Правительство Российской Федерации

Санкт-Петербургский государственный университет

ДОПОЛНИТЕЛЬНАЯ ПРОФЕССИОНАЛЬНАЯ

ОБРАЗОВАТЕЛЬНАЯ ПРОГРАММА

ПОВЫШЕНИЯ КВАЛИФИКАЦИИ

АТОМНЫЙ ОПТИЧЕСКИЙ СПЕКТРАЛЬНЫЙ АНАЛИЗ

Atomic Optical Spectral Analysis

Язык обучения

русский

Трудоёмкость (границы трудоёмкости) в зачетных единицах: 2

Регистрационный номер рабочей программы: 041877

Санкт-Петербург

РАЗДЕЛ 1. ХАРАКТЕРИСТИКА УЧЕБНЫХ ЗАНЯТИЙ

1.1. Цели и задачи учебных занятий

В процессе учебных занятий достигаются следующие цели: освоение, обновление, систематизация и углубление теоретических основ атомного спектрального анализа (атомно-эмиссионного, атомно-абсорбционного и атомно-флуоресцентного); знакомство с основными тенденциями развития методов оптической спектрометрии; приобретение, закрепление и усовершенствование обучающимися практических навыков работы на современном спектральном оборудовании.

Поставленные цели достигаются путём решения следующих задач:

- систематизированное изложение и объяснение физических основ атомного спектрального анализа;
- рассмотрение принципов работы и устройства составных частей спектральных приборов;
- привитие навыков работы на современных атомно-абсорбционных и атомно-эмиссионных спектрометрах.

Полученные в период обучения знания и приобретенный опыт повышают профессиональный уровень (квалификацию) специалистов по наиболее важным разделам атомного оптического спектрального анализа.

1.2. Требования к подготовленности обучающего к освоению содержания учебных занятий (пререквизиты)

Для успешного освоения настоящей учебной дисциплины слушатели должны быть знакомы с основами неорганической, органической, физической и аналитической химии, основами метрологии, владеть техникой выполнения аналитического и физико-химического эксперимента, иметь первичные навыки работы на персональном компьютере, высшее или незаконченное высшее образование.

1.3. Перечень результатов обучения (learning outcomes):

В результате обучения по данной дисциплине обучающийся должен **знать**:

- историю развития, современные тенденции и перспективы атомного оптического спектрального анализа;
- определения основных терминов и понятий, классификацию и область применения основных методов атомной спектрометрии, принципиальную схему, основные узлы и характеристики спектрометров, достоинства и недостатки различных методов, основы метрологии спектрального анализа;

Уметь:

- выбрать методику атомного спектрального анализа, планировать эксперимент и интерпретировать получаемые данные;
- проводить пробоподготовку реальных объектов для дальнейшего спектрального анализа, проводить градуировку спектрометров,
- обрабатывать спектральные данные,
- проводить текущее обслуживание спектрального оборудования.

Таким образом, у обучаемых совершенствуются следующие компетенции, необходимые для профессиональной деятельности специалиста-химика в области спектрального анализа (согласно Компетентностно-ориентированному учебному плану дополнительной образовательной программы):

- ДК-1. способен и готов к выбору и совершенствованию методик проведения атомно-эмиссионного и атомно-абсорбционного спектрального анализа;
- ДК-2. способен и готов к самостоятельному планированию и проведению атомно-эмиссионного и атомно-абсорбционного спектрального анализа.

1.4. Перечень активных и интерактивных форм учебных занятий:

Лекции и практические занятия проводятся в интерактивной форме в аудитории , либо дистанционно с применением электронных технологий. Лекции включают изложение теоретического материала с использованием электронной версии курса лекций (презентаций). Практические занятия включают рассмотрение задач, с которыми обучающиеся сталкиваются в своей практике, обсуждение вопросов, связанных с применением методов атомной спектрометрии в процессе работы в лабораториях, отработку принципиальных моментов, посвященных атомному спектральному анализу реальных объектов.

Лабораторные работы в объеме 32 часов проводятся в интерактивной форме в подгруппах численностью не более 5 человек. Лабораторные работы предполагают экспериментальное выполнение работ и совместный разбор представленных задач, в процессе чего обучающиеся получают практические навыки использования методов атомной спектрометрии.

РАЗДЕЛ 2. ОРГАНИЗАЦИЯ, СТРУКТУРА И СОДЕРЖАНИЕ УЧЕБНЫХ ЗАНЯТИЙ

2.1. Организация учебных занятий

Трудоёмкость, объёмы учебной работы и наполняемость групп обучающихся																		
Код модуля в составе дисциплины, практики и т.п.	Контактная работа обучающихся с преподавателем												Самостоятельная работа				Объём активных и интерактивных форм учебных занятий	Трудоёмкость
	лекции	семинары	консультации	практические занятия	лабораторные работы	контрольные работы	коллоквиумы	текущий контроль	промежуточная аттестация	итоговая аттестация	под руководством преподавателя	в присутствии преподавателя	сам. раб. с использованием методических материалов	текущий контроль (сам.раб.)	промежуточная аттестация (сам.раб.)	итоговая аттестация (сам.раб.)		
ОСНОВНАЯ ТРАЕКТОРИЯ																		
Форма обучения: очная																		
Семестр 1	32			6	32					2							38	2
	5-20			5-20	5-20*					5-20								
ИТОГО	**32**			**6**	**32**					**2**							**38**	**2**

Виды, формы и сроки текущего контроля успеваемости и промежуточной аттестации						
Код модуля в составе дисциплины, практики и т.п.	Формы текущего контроля успеваемости		Виды промежуточной аттестации		Виды итоговой аттестации (только для программ итоговой аттестации и дополнительных образовательных программ)	
	Формы	Сроки	Виды	Сроки	Виды	Сроки
ОСНОВНАЯ ТРАЕКТОРИЯ						
Форма обучения очная						
Семестр 1	тесты по материалам лекций опросы по лабораторным работам защита протоколов работ	после прочтения соответствующих лекций перед выполнением соответствующих работ после выполнения соответствующих работ			экзамен – письменный тест	по графику итоговой аттестации

Трудоёмкость, объёмы учебной работы и наполняемость групп обучающихся																		
Код модуля в составе дисциплины, практики и т.п.	Контактная работа обучающихся с преподавателем												Самостоятельная работа				Объём активных и интерактивных форм учебных занятий	Трудоёмкость
	лекции	семинары	консультации	практические занятия	лабораторные работы	контрольные работы	коллоквиумы	текущий контроль	промежуточная аттестация	итоговая аттестация	под руководством преподавателя	в присутствии преподавателя	сам. раб. с использованием методических материалов	текущий контроль (сам.раб.)	промежуточная аттестация (сам.раб.)	итоговая аттестация (сам.раб.)		
ОСНОВНАЯ ТРАЕКТОРИЯ																		
Форма обучения: очно-заочная																		
Семестр 1				6	32					2	32						38	2
				5-20	5-20*					5-20	5-20							

ИТОГО	**32**			**6**	**32**					**2**							**38**	**2**

Виды, формы и сроки текущего контроля успеваемости и промежуточной аттестации						
Код модуля в составе дисциплины, практики и т.п.	Формы текущего контроля успеваемости		Виды промежуточной аттестации		Виды итоговой аттестации (только для программ итоговой аттестации и дополнительных образовательных программ)	
	Формы	Сроки	Виды	Сроки	Виды	Сроки
ОСНОВНАЯ ТРАЕКТОРИЯ						
Форма обучения очно-заочная						
Семестр 1	тесты по материалам лекций опросы по лабораторным работам защита протоколов работ	после прочтения соответствующих лекций перед выполнением соответствующих работ после выполнения соответствующих работ			экзамен – письменный тест	по графику итоговой аттестации

*****При численности слушателей более 5 человек группа для проведения лабораторных работ разбивается на подгруппы ,численностью не более 5 человек

2.2. Структура и содержание учебных занятий

ВВЕДЕНИЕ. История развития методов атомной спектрометрии и их место в ряду инструментальных методов анализа. Современное состояние методов и перспективы использования.

ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ МЕТОДА. Природа атомных спектров. Основное и возбужденные состояния атома. Излучение и поглощение спектральных линий атомом. Уширение спектральных линий. Контур спектральных линий излучения и поглощения света. Процессы возбуждения спектральных линий.

ИСТОЧНИКИ СВЕТА И АТОМИЗАТОРЫ. Источники света и атомизаторы: принципиальное устройство, области их применения, ограничения в использовании. Аналитическое пламя. Методы холодного пара и генерации гидридов. Электротермическая атомизация. Дуговой разряд. Дуговой плазмотрон. Искровой разряд. Лазерные источники. Тлеющий разряд. Разряд в полом катоде. Высокочастотный тлеющий разряд. Индуктивно-связанная плазма. Микроволновая (СВЧ) плазма. Источники сплошного спектра.

СПЕКТРАЛЬНЫЕ ПРИБОРЫ. Устройство спектральных приборов и их классификация. Основные характеристики спектрального прибора: угловая и линейная дисперсии, разрешающая способность. Диспергирующие элементы: спектральная призма и дифракционная решетка. Типы дифракционных решеток: плоская, вогнутая, с профилированным штрихом, эшелле. Абсорбционные и интерференционные светофильтры. Спектральные приборы со скрещенной дисперсией. Осветительная система (конденсор) входной щели спектрального прибора, типы конденсоров.

СПОСОБЫ РЕГИСТРАЦИИ СПЕКТРОВ. Визуальная регистрация спектров. Фотографическая регистрация и фотометрирование спектров. Фотоэлектрическая регистрация излучения. Детекторы, основанные на внешнем (фотоэлементы и фотоэлектронные умножители) и на внутреннем (фотодиодные линейки и матрицы) фотоэффекте.

МЕТОДИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА. Качественный атомно-эмиссионный спектральный анализ и задачи, решаемые с его помощью. Количественный атомно-эмиссионный, атомно-абсорбционный и атомно-флуоресцентный анализ, методические основы его проведения. Устройство спектрометров различного назначения.

№№ п/п	Название темы (раздела, части)	Вид учебных занятий (очная форма обучения)	Вид учебных занятий (очно-заочная форма обучения)	Количество часов
1	**ВВЕДЕНИЕ**	лекций	Под руководством преподавателя (с использованием ИКТ)	2
2	**ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ МЕТОДА**	лекций	Под руководством преподавателя (с использованием	4
3	**ИСТОЧНИКИ СВЕТА И АТОМИЗАТОРЫ**	лекций	Под руководством преподавателя (с использованием ИКТ)	12
		лабораторных работ	лабораторных работ	14
4	**СПЕКТРАЛЬНЫЕ ПРИБОРЫ**	лекций	Под руководством преподавателя (с использованием ИКТ)	5
		лабораторных работ	лабораторных работ	4
5	**СПОСОБЫ РЕГИСТРАЦИИ СПЕКТРОВ**	лекций	Под руководством преподавателя (с использованием ИКТ)	6
		лабораторных работ	лабораторных работ	4
6	**МЕТОДИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА**	лекций	Под руководством преподавателя (с использованием	3
		лабораторных работ	лабораторных работ	10

		практических занятий	практических занятий	6
7	Итоговая аттестация	экзамен	экзамен	2

*Все разделы программы могут осваиваться обучающимися в очной, либо в очно-заочной форме (по предварительному согласованию).

Перечень лабораторных работ

- Лабораторная работа № 1. Юстировка спектральной установки и фокусировка спектрографа (4 часа КАХ)
- Лабораторная работа № 2. Изучение оптической схемы монохроматора с вогнутой решеткой, его калибровка. Определение спектральных характеристик светофильтров (3 часа КАХ)
- Лабораторная работа № 3. Определение щелочных металлов в природных водах методом пламенной фотометрии (2 часа КАХ, 1 час РЦ МАСВ , зал № 1041?)
- Лабораторная работа № 4. Определение подвижных форм металлов в почвах методом пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии (2 часа КАХ, 2 часа РЦ МАСВ , зал № 1041?))
- Лабораторная работа № 5. Сравнительный качественный анализ твердых пищевых продуктов методом дуговой атомно-эмиссионной спектрометрии (4 часа КАХ)
- Лабораторная работа № 6. Определение легирующих добавок в сталях методом искровой атомно-эмиссионной спектрометрии (3 часа КАХ)
- Лабораторная работа № 7. Определение тяжелых металлов в очищенных сточных водах методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (1 час КАХ, 2 часа РЦ МАСВ , зал № 1041?))
- Лабораторная работа № 8. Определение токсичных элементов (ртути) в морепродуктах методом атомно-абсорбционной спектрометрии с атомизацией «холодным паром» с предварительным микроволновым разложением проб (2 часа КАХ, 1 час РЦ МАСВ , зал № 1041)
- Лабораторная работа № 9. Определение эссенциальных элементов (меди) в чайных листьях методом атомно-абсорбционной спектрометрии с электротермической атомизацией с предварительным кислотным разложением проб (3 часа КАХ, 2 часа РЦ МАСВ , зал № 1041)

- Для проведения практических занятий и лабораторных работ используется материально-техническая база лаборатории атомного спектрального анализа Кафедры аналитической химии Института химии СПбГУ и Ресурсного центра «Методы анализа строения вещества» Научного парка СПбГУ. Практикум должен быть полностью оснащен необходимым оборудованием: системой вытяжной вентиляции, дистилляторами, электронными весами, химической посудой, электронагревательными плитами, сушильными шкафами, муфельными печами, вытяжными шкафами.

Выполнение лабораторных работ требует использования следующего аналитического и вспомогательного оборудования лаборатории атомного спектрального анализа Кафедры аналитической химии Института химии СПбГУ:

- спектрофотометр СФ-46 (для лабораторной работы № 2),
- спектрограф ИСП-30 с ВЧ-генератором излучения (для лабораторной работы № 1),
- спектральный прибор МФС-8 с детектором МАЭС и генератором ИВС-28 (для лабораторных работ № 5, 6),
- весы аналитические Ohaus Pioneer (для лабораторных работ № 4, 5, 8, 9),
- плита нагревательная LOIP (для лабораторной работы № 9),
- преобразователь ионометрический И-510 (для лабораторной работы № 4),
- весы лабораторные Ohaus Scout Pro (для лабораторной работы № 4),
- встряхиватель с водяной баней Elpan 357 (для лабораторной работы № 4),
- дозаторы одноканальные постоянного и переменного объема в диапазоне 1 мкл – 10 мл (для лабораторных работ № 3, 4, 7-9),
- шкаф сушильный LIOP (для лабораторных работ № 4, 5, 8),
- аквадистиллятор ДЭ-4-2 (для лабораторных работ № 3-5, 7-9),
- блок установки для заточки графитовых электродов (для лабораторных работ № 5, 6).

Выполнение лабораторных работ требует использования следующего аналитического и вспомогательного оборудования Ресурсного центра «Методы анализа строения вещества» Научного парка СПбГУ:

Аналитическое оборудование:

- атомно-абсорбционный спектрофотометр SHIMADZU AA-7000 с пламенной горелкой (для лабораторных работ № 3, 4), со ртутно-гидридной приставкой (для лабораторной работы № 8), с блоком электротермической атомизации (для лабораторной работы № 9),

- оптический эмиссионный спектрометр с индуктивно-связанной плазмой SHIMADZU ICPE-9000 (для лабораторной работы № 7).

Вспомогательное оборудование:

- деионизатор (для лабораторных работ № 3-5, 7-9),
- микроволновая система минерализации (для лабораторных работ № 8, 9).

РАЗДЕЛ 3. ОБЕСПЕЧЕНИЕ УЧЕБНЫХ ЗАНЯТИЙ

3.1. Методическое обеспечение

3.1.1. Методическое обеспечение по освоению дисциплины

По окончании освоения дисциплины обучающиеся должны продемонстрировать знания и умения, описанные в п. 1.3, включая способность и готовность к самостоятельному планированию и проведению атомного спектрального анализа, выбору и совершенствованию методик анализа.

Обучающимся предоставляется вспомогательный материал (электронные варианты презентаций, программа курса лекций, методические пособия для выполнения лабораторных работ, реферативные базы данных научных публикаций), доступный через систему поддержки образовательного процесса Blackboard. В качестве дополнительного обеспечения выступает учебная и научная литература к разделам курса, указанная в п. 3.4.

3.1.2. Методическое обеспечение самостоятельной работы

Самостоятельная работа программой не предусмотрена.

3.1.3. Методика проведения текущего контроля успеваемости и промежуточной аттестации и критерии оценивания

Текущий контроль успеваемости проводится в виде закрепляющих тестов по материалам лекций, опросов по лабораторным работам и защите протоколов. Критерии оценивания и рекомендации по выполнению доводятся до студентов на первом занятии и дублируются в системе поддержки образовательного процесса Blackboard.

Итоговая аттестация – экзамен – проводится по окончании обучения в форме письменного теста (составленного по лекционным материалам и практическим работам) в системе поддержки образовательного процесса Blackboard. Тест включает в себя 20 вопросов, на его выполнение отводится 40 минут.

Критерием оценивания служит традиционная четырехбальная система. Оценка "отлично" ставится в случае правильного ответа не менее чем на 16 вопросов. Оценка "хорошо" ставится в случае правильного ответа не менее чем на 12 вопросов. Оценка "удовлетворительно" ставится в случае правильного ответа не менее чем на 6

вопросов. Если обучающийся дал менее 6 правильных ответов, ему выставляется оценка "неудовлетворительно".

3.1.4. Методические материалы для проведения текущего контроля успеваемости и промежуточной аттестации (контрольно-измерительные материалы, оценочные средства)

Текущий контроль успеваемости проводится в виде закрепляющих тестов по материалам лекций, опросов по лабораторным работам и защите протоколов. Примеры вопросов закрепляющего текста к лекции по теме «Способы коррекции неселективных помех в атомно-абсорбционной спектрометрии»:

- К преимуществам коррекции по самообращению НЕ относится: а) время жизни ламп, б) отсутствие необходимости в дополнительном источнике, в) отсутствие магнита, г) нет необходимости в дополнительной юстировке.
- Эффект Зеемана возможен для: а) линий излучения и поглощения, б) только для линий излучения, в) только для линий поглощения, г) либо для линий поглощения, либо для линий излучения.

Примеры заданий для опроса по лабораторной работе «Определение щелочных металлов в природных водах методом пламенной фотометрии»:

- Что является измеряемым аналитическим сигналом в работе?
- Отбор природной воды следует проводить в емкость из какого материала?
- Что используется в качестве спектрального буфера?
- В каких координатах обычно строится градуировочная зависимость в эмиссионной спектрометрии?

Примеры вопросов итогового теста:

- При локальном термодинамическом равновесии частицы в возбужденном состоянии подчиняются распределению: а) Больцмана (верный ответ), б) Ферми, в) Бунзена, г) Энштейна.
- Ртуть в методе холодного пара предпочтительнее сорбировать на: а) благородных металлах (верный ответ), б) силикагеле, в) катионите, г) водяном паре.

3.1.5. Методические материалы для оценки обучающимися содержания и качества учебного процесса

Анкетирование студентов проводится в анонимном режиме с привлечением системы поддержки образовательного процесса Blackboard. Пример анкеты приведен ниже.

Пожалуйста, выберите наиболее подходящий вариант ответа.

1. Изложенный материал соответствует аннотации курса и/или РПУД

Да	Скорее да	Скорее нет	Нет	Затрудняюсь ответить

2. Преподаватель излагает материал ясно и доходчиво

Да	Скорее да	Скорее нет	Нет	Затрудняюсь ответить

3. Курс является интересным, полученные знания пригодятся мне в будущем

Да	Скорее да	Скорее нет	Нет	Затрудняюсь ответить

4. Когда я выбирал этот курс, я ожидал другого

Да	Скорее да	Скорее нет	Нет	Затрудняюсь ответить

Пожалуйста, прокомментируйте Ваш ответ.

5. Курс более чем на 80% содержит новую для меня информацию

Да	Скорее да	Скорее нет	Нет	Затрудняюсь ответить

3.2.3. Характеристики специализированного программного обеспечения

Специализированное программное обеспечение для обработки цифровых изображений спектров (ПО «Атом» предоставляется разработчиками на безвозмездной основе, ПО «ICPEsolution» и «WizAArd» предоставляется разработчиками в комплекте к спектральным приборам).

3.3. Информационное обеспечение

3.3.1 Список обязательной литературы:

Обязательная литература не предусмотрена.

3.3.2. Список дополнительной литературы:

- *А.И. Дробышев* Основы атомного спектрального анализа, СПб.: Издательство СПбГУ. 2005. 200 с.
- Аналитическая химия. В 3-х т. *Под ред. Л.Н. Москвина*, Т.1. Гл.10. Оптическая атомная спектрометрия. М.: Издательский центр "Академия", 2008. (С.304-360).
- Спектральный анализ чистых веществ. *Под ред. Х.И. Зильберштейна*, СПб.: Химия. 1994. 336 с.
- *А.А. Пупышев* Атомно-абсорбционный спектральный анализ, М.: Техносфера. 2009. 783 с.

- *А.И. Дробышев* Методическое пособие к практикуму по спецкурсу "Атомный спектральный анализ". СПб. 1998. 96с.
- *А.И. Дробышев, С.С. Савинов* Атомный спектральный анализ. Учебно-методическое пособие к выполнению лабораторных работ по учебной дисциплине. СПб. 2015. 86 с.
- *С.С. Савинов, А.И. Дробышев, Н.А. Зверьков, А.Д. Титова* Высокочувствительные инструментальные методы анализа. Учебно-методическое пособие. Санкт-Петербург: ВВМ, 2016. 85 с.

3.4.3. Перечень иных информационных источников

Реферативные базы научных публикаций:

- http://www.webofknowledge.com/
- http://www.sciencedirect.com/
- http://elibrary.ru/