

УТВЕРЖДАЮ

Генеральный директор

ООО «ЕСА Сервис»

Шуваев И.В.



20 апреля 2020 г.

Дополнительная образовательная программа  
повышения квалификации

«Технические основы и практические аспекты выполнения  
элементного анализа методом атомно-эмиссионной  
спектрометрии с микроволновой генерацией плазмы»

Санкт-Петербург

2020 г.

## 1. Введение

1.1. Дополнительная профессиональная программа повышения квалификации «Технические основы и практические аспекты выполнения элементного анализа методом атомно-эмиссионной спектроскопии с микроволновой генерацией плазмы» разработана с целью осуществления образовательной деятельности, направленной на совершенствование компетенций, необходимых для профессиональной деятельности, и повышения профессионального уровня в рамках имеющейся квалификации.

1.2. Программа разработана с учетом требований Федерального закона Российской Федерации от 29.12.2012 № 273-ФЗ «Об образовании в Российской Федерации», Приказа Министерства образования и науки Российской Федерации от 01.07.2013 № 499 «Об утверждении порядка организации и осуществления образовательной деятельности по дополнительным профессиональным программам», требований Единого квалификационного справочника должностей руководителей, специалистов и служащих (утвержденного постановлением Минтруда Российской Федерации от 21 августа 1998 г. № 37, с изм. на 27.03.2018), предъявляемых к должностям инженера-лаборанта, лаборанта и аналитика (введено Приказом Минздравсоцразвития России от 29.04.2008 N 200); требований Федерального закона "Об аккредитации в национальной системе аккредитации" от 28.12.2013 N 412-ФЗ.

1.3. Введена в действие приказом 20-008-G от 20.04.2020.

1.4. Введена впервые.

## 2. Описание программы

### 2.1. Цель реализации образовательной программы

Целью реализации программы повышения квалификации является повышение профессиональной подготовки обучающегося в рамках имеющейся квалификации с целью осуществления деятельности по выполнению измерений методом атомно-эмиссионной спектроскопии с микроволновой генерацией плазмы.

### 2.2. Планируемые результаты обучения:

- освоение и систематизация знаний по теоретическим основам атомно-эмиссионного метода с микроволновой генерацией плазмы на спектрометре МП-АЭС, Agilent;
- освоение практики выполнения измерений на спектрометре МП-АЭС, Agilent;
- владение навыками диагностики состояния и первичного сервисного обслуживания спектрометра МП-АЭС;
- получение практического опыта по выполнению подготовки проб методом микроволновой минерализации.

В результате пройденного обучения обучающийся должен приобрести или усовершенствовать следующий **перечень профессиональных компетенций**:

- планировать и выполнять измерения методом атомно-эмиссионной спектроскопии с микроволновой генерацией плазмы; уметь подбирать технические параметры работы прибора для корректной реализации аналитической задачи (К-1);
- уметь адаптировать / изменять процедуру зависимости от особенностей конкретных объектов исследования или аналитов для наиболее эффективного решения аналитической задачи (К-2);
- иметь навыки грамотной эксплуатации и первичного сервисного обслуживания спектрометра МП-АЭС, Agilent (К-3);
- владеть навыками проведения подготовки проб реальных объектов для дальнейшего спектрального анализа (К-4);
- уметь грамотно интерпретировать и обрабатывать полученные спектральные данные (К-5).

**Знания, умения и навыки, осваиваемые обучающимися**, в ходе прохождения данной образовательной программы повышения квалификации.

**обучающийся должен знать:**

- физические основы и технологические особенности метода атомно-эмиссионной спектроскопии;
- принципиальную схему и особенности конструкции спектрометра МП-АЭС, Agilent; перечень необходимого вспомогательного оборудования;
- виды, особенности и критерии выбора расходных материалов в зависимости от аналитической задачи;
- принципы правильной эксплуатации атомно-эмиссионного спектрометра с микроволновой генерацией плазмы;
- методы обработки спектральных данных.

**обучающийся должен уметь:**

- выбирать и модифицировать методику анализа методом атомно-эмиссионной спектроскопии в зависимости от типа объекта анализа и определяемых элементов;
- трактовать полученные в ходе анализа экспериментальные данные;
- проводить текущее обслуживание используемого спектрометра;
- выполнять диагностику состояния спектрометра.

### 2.3. Категория слушателей

Обучение по данной программе предназначено для специалистов с высшим и средним специальным образованием в области аналитической химии, экологии и смежных областях. Слушатели должны владеть техникой выполнения аналитического и физико-химического эксперимента, иметь навыки работы на персональном компьютере.

### 2.4. Форма, режим, трудоёмкость обучения

Нормативная трудоёмкость обучения по данной программе — 24 часа.

Форма обучения — очная. Обучение проводится индивидуально или в группах до 5 человек.

Режим обучения — будние дни (3 дня) по 8 академических часов (академический час — 45 мин), включая итоговую аттестацию.

Форма обучения — очная. Обучение проводится индивидуально или в группах до 5 человек.

Режим обучения — будние дни (5 дней)

Продолжительность обучения измеряется в академических часах (ак. час).

Через каждые 2 ак. часа для слушателей организуется перерыв продолжительностью 10 мин.

При продолжительности обучения в день — более 5 ак. часов, для слушателей организуется перерыв продолжительностью 60 мин.

Начало занятий и расписание устанавливается по мере поступления заявок и (или) комплектования групп в течение всего календарного года.

### Учебный график

Период	Продолжительность обучения, ак. час
1 день	8
2 день	8
3 день	8

### 3. Содержание программы

#### 3.1. Объем учебной работы

4. Очная форма обучения			
Общая продолжительность занятий, ак. час	Лекции, ак. час	Практические занятия (лабораторные работы), ак. час	Итоговая аттестация, ак. час
24	12	10	2

#### 3.2. Учебный план

№ п/п	Наименование раздела дисциплины	Всего, ак. час	В том числе		
			Лекции, ак. час	Практические (лабораторные) занятия, ак. час	Формы контроля, ак. час
1	Введение. Теоретические основы эмиссионного спектрального анализа.	2	2		
2	Практические аспекты эмиссионного спек-	3	3		

	тального анализа. Оборудование.				
3	Атомно-эмиссионный спектрометр с микроволновой плазмой, МП-АЭС.	3	3		
4	Практика эмиссионного анализа на МП-АЭС.	10	2	8	
5	Подготовка проб с использованием систем микроволнового разложения. Оборудование Milestone.	4	2	2	
6	Итоговая аттестация (зачёт).	2			2
	Итого	24	12	10	2

### 3.3. Учебно-тематический план.

№ п/п	Наименование раздела дисциплины	Содержание раздела дисциплина
1	Введение. Теоретические основы эмиссионного спектрального анализа.	<p>Физические основы метода: внешние электронные уровни.</p> <p>Основное и возбужденное состояния атома, процессы возбуждения спектральных линий.</p> <p>Получение спектра и аналитическая информация, извлекаемая из него.</p>
2	Практические аспекты эмиссионного спектрального анализа. Оборудование.	<p>Принципиальная схема, классификация и основные характеристики спектральных приборов.</p> <p>Источники возбуждения спектров. Диспергирующие элементы: спектральная призма и дифракционная решетка (спектральный диапазон, дисперсия, разрешающая способность).</p> <p>Регистрация спектров: основные типы приёмников излучения и их характеристики.</p> <p>Аналитические характеристики приборов и методов измерений: динамический диапазон, пределы обнаружения и определения, помехи, воспроизводимость и правильность. Зависимость аналитических характеристик от объема пробы и величины навески образца, критерии оп-</p>

№ п/п	Наименование раздела дисциплины	Содержание раздела дисциплина
		тимального подбора параметров.
3	Атомно-эмиссионный спектрометр с микроволновой плазмой, МП-АЭС.	<p>Положение МП-АЭС среди приборов для спектрального анализа, перспективы.</p> <p>Принципиальная схема и особенности конструкции прибора. Вспомогательное оборудование. Требования при установке прибора.</p> <p>Расходные материалы, подбор оптимальных расходных материалов в зависимости от аналитической задачи.</p> <p>Примеры использования МП-АЭС в различных отраслях, обзор аттестованных методик.</p>
4	Практика эмиссионного анализа на МП-АЭС.	<p>Подготовка спектрометра к работе: настройки оборудования и подключение автосемплера; поджиг плазмы; калибровка оптической системы.</p> <p>Основы работы на приборе: обзор возможностей ПО (создание метода и шаблонов для пользователя), оптимизация параметров измерения на приборе, подбор способа коррекции фона, многоэлементный анализ с использованием двух стандартов, устранение интерференций введением внутреннего стандарта.</p> <p>Обслуживание спектрометра: замена и чистка факела, замена и чистка распылителя и распылительной камеры, чистка воздушного фильтра и окна предоптики.</p> <p>Определение пределов обнаружения элементов.</p> <p>Сбор, подключение и использование системы MSIS для определения гидридообразующих элементов.</p> <p>Использование модуля EGCM для прямого анализа образцов органической природы (образцов в среде органических растворителей).</p>

№ п/п	Наименование раздела дисциплины	Содержание раздела дисциплины
5	Подготовка проб с использованием систем микроволнового разложения. Оборудование Milestone.	<p>Способы подготовки проб для элементного спектрального анализа, развитие способов подготовки проб. Образцы сравнения.</p> <p>Устройство и основные узлы системы для микроволнового разложения. Обзор основных производителей систем микроволнового разложения.</p> <p>Сменный модули и расходные материалы для систем микроволнового разложения. Сосуды для разложения (приемы работы и правильная эксплуатация).</p> <p>Подходы к разработке методов микроволнового разложения различных объектов анализа.</p>
6	Итоговая аттестация (зачёт).	

#### 4. Форма аттестации и оценочные материалы

По окончании освоения образовательной программы проводится итоговая аттестация слушателей для определения степени достижения учебных целей.

Итоговая аттестация проводится в форме письменного тестирования, в ходе которого проверяется уровень знаний учащихся.

Условием допуска к итоговой аттестации является выполнение всех лабораторных работ и посещение 75 % всех лекционных занятий.

Для проведения итоговой аттестации формируют перечень вопросов, охватывающий всё содержание дополнительной образовательной программы. Вопросы для зачета охватывают лекционную и практическую части образовательной программы.

По результатам прохождения теста экзаменуемый получает оценку «зачтено», если дал 100 – 60 % правильных ответов; если экзаменуемый правильно ответил на 59 % вопросов или менее, то ставится оценка «не зачтено».

Слушателям, успешно прошедшим итоговую аттестацию, выдается удостоверение о повышении квалификации.

#### Перечень тем для итоговой аттестации

- Физические основы метода атомно-эмиссионной спектрометрии.
- Природа спектра и аналитическая информация, извлекаемая из него.

- Принципиальная схема, классификация и основные характеристики спектральных приборов.
- Особенности конструкции и основные узлы спектрометра МП-АЭС, Agilent; их назначение.
- Основные способы подготовки проб для атомно-эмиссионного анализа. Параметры, которые необходимо контролировать в ходе разработки процедуры подготовки проб методом минерализации в микроволновой печи.
- Основные правила эксплуатации, обслуживания и диагностики состояния спектрометра МП-АЭС, Agilent.

**Пример тестовых заданий для прохождения итоговой аттестации приведен в Приложении 1.**

5. Организационно-педагогические условия реализации программы

5.2. Материально-технические условия реализации программы

Занятия проводятся на базе помещения Отдела исследований и разработок ООО «ЕКА Сервис»: аудиторные лекции — в конференц-зале (2 этаж), оборудованном компьютерной и проекционной техникой, практические занятия — в помещении лаборатории (1 этаж), оснащённом лабораторным оборудованием, средствами измерения и расходными материалами.

Помещение для лекций и семинаров должно отвечать следующим требованиям:

- достаточное количество посадочных мест (не менее 6);
- неспециализированный компьютер с программным обеспечением общего пользования для показа иллюстративного материала в формате «Power Point»;
- мультимедийный проектор и экран;
- место для размещения верхней одежды (гардероб, шкаф);
- корзины для мусора.

В лабораторном помещении для проведения практических занятий должно быть в наличии всё необходимое лабораторное оборудование и материалы: вытяжной шкаф, дозирующие устройства, химическая и мерная посуда, необходимые реактивы.

Выполнение лабораторных работ по данной программе требует использования современного оборудования — атомно-эмиссионного спектрометра с микроволновой генерацией плазмы, 4200 МП-АЭС (Agilent); а также вспомогательного оборудования — системы для микроволнового разложения проб Milestone ETHOS Easy.

5.3. Учебно-методическое обеспечение

По окончании программы обучения слушателям предоставляется материал презентаций лекционных курсов в электронном виде.

5.4. Кадровое обеспечение

Образовательный процесс обеспечивается сотрудниками Отдела исследований и разработок ООО «ЕСА Сервис», а также приглашенными специалистами. Для проведения лекций и практических занятий допускаются преподаватели, имеющие высшее химическое образование, знакомые с методикой преподавания химической дисциплины, знающие содержание учебной дисциплины и владеющие навыками, обязательными к освоению слушателями.

## 5.5. Информационное обеспечение

### Список основной литературы

1. Атомно-эмиссионный спектральный анализ с индуктивно связанной плазмой и тлеющим разрядом по Гримму. / А.А. Пупышев, Д.А. Данилова. Екатеринбург: ГОУ ВПО УГТУ-УПИ, 2002 — 202 с.
2. Основы атомного спектрального анализа. / 2-е изд., стереотип / А.И. Дробышев. СПб.: Изд-во СПбГТУ, 2000 — 200 с.
3. Спектроскопия. /Ю. Бёккер, под. ред. А.А. Пупышева, М.В. Поляковой. М.: Техносфера, 2009 — 527 с.
4. Спектральные приборы: учебное пособие. / А.А. Заглубский, Н.М. Цыганенко, А.П. Чернова. СПб: СПб госуниверситет, 2007 — 76 с.

### Список дополнительной литературы

1. Исследование аналитических и метрологических характеристик атомно-эмиссионной спектрометрии на основе индуктивно-связанной плазмы. / А.В. Исаевич, А.С. Козловский, П.Я. Мисаков. Минск, Препринт Института молекулярной и атомной физики НАН Беларуси, № 6, 1997 — 24 с.
2. СВЧ генераторы плазмы. Физика, техника, применение. / В.М. Батенин, И.И. Климовский, Г.В. Лысов, В.Н. Троцкий. М.: Энергоатомиздат, 1988 — 224 с.

## 6. Разработчики программы

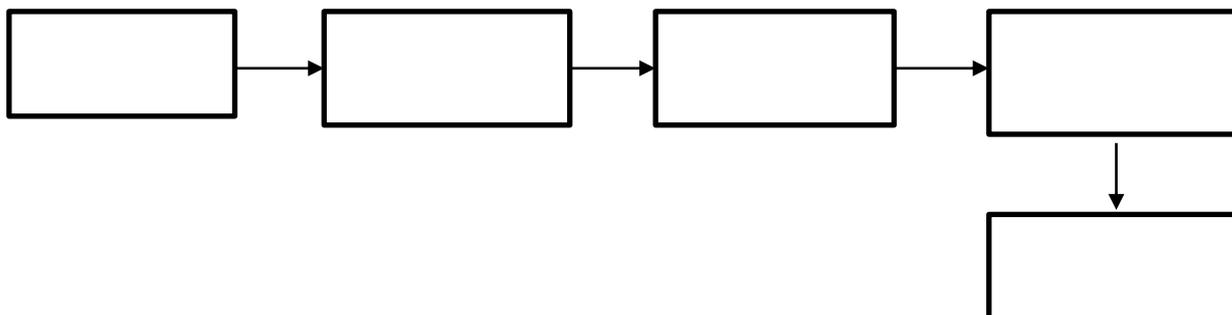
6.2.1. Морев Алексей Александрович, химик-исследователь Отдела исследований и разработок ООО «ЕСА Сервис», [a.morev@ecaservice.ru](mailto:a.morev@ecaservice.ru), (812) 702-32-88, доб. 614.

6.2.2. Виноградова Ольга Владимировна, к.х.н., начальник Отдела исследований и разработок ООО «ЕСА Сервис», [o.vinogradova@ecaservice.ru](mailto:o.vinogradova@ecaservice.ru), (812) 702-32-88 доб. 610.

## ПРИЛОЖЕНИЕ 1.

### Пример тестовых заданий для прохождения итоговой аттестации.

1. Каким набором квантовых чисел можно представить атомный спектр?
2. Каким выражением можно охарактеризовать внутреннее квантовое число?
  - a)  $J = L + S$ ;
  - b)  $J = n + L$ ;
  - c)  $J = n + S$ ;
  - d)  $J = n - L$ .
3. Согласно распределению Больцмана, интенсивность спектральных линий зависит от:
  - a) Относительных заселённостей основного и возбуждённых электронных уровней;
  - b) Разности энергий возбуждённого и основного состояний;
  - c) Неопределённости частоты эмиссионного излучения.
4. Рассчитайте соотношение числа атомов натрия, находящихся в возбуждённом и основном энергетических состояниях, для перехода, соответствующего линии 589 нм в термически равновесной плазме при температуре 7000 К. Соотношение энергетических уровней в данном случае равно 2. Стоит учесть, что линия спектра соотносится с частотой выражением  $\lambda = c/\nu$ . ( $k = 1,38 \cdot 10^{-23}$  Дж/К,  $h = 6,63 \cdot 10^{-34}$  Дж/с,  $c = 3 \cdot 10^8$  м/с)
5. Изобразите контур спектральной линии, характеризующей самообращение.
6. Перечислите основные источники возбуждения спектров в атомно-эмиссионной спектроскопии.
7. На рисунке приведена принципиальная схема спектрометра, заполните пустые места в ней соответствующими компонентами.



8. Какая величина показывает количество нанометров, укладываемых в единице длины спектра?
9. Разрешающая способность спектрометра равна 0,05. Возможно ли достоверно измерить интенсивность линий на длинах волн 213,657 нм и 213,702 нм?
10. Перечислите основные типы твердотельных полупроводниковых детекторов.
11. Назовите основной недостаток приборов с зарядовой связью.
12. Назовите основной недостаток приборов с инжекционной связью.
13. Какое эмпирическое уравнение описывает зависимость интенсивности спектральной линии от концентрации элемента в пробе?
- a) Уравнение Саха;  
b) Распределение Больцмана;  
c) Принцип Гейзенберга;  
d) Правило Паули;  
e) Уравнение Шайбе-Ломакина.
14. Назовите основное назначение модуля EGCM для МП-АЭС.
15. Одно из ограничений использования МП-АЭС — уровень засоленности проб (TDS). При каком максимальном уровне TDS возможно использование прибора?
- a) 0,5 %;  
b) 1,5 %;  
c) 3 %;  
d) 5 %;  
e) 10 %.
16. Назовите основное преимущество МП-АЭС перед остальными современными спектральными приборами.
17. На какую аналитическую характеристику влияет аксиальный способ обзора плазмы.
18. Какие параметры измерений на спектрометре 4200 МП-АЭС можно оптимизировать для получения лучших сигналов?
19. Назовите основные способы учета фона, применяемые на спектрометре 4200 МП-АЭС.
20. Выберите подходящий элемент для использования в качестве внутреннего стандарта при работе на спектрометре 4200 МП-АЭС.
- a) Sc;  
b) In;  
c) Lu;  
d) Cd;

е) Cs.

21. Возможно ли ориентироваться на показатель предела обнаружения при количественном определении элементов.

22. Какой предел определения будет для меди, если СКО = 0,5 мкг/дм<sup>3</sup> (n = 10)?

- a) 1,5 мкг/дм<sup>3</sup>;
- b) 3,0 мкг/дм<sup>3</sup>;
- c) 5,0 мкг/дм<sup>3</sup>;
- d) 10,0 мкг/дм<sup>3</sup>;
- e) 12,0 мкг/дм<sup>3</sup>.

23. Назовите основную причину заниженных результатов для элементов, характеристические линии, которых располагаются в области дальнего УФ.

24. Рассчитайте максимальную навеску для минерализации в микроволновой печи Milestone для продукта с содержанием влаги 60 %.

- a) 1,0 г;
- b) 1,5 г;
- c) 2,0 г;
- d) 2,5 г;
- e) 3,0 г.

25. Предложите вариант окислительной смеси для минерализации сплава ферромарганец.