

化学专业仪器分析实验的设计与思考

刘浩然*

(湖南大学化学化工学院, 长沙 410082)

摘要: 通过改编传统实验, 以及设计递进式、平行式、多元式、综合性实验, 全方位锻炼学生的实验能力。设计仪器分析实验应重视对化学分析基本功的巩固、兼顾定性与定量分析、注重基础性与实用性的结合。此外, 还应考虑培养学生数据处理的能力, 教会学生分析方法学, 促进学生科研思维的发展。

关键词: 化学; 仪器分析; 实验设计

中图分类号: G64; O6

Designs and Thoughts on the Instrumental Analysis Laboratory for Chemistry Major

LIU Hao-Ran*

(College of Chemistry and Chemical Engineering, Hunan University, Changsha 410082, P. R. China)

Abstract: Instrumental analysis is an important curriculum for students majoring in chemistry. The design of instrumental analysis laboratory is very important. It is helpful to enhance the experimental technology of students through adapting the traditional experiment and designing progressive, parallel, multiple, or comprehensive experiments, respectively. The attention should be paid to the basic skills for chemical analysis, both qualitatively and quantitatively, the combination of fundamental and practical experiments. Attentions should also be paid to cultivating the data processing ability, analytical methodologies and scientific minds in the laboratory design.

Key Words: Chemistry; Instrumental analysis; Laboratory design

仪器分析是化学专业本科生的必修课程, 在其专业教育中具有重要的地位。仪器分析实验是促进学生巩固理论知识并提高实验技能的重要手段。多年来, 仪器分析实验存在诸多问题, 主要体现为实验内容繁杂, 每个实验都很难深入, 往往“走马观花”^[1,2]。为了改变仪器分析教学的现状, 无论是理论课还是实验课均需要进行改革^[3-5]。要改变当前仪器分析实验的状况, 从仪器分析的实验设计入手是一个好的途径。对此不少分析化学教师从不同的角度提出了自己的观点及改进措施^[6-8], 但极少有文献提及仪器分析实验的系统设计方法。为此, 笔者从多年的实践中总结出一些实验设计方法(图1), 并提出在仪器分析实验中应注意的问题, 以期对提升化学及相关专业本科生的实验能力有所帮助。

1 仪器分析实验的设计

1.1 改编传统实验

(1) 增加应用性, 如: 将原实验“苯的紫外精细光谱测定”改编为“紫外法鉴定分析纯与色谱纯

*通讯作者, Email: tom8833@hnu.edu.cn

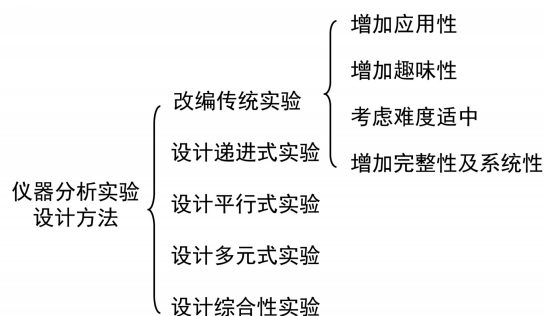


图1 仪器分析实验设计方法

甲醇”。此实验一方面让学生熟悉了紫外分光光度计测定光谱的方法，又利用紫外光谱鉴别两种不同级别的溶剂，加深了学生对不同级别溶剂的认识，为后面的色谱实验打下了基础。

(2) 增加趣味性，如：将原实验“气相色谱测定混合样中的乙酸乙酯”改编为“气相色谱测定白酒中的乙酸乙酯”。原实验中的样品为人为配制的乙酸甲酯、乙酸乙酯、乙酸丙酯、乙酸丁酯4种物质的混合物，现实验为现实中存在的各种白酒。现实感增强了，趣味性也增强了。

(3) 适当降低难度，如：将原实验“气质联用测定石油醚中的成分”改编为“气质联用测定玫瑰精油中的成分”，难度降低了，趣味性增强了。石油醚成分极其复杂，成分有几百个，本科生很难一下做好。玫瑰精油主成分只有3个，加上微量成分约20余个，难度适中。

(4) 增加实验的系统性、完整性，如：将原实验“高效液相测定苯、萘、联苯、菲混合物”改编为“高效液相色谱法测定复方醋酸地塞米松乳膏的含量”。前者以归一法测定4种物质的含量，几乎没有前处理过程，且归一法定量并不准确。后者测定生活中常见的药品复方醋酸地塞米松乳膏，有较多的前处理过程，实验的完整性得到体现。以标准曲线法定量，结果准确。

1.2 设计递进式实验

仪器分析实验应难度适中。太容易，会感觉枯燥乏味；太难，会感觉疲惫、没有信心，挫败感强。设计递进式实验则有利于解决这一问题。对于某些实验，我们设计成两段式或三段式，这样可让学生在难度逐步提高中培养自身的能力，如：原子吸收分光光度法测定钙。第一个小实验是测定自来水中的钙，这一实验几乎没有前处理过程，但可熟悉仪器；第二个小实验是测定奶粉中的钙，这个实验要增加微波消解这一前处理过程，在第一个小实验的基础之上增加了一定的难度。

1.3 设计平行式实验

平行式实验有几种形式。一是利用多种仪器分析手段鉴定相同的物质。如：采用热重分析仪、红外光谱仪及X射线衍射仪鉴定海螵蛸、珍珠粉、牡蛎粉3种物质。此3种物质均含有90%以上的碳酸钙，但其余微量成分不同。利用这几种分析手段可清晰地鉴定出来，但每种方法的侧重点不同。二是多组实验同时进行，合作才能得到最后的结果。如：测定阿司匹林的水解动力学参数，需要将学生分成不同的组，每组控制不同的温度下阿司匹林的水解，最终的参数要由各组将实验数据汇总之后才能得出。这样，在实验中任何一组出现问题都将影响最终结果，因而培养了学生的团队协作性。三是多组实验并行，各组采用不同的条件，如：槐米中芦丁的提取。一组采用热水提取、一组采用乙醇回流提取、一组采用乙醇超声提取，最后比较各组的结果。这样可初步培养学生的科研思维。

1.4 设计多元式实验

在以往的带教中，仪器分析实验往往追求最终结果的一致。但也有一些实验实际上是可以灵活多变的，如：薄层层析法鉴定氨酚烷胺胶囊中的对乙酰氨基酚。以往的实验往往是教师预先设定好实验条件，学生“照方抓药”即可。我们改变以往的做法，将配制展开剂的基本方法和规律告之学生，让他们按照自己配方来进行实验。每组学生的配方都不一样，但都可以鉴定出对乙酰氨基酚。通过这个

实验，学生在不断摸索中掌握了薄层层析的基本方法，以后遇到任何关于薄层层析的问题都能不慌不忙地进行实验。又如：高效液相色谱测定某物质时，我们不预先设定色谱条件，由学生自行摸索，建立他们组自己的方法进行定量。色谱条件虽然不一样，但最终测定结果相差无几。这种“多元式”实验，实际上融入了部分的设计思维，但又不同于完全由学生设计的实验。通过这样的带教，有利于逐步培养学生们的的设计、科研思维。

1.5 设计综合性实验

将仪器分析实验与其他实验结合起来，是不断加深实验效果的方法之一。事实上，仪器分析与其他化学实验密切相关，如能适当结合，将事半功倍。如：将原实验“水热法合成纳米氧化锌”增加“结构表征”这一环节，则可将X射线衍射仪、偏光显微镜等仪器运用上来。在原实验“槐米中芦丁的提取分离”基础上增加芦丁的表征，则可将核磁共振、红外光谱等手段运用上来，既深化了原有实验，又渗透了仪器分析的内容。

除了仪器分析实验本身外，我们在无机化学、有机化学、物理化学及化学专业实验等多个实验项目中融入了仪器分析实验的内容。这样的安排有利于化解仪器分析实验的难度，让学生在逐步的接触中巩固和提高实验技能。通过对一些仪器分析实验的改进、改编，甚至重新设计，学生对实验的兴趣大大提高，实验技能及思维能力也逐步提升。不少在酒厂、石油化工、食品行业、制药企业等工作的毕业生表示，仪器分析实验中所获得的技能及思维方法让他们在工作中很受益。

2 仪器分析实验的思考

在长期的仪器分析实验教学中，笔者对实验设计有诸多的思考。好的仪器分析实验，应该让学生巩固基本理论、锻炼实验技能、提升科研思维。设计仪器分析实验要遵循以下理念。

2.1 应重视对化学分析基本功的巩固

随着现代仪器日新月异的发展，分析仪器越来越先进，自动化程度越来越高。这让很多学生有一种误解，认为化学分析的技能不重要。但事实上，仪器越先进，其误差往往更多地决定于样品的前处理，而这正是考验学生化学分析基本功的地方^[9]。如：高效液相色谱定量测量中，如果使用容量瓶定容不准，将造成结果偏差很大；紫外分光定量检测某药品的含量，如果刚开始称取样品不准确，后期即使在很高精度的仪器上测定，最后所得的数据也将会不准确。因此，无论用什么仪器进行分析，化学分析的基本功都不可忽略。

2.2 应注重基础性与实用性的结合

仪器分析本是一门应用性很强的课程。如果单纯只是为巩固基础理论来开设实验，未免目标过于单一。实验的应用价值是激起学生兴趣的源泉之一，亦是学生今后走向工作岗位所需要的，因此，应注重将基础性与实用性结合起来。如：利用邻菲咯啉与铁离子反应生成有色化合物测定铁的含量是一个经典的基础实验；如稍加改进，用来测定菠菜或猪肝中铁的含量，则前处理步骤增加了，实用性也增强了。仪器分析实验应努力趋向于实用化是高校许多有识之士一直在呼吁的。不少高校结合自身特点开设了不少实用性很强的实验，如：吉首大学针对处于金属矿区的特点开设了测定矿物含量的实验；厦门大学针对其位于海边的特点设计了针对海水的测定实验。

2.3 应兼顾定性与定量分析

定性实验往往耗时较短，定量实验相对耗时较长，仪器分析实验应将二者结合起来。光谱类中，红外光谱一般开设定性实验即可；紫外光谱、荧光光谱一般均要开设定性和定量实验；原子吸收、电感耦合等离子体一般开设定量实验。色谱类通常开设定量实验居多，但薄层层析更适合于开设定性实验。一般而言，定量实验更能综合锻炼学生的技能及思维，无论是实验的设计，样品的前处理、测定还是后期的数据处理都需要一定的训练才可完成。设计兼有定性与定量步骤的实验可以使学生的技能

进一步提升,如:以紫外光谱、高效液相色谱测定光照下硝苯地平稳定性,可以通过紫外光谱的变化定性测量硝苯地平对光的敏感性,通过高效液相色谱定量测量其随时间变化的光降解动力学参数,是一个兼顾定性与定量的具有一定综合性的仪器分析实验。

2.4 应培养学生的数据处理能力

很多学生做完实验,对于原始数据的处理能力相当弱,如:对于定量实验中基本的标准曲线,有些学生不能熟练进行计算并绘制;这一方面的技能应当加强,特别是在物理化学与仪器分析实验交叉的化学动力学实验中,有较多的数据需要处理。国外则有专门讲解诸如Excel处理实验数据的实验模块^[10]。在科学史上,开普勒是一位具有出色数据处理能力的天文学家,凭借其老师第谷所记录的19年的天文观测数据,提出了著名的开普勒三大行星定律。没有开普勒对数据的处理和分析,第谷观测的宝贵资料很可能将湮没在历史中。因此,培养学生对数据的处理能力非常重要,为此甚至可以开设一次由教师提供若干数据给学生进行处理分析的专门性实验。

2.5 仪器配套使用增加学生动手能力

仪器分析实验不一定要追求仪器的“高大上”,要注意仪器的配套使用。手动、自动型仪器相结合;国产、进口仪器相结合;化学分析与仪器分析相结合。手动型、国产型仪器虽然较自动化、进口型仪器逊色,但恰恰因为动手的地方较多,学生所获得的锻炼较多。如:手动点火、手动调节气体流量的气相色谱,可全方位锻炼学生的动手能力,而且使学生对整个实验过程有深刻的理解。能用手动仪器的学生对于自动型仪器一般游刃有余;但会用自动型仪器的学生不一定会用手动型仪器。当前有些高校实验带教老师使用同种功能、多种不同型号的仪器时觉得麻烦,是不可取的。应当看到,正是通过使用不同型号的仪器,才能让学生获得更多的锻炼,今后走向工作岗位的适应能力才越强。

2.6 应教会学生分析方法学

在仪器分析实验教学中,其实还有一个一直以来存在的较大问题:很少有学校将完整的分析方法学教给学生;这将造成一个局面,将来学生步入社会之后,面对陌生的分析物还是无从下手。因此,在本科阶段应适当在仪器分析实验中增加方法学的内容,如:精密度、准确度(回收率)、专属性、耐用性、检测限、定量限等。只有学会建立完整的方法学,才能在以后的工作岗位中胜任分析方面的工作^[11]。不一定每个实验都做完整的方法学,可选择做一个实验做其中部分方法学内容,如:高效液相色谱测定样品时,可选择做方法学中的检测限、定量限、专属性、精密度、回收率;紫外分光光度法测定样品时,可选择做精密度和回收率;原子吸收分光光度法选择做精密度和检测限等。可根据实验条件和目的,适当选择,通过不同实验涵盖方法学的基本内容。

2.7 应促进学生初步科研思维的发展

随着学科的发展和社会需求的变化,仪器分析实验不能仅仅停留在锻炼实验技能方面,要在实验中培养学生的思维。一方面,教师要在实验设计中有意识地融入对照、重复、均衡等科研基本原则,如:气相色谱实验时,先进样一针溶剂,是为了对照,以避免溶剂中有物质干扰受试样的测定;实验中测定精密度主要是为了重复,使我们的实验结果可靠;原子吸收法测定某河边土壤中的重金属含量时,随机在河边几个不同地方取样,是为了体现随机、均衡的原则,目的是使我们的测定结果具有代表性。另一方面,还要培养学生发现问题和解决问题的能力,如:高效液相色谱实验中,有人用标准对照品测定时出现两个色谱峰。针对这一问题,可对原因进行一一排查,是对照品纯度的问题?容量瓶污染的问题?操作手法的问题?上一针样品的残留?溶剂的问题?等等。只有如此,才能使仪器分析实验成为技能训练和思维训练的载体,提升仪器分析实验的价值。

对于仪器分析实验,不同高校通常不一样。只要遵循一定的基本原则,能促进学生能力和思维的发展,有利于今后在现实工作中的应用,都是可行的。各校可根据自身的情况,特色设计、开设不同的实验项目,促进仪器分析教学的发展。

参 考 文 献

- [1] 马祥英, 陈其锋, 许海棠. 实验科学与技术, **2013**, 11 (2), 76.
- [2] 于俊生, 郑修文, 张剑荣, 方惠群, 史 坚. 大学化学, **2002**, 17 (4), 13.
- [3] 陈毅挺, 林 棋, 张庆守. 大学化学, **2011**, 26 (3), 11.
- [4] 吴继魁, 周冬香, 毛 芳. 大学化学, **2013**, 28 (3), 28.
- [5] 张培敏, 陈恒武, 郭伟强, 薛彩琴, 蒋银土, 邬建敏, 张嘉捷, 朱 岩. 大学化学, **2007**, 22 (2), 10.
- [6] 李爱峰, 孙爱玲, 柳仁民. 大学化学, **2012**, 27 (5), 26.
- [7] 李满秀, 赵二劳, 张海容, 李志英. 大学化学, **2007**, 22 (6), 28.
- [8] 王 霆, 张 锋, 陈立钢, 周晓光. 大学化学, **2011**, 26 (6), 21.
- [9] 陈毅挺, 林 棋, 张庆守. 大学化学, **2011**, 26 (3), 11.
- [10] 张 静, 刘芬芬, 龚波林. 实验技术与管理, **2012**, 29 (8), 175.
- [11] 刘浩然, 刘英姿, 夏 娟. 教育教学论坛, **2013**, 29 (52), 44.