Рабочая программа дисциплины (модуля) «Методы аналитического контроля в производстве материалов современной энергетики», включая оценочные материалы

1. Требования к результатам обучения по дисциплине (модулю)

1.1. Перечень компетенций, формируемых дисциплиной (модулем) в процессе освоения образовательной программы

Группа компетенций	Категория компетенций	Коды и содержание компетенций
Универсальные	-	-
Общепрофессиональные	-	ОПК-1. Способен использовать математические, естественнонаучные и инженерные знания для решения задач своей профессиональной деятельности
	-	ОПК-2. Способен использовать современное технологическое и аналитическое оборудование в профессиональной и научно-исследовательской деятельности
	-	ОПК-3. Способен проводить научные исследования и анализ полученных результатов
	-	ОПК-5. Способен понимать принципы работы современных информационных технологий и использовать их для решения задач профессиональной деятельности
Профессиональные	-	ПК-1. Способен к безопасному проведению, контролю, усовершенствованию и разработке технологических процессов производства основных функциональных материалов ядерного топливного цикла, в том числе с использованием радиоактивных материалов
	-	ПК-3. Способен осуществлять технологический процесс обращения, хранения, транспортировки и переработки ядерного топлива и иных ядерных материалов в соответствии с регламентом, с соблюдением норм охраны труда, правил техники безопасности, производственной санитарии, пожарной и ядерной безопасности

1.2. Компетенции и индикаторы их достижения, формируемых дисциплиной (модулем) в процессе освоения образовательной программы

Код компетенции	Код индикатора компетенции	Содержание индикатора компетенции
ОПК-1	ОПК-1.3	Решает задачи профессиональной деятельности, применяя инженерные знания и основы технического регулирования
ОПК-2	ОПК-2.3	Анализирует технологический процесс и выбирает технические средства и технологии с учетом экологических последствий их применения
ОПК-3	ОПК-3.2	Планирует и проводит физические и химические эксперименты по анализу сырья, материалов ядерного топливного цикла и готового ядерного топлива с использованием правил техники безопасности
ОПК-3	ОПК-3.3	Обрабатывает и интерпретирует экспериментальные данные для анализа технологических процессов, применяя математические, статистические, физические, физико-химические, химические методы
ОПК-5	ОПК-5.1	Применяет средства современных информационных технологий для поиска, хранения, обработки, анализа и представления информации
ПК-1	ПК-1.2	Анализирует технологический процесс, осуществляет аналитический контроль и оценку качества в производстве материалов современной энергетики, применяя теоретические основы технического регулирования
ПК-3	ПК-3.1	Владеет теоретической базой осуществления технологического процесса ядерной энергетики и производства ее основных материалов, в том числе ядерного топлива и иных ядерных материалов, и может применить ее в профессиональной деятельности

1.3. Результаты обучения по дисциплине (модулю)

Цель изучения дисциплины (модуля) – сформировать у будущего инженера достаточно полное представление о методах аналитического контроля в производстве материалов современной энергетики с выявлением его специфики для ряда технологических процессов, таких как радиохимическое производство, получение изотопно обогащенной продукции, особо чистых веществ, технология редких элементов.

В результате изучения дисциплины (модуля) обучающийся должен

знать:

- специфику проведения анализа материалов современной энергетики с учетом предварительной подготовки пробы и мешающих факторов;
- теоретические основы, области применения, возможности, ограничения использования каждого метода для анализа материалов современной энергетики;

уметь:

- осуществлять выбор оптимального метода для решения конкретной задачи определения состава вещества при анализе материалов современной энергетики;
- проводить расчет состава анализируемого вещества при использовании различных методов с учетом специфики анализа материалов современной энергетики;

владеть:

- навыками статистической обработки результатов анализа с учетом специфики предварительной подготовки пробы, случайной и систематической приборной погрешности, области определяемых концентраций;
- навыками определения и учета факторов, вносящих основной вклад в погрешность анализа;
- методами проведения эксперимента с применением современной научной аппаратуры, анализа и обработки результатов эксперимента.

2. Объем, структура и содержание дисциплины (модуля)

2.1. Объем дисциплины (модуля)

Виды учебной работы	***Формы обучения***
	Очная
Общая трудоемкость: зачетные единицы/часы	7/252
Контактная работа:	144
Занятия лекционного типа	36
Занятия семинарского типа	108
Консультации	0
Промежуточная аттестация: зачет, экзамен	36
Самостоятельная работа (СР)	72

2.2. Темы (разделы) дисциплины (модуля) с указанием отведенного на них количества часов по формам образовательной деятельности

Очная форма обучения

№ п/п	**Наименование тем (разделов)**	**Виды учебной работы (в часах)**						
		Контактная работа						**СР**
		Занятия лекционного типа		**Занятия семинарского типа**				
		Л	**Иные**	**ПЗ**	**С**	**ЛР**	**Иные**	
1.	Физико-химические методы анализа изотопов и особо чистых веществ	12	0	36	0	0	0	24
2.	Физико-химические методы анализа редких и рассеянных элементов	12	0	36	0	0	0	24
3.	Хроматография и хромато-масс-спектрометрия в анализе материалов	12	0	36	0	0	0	24

	современной энергетики							

Примечания:
Л – лекции, ПЗ – практические занятия, С – семинары, ЛР – лабораторные работы, СР – самостоятельная работа.

2.3. Содержание дисциплины (модуля), структурированное по темам (разделам) и видам работ

Содержание лекционного курса

№ п/п	Наименование тем (разделов)	Содержание лекционного курса
1.	Физико-химические методы анализа изотопов и особо чистых веществ	Введение. Цели, задачи и структура курса. Роль аналитического контроля в производстве материалов современной энергетики. Специфика анализа стабильных изотопов и микропримесей в особо чистых (ОСЧ) веществах. 1.1. Статистическая обработка результатов и метрологические характеристики на примере методов анализа изотопов и особо чистых (ОСЧ) веществ Применение статистических законов распределения случайной величины для обработки результатов анализа. Расчет стандартного отклонения и доверительного интервала при использовании нормального закона распределения, распределения Пуассона и распределения Стьюдента, метод объединения проб. Определение грубой ошибки. Регрессионный анализ как метод обработки результатов изотопного анализа. Применение логарифмического нормального распределения при обработке результатов анализа микропримесей в веществах ОСЧ. Использование закона сложения ошибок в анализе изотопов и веществ ОСЧ. Метрологические характеристики методик выполнения измерений – виды и составляющие погрешностей; способы оценки систематической и случайной погрешностей. Понятия точности, воспроизводимости и повторяемости результатов измерений, выбор метода анализа с учетом понятия чувствительности и предела обнаружения на примере анализа изотопного состава вещества и микропримесей. Предел обнаружения как важнейшая характеристика метода анализа особо чистых веществ. 1.2. Методы анализа особо чистых веществ Методы концентрирования микропримесей для анализа особо чистых веществ - экстракция, дистилляция, ректификация, сублимация, направленная кристаллизация, ионообменное концентрирование осаждение и соосаждение. Характеристики методов концентрирования, способы их расчета. Требования к методам концентрирования микропримесей как к предварительной стадии аналитического контроля веществ ОСЧ. Неизбирательные методы анализа особо чистых веществ – определение, области применения. Измерение относительного остаточного удельного сопротивления как метод анализа чистоты проводников. Измерение удельной проводимости и использование эффекта Холла для оценки содержания микропримесей при оценке чистоты полупроводников. Измерение терморезонансного тока как метод оценки чистоты изоляторов. Определение содержания микропримесей в растворителях – определение содержания взвешенных частиц с помощью электронной микроскопии, лазерной ультрамикроскопии, кондуктометрии; определение нелетучего остатка в жидкостях с использованием пьезокварцевого взвешивания. Теоретические основы и характеристики методов применительно к анализу особо чистых веществ.

		Использование ядерных методов анализа для определения микропримесей в особо чистых веществах - метод радиоактивных индикаторов (метод изотопных меток); субстехиометрический метод изотопного разбавления; радиоактивационный анализ (абсолютный и сравнительный метод), метод мониторов. Теоретические основы, характеристики и области применения данных методов при анализе особо чистых веществ. Применение каталиметрии для определения микропримесей переходных металлов в веществах ОСЧ - интегральный и дифференциальный методы, понятие индикаторного вещества и индикаторной реакции. Определение скорости индикаторной реакции с использованием метода тангенсов, метода фиксированного времени и метода фиксированной концентрации применительно к анализу особо чистых веществ. Области применимости метода каталиметрии при анализе особо чистых веществ. Применение атомных спектров, газовой и высокоэффективной жидкостной хроматографии для анализа особо чистых веществ. 1.3. Методы анализа стабильных изотопов Масс-спектрометрический анализ для анализа изотопного состава веществ. Особенности изотопной масс-спектрометрии. Интерпретация масс-спектров в случае изотопного анализа по пикам атомарных ионов. Расчет изотопных концентраций по пикам молекулярных ионов: квазиатомарный случай, обработка масс-спектров двухатомных молекул (в молекуле содержится два стабильных изотопа и в молекуле содержится более двух атомов стабильных изотопов), обработка масс-спектров в случае многоатомных молекул. Спектральный анализ – атомные и молекулярные спектры в изотопном анализе. Природа возникновения и виды изотопических эффектов в атомных спектрах. Применение атомной эмиссионной спектроскопии для изотопного анализа – специфика обработки спектров, требуемая разрешающая способность приборов на примере анализа изотопного состава водорода и азота. Атомно-абсорбционный анализ – характеристики и области применения метода для изотопного анализа. Природа возникновения изотопических эффектов в различных молекулярных спектрах, возможность их применения для изотопного анализа. Использование электронно-колебательных молекулярных спектров для изотопного анализа на примере определения изотопного состава азота. Использование колебательно-вращательной спектроскопии (ИК- спектроскопии) для определения изотопного состава воды – основы метода, специфика анализа в области малых, высоких и средних концентраций дейтерия. Денсиметрические методы определения изотопного состава воды – основы метода и способы выражения плотности в денсиметрии, специфика денсиметрического изотопного анализа. Влияние изотопного состава и температуры на плотность, требования к термостатированию при изотопном анализе. Требования к чистоте и методы очистки пробы. Пикнометрический, поплавковый, капельные методы анализа изотопного состава воды и их сравнение. Современные денситометры – метод U-образной осциллирующей трубки, специфика их применения для изотопного анализа жидкостей. Интерферометрический метод определения изотопного состава воды – показатель преломления различных изотопных форм воды; принцип действия интерферометра; связь между показателем преломления и изотопным составом воды; точность, специфика и область применения метода. Определение изотопного состава воды по водороду и кислороду – полный изотопный анализ воды с использованием метода двух

		констант (комбинация интерферометрического и денсиметрического методов); полный изотопный анализ воды с использованием комбинации денсиметрического и спектрального методов.
2.	Физико-химические методы анализа редких и рассеянных элементов	2.1. Основные понятия аналитического контроля в производстве редких элементов Основные понятия аналитического контроля. Объекты анализа, особенности переработки и аналитического контроля производств в технологии редких и рассеянных элементов. Последовательность операций при проведении любого анализа. Важность контроля содержания примесей, влияющих на потребительские свойства материалов. Стадии аналитического контроля, отбор пробы, подготовка пробы, измерение, обработка результатов. Влияние отбора пробы на результаты анализа. Понятия представительной, генеральной, лабораторной и анализируемой пробы. Особенности отбора проб твердых, жидких и газообразных образцов. Особенности отбора проб легко гидролизующихся соединений редких элементов. Критерии выбора размера проб. Области относительных содержаний компонентов на разных стадиях технологического процесса. Особенности отбора проб неоднородных твердых веществ. Зависимость массы представительной пробы твердого вещества от размера частиц. Формула Ричардса-Чеччота. Подход к выбору соотношения между числом анализируемых твердых проб и числом параллельных измерений данной пробы. Вскрытие твердых проб. Селективное вскрытие. Индивидуальные и групповые методы концентрирования микропримесей, абсолютное и относительное концентрирование. Характеристики метода концентрирования - степень извлечения и степень обогащения. Физические, физико-химические и химические методы концентрирования. Экстракция, дистилляция, ректификация, сублимация, направленная кристаллизация, ионный обмен, осаждение и соосаждение как методы концентрирования, области их применения. Особенности составления схем анализа, выбора методов анализа, предварительной подготовки проб, содержащих редкие металлы. Аттестованные методики анализа объектов переработки сырья редких металлов. 2.2. Основы минералогических исследований Основные принципы и методы гранулометрического анализа. Оптические свойства материалов и методы их исследования (световая и рентгеновская микроскопия; оптическая и люминесцентная спектроскопия). Исследование структуры минералов, руд и продуктов их переработки (основы рентгенофазового анализа, электронной микроскопии, инфракрасной спектроскопии). 2.3. . Особенности аналитического определения редких металлов Методы отделения лития от щелочных металлов. Методы определения лития в присутствии щелочных и щелочноземельных элементов. Физико-химические методы определения лития. Химические методы определения РЗЭ. Методы определения суммарного содержания РЗЭ. Устойчивость валентных форм редких металлов. Применение в аналитическом контроле. Применение методов анализа, основанных на разнице физико-химических свойств РЗЭ. Методы определения индивидуальных элементов в смеси РЗЭ. Методы определения примесей в индивидуальных РЗЭ. Основные принципы ионообменной хроматографии РЗЭ.

		Методы определения суммарного содержания Zr и Hf. Определение примесей в соединениях циркония. Методы определения Hf в Zr. Химические и физико-химические методы определения Nb и Ta. Химические методы определения урана. Методы определения валентных форм урана Физико-химические методы определения урана. Определение примесей в соединениях урана.
3.	Хроматография и хромато-масс-спектрометрия в анализе материалов современной энергетики	3.1. Хроматографические методы в анализе материалов современной энергетики Общность и специфика процессов хроматографического анализа материалов современной энергетики. Размывание хроматографической зоны и его физические причины. Неравновесная хроматография. Основы концепции теоретических тарелок. Понятие ВЭТТ. Кинетические теории хроматографии. Факторы, влияющие на размывание зон (вихревая диффузия, молекулярная диффузия, сопротивление массопередачи в подвижной и неподвижной фазах). Зависимость ВЭТТ от скорости потока. Уравнение Ван-Деемтера. Предподготовка и системы ввода образцов при хроматографическом анализе. Твердофазная экстракция, микроэкстракционные методы, сорбционное концентрирование. Примеры применения для анализа материалов современной энергетики. Дериватизация в хроматографическом анализе. Системы ввода в хроматограф газовых проб, жидких проб, хроматографический анализ твердых образцов. Качественный газохроматографический анализ. Идентификация веществ на основе величины удерживания. Метод тестеров. Индексы удерживания Ковача. Эксклюзионная хроматография. Сущность метода. Особенности механизма удерживания молекул. Области применения. Жидкость-жидкостная (распределительная) хроматография. Основы метода. Коэффициент распределения, факторы, влияющие на его величину. Носители, подвижные фазы, требования к ним. Подвижные фазы. Противоточная хроматография. Примеры применения. Сверхкритическая флюидная хроматография. Сущность метода. Сверхкритические флюиды, основные их свойства (плотность, вязкость, коэффициент диффузии). Колонки, области применения. Сравнение методов ВЭЖХ, газовой и сверхкритической флюидной хроматографии. 3.2. Масс-спектрометрия и хромато-масс-спектрометрия как методы анализа материалов современной энергетики Альтернативные методы ионизации соединений. Химическая ионизация и механизм ее протекания. Полевая ионизация и полевая десорбция. Особенности применения методов для получения масс-спектров молекулярных ионов и изучения высокомолекулярных соединений различной природы. Химическая ионизация при атмосферном давления. Электрораспылительная ионизация. Физические основы метода масс-спектрального распада органических соединений в режиме электронной ионизации. Основные принципы образования масс-спектров положительно заряженных ионов. Понятие «сечение ионизации». Понятие «полный ионный ток». Зависимость эффективности ионизации от энергии ионизирующих электронов. Понятие «молекулярный ион». Правильность выбора молекулярного иона на основании первичных фрагментных ионов. Принципы и приемы определения области молекулярно-массового

		распределения. Понятие «осколочные и характеристические ионы». Физические основы масс-спектрально распада. Понятие метастабильные ионы и принципы их образования. Основные правила и подходы к интерпретации масс-спектров. Стабильность ионов и нейтральных частиц. Правило выброса максимального алкильного радикала. Практические основы интерпретации масс-спектров. Определение элементного состава ионов на основании изотопных пиков. Расчет изотопной частоты соединений. Азотное правило. Фрагментные ионы. Наиболее интенсивные ионы в масс-спектре. Гомологические серии ионов. Построение схемы фрагментации. Метод масс-фрагментографии и режим мониторинга заданных ионов. Масс-спектрометрия высокого разрешения.

Содержание занятий семинарского типа

№ п/п	Наименование тем (разделов)	Тип	Содержание занятий семинарского типа
1.	Физико-химические методы анализа изотопов и особо чистых веществ	ПЗ	Вычисление стандартного отклонения и доверительного интервала для результатов анализа, подчиняющихся распределениям Гаусса, Стьюдента и Пуассона (на примерах изотопного анализа спектральными и радиометрическими методами). Метод объединения проб для ограниченного числа измерений при серийном анализе (на примере спектрального изотопного анализа). Определение промаха (грубой ошибки). Статистика прямых линий. Методика построения градуировочной зависимости с использованием регрессионного анализа для ограниченного числа результатов измерений. Примеры обработки результатов изотопного анализа. Использование логарифмического нормального распределения для обработки результатов анализа особо чистых веществ. Использование закона сложения ошибок на примере расчета концентрации при приготовлении проб методом разбавления. Использование закона накопления ошибок на примере расчета коэффициента разделения по результатам спектрального и радиометрического анализа Вычисления предела обнаружения метода анализа по результатам «холостого опыта». Методы обработки масс-спектров при анализе стабильных изотопов с использованием атомарных и молекулярных ионов. Методики расчета концентрации дейтерия в воде с использованием ИК-спектров для различных областей концентраций. Полный изотопный анализ воды методом двух констант и с использованием комбинации денсиметрического и спектрального методов
2.	Физико-химические методы анализа редких и рассеянных элементов	ПЗ	Особенности конструкции основных типов ЯЭУ. Критерии выбора размера проб. Зависимость массы представительной пробы твердого вещества от размера частиц. Формула Ричардса-Чеччота. Подход к выбору соотношения между числом анализируемых твердых проб и числом параллельных измерений данной пробы. Составление схем анализа, выбор методов анализа. Методы гранулометрического анализа горных пород и минералов. Оптические свойства материалов и методы их исследования.

			Исследование структуры минералов, руд и продуктов их переработки Методы определения суммарного содержания РЗЭ. Методы определения суммарного содержания Zr и Hf. Методы определения Nb и Ta. Методы определения валентных форм урана.
3.	Хроматография и хромато-масс-спектрометрия в анализе материалов современной энергетики	ПЗ	Оптимизация разделения методом газовой хроматографии. Оптимизация разделения методом жидкостной хроматографии. Идентификация веществ на основе величины удерживания. Методы дериватизации. Интерпретация масс-спектров с целью определения молекулярной формулы. Масс-спектрометрия алканов. Масс-спектрометрия ароматических и алкилароматических соединений Масс-спектрометрия кислородсодержащих соединений. Масс-спектрометрия азотсодержащих соединений.

Содержание самостоятельной работы

№ п/п	Наименование тем (разделов)	Содержание самостоятельной работы
1.	Физико-химические методы анализа изотопов и особо чистых веществ	Повторение лекционного материала. Подготовка к занятиям семинарского типа
2.	Физико-химические методы анализа редких и рассеянных элементов	Повторение лекционного материала. Подготовка к занятиям семинарского типа
3.	Хроматография и хромато-масс-спектрометрия в анализе материалов современной энергетики	Повторение лекционного материала. Подготовка к занятиям семинарского типа

3. Оценочные материалы для проведения текущего контроля успеваемости и промежуточной аттестации обучающихся по дисциплине (модулю)

По дисциплине (модулю) предусмотрены следующие виды контроля качества освоения:

- текущий контроль успеваемости;
- промежуточная аттестация обучающихся по дисциплине (модулю).

3.1. Оценочные материалы для проведения текущей аттестации по дисциплине (модулю)

№ п/п	Контролируемые темы (разделы)	Наименование оценочного средства
1.	Физико-химические методы анализа изотопов и особо чистых веществ	Контрольная работа
2.	Физико-химические методы анализа редких и рассеянных элементов	Контрольная работа
3.	Хроматография и хромато-масс-спектрометрия в анализе материалов современной энергетики	Контрольная работа

3.1.1 Типовые контрольные задания или иные материалы, необходимые для оценки знаний, умений, навыков и (или) опыта деятельности в процессе текущего контроля успеваемости

Контрольный работа

Раздел 1

Контрольная работа № 1

Первые вопросы

1. Нормальное распределение - область применения, параметры распределения, характеристика кривой нормального распределения.

2. Распределение Пуассона - область применения, параметры распределения.
3. Распределение Стьюдента - область применения, параметры распределения, характеристика кривой t-распределения.
4. Вычисление доверительного интервала для ограниченного числа измерений. Метод объединения проб.
5. Определение грубой ошибки (промаха).
6. Регрессионный анализ - коэффициент корреляции, условия определения коэффициентов регрессии.
7. Регрессионный анализ - методика определения коэффициентов регрессии.
8. Регрессионный анализ – определение значимости свободного члена регрессионной зависимости.
9. Логарифмическое нормальное распределение - вычисление стандартного отклонения и размаха топливный цикл с реакторами на тепловых нейтронах.
10. Закон сложения ошибок.
11. Метрологические характеристики измерений – типичные составляющие погрешностей.
12. Метрологические характеристики измерений – способы оценки систематической составляющей погрешности измерений.
13. Метрологические характеристики измерений – способы оценки случайной составляющей погрешности измерений.
14. Метрологические характеристики измерений – точность, воспроизводимость, повторяемость.
15. Метрологические характеристики измерений (перечислить). Чувствительность метода.
16. Метрологические характеристики измерений – предел обнаружения, способы его определения.
17. Специфика изотопного анализа и анализа особо чистых веществ. Наиболее значимые метрологические характеристики для данных видов анализа.
18. Почему анализ стабильных изотопов и особо чистых веществ называют экстремальными видами анализа?

<u>Вторые вопросы</u>

1. При анализе пробы азота на приборе NOI-5 были получены следующие значения концентрации ^{15}N : $x1$ = 0,377 ат. %; $x2$ = 0,405 ат. %; $x3$ = 0,399 ат. %; $x4$ = 0,407 ат. %; $x5$ = 0,410 ат. %. Определить наличие грубой ошибки в измерениях. Привести результат анализа пробы с учетом ошибки измерений.
2. При приготовлении градуировочных растворов весовым методом использовали эталонную пробу (эт) с содержанием дейтерия 15,0 мас.% и дистиллированную воду (дист). Точность взвешивания составляет □0,0005 г. Результаты взвешивания:

Проба 1: масса бюкса mбюкс= 13,5456 г; mбюкс+эт= 16,2344 г; mбюкс+эт+дист= 26,3245 г
Проба 2: масса бюкса mбюкс= 12,9654 г; mбюкс+эт= 18,3256 г; mбюкс+эт+дист= 25,7643 г
Определить массовую концентрацию дейтерия в приготовленных пробах с учетом точности приготовления.

3. При определении коэффициента разделения (□H-D) при электролизе водного раствора КОН в щелочном электролизере были получены следующие значения концентрации дейтерия: в электролите – $x1$ = 0,1456; $x2$ = 0,1415; $x3$ = 0,1467; $x4$ = 0,1422; в водороде – $y1$ = 0,0570; $y2$ = 0,0609; $y3$ = 0,0606; $y4$ = 0,0583. Рассчитаем ошибку определения □H-D.
4. При градуировке прибора ДСФ-8-3 использовали 3 эталонные пробы с известным содержанием дейтерия (cист). На основании измеренных интенсивностей спектральных линий протия и дейтерия были получены значения концентраций в этих пробах (cизм).

Проба № 1 : cист = 1,05 ат. %; cизм =1,03 ат.%; 1,01 ат.%; 1,06 ат.%

Проба № 2 : *с*ист = 2,50 ат. %; *с*изм =2,43 ат.%; 2,37 ат.%; 2,40 ат.%
Проба № 3 : *с*ист = 3,10 ат. %; *с*изм =3,03 ат.%; 2,99 ат.%; 3,06 ат.%
Получить градуировочное уравнение и определить истинную концентрацию дейтерия в пробе №К, если значения *с*изм,К = 2,15 ат.%; 2,12 ат.%; 2,16 ат.%.

5. Задача. При определении зависимости разности электрического потенциала на конденсаторе (*u*, мВ) от концентрации микропримесей кальция (*с*, мас. %) на приборе МФС-4 были получены следующие значения:

Фон: *ифон* = 35 мВ; 40 мВ; 33 мВ;
Проба № 1 : *с*ист = 10^{-3} мас. %; *u1* = 85 мВ; 102 мВ; 90 мВ; Проба № 2 : *с*ист = 5□10^{-3} мас. %; *u1* = 195 мВ; 210 мВ; 205 мВ; Проба № 3 : *с*ист = 10^{-2} мас. %; *u1* = 275 мВ; 285 мВ; 270 мВ.
Получить градуировочное уравнение и определить истинную концентрацию марганца в пробе №К, если значения *u*К = 244 мВ; 226 мВ; 235 мВ.

Контрольная работа № 2

1. Классификация чистоты веществ, определения понятий высокочистое вещество, особо чистое вещество. Примеры маркировки веществ ОСЧ.
2. Особенности анализа особо чистых веществ. Методы концентрирования микропримесей. Основные характеристики метода обогащения.
3. Экстракция как метод концентрирования микропримесей – характеристики метода.
4. Дистилляция, ректификация как методы концентрирования микропримесей – характеристики метода. Способы определения степени разделения.
5. Направленная кристаллизация, соосаждение, ионообменное концентрирование как методы концентрирования микропримесей.
6. Неизбирательные методы анализа – общая характеристика. Измерение остаточного удельного сопротивления.
7. Методы оценки чистоты полупроводников. Измерение удельной проводимости.
8. Методы оценки чистоты полупроводников (перечислить). Оценка содержания микропримесей с использованием эффекта Холла.
9. Методы оценки чистоты растворителей (перечислить). Кондуктометрия.
10. Методы оценки чистоты растворителей (перечислить). Лазерная ультрамикроскопия. Метод пьезокварцевого взвешивания.
11. Ядерные методы анализа (перечислить). Метод радиоактивных индикаторов.
12. Субстехиометрический метод изотопного разбавления.
13. Методы радиоактивационного анализа примесей (перечислить, дать общую характеристику).
14. Абсолютный метод радиоактивационного анализа.
15. Сравнительный метод, метод мониторов.
16. Кинетические методы анализа – общая характеристика, основное уравнение кинетических методов.
17. Каталиметрия – основы метода, область применения, достоинства и недостатки, расчет концентрации микропримеси с использованием кинетического уравнения для каталитических гомогенных реакций.
18. Каталиметрия – основы метода, область применения, достоинства и недостатки. Методы определения скорости индикаторной реакции в каталиметрии (дифференциальный и интегральный методы).
19. Каталиметрия – основы метода, область применения, достоинства и недостатки. Методы определения скорости индикаторной реакции в каталиметрии (перечислить). Метод тангенсов.
20. Каталиметрия – основы метода, область применения, достоинства и недостатки. Методы определения скорости индикаторной реакции в каталиметрии (перечислить). Метод фиксированного времени. Метод фиксированной концентрации.

Контрольная работа № 3

1. Масс-спектрометрия – основы метода, блок-схема, классификация масс-спектрометров, разрешающая способность. Особенности изотопной масс-спектрометрии.
2. Интерпретация масс-спектров в случае изотопного анализа. Разрешающая способность. Обработка масс-спектров: расчет изотопного состава по пикам атомарных и квазиатомарных ионов. Расчет изотопного состава углерода по ионам CO^+.
3. Интерпретация масс-спектров в случае изотопного анализа. Разрешающая способность. Обработка масс-спектров: в молекуле содержится два стабильных изотопа (на примере анализа азота по ионам N2+).
4. Обработка масс-спектров: обработка масс-спектров на примере анализа изотопного состава кислорода по ионам O2+.
5. Природа возникновения изотопических смещений в атомных спектрах вещества и их абсолютная величина. Особенности использования атомных спектров при анализе особо чистых веществ.
6. Природа возникновения изотопических смещений в атомных спектрах вещества и их абсолютная величина. Особенности изотопного анализа водорода методом атомной эмиссионной спектроскопии.
7. Природа возникновения изотопических смещений в различных молекулярных спектрах. Электронно-колебательная спектроскопия на примере анализа изотопного состава азота.
8. Природа возникновения изотопических смещений в различных молекулярных спектрах. ИК-спектроскопия для изотопного анализа воды.
9. Денсиметрические методы анализа – основы методов, область применения, сравнение денсиметрических методов.
10. Денсиметрические методы анализа – способы выражения плотности, разность плотностей воды различного изотопного состава, основные требования к проведению анализа.
11. Денсиметрические методы анализа – требования к чистоте пробы, методы и техника очистки пробы.
12. Денсиметрические методы анализа – поплавковый и капельные методы.
13. Денсиметрические методы анализа – основы метода, область применения. Пикнометрический метод анализа воды.
14. Интерферометрические методы анализа изотопного состава воды. Рефрактометр и интерферометр: принцип действия, область применения.
15. Полный изотопный анализ воды с использованием метода двух констант (денсиметрия и интерферометрия).
16. Полный изотопный анализ воды с использованием денсиметрического и спектрального методов.

Раздел 2

Контрольная работа № 1

1. Основные понятия аналитического контроля.
2. Объекты анализа, особенности переработки и аналитического контроля производств в технологии редких и рассеянных элементов.
3. Последовательность операций при проведении анализа в технологии редких и рассеянных элементов.
4. Важность контроля содержания примесей, влияющих на потребительские свойства материалов при анализе редких и рассеянных элементов.
5. Стадии аналитического контроля, отбор пробы, подготовка пробы, измерение, обработка результатов при анализе редких и рассеянных элементов..
6. Влияние отбора пробы на результаты анализа.

7. Понятия представительной, генеральной, лабораторной и анализируемой пробы.
8. Влияние агрегатного состояния вещества на проведение химического анализа редких и рассеянных элементов..
9. Особенности отбора проб твердых, жидких и газообразных образцов при анализе редких и рассеянных элементов..
10. Особенности отбора проб легко гидролизующихся соединений редких элементов.
11. Влияние процессов гидролиза и полимеризации на определение редких элементов.
12. Критерии выбора размера проб. Области относительных содержаний компонентов на разных стадиях технологического процесса при анализе редких и рассеянных элементов.
13. Особенности отбора проб неоднородных твердых веществ при анализе редких и рассеянных элементов.
14. Вскрытие твердых проб. Селективное вскрытие при анализе редких и рассеянных элементов.

Контрольная работа № 2

1. Индивидуальные и групповые методы концентрирования микропримесей, абсолютное и относительное концентрирование при анализе редких и рассеянных элементов.
2. Характеристики метода концентрирования - степень извлечения и степень обогащения при анализе редких и рассеянных элементов.
3. Физические, физико-химические и химические методы концентрирования при анализе редких и рассеянных элементов.
4. Особенности составления схем анализа, выбора методов анализа, предварительной подготовки проб, содержащих редкие металлы.
5. Основные принципы и методы гранулометрического анализа при анализе редких и рассеянных элементов.
6. Основные принципы световой и рентгеновской микроскопии при анализе редких и рассеянных элементов..
7. Основные принципы оптической и люминесцентной спектроскопии при анализе редких и рассеянных элементов..
8. Основные методы исследования структуры минералов, руд редких и рассеянных элементов и продуктов их переработки
9. Основные принципы рентгенофазового анализа редких и рассеянных элементов.
10. Основные принципы электронной микроскопии при анализе редких и рассеянных элементов.
11. Основные принципы инфракрасной спектроскопии при анализе редких и рассеянных элементов.

Контрольная работа № 3

1. Методы определения индивидуальных элементов в смеси РЗЭ.
2. Методы определения валентных форм урана.
3. Химические методы определения РЗЭ.
4. Химические методы определения урана.
5. Методы определения суммарного содержания Zr и Hf.
6. Физико-химические методы определения лития.
7. Метод добавок, особенности применения в различных методах анализа.
8. Физико-химические методы определения урана.
9. Методы определения суммарного содержания РЗЭ.
10. Методы определения Zr в Hf.
11. Методы определения примесей в индивидуальных РЗЭ.
12. Применение методов анализа, основанных на разнице физико-химических свойств РЗЭ.
13. Методы отделения лития от щелочных металлов. Методы определения лития в

присутствии щелочных и щелочноземельных элементов.
14. Методы определения индивидуальных РЗЭ в их смеси.
15. Устойчивость валентных форм редких металлов. Применение в аналитическом контроле.
16. Основные принципы ионообменной хроматографии РЗЭ.
17. Методы определения Hf в Zr.
18. Химические и физико-химические методы определения Nb и Ta.
19. Определение примесей в соединениях циркония.
20. Определение примесей в соединениях урана.

Раздел 3.

Контрольная работа № 4

1. Виды хроматографии: ситовая, молекулярная и хемосорбционная хроматография.
2. Режим хроматографических процессов: фронтальная, проявительная (элюентная) и вытеснительная хроматография.
3. Основные параметры хроматографического опыта: время удерживания, удерживаемый объем и их связь с коэффициентом распределения.
4. Разрешение. Зависимость разрешения от эффективности, селективности и коэффициента емкости колонки.
5. Силикагели. Получение и свойства. Методы модификации.
6. Основные требования к жидким фазам.
7. Полимерные пористые адсорбенты.
8. Классификация жидких фаз.
9. Капиллярные колонки. Типы основные характеристики.
10. Структура пор и удерживание различных веществ.
11. Селективность жидких фаз.

Контрольная работа № 5

1. Типы ВЭЖХ.
2. Подготовка растворителей для ВЭЖХ.
3. Сорбенты в ТСХ и ВЭЖХ.
4. Определение положения и концентрации компонентов при ТСХ.
5. Преимущества двухмерной хроматографии перед простой одномерной бумажной или ТСХ.
6. Достоинства и недостатки ионообменной хроматографии.
7. Спектрофотометрическое детектирование в ВЭЖХ. Схема детектора, преимущества и недостатки.
8. Электрохимический детектор. Схема детектора, преимущества и недостатки.
9. Детектор по электропроводности. Схема детектора, преимущества и недостатки.
10. Основные реакции в дериватизации.
11. Требования для реакции дериватизации.
12. Подвижные фазы в ЖХ. Основные характеристики (вязкость, пропускание, элюирующая способность).
13. Ионизация электронным ударом. Основы метода.
14. Ионизация электроспрея. Основы метода.
15. Типичные способы использования ТФЭ.
16. Химическая ионизация. Основы метода.
17. Полевая ионизация. Основы метода.
18. Ионизация электрораспылением. Основы метода.
19. Фотоионизация при атмосферном давлении. Основы метода.
20. Информация получаемая при хромато-масс-спектрометрии.
21. Анализаторы в масс-спектрометрии.
22. Магнитный секторный масс-спектрометр.
23. Электростатический анализатор.

24. Двухфокусный секторный масс- спектрометр.
25. Масс-спектрометрия высокого разрешения. Основы метода.
26. Масс-спектрометрия с преобразованиями Фурье
27. Квадрупольный анализатор.
28. Ионная ловушка.
29. Времяпролетный анализатор.
30. Метод масс-спектрального распада органических соединений в режиме электронной ионизации.
31. Масс-спектральный распад. Физические основы мтетода.
32. Основные правила и подходы к интерпретации масс-спектров.
33. Метод масс-фрагментографии и режим мониторинга заданных ионов.
34. Понятие метастабильные ионы и принципы их образования.

3.1.2. Методические материалы, определяющие процедуры оценивания знаний, умений, навыков и (или) опыта деятельности в ходе текущего контроля успеваемости
Контрольная работа

Оценивается не только глубина знаний поставленных вопросов, но и умение изложить письменно.

Критерии оценивания: последовательность, полнота, логичность изложения, анализ различных точек зрения, самостоятельное обобщение материала. Изложение материала без фактических ошибок.

Оценка *«отлично»* ставится в случае, когда соблюдены все критерии.

Оценка *«хорошо»* ставится, если обучающийся твердо знает материал, грамотно и по существу излагает его, знает практическую базу, но допускает несущественные погрешности.

Оценка *«удовлетворительно»* ставится, если обучающийся освоил только основной материал, но не знает отдельных деталей, допускает неточности, недостаточно правильные формулировки, нарушает последовательность в изложении материала, затрудняется с ответами, показывает отсутствие должной связи между анализом, аргументацией и выводами.

Оценка *«неудовлетворительно»* ставится, если обучающийся не отвечает на поставленные вопросы.

3.2. Оценочные материалы для проведения промежуточной аттестации
3.2.1. Критерии оценки результатов обучения по дисциплине (модулю)

Шкала оценивания	Результаты обучения	Показатели оценивания результатов обучения
ОТЛИЧНО	Знает:	- обучающийся глубоко и всесторонне усвоил материал, уверенно, логично, последовательно и грамотно его излагает, опираясь на знания основной и дополнительной литературы, - на основе системных научных знаний делает квалифицированные выводы и обобщения, свободно оперирует категориями и понятиями.
	Умеет:	- обучающийся умеет самостоятельно и правильно решать учебно-профессиональные задачи или задания, уверенно, логично, последовательно и аргументировано излагать свое решение, используя научные понятия, ссылаясь на нормативную базу.
	Владеет:	- обучающийся владеет рациональными методами (с использованием рациональных методик) решения сложных профессиональных задач, представленных деловыми играми, кейсами и т.д.; При решении продемонстрировал навыки - выделения главного, - связкой теоретических положений с требованиями руководящих документов, - изложения мыслей в логической последовательности, - самостоятельного анализа факты, событий, явлений, процессов в их взаимосвязи и диалектическом развитии.
ХОРОШО	Знает:	- обучающийся твердо усвоил материал, достаточно грамотно его излагает, опираясь на знания основной и дополнительной литературы,

		- затрудняется в формулировании квалифицированных выводов и обобщений, оперирует категориями и понятиями, но не всегда правильно их верифицирует.
	Умеет:	- обучающийся умеет самостоятельно и в основном правильно решать учебно-профессиональные задачи или задания, уверенно, логично, последовательно и аргументировано излагать свое решение, не в полной мере используя научные понятия и ссылки на нормативную базу.
	Владеет:	- обучающийся в целом владеет рациональными методами решения сложных профессиональных задач, представленных деловыми играми, кейсами и т.д.; При решении смог продемонстрировать достаточность, но не глубинность навыков, - выделения главного, - изложения мыслей в логической последовательности, - связки теоретических положений с требованиями руководящих документов, - самостоятельного анализа факты, событий, явлений, процессов в их взаимосвязи и диалектическом развитии.
УДОВЛЕТВО-РИТЕЛЬНО	Знает:	- обучающийся ориентируется в материале, однако затрудняется в его изложении; - показывает недостаточность знаний основной и дополнительной литературы; - слабо аргументирует научные положения; - практически не способен сформулировать выводы и обобщения; - частично владеет системой понятий.
	Умеет:	- обучающийся в основном умеет решить учебно-профессиональную задачу или задание, но допускает ошибки, слабо аргументирует свое решение, недостаточно использует научные понятия и руководящие документы.
	Владеет:	- обучающийся владеет некоторыми рациональными методами решения сложных профессиональных задач, представленных деловыми играми, кейсами и т.д.; При решении продемонстрировал недостаточность навыков - выделения главного, - изложения мыслей в логической последовательности, - связки теоретических положений с требованиями руководящих документов, - самостоятельного анализа факты, событий, явлений, процессов в их взаимосвязи и диалектическом развитии.
НЕУДОВЛЕТВО-РИТЕЛЬНО	Знает:	- обучающийся не усвоил значительной части материала; - не может аргументировать научные положения; - не формулирует квалифицированных выводов и обобщений; - не владеет системой понятий.
	Умеет:	обучающийся не показал умение решать учебно-профессиональную задачу или задание.
	Владеет:	не выполнены требования, предъявляемые к навыкам, оцениваемым «удовлетворительно».

3.2.2. Контрольные задания и/или иные материалы для проведения промежуточной аттестации

Список вопросов для устных ответов (варианты теста)

1. Определение хроматографического метода. Основные принципы метода. Классификация по агрегатному состоянию фаз, механизму разделения, способу осуществления хроматографического процесса.
2. Теория равновесной хроматографии. Уравнение материального баланса в равновесной теории.
3. Основные параметры хроматографического опыта: время удерживания, удерживаемый объем и их связь с коэффициентом распределения.
4. Влияние формы изотермы на форму хроматографического пика.

5. Понятие ВЭТТ. Влияние на размывание хроматографического пика вихревой диффузии, молекулярной диффузии и сопротивления массопередаче в подвижной и неподвижной фазах. Уравнение Ван-Деемтера.
6. Выбор параметров хроматографического разделения и оптимизация разделения.
7. Факторы, влияющие на размывание зон (вихревая диффузия, молекулярная диффузия, сопротивление массопередачи в подвижной и неподвижной фазах).
8. Преимущества и недостатки адсорбционной хроматографии.
9. Виды адсорбции. Группы сорбатов.
10. Силикагели. Получение и свойства. Методы модификации.
11. Классификация адсорбентов для газовой хроматографии.
12. Преимущества и недостатки газо-жидкостной хроматографии.
13. Методы дериватизации для газовой хроматографии.
14. Дериватизация в хроматографическом анализе.
15. Высокоэффективная жидкостная хроматография.
16. Подбор оптимальной элюирующей силы растворителя в ВЭЖХ.
17. Химическое модифицирование сорбентов.
18. Ионобменная хроматография.
19. Флуориметрическое детектирование в ВЭЖХ. Схема детектора, преимущества и недостатки.
20. Спектрофотометрическое детектирование в ВЭЖХ. Схема детектора, преимущества и недостатки.
21. Детектор рассеянного света. Схема детектора, преимущества и недостатки.
22. Детектор по электропроводности. Схема детектора, преимущества и недостатки.
23. Методы дериватизации для жидкостной хроматографии.
24. Достоинства и недостатки аффинной хроматографии.
25. Тонкослойная хроматография – основы метода, преимущества и недостатки.
26. Подвижные фазы в ЖХ. Основные характеристики (вязкость, пропускание, элюирующая способность).

3.2.3. Методические материалы, определяющие процедуры оценивания знаний, умений, навыков в ходе промежуточной аттестации

Процедура оценивания знаний (тест)

Предлагаемое количество заданий	20
Последовательность выборки	Определена по разделам
Критерии оценки	- правильный ответ на вопрос
«5» если	правильно выполнено 90-100% тестовых заданий
«4» если	правильно выполнено 70-89% тестовых заданий
«3» если	правильно выполнено 50-69% тестовых заданий

Процедура оценивания знаний (устный ответ)

Предел длительности	10 минут
Предлагаемое количество заданий	2 вопроса
Последовательность выборки вопросов из каждого раздела	Случайная
Критерии оценки	- требуемый объем и структура - изложение материала без фактических ошибок - логика изложения - использование соответствующей терминологии - стиль речи и культура речи - подбор примеров их научной литературы и практики
«5» если	требования к ответу выполнены в полном объеме
«4» если	в целом выполнены требования к ответу, однако есть небольшие неточности в изложении некоторых вопросов
«3» если	требования выполнены частично – не выдержан объем, есть фактические ошибки, нарушена логика изложения, недостаточно используется соответствующая терминологии

Процедура оценивания умений и навыков (решение проблемно-аналитических и

практических учебно-профессиональных задач)

Предлагаемое количество заданий	1
Последовательность выборки	Случайная
Критерии оценки:	- выделение и понимание проблемы - умение обобщать, сопоставлять различные точки зрения - полнота использования источников - наличие авторской позиции - соответствие ответа поставленному вопросу - использование социального опыта, материалов СМИ, статистических данных - логичность изложения - умение сделать квалифицированные выводы и обобщения с точки зрения решения профессиональных задач - умение привести пример - опора на теоретические положения - владение соответствующей терминологией
«5» если	требования к ответу выполнены в полном объеме
«4» если	в целом выполнены требования к ответу, однако есть небольшие неточности в изложении некоторых вопросов. Затрудняется в формулировании квалифицированных выводов и обобщений
«3» если	требования выполнены частично – пытается обосновать свою точку зрения, однако слабо аргументирует научные положения, практически не способен самостоятельно сформулировать выводы и обобщения, не видит связь с профессиональной деятельностью

4. Учебно-методическое и материально-техническое обеспечение дисциплины (модуля)

4.1. Электронные учебные издания

1. Александрова, Э. А. Аналитическая химия в 2 книгах. Книга 1. Химические методы анализа : учебник и практикум для вузов / Э. А. Александрова, Н. Г. Гайдукова. — 3-е изд., испр. и доп. — Москва : Издательство Юрайт, 2023. — 537 с. — (Высшее образование). — ISBN 978-5-534-09354-4. — Текст : электронный // Образовательная платформа Юрайт [сайт]. — URL: https://urait.ru/bcode/511300.
2. Бекман, И. Н. Ядерные технологии : учебник для вузов / И. Н. Бекман. — 2-е изд., испр. и доп. — Москва : Издательство Юрайт, 2023. — 500 с. — (Высшее образование). — ISBN 978-5-534-08681-2. — Текст : электронный // Образовательная платформа Юрайт [сайт]. — URL: https://urait.ru/bcode/513454.
3. Ташлыков, О. Л. Ядерные технологии : учебное пособие для вузов / О. Л. Ташлыков ; под научной редакцией С. Е. Щеклеина. — Москва : Издательство Юрайт, 2022 ; Екатеринбург : Изд-во Урал. ун-та. — 198 с. — (Высшее образование). — ISBN 978-5-534-02898-0 (Издательство Юрайт). — ISBN 978-5-7996-1822-3 (Изд-во Урал. ун-та). — Текст : электронный // Образовательная платформа Юрайт [сайт]. — URL: https://urait.ru/bcode/492594.

4.2. Электронные образовательные ресурсы

1. Электронная библиотечная система «ЭБС ЮРАЙТ» Biblio-online.ru (ЭБС «Юрайт») [Электронный ресурс]. – URL: https://urait.ru/.
2. Электронно-библиотечная система ZNANIUM [Электронный ресурс]. – URL: https://znanium.com/.
3. Электронная библиотечная система «Консультант студента» [Электронный ресурс]. – URL: https://www.studentlibrary.ru/.
4. e-Library.ru: Научная электронная библиотека [Электронный ресурс]. – URL: http://elibrary.ru/.
5. Научная электронная библиотека «КиберЛенинка» [Электронный ресурс]. – URL: http://cyberleninka.ru/.

6. Информационная система «Единое окно доступа к образовательным ресурсам» [Электронный ресурс]. – URL: http://window.edu.ru/.
7. Федеральный центр информационно-образовательных ресурсов [Электронный ресурс]. – URL: http://fcior.edu.ru/.

4.3. Современные профессиональные базы данных и информационные справочные системы

Обучающимся обеспечен доступ (удаленный доступ) к ниже следующим современным профессиональным базам данных и информационным справочным системам:

1. Словари и энциклопедии на Академике [Электронный ресурс]. – URL: http://dic.academic.ru.
2. Система информационно-правового обеспечения «Гарант» [Электронный ресурс]. – URL: http://ivo.garant.ru/.

4.4. Комплект лицензионного и свободно распространяемого программного обеспечения, в том числе отечественного производства

1. Лицензионное программное обеспечение: операционная система Microsoft Windows, пакет офисных приложений Microsoft Office.
2. Свободно распространяемое программное обеспечение: свободные пакеты офисных приложений Apache Open Office, LibreOffice.
3. Программное обеспечение отечественного производства: справочно-правовая система «Гарант» (Электронный периодический справочник «Система ГАРАНТ»), образовательная платформа ЮРАЙТ (Электронная библиотечная система «ЭБС ЮРАЙТ» Biblio-online.ru (ЭБС «Юрайт»)), электронно-библиотечная система ZNANIUM, электронная библиотечная система «Консультант студента».

4.5. Оборудование и технические средства обучения

Для реализации дисциплины (модуля) используются учебные аудитории для проведения учебных занятий, которые оснащены оборудованием и техническими средствами обучения, и помещения для самостоятельной работы обучающихся, которые оснащены компьютерной техникой с возможностью подключения к сети «Интернет» и обеспечены доступом в электронную информационно-образовательную среду РХТУ им. Д.И. Менделеева. Допускается замена оборудования его виртуальными аналогами.

Наименование учебных аудиторий для проведения учебных занятий и помещений для самостоятельной работы*	**Оснащенность учебных аудиторий для проведения учебных занятий и помещений для самостоятельной работы оборудованием и техническими средствами обучения**
Учебные аудитории для проведения учебных занятий	Учебная аудитория укомплектована специализированной мебелью, отвечающей всем установленным нормам и требованиям, оборудованием и техническими средствами обучения (мобильное мультимедийное оборудование).
Помещение для самостоятельной работы	Помещение оснащено компьютерной техникой с возможностью подключения к сети «Интернет» и обеспечением доступа в электронную информационно-образовательную среду РХТУ им. Д.И. Менделеева и к ЭБС.

* Номер конкретной аудитории указан в приказе об аудиторном фонде, расписании учебных занятий и расписании промежуточной аттестации.