

ТЕНДЕНЦИИ РАЗВИТИЯ ПРАКТИКУМА ПО ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫМ МЕТОДАМ АНАЛИЗА

The main trends of development of the laboratory practice in instrumental analysis methods have been noted as well as their realization on BSTU analytical chemistry chair nowadays. Laboratory practice development prospects are considered taking account of modern analytical device-building progress.

Физико-химические и физические методы анализа (инструментальные методы анализа) являются основными методами современной аналитической химии. В настоящее время они бурно развиваются, что обусловлено, с одной стороны, успехами аналитического приборостроения, а с другой стороны, все возрастающими запросами практики в результате научно-технического прогресса и развития новых отраслей науки и техники. В этой связи любой лабораторный практикум по физико-химическим методам анализа (ФХМА) также должен непрерывно развиваться и совершенствоваться с тем, чтобы обеспечить требуемый уровень подготовки будущих специалистов.

Практикум по ФХМА проходят все студенты, обучающиеся по химическим, химико-технологическим, биологическим, экологическим, медицинским, фармацевтическим, сельскохозяйственным, пищевым, педагогическим и другим специальностям. Его целью является ознакомление студентов с основными инструментальными методами анализа, их теоретическими основами, аналитическими возможностями, химико-аналитическими приборами и оборудованием, использованием результатов измерений для целей качественного и количественного анализа различных объектов.

Цель данной статьи – выявить основные тенденции современного развития практикума по ФХМА, показать пути их реализации на примере совершенствования лабораторного практикума по инструментальным методам анализа на кафедре аналитической химии БГТУ и обозначить основные перспективы дальнейшего развития практикума.

Необходимость развития практикума по ФХМА обусловлена рядом объективных и субъективных причин. Важнейшая объективная причина – развитие самих инструментальных методов анализа, которое в настоящее время наиболее заметно выражено в следующих направлениях:

- автоматизация аналитических процедур (передача машине, компьютеру функций контроля и управления) путем оснащения аналитических приборов сервисными механизмами, электронными схемами и т. д. [1, 2];

- компьютеризация как аналитических приборов, так и всего аналитического цикла, включая интерпретацию результатов [1, 2];

- механизация анализа (замена ручного труда машинным) за счет более широкого использования механических и электронных устройств на всех этапах анализа [1, 2];

- развитие автоматического анализа, который подразумевает «вытеснение» человека из всего аналитического цикла [1, 2];

- превращение аналитической химии в междисциплинарную область знаний с устойчивым «дрейфом» в сторону решения проблем экологии, анализа биологических, медицинских и других органических объектов [3].

Из других объективных причин, обуславливающих развитие практикума, следует отметить достаточно быстрое моральное устаревание химико-аналитических приборов, а также их физический износ за счет ежедневного интенсивного использования студентами. Важнейшими субъективными причинами являются стремление избежать рутинных методов анализа, высокая степень востребованности современных аналитических знаний, умений и навыков у специалистов химико-технологических специальностей, а также заинтересованность преподавателей в непрерывном развитии практикума. Естественно, не все указанные причины могут и должны влиять на развитие практикума. Так, «вытеснение» человека из всего аналитического цикла применительно к студенческому лабораторному практикуму делает его бессмысленным и не отвечающим своему основному предназначению.

В этой связи развитие лабораторного практикума по ФХМА сводится к решению следующих задач:

- 1) автоматизация лабораторных работ за счет постепенной замены традиционных аналитических приборов на приборы, оснащенные сервисными механизмами и электронными схемами, например, автоматические титраторы, приборы с микропроцессорами;

- 2) компьютеризация лабораторного практикума за счет оснащения аналитических приборов собственными компьютерами с целью управления и обработки данных, а также за счет использования возможностей ПК для проведения математической и графической обработки результатов анализа;

3) устранение традиционно сложившегося дисбаланса между анализируемыми объектами неорганической и органической природы

Практическая реализация этих задач требует не только постоянного обновления приборной базы и объектов анализа, но и изменения содержания самих лабораторных работ.

В условиях ограниченного учебного времени (4 академических часа) в большинстве случаев оказывается невозможным пройти все стадии аналитического процесса (рис.) в рамках лабораторной работы. Поэтому при использовании более старых моделей оборудования с компенсационными схемами измерения студенты традиционно выполняли работы, в которых успевали только провести измерения и обработку результатов анализа модельных растворов (графическую – вручную, математическую – с калькулятором). Выводы и отчет они готовили внеаудиторно к следующему занятию. Следовательно, студенты имели возможность ознакомиться только с последними стадиями аналитического цикла (рис., №№ 5–8).



Рис. Общая схема аналитического процесса (аналитический цикл)

При последовательном переходе от компенсационных приборов к аналоговым прямопоказывающим, а затем к цифровым, скорость проведения измерений, а значит, и скорость выполнения лабораторных работ возрастает. При дальнейшем переходе к приборам со встроенной микропроцессорной системой скорость выполнения традиционной работы возрастает еще более существенно за счет автоматизации стадии обработки информации. Так, выполнение работы «Определение натрия и калия методом эмиссионной фотометрии пламени» на аналоговом прямопоказывающем приборе

ПФМ занимает у студента 2–2,5 ч, а на цифровом приборе ФПА-2 с микропроцессорной системой – всего 20–25 мин вместе с приготовлением стандартных растворов и обработкой результатов. Использование автоматических титраторов позволяет провести титрование за несколько минут вместо 30–40 мин при обычном инструментальном титровании. Таким образом, при использовании приборов нового поколения благодаря значительной экономии времени на стадиях № 5 и 6 появляется возможность разработки принципиально новых лабораторных работ взамен традиционных, известных не одному поколению специалистов.

На наш взгляд, наиболее перспективны следующие направления разработки, многие из которых уже реализованы в лабораторном практикуме по ФХМА на кафедре аналитической химии БГТУ:

1. *Введение в лабораторные работы стадий пробоотбора и пробоподготовки* (рис., № 3, 4), которые являются очень важными, во многом определяющими успешность проведения анализа, но на которые ранее просто не оставалось времени.

Например, вместо традиционной работы «Фотоколориметрическое определение железа (III)» студентам предложена новая работа «Фотоколориметрическое железо (III) в доломите». Стадия измерения аналитического сигнала в обеих работах одинакова, но в новой работе студенту необходимо дополнительно рассчитать ориентировочную навеску доломита, отобрать по всем правилам представительную пробу, взвесить ее, растворить в кислоте, отфильтровать нерастворившийся остаток, разбавить, подобрать аликвоту и только потом провести измерение. Естественно, становится более сложным и интересным также расчет результатов анализа. Аналогично вместо работы «Определение натрия и калия методом эмиссионной фотометрии пламени» студентам предлагается работа «Определение натрия и калия в почвенных вытяжках методом эмиссионной фотометрии пламени» [4, с. 47]. Надо отметить, что для выполнения подобных работ студентам выдаются уже не модельные, а реальные объекты анализа: минералы, сплавы, почва и т. п.

Но и при использовании модельных объектов есть возможность ознакомить студентов со стадией пробоподготовки, если поставить перед ними задачу определения веществ в смеси с предварительным разделением. Например, в работе «Определение кобальта (II) и цинка (II) при совместном присутствии» студенты проводят разделение компонентов с использованием ионного обмена в динамических условиях, а затем определяют количество каждого компонента методом потенциометрического титрования [4, с. 57]. Большим преимуществом работ по

добного типа является возможность за одно лабораторное занятие познакомить студентов и с методом разделения, и с методом определения.

2. Введение в лабораторные работы исследовательской части, связанной с выбором и оптимизацией условий проведения измерений.

Например, в работе «Определение хлоридов и иодидов при совместном присутствии» студентам предлагается провести водное и неводное титрование анализируемой смеси, сопоставить полученные данные и на основании этого сделать вывод о влиянии растворителя на точность результатов анализа [4, с. 14]. В работе «Определение нитратов с использованием нитрат-селективных электродов» исследовательская часть посвящена определению основных характеристик ионоселективного электрода, на основании чего необходимо сделать вывод о пригодности его для проведения анализа с требуемой точностью [4, с. 19]. Разумеется, все это не исключает, а органично дополняет собственно аналитическую часть работы. Такие экспериментальные задания способствуют наиболее полной реализации обучающе-исследовательского принципа.

3. Постановка лабораторных работ по анализу смеси веществ с использованием двух различных методов.

В условиях уменьшения временных затрат на проведение стадий измерения и обработки данных логичным представляется разработка лабораторных работ по анализу таких объектов, которые содержали бы компоненты с отличными друг от друга физико-химическими свойствами, что потребует привлечь для анализа различные методы. Так, в новой лабораторной работе «Определение хлоридов и нитратов при совместном присутствии» [4, с. 24] студенты используют метод ионометрии для определения содержания NO_3^- и кулонометрическое осадительное титрование на автоматическом титраторе – для определения содержания Cl^- в пробе. Выгода очевидна – за одно лабораторное занятие студент осваивает два различных метода анализа, что было в принципе невозможно при выполнении традиционных лабораторных работ.

4. Постановка лабораторных работ по анализу одного и того же объекта двумя различными методами.

Эти работы отличаются от описанных в п. 3 тем, что, кроме указанных выше преимуществ, позволяют студентам на основе сравнения результатов анализа одной и той же пробы, полученных разными методами, сопоставить точность и другие метрологические характеристики методов. Это является очень важным для студентов в плане ознакомления со стадией № 2 аналитического цикла (рис.), поскольку им предстоит в конце семестра обоснованно вы-

брать метод анализа с целью выполнения экспериментального проблемного задания (зачетной работы). В качестве примера можно привести новую лабораторную работу «Определение сульфатов» [4, с. 41], где анализ на содержание SO_4^{2-} в одной и той же пробе проводится методами турбидиметрии и нефелометрического титрования.

5. Постановка лабораторных работ с использованием ПК для обработки результатов анализа.

Если за счет использования приборов нового поколения уменьшаются затраты времени на измерения, то становится возможным перераспределить учебное время в рамках лабораторного занятия так, чтобы студент, выполнив измерения, перешел в компьютерный класс и занялся математической и графической обработкой результатов анализа на ПК.

6. Постановка демонстрационных лабораторных работ на единичных образцах современного оборудования с современным программным обеспечением.

В перспективе, по мере приобретения такого оборудования в количестве, покрывающем потребности практикума, эти работы из разряда демонстрационных перейдут в разряд плановых лабораторных работ. Например, на кафедре разработана демонстрационная работа на хроматографе «Цвет-800» с программным обеспечением. Она выполняется в режиме программируемого подъема температуры и является многоцелевой: студентов знакомят с практическим проведением качественного анализа шестикомпонентной смеси органических веществ методом метки и количественного анализа этой же смеси, методами внутренней нормализации, внутреннего стандарта и абсолютной градуировки с применением МНК.

Таким образом, развитие практикума по инструментальным методам анализа в русле рассмотренных направлений должно способствовать улучшению подготовки студентов. Это в наибольшей мере отвечает требованиям образовательных стандартов, согласно которым «в области аналитической химии и ФХМА специалист должен знать и уметь использовать методы качественного и количественного анализа веществ и иметь навыки выбора оптимальных методов анализа применительно к конкретным системам».

Следует также отметить, что постоянная модернизация приборной базы вследствие достаточно бурного развития аналитического приборостроения и обусловленное этим постоянное совершенствование лабораторных работ делают лабораторный практикум по ФХМА очень «подвижным». При одном и том же числе плановых работ, например 14 за семестр, в

разные учебные годы студенты выполняют разные лабораторные работы, поскольку на смену части традиционных ежегодно должны приходиться новые и/или обновленные, модернизированные. Это, в свою очередь, порождает необходимость не только в постоянной целенаправленной методической работе преподавательского состава по вопросам содержательного наполнения практикума, но и в регулярном издании учебно-методических пособий – практикумов по ФХМА – в виде *продолжающихся изданий*, что вполне соответствует нормам СТБ 7.60–2004 «Выданні. Асноўныя віды», но пока непривычно для учреждений образования по своей форме.

В качестве более отдаленных, но тем не менее прогнозируемых перспектив развития практикума по инструментальным методам анализа можно выделить следующие:

1. По мере появления и приобретения для нужд учебного процесса многофункциональных автоматизированных и/или компьютеризированных аналитических приборов нового поколения целесообразным представляется постановка на них лабораторных работ по принципу «2–4 работы за 1 занятие». Например, уже сейчас на рынке появились малогабаритные приборы, специально предназначенные для студенческого лабораторного практикума, которые выпускает российская фирма «Эконикс-Эксперт», в т. ч. кулонометрический титратор «Эксперт–006» и фотометр-флюориметр «Эксперт–003». Титратор позволяет проводить анализ с индикацией точки эквивалентности по потенциометрическому или оптическому сигналу, по изменению электрической проводимости или поляризационного сопротивления. Фотометр-флюориметр предназначен для проведения фотометрических, люминесцентных, нефелометрических и турбидиметрических измерений, кроме того, он может работать в режиме фотометра отражения. Возможность использования такого комплекса различных аналитических сигналов предопределяет необходимость комплексного исполь-

зования каждого многофункционального прибора в рамках одного занятия.

2. Возможно, что явно прослеживающаяся тенденция ко все большей миниатюризации аналитического оборудования позволит в будущем коренным образом изменить организацию лабораторных занятий по ФХМА, а именно перейти от маршрутного метода их проведения к фронтальному, поскольку малые размеры и простота использования современных приборов значительно облегчают их установку, обслуживание и хранение. В этом случае автоматически исчезнет основной недостаток маршрутного метода – невозможность синхронного изучения конкретных методов анализа на лабораторных занятиях и лекциях. Надо отметить также, что эти приборы настолько малогабаритны и просты в обслуживании, что нет смысла стационарно устанавливать их в учебных лабораториях. Студенты смогут получить их у лаборантов для выполнения конкретной лабораторной работы и самостоятельно установить на рабочем месте.

В заключение отметим, что все рассмотренные тенденции были выявлены на основе анализа 38-летней истории функционирования практикума по ФХМА на кафедре аналитической химии БГТУ и современного состояния аналитического приборостроения.

Литература

1. Основы аналитической химии: В 2 кн. / Под ред. Ю. А. Золотова. – М.: Высш. шк., 1999. – Т. 2. – 494 с.
2. Аналитическая химия. Проблемы и подходы: В 2 т.: Пер. с англ. / Под ред. Р. Кельнера, Ж.-М. Мерме, М. Отто, М. Видмера. – М.: Мир, 2004. – Т. 1. – 608 с.; Т. 2. – 728 с.
3. Основы современного электрохимического анализа / Г. К. Будников, В. Н. Майстренко, М. Р. Вяселев. – М.: Мир, 2003. – 592 с.
4. Физико-химические методы анализа: Методические указания к лабораторным занятиям / Сост.: Е. В. Радион, Н. Ф. Поповская, Г. Н. Сувиченко и др. – Мн.: БГТУ, 2004. – 71 с.