УДК 543.4/.5(075.8):693.22.004.18

А. Е. Соколовский, доцент; С. В. Черепица, канд. физ.-мат. наук, директор ООО «Новые аналитические системы»; Е. Н. Костюк, студент; Е. В. Радион, доцент; Г. Н. Супиченко, канд. хим. наук; Н. А. Коваленко, доцент

ПРАКТИКУМ ПО ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ АППАРАТНО-ПРОГРАММНОГО КОМПЛЕКСА UniChrom

The laboratory practice in gaseous-liqiud chromatography has been updated by introducing of modern software UniChrom. The special forms for independent students carrying out of the experiment have been elaborated.

Введение. Хроматография в настоящее время является самым распространенным и наиболее часто используемым методом химического анализа. По имеющимся оценкам в настоящее время порядка 60% всех выполняемых в мире анализов проводятся с применением хроматографии [1]. Широкое распространение получила газожидкостная хроматография (ГЖХ), которая используется для определения органических веществ в многокомпонентных смесях, в том числе на производстве как метод дискретного анализа «на линии».

Развитие аналитического приборостроения идет быстрыми темпами, и в настоящее время неотъемлемой деталью любой химико-аналитической лаборатории является компьютер. В современных аналитических приборах компьютер служит средством управления, обработки, хранения и интерпретации данных. Применение компьютеров в аналитической химии и осуществляемые с их помощью математические и статистические методы обработки данных составляют предмет особого раздела аналитической химии, называемого хемометрикой. Методы хемометрики незаменимы, когда требуется выделить полезный сигнал на фоне шумов, оптимизировать методику анализа или обработать информацию, представленную в виде многомерного массива данных – спектра, хроматограммы или хроматоспектра [1]. В настоящее время все хроматографы выпускаются с программным обеспечением (ПО). Следовательно, выпускник, который пришел работать в современную испытательную лабораторию, должен владеть не просто базовыми навыками работы с хроматографом, но и иметь представление о программном обеспечении хроматографического процесса.

В этой связи целью настоящего исследования явилось создание практикума по ГЖХ с использованием компьютеризированной системы регистрации и обработки хроматограмм. В качестве экспериментальной базы модернизированного практикума были взяты разработанные на кафедре лабораторные работы по анализу многокомпонентных смесей органических веществ [2], которые успешно выполняются студентами в течение ряда лет, а также используемые для целей учебного процесса газовые хроматографы ЛХМ-8МД.

В качестве современной компьютерной среды было выбрано программное обеспечение UniChrom, которое разработано ООО «Новые аналитические системы», г. Минск (www. unichrom.com) и зарегистрировано в РБ, РФ и Украине. Аргументами в пользу такого выбора послужило следующее:

- Аппаратно-программный комплекс (система) UniChrom предназначен для автоматизации, управления и систематизации процессов хроматографических исследований и анализов в лабораторных и заводских условиях.
- Система UniChrom является эффективным инструментом для формирования единой измерительно-информационной среды; управления газовыми и жидкостными хроматографами; регистрации, обработки и хранения хроматографических данных; проведения серийных и отдельных исследовательских анализов; создания протоколов измерений и отчетов и др.
- Система UniChrom обеспечивает единый стиль работы с различными газовыми и жидкостными хроматографами производства РФ, США, Японии.
- Система регистрации и обработки хроматографических данных UniChrom отличается высоким научно-техническим уровнем решения проблем контроля, управления, сбора, обработки, хранения и систематизации хроматографической информации в сочетании с простым и интуитивно понятным интерфейсом пользователя.

Кроме того, организация-разработчик ПО является изготовителем аналого-цифровых преобразователей ADC L-net, которые предназначены для модернизации отечественных и зарубежных хроматографов многих моделей, включая ЛХМ-8.

Поставленная цель предполагала решение ряда взаимосвязанных задач:

- адаптировать ПО UniChrom для целей учебного процесса;
- разработать специальные шаблоны для выполнения лабораторных работ по количественному газохроматографическому анализу смесей органических соединений с применени-

ем методов внутренней нормализации и внутреннего стандарта;

▪ разработать доступные и наглядные методические материалы, обеспечивающие самостоятельное выполнение практикума студентами.

Основная часть. При решении задачи адаптирования современного ПО для целей учебного процесса прежде всего из огромного арсенала возможностей UniChrom были выбраны те, применение которых являлось бы целесообразным и оправданным с различных точек зрения:

▪ цели лабораторной работы (количественный анализ четырехкомпонентной смеси органических соединений);

▪ применяемого метода расчета концентрации (методы внутренней нормализации и внутреннего стандарта);

▪ времени, отведенного на выполнение лабораторной работы (4 часа);

▪ времени, которое преподаватель может затратить на обучение данной бригады студентов работе с ПО UniChrom (не более 30 мин вместе с обучением работе на газовом хроматографе, так как на одном и том же занятии разные студенты выполняют разные лабораторные работы);

▪ содержания программного материала (согласно типовой программе нового поколения) и методики преподавания раздела «Газожидкостная хроматография», сложившейся на кафедре. На основе отобранных возможностей и операций были созданы специальные шаблоны в ПО UniChrom, которые позволяют студентам самостоятельно выполнять различные лабораторные работы по газохроматографическому анализу. Основными элементами разработанных шаблонов (рис. 1) являются хроматограмма, область вывода и расчета основных экспериментальных данных, область работы со слоями, данные о студенте, дата выполнения измерений, область работы с отчетом. Исключительно важным является то, что самостоятельной работе с ПО UniChrom с использованием разработанных шаблонов преподаватель может обучить студентов за 15–30 мин. Это максимально соответствует задачам учебного процесса и предоставляет студентам возможность самостоятельного выполнения лабораторной работы в современной компьютерной среде.

В создании специальных шаблонов самое активное участие принял студент факультета ХТиТ Костюк Е. Н., который ранее освоил на кафедре методику «рутинного» газохроматографического анализа. Поскольку студент лучше понимает другого студента и его возможные проблемы при выполнении лабораторных работ, то такое сотрудничество явилось одним из составляющих успеха при подготовке модернизированного практикума.

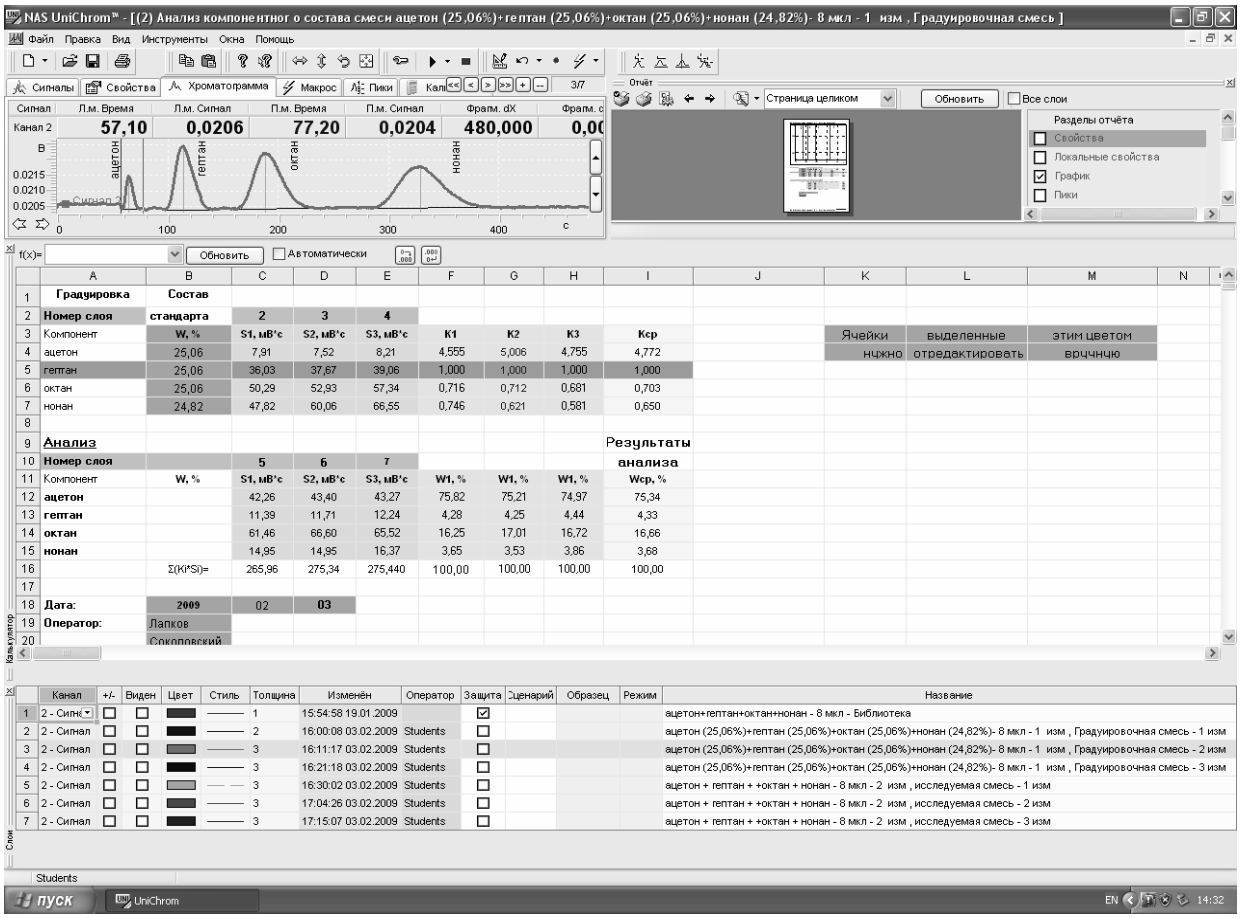

Рис. 1. Специальный шаблон для выполнения лабораторной работы методом внутренней нормализации

Рис. 2. В учебной лаборатории кафедры аналитической химии БГТУ: выполнение лабораторной работы с использованием комплекса хроматограф – внешний модуль ADC L-net – ПК и современного программного обеспечения UniChrom

Помимо шаблонов разработаны методические материалы по самостоятельному использованию ПО UniChrom при выполнении лабораторных работ. Например, обычный порядок действий студента при выполнении работы методом внутреннего стандарта выглядит следующим образом:

1. Порядок включения приборов и запуск программы:

▪ Вместе с преподавателем включить хроматограф ЛХМ-8МД согласно инструкции.

▪ Включить АЦП и компьютер.

▪ Запустить программу UniChrom.

▪ Открыть меню «Файл» и выбрать шаблон № 1 из списка шаблонов.

▪ Открыть меню «Настройка» и выбрать в качестве инструмента АЦП, щелкнув один раз левой кнопкой мыши.

▪ В выделенный столбец меню калькулятора ввести значения массовых долей компонентов стандартной смеси.

▪ Поставить птичку «Автоматически» в меню калькулятора.

2. Порядок выполнения работы:

▪ В меню выбора слоя выбрать слой 2.

▪ Нажать кнопку «Измерение».

▪ Ввести в испаритель хроматографа с помощью хроматографического шприца 5–10 мкл стандартной смеси, нажав одновременно кнопку «Старт» на АЦП.

▪ После выхода всей хроматограммы нажать кнопку «Стоп» в шаблоне (запись хроматограммы прекратится).

▪ Нажать кнопку «Макрос» (произойдет обработка хроматограммы с записью основных параметров).

▪ Аналогично зарегистрировать и обработать еще две хроматограммы стандартной смеси, перейдя к 3-му и 4-му слоям.

▪ Аналогично зарегистрировать и обработать три хроматограммы анализируемой смеси, перейдя в 5-й, 6-й и 7-й слои шаблона.

3. Печать отчета:

▪ Ввести свои фамилии в бланк отчета.

▪ Включить принтер.

▪ В меню «Печать» нажать кнопку «Обновить».

▪ В поле «Отчет» нажать пиктограмму «Печать».

Однако в процессе выполнения эксперимента могут возникать различные нестандартные ситуации, например, изменение режима работы прибора, случайные сбои в результате помех в цепях электропитания, неудачно проведенный ввод пробы и др. В этих случаях от студента требуется умение корректировать и править пики, работать с библиотекой пиков в ее диалоговом окне. Проводя корректировку пиков, расставленных в автоматическом режиме, студенты самостоятельно работают с маркерами, перемещают их по хроматограмме с целью выделения необходимых пиков.

Кроме возможности использовать стандартную форму протокола, студенты могут сформировать протокол измерений и отчета с включением различного набора опций.

Таким образом, начиная с 2009 г. все студенты 3-го курса химико-технологических специальностей самостоятельно выполняют лабораторные работы по газожидкостной хроматографии с использованием системы UniChrom (всего 30 учебных подгрупп). За

4 часа занятия студенты успевают не только обучиться работе в современной компьютерной среде, но и самостоятельно успешно выполнить лабораторную работу по анализу четырехкомпонентной смеси органических веществ методом внутренней нормализации или внутреннего стандарта. Основными элементами лабораторной установки являются газовый хроматограф, аналого-цифровой преобразователь, компьютер для обработки результатов с помощью шаблонов в ПО UniChrom и принтер для распечатки результатов работы (рис. 2). Студенты самостоятельно вводят пробу, затем с помощью шаблона регистрируют и обрабатывают хроматограмму и распечатывают отчет о выполненной работе.

Таким образом, в процессе самостоятельного выполнения лабораторных работ модернизированного практикума студенты приобретают:

- навыки работы с современным пакетом ПО, который используется в аккредитованных испытательных лабораториях крупнейших предприятий РБ, куда распределяются выпускники нашего университета: ОАО «Нафтан», ОАО «Полимир», ОАО «Мозырский НПЗ», ОАО «Гродно Азот», ОАО «Белтрансгаз» и др.;
- умение вести диалог с программой, в том числе в нештатных ситуациях;
- умение провести хроматографическое определение веществ в смеси с использованием методов внутренней нормализации и внутреннего стандарта;
- умение приготовить анализируемую смесь с добавкой внутреннего стандарта для хроматографического определения;
- навыки дозирования и ввода пробы с помощью хроматографического шприца;
- начальные умения редактирования хроматографических пиков.

Заключение. В результате внедрения пакета ПО UniChrom существенно модернизирован практикум по ГЖХ, включающий лабораторные работы по анализу смесей органических веществ с использованием методов внутренней нормализации и внутреннего стандарта. Разработаны специальные шаблоны, адаптированные для самостоятельного выполнения лабораторных работ студентами; формы отчетов о выполненных лабораторных работах; методические указания для самостоятельного выполнения лабораторных работ. Кроме того, начата разработка обучающих видеоматериалов.

Важнейшие эффекты, полученные от внедрения пакета ПО UniCrom:

- актуализация практикума по ГЖХ;
- обучение студентов работе в современной компьютерной среде;
- существенное сокращение времени на выполнение лабораторной работы за счет исключения рутинных расчетов.

Коллектив кафедры выражает благодарность ООО «Новые аналитические системы» и его директору С. В. Черепице за предоставленные на безвозмездной основе программный продукт UniChrom и внешний модуль ADC L-net, а также большую помощь в адаптации современного ПО для целей учебного процесса.

Литература

1. Отто, М. Современные методы аналитической химии / М. Отто. – М.: Техносфера, 2006. – 545 с.

2. Хроматографические методы анализа: метод. указания к лабораторным занятиям по дисциплине «Аналитическая химия и физико-химические методы анализа» для студентов химико-технологических специальностей / А. Е. Соколовский [и др.]. – Минск: БГТУ, 2003. – 34 с.