихтой, увеличение потерь серебра, увеличение затрат на анализ.

Щелочная плавкаможет применятьсядля руд с содержанием сульфидов цинка или меди не более 10%.В этом варианте вместо соды как основного флюса применяется гидроксид калия (реже натрия) в количестве, двойном и выше по отношению к навеске руды, из кислых флюсов оставляют только буру и глет. Время плавки 20-40 минут, при температуре 1050 °С.

Шихта для руды III класса.

Специальными приёмами, применяющимися при плавке руд III класса являются: *щелочная плавка (описана выше),* а т.ж. *кислотное выщелачивание*, относящееся к мокро-сухим или комбинированным методами опробования.

Существует несколько способов *кислотного выщелачивания* сложных руд:

1. 10-20 г руды нагревают со смесью азотной и серной кислот 1:1, нагревают 10-15 минут на песчаной бане, разбавляют водой, фильтруют, промывают, сушат, перетирают в ступке вместе с фильтром, перемешивают с флюсами и плавят как руду первого, либо второго класса, в зависимости от содержания сульфидов.
2. Навеску руды обжигают в муфеле при 700 °С. Обожженную руду растворяют в 10% серной кислоте при осторожном нагревании на водяной бане. Осаждают серебро NaCl, кипятят, фильтруют, сушат, и затем плавят как руду I класса.

Недостатком обоих вариантов кислотной обработки является значительное увеличение времени анализа.

Специальные приемы плавки руд сложного состава.

К сложным рудам относятся руды и продукты их переработки, содержащие значительное количество примесей, затрудняющих плавку и требующих дополнительной обработки. К ним относятся руды, богатые цинком, теллуром, медью, железом, хромом, никелем, кобальтом, висмутом, мышьяком, сурьмой и др..

Сульфидные руды с содержанием цинка рекомендуется предварительно обжигать, а затем удалять окись цинка из огарка выщелачиванием 10% -ной серной кислотой при нагревании. Обжиг рекомендуется проводить при температуре не выше 700°С, продолжительность обработки кислотой 2-3 часа.

Подобный метод используется и в случае руд, богатых медью, никелем, висмутом, кислотная обработка ведется азотной кислотой (1:3). Серебро, которое частично, либо в случае обработки азотной кислотой, полностью растворяется, после окончания выщелачивания осаждают NaCl, осадок собирают, высушивают. Дальнейший анализ ведут шерберной или тигельной плавкой.

Еще одним вариантом плавки руд с высоким содержанием меди является метод Перкинса. Основным принципом метода является применение высокоглетистой шихты и достаточно большого количества селитры. При расчете шихты, на одну весовую часть окислов меди приходится от 137 до 300 весовых частей глета. Для ослабления коррозирующего действия глета на 15-20 частей глета берут 1 в.ч. кварца, соду в размере навески, бура не используется. Селитру берут в размере навески, плавку проводят быстро, при высокой температуре, время плавки 20-30 мин.

Большой избыток глета с добавлением селитры применяется и при плавке теллуристых руд. Величину навески регулируют таким образом, чтобы в ней содержалось не более 0,1-0,2% теллура. Плавку ведут при как можно более низкой температуре. Важным условием получения надежных результатов называют тонкое измельчение руды до 0,071мм и как можно более тщательное перемешивание при взятии навески.

Для удаления теллура до плавки возможно применение предварительного обжига при температуре 600-700 °С.

Для определения золота и серебра в сульфидных рудах, содержащих сурьму, используют три метода: плавку с селитрой и избытком глета, плавку с предварительным окислительно-восстановительным обжигом, плавку с предварительным удалением сурьмы обработкой навески сернистым натрием (Na_2S).

Для установления класса руды по отношению к свинцу (глету) можно воспользоваться данными проведенных ранее определений содержания серы, углерода, мышьяка, либо провести определение окислительно-восстановительной способности руды пробирным методом.

Под окислительно-восстановительной способностьюпонимают количество свинца, восстанавливаемое (окисляемое) 1 г исследуемого материала. Для некоторых сульфидных минералов восстановительная способность определена и описана в литературе:

Элементарная сера – 19,4
Свинцовый блеск – 3,41
Арсенопирит – 8 ,18
Медный колчедан – 7,85
Цинковая обманка – 7,87
Пирит – 11,05
Сурьмяный блеск – 6,75

Э. Бегби рекомендует следующую шихту для исследования восстановительной способности: на 3-10 г навески, двукратное количество соды, 60 г глета, 5 г стекла или кварца. Основное требование – большой избыток глета по отношению к навеске, точная навеска и установленная восстановительная способность восстановителя. В любом другом случае, необходимо поставить пробу на установление его (восстановителя) восстановительной способности. Для чего плавится шихта с точной навеской восстановителя.

Если восстановительная способность руды находится в пределах 0-0,7, но при этом веркблей и шлак удовлетворительного качества, то считают, что восстановительная способность руды обусловлена наличием небольшого количества простых сульфидов (пирит, свинцовый блеск), без «загрязняющих» компонентов. В этом случае массу веркблея корректируют, уменьшая количество восстановителя в шихте, и плавят как руду I класса. Например, при предварительной плавке 10 г руды получен веркблей, весом 3 г, т.е. восстановительная способность руды равна 0,3. Следовательно, навеска руды в 50 г восстановит 15 свинца. Для получения веркблея, весом 28г, необходимо восстановить еще 13 г свинца, исходя из восстановительной способности муки, используемой в ЦПАЛ, равной 19, необходимо добавить в шихту 13/19= 0,7 г муки в расчете на одну пробу.

Если получен большой веркблей, по визуальным признакам не отвечающий требованиям качества: хрупкий, нековкий, темный, то руду относят ко второму классу и применяют специальные методы плавки.

Изменения в составе шихты могут быть обусловлены, кроме состава руды, также и конструкционными особенностями оборудования для пробирной плавки. Так, в комплект оборудования для тигельной плавки фирмы - изготовителя «FurnaceIndustries» входит стол для шихтования, который предполагает загрузку шихты с навеской непосредственно в шамотные тигли, без бумажных пакетов. Так как бумажный пакет обладает своей восстановительной способностью, учтенной в составе шихты, при переходе на этот вид печей необходимо увеличивать количество восстановителя в используемых шихтах.

Ход работы

I. Проверка окислительно-восстановительной способности руды.

1. Приготовить шихту для проверки окислительно-восстановительной способности руды непосредственно в полиэтиленовые пакеты. Состав шихты: на навеску 10 г, глета -

60 г, сода - 20 г, бура - 10 г, стекло - 5 г, сербро металлическое или азотнокислое, исходя из расчета 5 мг серебра на 1 пробу, восстановитель – 1 г.

2. Тщательно перемешать пробу на клеенке 3-5 раз, разровнять слоем не более 1 см, разделить на квадраты со стороной 1,5-3 см, набрать навеску небольшими порциями, набирая точечные пробы из каждого второго квадрата, обязательно вычерпывая материал, равномерно, до дна.
3. Взять на весах навеску пробы 10 г с точностью ±0,01 г.
4. Аккуратно перенести навески в пакет с шихтой, положить его на ладонь, другой рукой пережать, так чтобы в пакете осталось некоторое количество воздуха и качательными движениями обоих рук тщательно перемешать пробу с шихтой, избегая просыпания материала.
5. Полиэтиленовый пакет завернуть, вложить в кулек из крафтовой бумаги.
6. Поместить поверх полиэтиленового пакета покрышку в количестве 15-20 г (одна столовая ложка).
7. Кулек закрыть.
8. Если плавка выполняется на печи с фронтальной загрузкой, проба с шихтой в полиэтиленовом пакете сразу помещается в тигель, сверху добавляется покрышка.
9. Повторить действия пунктов 2-8 для каждой пробы шихтуемой партии и **контрольного образца**.
10. В посад поставить две холостые пробы (шихта с восстановителем).
11. Передать посад с рабочим листом на участок тигельной плавки
12. Навести порядок на рабочем месте, протереть инструмент и оборудование, при необходимости сделать влажную уборку.
13. Взвесить отбитые, очищенные от шлака веркблеи.
14. Рассчитать окислительно-восстановительную способность руды по формуле (1):

$$ОВ = \frac{m_1 - m_2}{m_3},$$

где m_1 – масса веркблея, полученного при плавке пробы;
m_2 – масса веркблея, полученного при плавке холостой
пробы (шихта + восстановитель);
m_3- масса навески пробы.

Форма отчета. Отчет должен содержать название, цель работы, порядок выполнения эксперимента, расчеты. Сделать выводы о наличии окислительно-восстановительной способности. Обосновать необходимость корректировки шихты.

Занятие 7. Купелирование. Проверка качества капелей.

1. Купелирование.

Купелирование - это окислительное плавление сплава свинца с благородными металлами, в результате которого получают королек, содержащий золото и серебро, извлеченные из анализируемого вещества при тигельной плавке.

Купелирование ведется в электрической печи (муфеле) на капелях – пористых сосудах, изготовленных из магнезита (магнезито-цементной смеси, цемента, костной муки, древесной золы) при температуре 900-1000 °С.

Физико-химическая сущность купелирования основана на различной окисляемости золота, серебра и свинца и избирательном смачивании оксидами металлов материала капели.

На прокаленную капель специальными щипцами загружают веркблей. Свинец плавится, окисляется до глета, образующийся жидкий глет стекает с расплавленного свинца, смачивает капель и, вследствие капиллярных сил, впитывается пористой массой капели (до 98,5%), часть глета испаряется (около 1,5%).

По мере окончания купелирования форма королька все более приближается к сферической. По исчезновении с поверхности королька последних блестящих жирных капель глета на нем остается тонкая пленка оксида свинца, которая является причиной интерференции света, отраженного от внешней и внутренней поверхностей пленки. Вследствие изменения толщины пленки глета происходит смена интерференционных цветов. Эта "игра цветов", называемая цветением, продолжается несколько секунд. После него наступает рекалесценция королька, связанная с мгновенным выделением скрытой теплоты плавления. Рекалесценция королька, приводящая к мгновенному излучению яркого света, называется бликовавием. После бликования королек затвердевает, и на этом купелирование заканчивают. На капели остается королек, содержащий благородные металлы.

Купелирование идет в автогенном режиме, что затрудняет управление им. Экзотермические реакции окисления свинца и примесей повышают температуру сплава относительно температуры в камере печи на 50-200^{0}С, в зависимости от условий плавки. В начальный момент купелирования дверцы муфеля (либо специальные отверстия в печи) прикрывают, пока не обнажится поверхность свинца и не образуется "глазок" из расплавленного глета. После этого купелирование ведут при открытых дверцах муфеля (либо отверстиях) для обеспечения притока свежего воздуха. По мере окисления свинца количество выделяющегося за счет реакции тепла сокращается, а температура плавления сплава золота и серебра со свинцом повышается. Поэтому по окончании купелирования температура в муфеле должна быть в пределах 900-1000°С. Наилучшая воспроизводимость результатов обеспечивается при купелировании в интервале температур на 5-40^{0}С ниже температуры плавления королька благородных металлов ($T_{пл}$ чистого серебра 960°С).

2.Потери благородных металлов при купелировании.

Результаты купелирования зависят от множества факторов: температуры и состава атмосферы (содержание кислорода, паров глета, восстановительных газов и т.д.) в камере печи, температуры капели, скорости и направления движения газов относительно поверхности расплавленного свинца, содержаний примесей и благородных металлов в веркблее, массы веркблея, технологии изготовления капелей (форма, материал, пористость и т.д.), действий оператора, который визуально контролирует окончание процесса.

$К_{Au} = 1{,}3 \cdot 10^{-3} e^{\frac{-2060}{T}}$ (1) и $К_{Ag} = 5{,}2 \cdot 10^{-2} e^{\frac{-4500}{T}}$ (2) Потери золота и серебра при купелировании в основном связаны с растворением их в глете. На первой стадии купелирования – сокращении веркблея, потери определяются распределением благородных металлов между веркблеем и пленкой глета на его поверхности. Коэффициенты распределения золота и серебра между глетом и свинцом, соответственно равны [3]:

На стадии образования королька потери благородных металлов обусловлены их растворимостью в глете, которая в интервале температур 960-1100^{0}С составляет для золота 0,28-0,36%, для серебра – 4,8-5,6% [7]. При низкой скорости впитывания глета в капель на последней стадии купелирования или при сравнимой величине пор капели с размером королька, величина массы глета, находящегося в контакте с корольком, возрастает, что соответственно увеличивает потери благородных металлов.

Перед загрузкой веркблея на капели, его тщательно очищают от остатков шлака, которые при расплавлении закупоривают поры капели, снижая тем самым скорость впитывания глета.

Потери серебра при купелировании могут достигать 5-100%, золота – 5-10%. С увеличением температуры в камере печи или температуры расплавленного свинца (за счет увеличения скорости окисления) возрастает коэффициент распределения благородных металлов между глетом и свинцом, что приводит к увеличению потерь.

На результаты купелирования по серебру, может оказывать влияние засада свинца в королькe. С уменьшением температуры (в камере печи или температуры расплавленного свинца) увеличивается вероятность засады. Получение результатов, в которых засада свинца превышает потери серебра, связано с неконтролируемым процессом преждевременного замораживания королька из-за окончания процесса купелирования при температурах ниже допустимых. Такой режим работы значительно ухудшает воспроизводимость результатов.

Считается, что при правильно проведенном купелировании потери по серебру компенсируются засадой свинца в королькe [1]. Тем не менее, надежность и точность результатов купелирования и анализа, в целом, возрастает, если учитывать потери при купелировании.

3.Учет потерь золота и серебра при купелировании

В литературе описаны два способа учета потерь благородных металлов при купелировании.

Первый способ заключается в плавке материала капели после купелирования пробы. Для этого капель измельчают и плавят с компонентами шихты, с последующим его купелированием, развариванием и взвешиванием королька и корточки. Найденное значение масс золота и серебра прибавляют к данным анализа пробы.

Во втором способе потери определяются по контрольному чеку, который купелируется одновременно с веркблеем анализируемой пробы. Для приготовления контрольного чека чистое золото и серебро отвешивают в количествах, соответствующих результатам предварительного анализа пробы, и вводят в пробирный свинец массой равной массе веркблея, полученного при плавке пробы. По изменению масс золота и серебра в контрольном чеке определяют потери и по этим данным проводят коррекцию результатов анализа пробы.

Оба этих способа редко применяются в массовом производстве анализов. Переплавка капелей производится при пробирном анализе на металлы платиновой группы, чеки используются в обязательном порядке только при проведении анализа лигатурных сплавов, в анализе геологических проб они практически не применяются.

Существует расчетный способ учета потерь. Формулы для определения потерь золота и серебра при купелировании получены из теоретических положений процесса купелирования, коэффициент распределения (К) благородных металлов между глетом и свинцом, значения предэкспоненциального множителя и энергии активации процессов определены по купелированию контрольных чеков.

$\Delta m_{\mathrm{Au}} = 1.37 \cdot 10^{-3} \cdot e^{\frac{-2060}{T}} \cdot m_{\mathrm{Au}} \cdot l_n \frac{m_B}{1.05\mathrm{m}_{\mathrm{Au}} + 1.92\mathrm{m}_{\mathrm{Ag}}}$ (3) Технология купелирования и учет потерь по способу производятся следующим образом. Сначала делают анализ корректировочной навески.

Купелирование веркблея при этом ведут при температуре 940-960^{0}С. По результатам анализа корректировочной навески и программе состояния системы золото-серебро определяют температуру плавления королька благородных металлов корректировочной навески, купелирование веркблея основной навески ведут при температуре на 40^{0}С ниже температуры плавления королька корректировочной навески. Температура измеряется термопарой в камере печи. После окончания купелирования капели выгружают из печи. Потери золота (Δm_{Au}) и серебра (Δm_{Ag}) при купелировании определяют в зависимости от температуры (Т), массы веркблея (m_B), массы золота (m_{Au}) и серебра (m_{Ag}) в королькe анализируемой пробы по формулам (размерность - мг):

$$\Delta m_{\mathrm{Ag}} = 0.137 \cdot e^{\frac{-4500}{T}} \cdot m_{\mathrm{Ag}} \cdot l_n \frac{m_B}{1.05\mathrm{m}_{\mathrm{Au}} + 1.92\mathrm{m}_{\mathrm{Ag}}} \quad (4)$$

Содержание в пробе г/т определяют по формулам:

$\mathbf{m_{Ag} = m_K - m_{Au}}$ (5)

$$C_{\text{Ag}} = \frac{m_{\text{Ag}} + \Delta m_{\text{Ag}}}{M_{\text{пробы}}} 1000 \quad (6)$$

$$C_{\text{Au}} = \frac{m_{\text{Au}} + \Delta m_{\text{Au}}}{M_{\text{пробы}}} 1000 \ (7)$$

где: $m_{пробы}$ – масса пробы, г;

m_K - масса королька, мг

Формулы (3-7) можно применять только для веркблеев с содержанием примесей ниже 0,5%, т.к. значимое влияние примесей на распределение благородных металлов между глетом и свинцом они не учитывают. Используемые капели обязательно должны иметь постоянные характеристики. Чем выше точность поддержания заданной температуры и ниже градиент в камере печи, тем выше точность учета потерь при купелировании.

Содержание серебра в холостой пробе (глете) также определяется с учетом потерь.

Для получения результатов по III категории точности расчеты и технологию для массового производства анализов можно упростить. При изменении массы веркблеев в пределах 25-35 г. в расчетах можно использовать одну величину – 30 г. По содержанию серебра (золота) в корольке предварительной пробы определяют температуру купелирования веркблея анализируемой пробы по следующей схеме: при содержании в корольке серебра 100-70% (масс) купелирование проводят при 940^0С, 70-40% - 985^0С, 40-0% - 1025^0С. В расчетах соответственно используют одну из трех указанных температур. Точность поддержания температуры купелирования должна быть не ниже ± 15^0С. При увеличении точности поддержания температуры воспроизводимость результатов увеличивается.

4.Контроль качества капелей

Показателем качества капелей являются минимальные потери благородных металлов, для чего необходимо осуществлять входной контроль качества.

В лабораториях контроль качества капелей осуществляется в две стадии:

-визуальный;

- количественный (купелирование навески серебра 100 мг);

Пригодными для купелирования при пробирном определении золота считаются капели с потерями по серебру <2%, при пробирном определении серебра - < 1%.

4.1 Методы контроля качества капелей

Основные характеристики капелей, которые должны контролироваться, приведены в лабораторной работе №1. Линейные размеры могут варьироваться у разных производителей, в зависимости от видов анализа, для которого они используются, конструкции печи, материала, из которого капели изготовлены. Размеры регламентируются Техническими условиями на данное изделие, в которых указываются и допуски (максимальные отклонения) от установленных размеров. Максимально допустимая емкость по свинцу определяется, в основном, материалом, из которого капель изготовлена. Для капелей из костной муки она составляет 3/4 от массы капели, для магнезитовых – 2/3. Цвет капели контролируют визуально, сравнивая с эталонным образцом.

4.11 Размеры изделий проверяют металлической линейкой с ценой деления 1 мм или другими средствами, обеспечивающими заданную точность измерения. Размеры прямых, изделий (длину, ширину) измеряют по двум параллельным граням посередине каждой

грани. Толщину изделий измеряют по четырем граням. За результат принимают среднее значение.

4.1.2 Глубину отбитости края определяют штангенциркулем с ценой деления 1 мм. Для изделий особо сложной конфигурации в местах, где затруднено применение измерительного инструмента, допускается определять показатели внешнего вида органолептическим методом.

4.1.3. При проверке на прочность при ударе, две капели без усилия постукивают друг об друга 2-3 раза, Капель при этом не должна раскрашиваться и трескаться. При проверке на прочность к излому капель берется двумя руками за противоположные края. Прикладываемое усилие может быть направлено, как в одном направлении, так и в разные (скручивание).

4.1.4. Максимальную массу поглощаемого свинца определяют опытным путем, выполняя операцию купелирования веркблеев различной массы от плавки холостых проб. Максимальную массу свинца, поглощаемую капелью без протекания на под печи, фиксируют и рассчитывают отношение массы свинца к массе капели.

4.1.6. При проверке капелей на потери серебра берут навеску массой 100 мг химически чистого серебра (ГОСТ 6836-54) марки Ср 999,9 с точностью (± 0,3 мг) и навеску свинцовой фольги марки СО (ГОСТ 3778-65) массой 5 г с точностью (± 0,02г.). Выполняют операцию купелирования, полученные корольки взвешивают с точностью (± 0,1) мг.

Расчет потерь серебра:

$$100 - \frac{m_к \cdot 100}{m_н} = X,\% \qquad (8)$$

где:

$m_н$- масса серебра до купеляции;

$m_к$ – масса серебра после купеляции;

Х- потеря серебра в %.

Ход работы:

1. Предварительные операции

1.1.Рассортировать партию капелей по дате производства. Если присутствует несколько коробок капелей, произведенных в один день, то каждой из них следует присвоить порядковый номер и написать его рядом с датой указанной на коробке.

Пример надписи : 20.06.09 №1, 20.06.09 №2 и т.д.

1.2.Отобрать из каждой коробки по 8 капелей(3% контроль).

После отбора промаркировать сами капели, указывая дату производства, порядковый номер коробки, номер капели.

Пример надписи: 20.06.09 № 1/1

1.3.Занести входящие данные в журнал проверки качества капелей (дату изготовления, порядковый номер коробки, номер капели и Ф.И.О. оператора, изготовившего партию).

2.Проверка соответствия и визуальный контроль

2.1.При вскрытии коробки проверить наличие документов с указанием даты производства и фамилии оператора, изготовившего партию, сравнить с надписью на коробке.

2.2.Если документы не обнаружены или найдено несоответствие записей на коробке и в сопроводительных документах, то коробка, бракуется, о чем делается запись в журнале проверки качества капелей и на коробке, составляется акт и отправляется вместе с отбракованной коробкой.

2.3. Визуально оценить качество по следующим признакам:

- цвет капели (светлый, желто-коричневый)
- однородность материала капели (мелко истертый материал)
- гладкость поверхности (без изломов и шероховатостей)

- отсутствие трещин
- прочность на излом

2.4. Если визуальный контроль выявил явный брак, то действия согласно п.2.2.

3.Выполнение операции купелирования

3.1 Заполнить рабочий лист.

3.2 Взять навеску массой 100 мг химически чистого серебра с точностью (± 0,1 мг).

3.3 Взять навеску свинцовой фольги массой 5 г с точностью (± 0,02г.). Занести значения навесок серебра и свинца в журнал проверки качества.

3.4 Поместить проверяемые капели в купеляционную печь. Записать время начала купеляции. При температуре печи 900-950 ^{0}С поместить свинцовый сверток с серебром на капель. Наблюдать момент расплавления свинца и обнажения его поверхности.

3.5 Купеляция идет до полного впитывания свинца в капель (бликования серебряного королька). Наблюдать сокращение королька, засечь время бликования. Передвинуть капели ближе к дверце для постепенного остывания. По окончанию купеляции извлечь специальными щипцами капели из печи, дать им остыть. Пинцетом снять корольки с капелей, очистить их от остатков магнезита, рассмотреть, записать в отчет особенности внешнего вида корольков (наличие шероховатостей, роста и др.) и капелей (наличие окрашенного шлака, мелких корольков, застрявших в капели), поместить в чистые подписанные фарфоровые тигли.

3.6 Полученные корольки взвесить с точностью (±0,1 мг), результаты взвешивания занести в журнал.

4.Расчет потерь серебра.

Рассчитать потери серебра по формуле (8).

Если $X \leq 1$, то капели могут использоваться в анализе для определения содержания золота и серебра (нанести на коробку надпись «для Au и Ag).

Если $X \leq 2$, то капели могут использоваться в анализе для определения только содержания золота (нанести на коробку надпись «только для Au»).

Если $X>2$, то капели из данной коробки перепроверяют на потери серебра. При подтверждении результата, действия согласно п.2.2.

Форма отчета:

Отчет должен содержать название, цель работы, порядок выполнения эксперимента, наблюдения заходом купелирования, основные этапы, расчеты. Раскрыть сущность процесса купелирования и основные параметры. Перечислить основные характеристики и методы контроля качества капелей. Сделать выводы об использовании проанализированной партии капелей в пробирном анализе.

Занятие 8. Разваривание корольков. Проверка золотых корточек на «засаду» серебра.

Операция разваривания корольков заключается в разделении золота и серебра, путем растворения последнего в азотной кислоте.

Растворение серебра в разбавленной азотной кислоте происходит по реакции:

$3Ag + 4HNO_3 = 3AgNO_3 + NO + 2H_2O$

В крепкой азотной кислоте происходит реакция:

$Ag + 2HNO_3 = AgNO_3 + NO_2 + H_2O$

Разделение золота и серебра азотной кислотой основано на ее способности количественно растворять серебро при определенном соотношении этих металлов.

Соотношение золото:серебро, при котором происходит количественное разделение зависит от вида анализируемого материала. Так, для золотосеребряных сплавов данное соотношение, рекомендуемое разными источниками, варьируется от 1: 2,2 до 1: 3.

Оптимальным для разваривания богатых сплавов является соотношение золота к серебру 1:3, при большем содержании золота резко возрастает вероятность неполного разделения сплава и образования «засады» серебра, а также увеличивается время разваривания.

При недостатке серебра в корольке его вводят квартованием. Первоначально термин «квартование» относился (по своему смыслу) к получению сплава в соотношении Ag : Au = 3 : 1. В настоящее время этот термин означает приведение королька или навески сплава сплавлением с серебром к соотношению, удовлетворяющему условиям количественного разделения кислотой.

При анализе геологических проб, содержания золота могут быть очень малыми, (современные методики на пробирное определение золота и серебра имеют предел определения при гравиметрическом окончании 0,20 г/т, золотая корточка при этом имеет массу 0,010 мг [3]). В этом случае, серебро приквартовывается в соотношении гораздо большем, чем 1:3, согласно данным, приведенным в таблице Розе (таб.1).

Считается, что распыления корточки не происходит даже при соотношении металлов порядка 1:1000. Э. Бегби рекомендует применять нагретую азотную кислоту в соотношении 1:7 как первый раствор для разваривания корольков с содержанием серебра от 3 до 1000 и более частей на одну часть золота. Поэтому, массу серебра, приквартовываемого к пробе, при определении золота, рассчитывают, исходя, в том числе, и из удобства работы. Королек должен быть таким, чтобы его было удобно снимать с капели, отбивать и производить другие необходимые манипуляции без риска потери, при этом, не допуская перерасхода серебра или его соли.

Так, при анализе рядовых геологических проб приквартовка серебра в шихту производится из расчета 4-6 мг металла на одну пробу.

Кроме обеспечения полноты разваривания, серебро, в этом случае, играет и роль дополнительного коллектора в тигельной плавке, т.к. серебро образует с золотом растворы практически в любых соотношениях.

Таблица 1

Таблица Розе

Масса золота, мг	Отношение серебра к золоту
Меньше 0,1	20 – 30 : 1
Около 0,2	10 :1
Около 1,0	6 : 1
Около 10	4 : 1
Более 50	2,3 : 1

Корольки от анализа геологических проб перед развариванием отбивают на наковальне для удаления остатков капели с поверхности королька. Способность частиц капели прилипать к корольку зависит от материала, из которого капель изготовлена. Так, капели из костяной муки дают практически чистую поверхность королька, в отличие от магнезитовых или цементных, частицы которых сильно прилипают к поверхности. В

таком случае королек требует обязательной очистки. Большие корольки от анализа лигатурных сплавов прокатывают на вальцах до толщины 0,02-0,04 мм, протирают спиртом и скручивают в спираль (либо в виде буквы S). Перед развариванием такие корольки обязательно прокаливают в муфельной печи при температуре 650°С в течение 2-3 минут.

Кроме очистки, корольки расплющивают (прокатывают) с целью увеличения площади поверхности для более быстрого и полного растворения серебра.

В ходе процесса разваривания на разогретую баню (нагревательную платформу) устанавливают фарфоровые глазурованные тигли (№2, №3) с корольками, прогревают в течение 10 минут. В тигли наливают разбавленную азотную кислоту, концентрация и температура которой зависит от вида анализа и соотношения золота к серебру в корольке.

При анализе лигатурных сплавов применяется кислота объемной концентрации (1:1), нагретая до температуры 70-80°С. Если реакция не происходит или протекает слишком медленно, кислоту нагревают сильнее, либо сливают раствор и заливают более крепкой кислотой (1:2). При необходимости в конце разваривания применяют концентрированную кислоту. Разваривание заканчивается через 20-30 мин после окончания выделения газовых пузырьков на корольке. Общее время разваривания составляет 60-70 мин. После окончания операции кислоту сливают, три раза промывают корточки горячей дистиллированной водой и прокаливают при температуре 500-600^{0}С в течении 20-30 мин.

При разваривании корольков от геологических проб, концентрация первого раствора азотной кислоты должна 1:6-7 для предотвращения распада королька на несколько фрагментов, температура кислоты должна быть не более 70-80°С. При анализе богатых серебряных руд применяют еще более разбавленную кислоту, процесс ведут при комнатной температуре. При удалении большей части серебра, когда корточка значительно уменьшилась в размерах и поменяла серебристый цвет на черный, кислоту сливают и приливают более крепкий раствор кислоты (1:1). Общее время разваривания составляет 60-70 минут, затем корточку трижды промывают горячей дистиллированной водой, сушат, прокаливают.

Контроль операции проводят одновременно с контролем купелирования по чекам, содержащим золото и серебро в различных количествах и отношениях.

В поточном анализе геологических проб чеки не ставят, при этом контролируют температуру разваривания и концентрацию кислоты.

Золотые корточки после просушивания и прокаливания оценивают визуально. Правильно разваренные корточки должны быть ярко-желтыми, без примеси лимонных или белесых оттенков. Наличие нехарактерных для чистого золота оттенков может быть следствием как не полного разделения золота и серебра, так и присутствия примесей металлов платиновой группы. Наличие платины в корточке можно обнаружить по стальному серому оттенку, в присутствии иридия на поверхности золота появляются черные пятна, остающиеся и после прокаливания. Присутствие серебра можно обнаружить по появлению лимонного оттенка золота, а также по наличию белесых полос и включений при исследовании корточки под микроскопом.

Погрешности операции разваривания, в основном, определяются образованием «засады» серебра в золотой корточке, что вносит положительную систематическую погрешность в результаты анализа по золоту и отрицательную – по серебру. Потери золота за счет разрушения или распыления золотой корточки определяются визуально, в этом случае результаты бракуются.

Азотная кислота не должна содержать ионов хлора, контроль проводится по растворимости золота в кислоте, либо качественной реакцией на ионы хлора. Дистиллированную воду также проверяют на ионы хлора качественной реакцией с нитратом серебра.

Обычно, в комнате, где проводят операцию разваривания (ее иногда называют «бесхлорной») полностью исключают присутствие, как собственно соляной кислоты, так и всех ее солей и соединений.

«Засаду» серебра кроме визуального контроля, можно определить атомно-абсорбционным методом после растворения корточки в свежеприготовленной царской водке.

Если необходимо сохранить корточку, либо, она имеет значительную массу (например, корточки от технологических концентратов или лигатурных сплавов), то после исследования под микроскопом, к ней приквартовывают серебро из расчета 1:3, заворачивают в свинцовую фольгу массой 4-5 г и купелируют при температуре 940- 960 °С. Затем операцию разваривания повторяют.

Если при поточном анализе количество проб с засадой серебра достаточно высоко, необходимо увеличить количество приквартовываемого серебра, чтобы избежать лишних операций и сократить время анализа.

Цель работы:

Освоить операцию разваривания корольков. Приобрести навыки визуального определения «засады» серебра. Освоить операцию проверки корточек на «засаду» серебра.

Ход работы:

1. Подготовить фарфоровые тигли № 2. Тигли должны быть чистыми, проверенными на отсутствие трещин и сколов, подписанными (обычно номер ставят на дне тигля) и расставленными в гнезда дощечки для переноса корольков согласно порядковым номерам.
2. Корольки после купелирования переложить пинцетом в тигли.
3. Расплющить корольки на установке для расплющивания, представляющей собой пест и ступку из нержавеющей стали с зачищенными гладкими поверхностями.
4. Приготовить растворы азотной кислоты с объемными концентрациями 1:7, 1:6 и 1:1, 2:1,для чего рассчитать необходимые объемы дистиллированной воды и кислоты для приготовления 500 мл каждого раствора. Отмерить объемы подходящим для этого цилиндром, округляя рассчитанные значения до цифр, которые реально могут быть отмерены.
5. Нагреть растворы кислот и дистиллированную воду до температуры 70-80°С.
6. Тигли с корольками выставить на нагревательную платформу прогреть в течение 10 минут.
7. В тигли с корольками от анализа одной и той же пробы, аккуратно залить раствор кислоты 1:7, в другой - 1:4, раствор приливать по стеклянной палочке, предварительно переливая раствор из колбы в термостойкий химический стакан с носиком, объемом 100-150 дм^3. (Используемая посуда должна быть обязательно подписана!).
8. После прекращения видимой реакции (выделение пузырьков), но не менее, чем через 30 минут после начала разваривания, раствор кислоты слить по стеклянной палочке, залить более концентрированный раствор (1:1), в другую параллель (2:1), выдержать корольки еще 20-30 минут.
9. В конце операции, для предотвращения образования «засады», прилить 2-3 капли концентрированной азотной кислоты, выдержать 5-10 минут.
10. Слить раствор аккуратно, по стеклянной палочке, корточку трижды промыть горячей дистиллированной водой, сушить на нагревательной платформе до воздушно-сухого состояния, затем тигли с корточками перенести на печь специальной конструкции для прокаливания корольков, прокаливать при температуре 650°С, до перехода окраски корточек с черной до золотисто-желтой, охладить до комнатной температуры.

11. Провести аналогичный опыт с теми же пробами, используя растворы кислот комнатной температуры, а т.ж. нагретые до 50-60 °С. Процесс вести при тех же температурах.
12. Взвесить корточки на микроаналитических весах с точностью до 0,001 мг, рассмотреть корточки под микроскопом. При наличии белесых полос (разводов), корточки разварить на засаду серебра. Корточки массой более 1 мг также отправить на определение «засады» серебра.
13. Номера проб, в корточках которых определяют засаду серебра, занести в рабочий лист для определения «засады», поместить в фарфоровые тигли №2 на нагревательную платформу и залить 3 мл свежеприготовленной «царской водки», представляющей собой смесь концентрированной азотной и соляной кислот, объемным соотношением 1:3.
14. Разваривание вести до полного растворения корточки при нагревании, (не доводить до кипения).
15. После окончания растворения раствор остудить до комнатной температуры, количественно перенести в градуированную полипропиленовую пробирку и довести до объема 10 $см^3$ раствором соляной кислоты 1:5.
16. Отдать растворы на измерение содержания Ag,($мг/дм^3$) на атомно-абсорбционном спектрометре.
17. Расчет содержания Ag,(мкг) производят по формуле:

$$C(Ag),мкг=C(мг/дм^3)*10 \quad (1)$$

18. Полученное содержание серебра необходимо вычесть из массы корточки.

Результат содержания золота в пробе выдается с учетом засады серебра.

Форма отчета: Отчет должен содержать название, цель работы, порядок выполнения эксперимента, наблюдения за ходом разваривания, описание исследования корточек под микроскопом, этапы определения засады серебра, расчеты. Необходимо проанализировать полученные результаты, сделать выводы о качестве разваривания при варьировании различных факторов.

Занятие 9. КЗ. Проведение пробирной плавки на золото и серебро (4 ч)

Провести пробирный анализ на золото и серебро согласно нормативным документам.

Форма отчета: Отчет должен содержать название, цель работы, порядок выполнения эксперимента, наблюдения за ходом плавки, расчеты. Необходимо проанализировать полученные результаты, сделать выводы о качестве проведенной плавки.

6 ДИДАКТИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ КОНТРОЛЯ (САМОКОНТРОЛЯ) УСВОЕННОГО МАТЕРИАЛА

6.1 Оценочные средства, показатели и критерии оценивания компетенций

Индекс компетенции	Оценочное средство	Показатели оценивания	Критерии оценивания сформированности компетенций
ПК-1, ПК - 5	Тест	Низкий (неудовлетворительно)	Количество правильных ответов на вопросы теста менее 60 %
		Пороговый (удовлетворительно)	Количество правильных ответов на вопросы теста от 61-75 %
		Базовый (хорошо)	Количество правильных ответов на вопросы теста от 76-84 %

		Высокий (отлично)	Количество правильных ответов на вопросы теста от 85-100 %
	Отчет по лабораторной работе	Низкий – неудовлетворительно	ставится, если допущены существенные ошибки (в ходе эксперимента, в объяснении, в оформлении работы, по технике безопасности, в работе с веществами и приборами), которые не исправляются даже по указанию преподавателя.
		Пороговый – удовлетворительно	ставится, если допущены одна-две существенные ошибки (в ходе эксперимента, в объяснении, в оформлении работы, по технике безопасности, в работе с веществами и приборами), которые исправляются с помощью преподавателя.
		Базовый – хорошо	а) работа выполнена правильно, без существенных ошибок, сделаны выводы; б) допустимы: неполнота проведения или оформления эксперимента, одна-две несущественные ошибки в проведении или оформлении эксперимента, в правилах работы с веществами и приборами
		Высокий – отлично	а) работа выполнена полно, правильно, без существенных ошибок, сделаны выводы; б) эксперимент осуществлен по плану с учетом техники безопасности и правил работы с веществами и приборами; в) имеются организационные навыки (поддерживается чистота рабочего места и порядок на столе, экономно используются реактивы).
	Контрольная работа	Низкий – неудовлетворительно	допустил число ошибок и недочетов превосходящее норму, при которой может быть выставлена оценка «3»
		Пороговый – удовлетворительно	если студент правильно выполнил не менее половины работы или допустил: не более двух грубых ошибок; или не более одной грубой и одной негрубой ошибки и одного недочета; или не более двух-трех негрубых ошибок; или одной негрубой ошибки и трех недочетов; или

			при отсутствии ошибок, но при наличии четырех-пяти недочетов.
		Базовый – хорошо	студент выполнил работу полностью, но допустил в ней: не более одной негрубой ошибки и одного недочета или не более двух недочетов
		Высокий – отлично	работа выполнена без ошибок, указаны все расчетные формулы, единицы измерения, без ошибок выполнены математические расчеты

6.2 Промежуточная аттестация студентов по дисциплине

Промежуточная аттестация является проверкой всех знаний, навыков и умений студентов, приобретённых в процессе изучения дисциплины. Формой промежуточной аттестации по дисциплине является зачёт.

Для оценивания результатов освоения дисциплины применяется следующие критерии оценивания.

Критерии оценивания устного ответа на зачете

Оценка «зачтено» выставляется студенту, если:

1. Вопросы раскрыты, изложены логично, без существенных ошибок;
2. Показано умение иллюстрировать теоретические положения конкретными примерами;
3. Продемонстрировано усвоение ранее изученных вопросов, сформированность компетенций, устойчивость используемых умений и навыков.
4. Допускаются незначительные ошибки.

Оценка «не зачтено» выставляется, если:

1. Не раскрыто основное содержание учебного материала;
2. Обнаружено незнание или непонимание большей или наиболее важной части учебного материала;
3. Допущены ошибки в определении понятий, которые не исправлены после нескольких наводящих вопросов;
4. Не сформированы компетенции, умения и навыки.

Типовые контрольные задания или иные материалы, необходимые для оценки результатов освоения дисциплины

ПРИМЕРЫ ТЕСТОВЫХ ЗАДАНИЙ

Тест на тему: «МЕТРОЛОГИЯ»

Инструкция: *Выберите один вариант ответа.*

1.Что такое измерение?

А. определение искомого параметра с помощью органов чувств, номограмм или любым другим путем

Б. совокупность операций, выполняемых с помощью технического средства, хранящего единицу величины, позволяющего сопоставить измеряемую величину с ее единицей и получить значение величины

В. применение технических средств в процессе проведения лабораторных исследований
Г. процесс сравнения двух величин, процесс, явлений и т. д.
Д. все перечисленное верно

2. Единство измерений:

А. состояние измерений, при котором их результаты выражены в узаконенных единицах, а погрешности известны с заданной вероятностью и не выходят за установленные пределы
Б. применение одинаковых единиц измерения в рамках ЛПУ или региона
В. применение однотипных средств измерения (лабораторных приборов) для определения одноименных физиологических показателей
Г. получение одинаковых результатов при анализе пробы на одинаковых средствах измерения
Д. все перечисленное верно

3. Погрешностью результата измерений называется:

А. отклонение результатов последовательных измерений одной и той же пробы
Б. разность показаний двух разных приборов полученные на одной той же пробе
В. отклонение результатов измерений от истинного (действительного) значения
Г. разность показаний двух однотипных приборов полученные на одной той же пробе
Д. отклонение результатов измерений одной и той же пробы с помощью различных методик

4. Правильность результатов измерений:

А. результат сравнения измеряемой величины с близкой к ней величиной, воспроизводимой мерой
Б. характеристика качества измерений, отражающая близость к нулю систематических погрешностей результата
В. определяется близость среднего значения результатов повторных измерений к истинному (действительному) значению измеряемой величины
Г. "Б"+"В"
Д. все перечисленное верно

5. К мерам относятся:

+А. эталоны физических величин
Б. стандартные образцы веществ и материалов
В. все перечисленное верно

6. Стандартный образец- это:

А. специально оформленный образец вещества или материала с метрологически аттестованными значениями некоторых свойств
Б. контрольный материал полученный из органа проводящего внешний контроль качества измерений
В. проба биоматериала с точно определенными параметрами
Г. все перечисленное верно

7. Косвенные измерения - это такие измерения, при которых:

А. применяется метод наиболее быстрого определения измеряемой величины
Б. искомое значение величины определяют на основании результатов прямых измерений других физических величин, связанных с искомой известной функциональной зависимостью
В. искомое значение физической величины определяют путем сравнения с мерой этой величины
Г. искомое значение величины определяют по результатам измерений нескольких физических величин
Д. все перечисленное верно

8. Прямые измерения это такие измерения, при которых:

А. искомое значение величины определяют на основании результатов прямых измерений других физических величин, связанных с искомой известной функциональной зависимостью
Б. применяется метод наиболее точного определения измеряемой величины
В. искомое значение физической величины определяют непосредственно путем сравнения с мерой этой величины
Г. градуировочная кривая прибора имеет вид прямой
Д. "Б"+"Г"

9. Статические измерения – это измерения:

А. проводимые в условиях стационара
Б. проводимые при постоянстве измеряемой величины
В. искомое значение физической величины определяют непосредственно путем сравнения с мерой этой величины
Г. "А"+"Б"
Д. все верно

10. Динамические измерения – это измерения:

А. проводимые в условиях передвижных лабораторий
Б. значение измеряемой величины определяется непосредственно по массе гирь последовательно устанавливаемых на весы
В. изменяющейся во времени физической величины, которые представляется совокупностью ее значений с указанием моментов времени, которым соответствуют эти значения
Г. связанные с определением сил действующих на пробу или внутри пробы

11.Абсолютная погрешность измерения – это:

А. абсолютное значение разности между двумя последовательными результатами измерения
Б. составляющая погрешности измерений, обусловленная несовершенством принятого метода измерений
В. являющаяся следствием влияния отклонения в сторону какого – либо из параметров, характеризующих условия измерения
Г. разность между измеренным и действительным значением измеряемой величины
Д. все перечисленное верно

12. Относительная погрешность измерения:

А. погрешность, являющаяся следствием влияния отклонения в сторону какого – либо из параметров, характеризующих условия измерения
Б. составляющая погрешности измерений не зависящая от значения измеряемой величины
В. абсолютная погрешность деленная на действительное значение
Г. составляющая погрешности измерений, обусловленная несовершенством принятого метода измерений
Д. погрешность результата косвенных измерений, обусловленная воздействием всех частных погрешностей величин-аргументов

13. Систематическая погрешность:

А. не зависит от значения измеряемой величины
Б. зависит от значения измеряемой величины
В. составляющая погрешности повторяющаяся в серии измерений
Г. разность между измеренным и действительным значением измеряемой величины
Д. справедливы "А", "Б" и "В"

14. Случайная погрешность:

А. составляющая погрешности случайным образом изменяющаяся при повторных измерениях
Б. погрешность, превосходящая все предыдущие погрешности измерений
В. разность между измеренным и действительным значением измеряемой величины
Г. абсолютная погрешность, деленная на действительное значение
Д. справедливы "А", "Б" и "В"

15.Государственный метрологический надзор осуществляется:

А. на частных предприятиях, организациях и учреждениях
Б. на предприятиях, организациях и учреждениях федерального подчинения
В. на государственных предприятиях, организациях и учреждениях муниципального подчинения
Г. на государственных предприятиях, организациях и учреждениях имеющих численность работающих свыше ста человек
Д. на предприятиях, в организациях и учреждениях вне зависимости от вида собственности и ведомственной принадлежности

16. Поверка средств измерений:

А. определение характеристик средств измерений любой организацией имеющей более точные измерительные устройства чем поверяемое
Б. калибровка аналитических приборов по точным контрольным материалам
В. совокупность операций, выполняемых органами государственной службы с целью определения и подтверждения соответствия средства измерений установленным техническим требованиям
Г. совокупность операций, выполняемых, организациями с целью определения и подтверждения соответствия средства измерений современному уровню
Д. все перечисленное верно

ВАРИАНТЫ КОНТРОЛЬНЫХ РАБОТ

Вариант 1

1. Какова цель пробирного анализа?

2. Что является целью пробоотбирания? Что понимают под пробой?
3. Какова техническая документация проб?
4. Что такое коллектор? Перечислите основные коллекторы, применяемые в пробирном анализе.
5. В чем заключается сущность метода сбрасывания на конус?

Вариант 2

1. В чем заключается отличие пробирного анализа от обычного химического анализа?
2. Какова в общем виде последовательность операций пробирного анализа?
3. Назовите основные сплавы благородных металлов?
4. Перечислите основные способы сокращения.
5. В чем заключается сущность метода отбора фракций?

Вариант 3

1. Как классифицируют руды в зависимости от минералогического состава?
2. Какова цель кальцинирующего обжига?
3. В чем заключается сущность метода вычерпывания?
4. Перечислите требования, предъявляемые к пробе.
5. Какова главная задача операций дробления и измельчения?

Вариант 4

1. Назовите основные виды месторождений золота.
2. В чем заключается сущность способа перекатывания?
3. Каковы специальные приемы в пробирном анализе?
4. С какой целью проводится окислительный обжиг?
5. Приведите реакции осаждения золота.

ФОРМА ОТЧЕТА ПО ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ

Занятие 1. Техника безопасности в пробирных лабораториях

Форма отчета. Отчет должен содержать название, цель работы, перечень нормативных документов, а также правила техники безопасности в пробирной лаборатории.

Занятие 2. Проверка качества реактивов, применяемых в пробирном анализе

Форма отчета. Отчет должен содержать название, цель работы, порядок выполнения эксперимента, расчеты и выводы по результатам работы.

Занятие 3. Сравнение различных способов взятия навески руды и их влияния на результаты пробирного анализа на примере стандартного образца

Форма отчета. Отчет должен содержать название, цель работы, порядок выполнения эксперимента, расчеты. Сравните полученные результаты с аттестованным значением для данного стандартного образца и нормативом точности. Пользуясь таблицей, рассчитайте норматив повторяемости, сделайте вывод. Сделайте выводы о влиянии способа перемешивания на качество результатов пробирного анализа.

Занятие 4. Операция шихтования аналитической пробы (с использованием металлического серебра)

Форма отчета. Отчет должен содержать название, цель работы, порядок выполнения эксперимента, расчеты.

Занятие 5. Шихтование. Подбор шихты для руд первого класса.

Форма отчета. Отчет должен содержать название, цель работы, порядок выполнения эксперимента, расчеты. Сделать выводы о равномерности распределения серебра в шихте и о представительности навесок.

Занятие 6. Шихтование. Шихта для руд II, III класса. Определение окислительно-восстановительной способности руды.

Форма отчета. Отчет должен содержать название, цель работы, порядок выполнения эксперимента, расчеты. Сделать выводы о наличии окислительно-восстановительной способности. Обосновать необходимость корректировки шихты.

Занятие 7. Купелирование. Проверка качества капелей.

Форма отчета: Отчет должен содержать название, цель работы, порядок выполнения эксперимента, наблюдения заходом купелирования, основные этапы, расчеты. Раскрыть сущность процесса купелирования и основные параметры. Перечислить основные характеристики и методы контроля качества капелей. Сделать выводы об использовании проанализированной партии капелей в пробирном анализе.

Занятие 8. Разваривание корольков. Проверка золотых корточек на «засаду» серебра.

Форма отчета: Отчет должен содержать название, цель работы, порядок выполнения эксперимента, наблюдения за ходом разваривания, описание исследования корточек под микроскопом, этапы определения засады серебра, расчеты. Необходимо проанализировать полученные результаты, сделать выводы о качестве разваривания при варьировании различных факторов.

Занятие 9. КЗ. Проведение пробирной плавки на золото и серебро

Форма отчета: Отчет должен содержать название, цель работы, порядок выполнения эксперимента, наблюдения за ходом плавки, расчеты. Необходимо проанализировать полученные результаты, сделать выводы о качестве проведенной плавки.

ВОПРОСЫ К ЗАЧЕТУ

1.Пробирный анализ. Цели и задачи пробирного анализа.

2. Общая характеристика элементов группы благородных металлов. Золото и серебро, платина и металлы платиновой группы. Физические и химические свойства.

3. Руды благородных металлов. Классификация руд по минералогическому составу.

4. Пробоотбирание. Средняя проба и ее получение. Взятие средней пробы на уменьшение. Принципы пробоотбирания. Правило (таблица) Ричардса. Формула Брунтона. Вес первой пробы и степень ее сокращения.

5. Практика пробоотбирания. Три операции пробоотбирания: измельчение, перемешивание и сокращение.

6. Измельчение. Ситовый анализ.

7.Перемешивание: сбрасывание на конус, перекатывание, повторное пересыпание из одного сосуда в другой, просеивание.

8. Сокращение. Способы ручного сокращения: квартование, отбирание отдельных фракций, отбирание с помощью квартовальной лопаты, прокладка канав, отбирание с помощью рифленых делителей и отбирание вычерпыванием. Методика проведения, достоинства и недостатки данных способов.

9. Машинное пробоотбирание. Виды пробоотбирательных машин и их характеристика.
10. Доводка пробы. Подготовка пробы к состоянию, удобному для анализа.
11. Пробирный анализ. Достоинства метода. Общая схема анализа. Специальные приемы в пробирном анализе. Химические реакции при пробах сухим путем. Накаливание или кальцинирование. Обжигание окислительное и восстановительное. Плавление.
12. Пробирные реактивы. Восстановители (древесный уголь, пшеничная и ржаная мука, черный плавень, винный камень, цианистый калий и др.). Окислители (селитра, глет). Флюсы или растворяющие реактивы. Кислые флюсы (кварц, бура). Основные флюсы (сода, глет). Осадители (железо, цианистый калий, щелочи). Коллекторы - собирающие или концентрирующие примеси (пробирный или зерненный свинец, металлическое серебро). Реактивы, предохраняющие пробу от доступа воздуха и применяемые в виде так называемых покрышек (хлористый натрий, смесь сухой буры с содой).
13. Пробирная посуда. Характеристика пробирной посуды. Посуда из глины – щербера и тигли. Посуда из костяной золы, магнезита, цемента – капели.
14. Оборудование пробирных лабораторий. Печи для тигельной плавки. Печи для купелирования. Ручные инструменты для печи.
15. Методика пробирного анализа. Величина навески и степень измельчения анализируемого материала. Подготовка и шихтование проб. Подбор шихты. Расчет предварительного состава шихты. Табличный расчет шихт по Б.Н. Лебедеву. Предварительные пробы. Определение окислительной и восстановительной способности руды. Контроль реактивов.
16. Основы тигельной плавки. Химические реакции, протекающие при тигельной плавке. Продукты тигельной плавки: свинцовый веркблей и шлак. Классификация шлаков по степени кислотности. Шпейза. Штейн.
17. Тигельная проба для руд I класса. Определение количества восстановителя по предварительной пробе. Примеры шихт для плавки кварцевых руд. Выполнение плавки. Основные руды. Шихта для глинистых руд.
18. Тигельная проба для руд II класса. Плавка с селитрой и избытком глета. Количество селитры. Состав шихты. Выполнение плавки с селитрой. Плавка с железом. Состав шихты. Плавка с предварительным обжигом.
19.Тигельная проба для руд III класса. Специальные методы пробирной плавки на золото и серебро (на железонатриевый шлак, на медный сплав, на никелевый штейн, щелочная плавка).
20. Купелирование. Основы купелирования. Потери золота и серебра при купелировании. Контроль качества капелей.
21.Разделение. Разделение золото-серебряных корольков. Условия проведения процесса, требования к кислоте. Засада. Квартование королька (таблица Розе). Прокаливание корточек. Взвешивание золотых корточек. Правила взвешивания.
22. Опробование растворов (выпаривание в свинцовой чашечке).
23. Лигатурные сплавы, опробование сплавов.
24. Шерберная плавка. Химизм процесса. Практика шерберования.
25. Техника безопасности при эксплуатации плавильных печей.
26.Техника безопасности лаборанта пробирного анализа на этапе разваривания корольков.
27.Меры первой помощи при поражении электротоком.
28. Первая медицинская помощь при химических ожогах.
29. Регенерация серебра из растворов разварки.
30. Меры первой помощи при термических ожогах.
31. Правила пожарной безопасности в лаборатории.
32. Отравление свинцом. Признаки. Профилактика.

6.3 ОЦЕНОЧНЫЕ СРЕДСТВА ДЛЯ ПРОВЕРКИ УРОВНЯ СФОРМИРОВАННОСТИ КОМПЕТЕНЦИЙ, ПК-1, ПК-5.

Тесты содержат следующие типы заданий

Тип задания	№ задания	Вес задания (балл)	Результат оценивания (баллы, полученные за выполнение задания / характеристика правильности ответа)
задания закрытого типа с выбором одного правильного (1 из 4)	1, 2, 3	1 балл	1 б - полное правильное соответствие; 0 б - остальные случаи
задания закрытого типа с выбором нескольких правильных ответов (3 из 6)	4, 5, 6, 7	2 балла	2 б – полное правильное соответствие (последовательность вариантов ответа может быть любой); 1 б – если допущена одна ошибка / ответ правильный, но не полный; 0 б – остальные случаи
задания закрытого типа на установление соответствия (4 на 4)	8, 9	2 балла	2 б – полное правильное соответствие; 1 б – если допущена одна ошибка / ответ правильный, но не полный; 0 б – остальные случаи
задание закрытого типа на установление последовательности	10, 11	2 балла	2 б – полное правильное соответствие; 1 б – если допущена одна ошибка / ответ правильный, но не полный; 0 б – остальные случаи
задания открытого типа с кратким ответом	12, 13	3 балла	3 б – полное правильное соответствие; 0 б – остальные случаи.
задания открытого типа с развернутым ответом	14, 15	5 баллов	5 б – полное правильное соответствие; если допущена одна ошибка/неточность / ответ правильный, но не полный - 3 балла; если допущено более одной ошибки / ответ неправильный / ответ отсутствует – 0 баллов

Формируемая компетенция	Индикаторы сформированности компетенции
ПК-1. Владеет системой фундаментальных химических понятий и законов	**ИД-1 пк-1- Знает** основные естественнонаучные законы и закономерности протекания химических процессов **ИД-2 пк-1- Умеет** интерпретировать полученные

	результаты, используя базовые понятия химических дисциплин. **ИД-3 пк-1- Имеет практический опыт** применения системы фундаментальных химических понятий и естественнонаучных законов в профессиональной деятельности

Тест по дисциплине «Пробирный анализ руд»

Часть 1. Задания с выбором одного правильного ответа

1. Основной целью пробирного анализа благородных металлов является:

а) Определение всех металлов в руде.

б) Концентрирование благородных металлов (Au, Ag) в металлический королек с последующим его количественным анализом.

в) Определение химического состава рудных минералов.

г) Приготовление монетных сплавов.

Ответ: б

2. Какой процесс в пробирном анализе предназначен для удаления свинца из королька благородных металлов путем окисления и впитывания оксида в пористую костяную золу?

а) Шерберная плавка.

б) Разваривание.

в) Купелирование.

г) Тигельная плавка.

Ответ: в

3. При опробовании золотосодержащих растворов методом выпаривания в свинцовой чашечке, какой реактив используется для цементации золота на свинец?

а) Железный купорос ($FeSO_4$).

б) Серная кислота (H_2SO_4).)

в) Цинковая пыль.

г) Соляная кислота (HCl).

Ответ: в

Часть 2. Задания типа «Верно/Неверно»

4. Верно ли утверждение? «Принцип точечного опробования (отбор «снюрцев») применим для получения представительной пробы руды, характеризующей средний состав всей партии».

Ответ: Неверно

5. Верно ли утверждение? «В процессе купелирования серебряный королек не теряет в массе, так как серебро не окисляется».

Ответ: Неверно

Часть 3. Задания с выбором нескольких правильных ответов (2 задания)

6. Какие из перечисленных процессов относятся к основным стадиям классического пробирного анализа на золото и серебро? (Выберите 3 правильных ответа)

а) Пробоотбирание и приготовление лабораторной пробы.

б) Спектральный анализ.

в) Шерберная плавка (окислительное плавление со свинцом).

г) Купелирование.

д) Титрование

е) Разваривание (партирование) серебряного королька.

Ответ: а, в, г;

7. Какие факторы являются критически важными для обеспечения техники безопасности в пробирной лаборатории? (Выберите 3 правильных ответа)
а) Использование средств индивидуальной защиты (очки, фартук, перчатки).
б) Наличие исправной приточно-вытяжной вентиляции, особенно у плавильных печей.
в) Цвет стен в лаборатории.
г) Строгое соблюдение правил обращения с концентрированными кислотами и расплавами.
д) Наличие ковра на полу.
Ответ: а, б, г.

Часть 4. Задания на соответствие

8. Установите соответствие между процессом и его основной химической целью:

Процесс	**Химическая цель**
1. Шерберная плавка	А. Удаление свинца из королька окислением.
2. Купелирование	Б. Концентрирование Au и Ag в свинцовый королек за счет восстановления PbO до Pb.
3. Разваривание (партирование)	В. Разделение Au и Ag путем растворения Ag в кислоте.
4. Выпаривание в Pb-чашке	Г. Цементация Au из раствора на свинец с последующим анализом.

Ответ: 1-Б, 2-А, 3-В, 4-Г

9. Установите соответствие между оборудованием и его основным назначением в пробирной лаборатории:

Оборудование	**Основное назначение**
1. Муфельная печь	А. Купелирование, нагревание купелей.
2. Механическая щековая дробилка	Б. Измельчение грубой пробы до крупности 5-10 мм.
3. Весы аналитические	В. Точное взвешивание корольков (до 0.01 мг).
4. Кислотостойкий вытяжной шкаф	Г. Работа с кислотами при разваривании, безопасное испарение растворов.

Ответ: 1-А, 2-Б, 3-В, 4-Г

Часть 5. Задания на установление последовательности

10. Установите правильную последовательность стадий подготовки представительной лабораторной пробы из крупной партии руды:
а) Сокращение и квартование.
б) Отбор первичной (валовой) пробы.
в) Сушка и измельчение до крупности минус 0.074 мм.
г) Приготовление исходной (мастер-пробы) массой 10-20 кг.
Ответ: б → г → а → в

11. Установите правильную последовательность операций в методе анализа растворов выпариванием в свинцовой чашечке:
а) Добавление соляной кислоты для удаления остатков свинца.

б) Выпаривание аликвоты раствора в фарфоровой чашке с добавлением свинцового сахара (ацетата свинца) и железного купороса.
в) Взвешивание золота.
г) Плавление содержимого чашки с флюсами (содой, бурой) для получения свинцового королька.
д) Купелирование полученного королька.
Ответ: б → г → д → а → в

Часть 6. Задания с коротким ответом

12. Назовите основной флюс, используемый в шерберной плавке для ошлакования пустой породы и образования легкоплавкого силикатного расплава.
Ответ: диоксид кремния
13. Как называется лигатурный сплав золота и серебра, приготовленный в строго определенной пропорции (обычно 1:3) для последующего анализа методом разваривания?
Ответ: Кварт-сплав

Часть 7. Задания с развернутым ответом

14. Объясните, опираясь на фундаментальные химические законы (закон действующих масс, закон сохранения массы), почему в процессе купелирования серебро и золото остаются в виде металлического королька, а свинец удаляется. Опишите химические реакции, лежащие в основе процесса.
Ответ: В основе купелирования лежит различие в сродстве к кислороду. При температуре ~900-1000°C в потоке воздуха свинец окисляется: $2Pb + O_2 \rightarrow 2PbO$. Образующийся оксид свинца (PbO) жидкий и обладает высокой поверхностной активностью. Он впитывается пористой купелью из костяной золы (основной компонент $Ca_3(PO_4)_2$) за счет капиллярных сил. Золото и серебро имеют гораздо большее сродство к кислороду, чем свинец, в данных условиях не окисляются (согласно ряду активности металлов и термодинамическим расчетам). **Закон сохранения массы** проявляется в том, что масса благородных металлов до и после купелирования (за вычетом незначительных потерь) остается постоянной. **Закон действующих масс** объясняет смещение равновесия реакции окисления Pb в сторону образования PbO за счет непрерывного удаления продукта (PbO) из зоны реакции (впитывание в купель).

15. Опишите принцип метода опробования сплавов на примере лигатурного золото-серебряного сплава. Каковы основные стадии анализа и каким химическим законам подчиняется процесс разделения металлов при «разваривании» (партировании)?

Ответ: При опробовании сплава, например, кварт-сплава (Au+Ag), его точно взвешивают и растворяют в азотной кислоте (HNO_3). Серебро переходит в раствор в виде $AgNO_3$, а золото остается в виде нерастворимого осадка (порошка). Это основано на различии химических свойств металлов (золото – «царский металл», не растворяется в HNO_3). Процесс подчиняется **закону сохранения массы**: сумма масс разделенных золота и серебра (после восстановления Ag из раствора) должна равняться массе исходного сплава. После разделения золотой порошок промывают, прокаливают и взвешивают. Массу серебра определяют по разности или гравиметрически, осаждая хлорид серебра (AgCl) из раствора. Процесс «разваривания» – это пример аналитического разделения, основанного на селективности химической реакции (растворения одного компонента), что является прикладным следствием фундаментальных законов химии.

Формируемая	Индикаторы сформированности компетенции

компетенция	
ПК-5. Способен осуществлять контроль качества сырья, компонентов и выпускаемой продукции химического назначения под руководством специалистов более высокой квалификации	**ИД-1 пк-5- Знает методы и средства контроля качества, сырья, компонентов и выпускаемой продукции химического назначения на соответствие требуемой нормативной документации** **ИД-2 пк-5- Умеет составлять протоколы испытаний, отчеты о выполненной работе по заданной форме** **ИД-3 пк-5- Осуществляет контроль точности аналитического оборудования на соответствие требуемой нормативной документации**

Тест по дисциплине «Пробирный анализ руд»

Задания с одним вариантом ответа.

1. Основная цель пробирного анализа благородных металлов в рудах — это:

а) Определение всего элементного состава руды.

б) Количественное определение содержания золота и серебра с предварительным концентрированием их в металлическом свинце.

в) Определение минералогического состава руды.

г) Оценка только технологических свойств руды

Ответ: б)

2.Какой компонент шихты при шерберной плавке является основным коллектором благородных металлов?

а) Стекло (флюс).

б) Сода.

в) Окислитель (селитра).

г) Свинец (в виде глёта PbO или металла).

Ответ: г)

Задание типа «Верно/Неверно».

3.Утверждение: «При опробовании жидких растворов методом выпаривания в свинцовой чашечке, свинец служит не только материалом чашечки, но и коллектором благородных металлов при последующей сплавке высушенного остатка».

а) Верно.

б) Неверно.

Ответ: а) Верно.

4. Утверждение: «Основная задача купелирования — это отделение серебра от золота».

а) Верно.

б) Неверно.

Ответ: б) Неверно.

Задание с несколькими вариантами ответов.

5. Какие из перечисленных факторов являются критически важными для обеспечения репрезентативности геологической пробы?

а) Цвет породы.

б) Масса точечной пробы.

в) Расположение точек отбора по всему рудному телу.

г) Время суток отбора.

д) Правильность подготовки материала (дробление, сокращение, квартование).

Ответ: б, в, д.

6. Какие операции включает в себя полный цикл пробирного анализа руды на золото классическим методом?
а) Пробоподготовка (сушка, взвешивание).
б) Шерберная плавка с получением свинцового королька.
в) Электроэкстракция золота.
г) Купелирование для получения зерна благородного металла.
д) Разваривание зерна в азотной кислоте для отделения серебра.
е) Взвешивание и расчет содержания.
Ответ: а, б, г, д, е.

Задание на соответствие.

7. Установите соответствие между оборудованием пробирной лаборатории и его основным назначением.
1.Муфельная печь.
2. Купель.
3. Дробилка щековая.
4. Весы аналитические.
5. Пробоpазделочный станок (сверлильный).
А) Грубое дробление геологической пробы.
Б) Проведение окислительного плавления свинцового королька.
В) Точное взвешивание навески и полученного зерна.
Г) Отбор стружечной пробы из крупных слитков металла.
Д) Проведение высокотемпературных плавок (шербер, окислительная).
Ответ: 1-Д, 2-Б, 3-А, 4-В, 5-Г.

8. Установите соответствие между этапом анализа и его основной химической сущностью.
1. Шерберная плавка.
2. Купелирование.
3. Разваривание (партирование).

А) Окисление и впитывание пористым материалом оксидов свинца и меди, очистка благородных металлов.
Б) Восстановление PbO до металлического свинца, который растворяет (собирает) Au и Ag из рудной массы.
В) Растворение серебра в азотной кислоте для отделения от нерастворимого золота.
Ответ: 1-Б, 2-А, 3-В.

Задание на установление последовательности.

9. Установите правильную последовательность подготовки лабораторной пробы из средней геологической пробы (пробы сырья) перед анализом:
а) Крупное дробление.
б) Сокращение и квартование.
в) Истирание до крупности -0.074 мм.
г) Сушка и усреднение.
д) Смешивание и сокращение для получения аналитической навески.
Ответ: а) → г) → б) → в) → д)

10. Установите правильную последовательность этапов анализа золотосодержащей руды после получения аналитической навески:
а) Взвешивание полученного чистого зерна золота.
б) Шерберная плавка, дробление шлака, извлечение свинцового королька.
в) Пробоподготовка (смешивание с флюсами).
г) Купелирование королька.
д) Разваривание (партирование) зерна для удаления серебра.
Ответ: в) → б) → г) → д) → а)

Задания с открытым ответом

11. Как называется сплав золота или серебра со свинцом, полученный после шерберной плавки, который подвергается дальнейшему купелированию?

Ответ: Свинцовый королек.

12. Перечислите не менее двух основных правил техники безопасности при работе с концентрированными кислотами (например, HNO_3 при разваривании) в пробирной лаборатории.

Ответ*: 1. Работать под вытяжным шкафом. 2. Использовать СИЗ (кислотостойкие перчатки, очки, фартук). 3. Добавлять кислоту в воду, а не наоборот (при разбавлении).*

Задание с развернутым ответом.

13. Опишите роль и действие основных компонентов шихты при шерберной плавке на силикатную руду: флюсы (сода, бура), окислитель (селитра), восстановитель (мука), коллектор (глёт). Как их подбор связан с контролем качества анализа?

Ответ:

Флюсы (сода, бура): Служат для образования легкоплавкого силикатного шлака, который растворяет пустую породу и обеспечивает отделение металлической фазы от шлака. Неправильный подбор приведет к вязкому шлаку и потерям металла.

Окислитель (селитра): Окисляет сульфиды, предотвращая образование штейна, который уносил бы благородные металлы. Его количество должно быть строго рассчитано, иначе возможен недожог или пережог шихты.

Восстановитель (мука): Восстанавливает PbO из глёта до металлического свинца. Недостаток ведет к малому выходу свинца, избыток – к образованию корольков с высоким содержанием меди.

Коллектор (глёт, PbO): Источник свинца, который, восстанавливаясь, собирает (солидирует) благородные металлы. Его масса нормируется в зависимости от ожидаемого содержания Au/Ag и массы навески.

Контроль качества заключается в точном расчете шихты на основе предварительных данных о составе руды, что обеспечивает полное извлечение Au и Ag в свинцовый королек и минимизацию потерь. Под руководством опытного пробирера лаборант осваивает эти расчеты для точного воспроизведения методики.

14. Объясните, как специалист, осуществляющий контроль качества (компетенция ПК-5), должен действовать на этапе опробования готовых лигатурных сплавов (например, сплава Доре). Какие методы отбора пробы применяются и почему? Какие факторы могут привести к нерепрезентативности пробы и, как следствие, к ошибке в контроле качества продукции?

Ответ:

Действия специалиста: Под руководством старшего пробирера, специалист должен выбрать метод отбора пробы в зависимости от формы слитка. Для крупных слитков — это сверление (проборазделочный станок) по определенной схеме (диагонали, сетка) для учета возможной ликвации. Для расплавленного металла — отбор ковшом в нескольких точках разливки. Проба должна быть отобрана, оформлена и маркирована по строгому регламенту.

Методы: Сверление (стружечная проба), резка (для небольших слитков), отбор расплава.

Причины нерепрезентативности: 1) Неправильная схема сверления (например, только по краям, где возможно обеднение или обогащение компонентами). 2) Загрязнение стружки от предыдущего слитка. 3) Неучет ликвации тяжелых (Au, Pt) или легких (Ag) компонентов при застывании. 4) Ошибки при сокрарении и подготовке лабораторной пробы из исходной стружки.

Связь с ПК-5: Строгое следование методике пробоотбора, зафиксированной в стандарте предприятия или технологическом регламенте, является основой для получения достоверных данных о содержании благородных металлов в конечном продукте, что и составляет суть контроля его качества. Специалист работает по инструкции, но должен понимать причины возможных ошибок.

7 ПЕРЕЧЕНЬ ИНФОРМАЦИОННЫХ ТЕХНОЛОГИЙ, ИСПОЛЬЗУЕМЫХ В ПРОЦЕСЕ ОБУЧЕНИЯ

Информационные технологии – обучение в электронной образовательной среде с целью расширения доступа к образовательным ресурсам, увеличения контактного взаимодействия с преподавателем, построения индивидуальных траекторий подготовки, объективного контроля и мониторинга знаний студентов.

В образовательном процессе по дисциплине используются следующие информационные технологии, являющиеся компонентами Электронной информационно-образовательной среды БГПУ:

- Официальный сайт БГПУ;
- Система электронного обучения ФГБОУ ВО «БГПУ»;
- Система тестирования на основе единого портала «Интернет-тестирования в сфере образования www.i-exam.ru»;
- Система «Антиплагиат.ВУЗ»;
- Электронные библиотечные системы;
- Мультимедийное сопровождение лекций и практических занятий.

8 ОСОБЕННОСТИ ИЗУЧЕНИЯ ДИСЦИПЛИНЫ ИНВАЛИДАМИ И ЛИЦАМИ С ОГРАНИЧЕННЫМИ ВОЗМОЖНОСТЯМИ ЗДОРОВЬЯ

При обучении лиц с ограниченными возможностями здоровья применяются адаптивные образовательные технологии в соответствии с условиями, изложенными в разделе «Особенности реализации образовательной программы для инвалидов и лиц с ограниченными возможностями здоровья» основной образовательной программы (использование специальных учебных пособий и дидактических материалов, специальных технических средств обучения коллективного и индивидуального пользования, предоставление услуг ассистента (помощника), оказывающего обучающимся необходимую техническую помощь и т. п.) с учётом индивидуальных особенностей обучающихся.

Для обучающихся с ограниченными возможностями здоровья предусмотрены следующие формы организации педагогического процесса и контроля знаний:

- для слабовидящих:

обеспечивается индивидуальное равномерное освещение не менее 300 люкс;

для выполнения контрольных заданий при необходимости предоставляется увеличивающее устройство;

задания для выполнения, а также инструкции о порядке выполнения контрольных заданий оформляются увеличенным шрифтом (размер 16-20);

- для глухих и слабослышащих:

обеспечивается наличие звукоусиливающей аппаратуры коллективного пользования, при необходимости обучающимся предоставляется звукоусиливающая аппаратура индивидуального пользования;

- для лиц с тяжелыми нарушениями речи, глухих, слабослышащих все контрольные задания по желанию могут проводиться в письменной форме.

Основной формой организации педагогического процесса является интегрированное обучение инвалидов, т.е. все обучающиеся учатся в смешанных группах, имеют возможность постоянно общаться со сверстниками, легче адаптируются в социуме.

9 СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ И ИНФОРМАЦИОННЫХ РЕСУРСОВ

9.1 Литература

Основная литература

1. Карпов, Ю.А. Методы пробоотбора и пробоподготовки/ Ю.А. Карпов, А.П. Савостин. – М. : Бином Лаборатория Знаний, 2010. – 243 с. (10 экз)
2. Панова, Л.П. Пробирный анализ руд: курс лекций/ Л. П. Панова. – Благовещенск: БГПУ, 2010. – 167 с. (18 экз)
3. Пожидаева, С.П. Основы производства. Материаловедение и производство металлов: учеб. пособие для студ. вузов / С.П. Пожидавева. – М. :. Академия, 2010. – 190 с. (10 экз)

Дополнительная литература

1. Технология металлов и сплавов : учебное пособие для вузов / ответственные редакторы А. П. Кушнир, В. Б. Лившиц. — Москва : Издательство Юрайт, 2022. — 310 с. — (Высшее образование). — ISBN 978-5-534-11934-3. — Текст : электронный // Образовательная платформа Юрайт [сайт]. — URL: https://urait.ru/bcode/495536.
2. Мысик, Р. К. Литейные сплавы на основе тяжелых цветных металлов : учебное пособие для вузов / Р. К. Мысик, А. В. Сулицин, С. В. Брусницын. — Москва : Издательство Юрайт, 2022 ; Екатеринбург : Изд-во Урал. ун-та. — 140 с. — (Высшее образование). — ISBN 978-5-534-08444-3 (Издательство Юрайт). — ISBN 978-5-7996-1819-3 (Изд-во Урал. ун-та). — Текст : электронный // Образовательная платформа Юрайт [сайт]. — URL: https://urait.ru/bcode/492597.

9.2 Базы данных и информационно-справочные системы

1. Сайт содержит техническую и нормативную информацию по металлургии www.markmet.ru
2. Библиотека технической литературы https://techlibrary.ru/
3. Химический портал www.chemport.ru
4. Портал научной электронной библиотеки http://elibrary.ru/defaultx.asp

9.3 Электронно-библиотечные ресурсы

1. Polpred.com Обзор СМИ/Справочник https://polpred.com/news
2. ЭБС «Юрайт» https://urait.ru

10 МАТЕРИАЛЬНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ БАЗА

Для проведения занятий лекционного типа, групповых и индивидуальных консультаций, текущего контроля и промежуточной аттестации используются аудитории, оснащённые учебной мебелью, аудиторной доской, компьютером(рами) с установленным лицензионным специализированным программным обеспечением, коммутатором для выхода в электронно-библиотечную систему и электронную информационно-образовательную среду БГПУ, мультимедийными проекторами, экспозиционными экранами, учебно-наглядными пособиями (таблицы, мультимедийные презентации). Для проведения лабораторных занятий также используется:

Ауд. 217 «А». Лаборатория аналитической химии

- Стол лабораторный 1-мест. (8 шт.)
- Стол письменный 1-мест. (2 шт.)
- Стол преподавателя (1 шт.)
- Стул (11 шт.)
- Компьютер с установленным лицензионным специализированным программным обеспечением (1 шт.)

- Принтер «Samsung» (1 шт.)
- 8 - портовый коммутатор D-Link для выхода в электронно-библиотечную систему и электронную информационно-образовательную среду БГПУ (1 шт.)
- Мультимедийный проектор SHARP -10 X (1 шт.)
- Экспозиционный экран (навесной) (1 шт.)
- Анализатор АНИОН-7051 (1 шт.)
- Весы аналитические VIBRA HT-84RCE (2 шт.)
- Жидкостная хроматографическая система с кондуктометрическим детектированием «Джетхром» (1 шт.)
- Прибор для получения особо чистой деонизованной воды «Водолей» (1 шт.)
- Комплекс аппаратно-программный на базе хроматографа «Лристалл 2000М» (1 шт.)
- Кондуктометр «Анион 4120» (1 шт.)
- Насос вакуумный-компрессор (мини) Portlab N86 KTE (1 шт.)
- Устройство для фильтрации и дегазации растворов АНО-1566 «Phenomenex» (1 шт.)
- Центрифуга лабораторная ОПН-4 (с ротором) (1 шт.)
- Весы ВЛР-200 (аналитические) (2 шт.)
- Весы ВЛР-200Г (с гирями) (1 шт.)
- Весы ЕК-400Н (Эй энд Ди)(0,01г.) (1 шт.)
- Весы торсионные ВТ-100 (технические) (1 шт.)
- Вытяжной зонт (1 шт.)
- Иономер И130 2М.1 (1 шт.)
- Комплекс вольтамперометрический СТА (1 шт.)
- Микроскоп МБС-10 (1 шт.)
- Шкаф сушильный
- Муфельная печь (ПМ-8) (1 шт.)
- Аквадистиллятор (ДЭ-4-2М) (1 шт.)
- Комплекс пробоподготовки «Термос-экспресс» ТЭ 1 (1 шт.)
- Фотометр КФК3КМ (1 шт.)
- Пробоотборная система ПЭ-1420 (1 шт.)
- Фторопласт пробоотб. система ПЭ-1320 (1 шт.)
- Центрифуга (1 шт.)
- Эксикатор (2 шт.)
- Штатив ШЛ – 01 «ЛАБ» (7 шт.)
- Магнитная мешалка П-Э-6100 (1 шт.)
- Комплект ареометр учебный (1 шт.)
- Штативы для пробирок, нагревательные приборы, лабораторная посуда
- Химические реактивы по тематике лабораторных работ
- Учебно-наглядные пособия - слайды, таблицы, мультимедийные презентации по дисциплине «Пробирный анализ руд»

Самостоятельная работа студентов организуется в аудиториях оснащенных компьютерной техникой с выходом в электронную информационно-образовательную среду вуза, в специализированных лабораториях по дисциплине, а также в залах доступа в локальную сеть БГПУ.

Лицензионное программное обеспечение: операционные системы семейства Windows, Linux; офисные программы Microsoft office, Libreoffice, OpenOffice; Adobe Photoshop, Matlab, DrWeb antivirus и т.д.

Разработчик: Панова Л.П.., кандидат химических наук, доцент кафедры химии,

Андрущенко В.Ю., преподаватель кафедры химии, заместитель генерального директора по аналитике ЗАО «Петропавловск».

11 ЛИСТ ИЗМЕНЕНИЙ И ДОПОЛНЕНИЙ

Утверждение изменений и дополнений в РПД для реализации в 2024/2025 уч. г.

РПД пересмотрена, обсуждена и одобрена для реализации в 2024/2025 учебном году на заседании кафедры химии (протокол № 8 от 30 мая 2024 г.).

Утверждение изменений и дополнений в РПД для реализации в 2025/2026 уч. г.

РПД пересмотрена, обсуждена и одобрена для реализации в 2025/2026 учебном году. на заседании кафедры химии (протокол № 6 от 26 марта 2025 г.).