

基础分析化学实验课程中开展自主实验的探究

王岩, 耿金灵, 徐烜峰, 朱志伟, 李国宝*

北京大学化学与分子工程学院, 化学国家级实验教学示范中心, 北京 100871

摘要: 分析化学是化学的重要分支, 分析化学实验教学在本科生化学教育中有着重要的位置。自主实验已经普遍应用到实验教学的实践中, 对于药学等非化学专业在基础课程中开展自主实验也有重要意义, 同时适合进行实验教学方法的研究。在基础实验课程的有限学时里开展自主实验, 是一项有挑战的实践, 文章对在实验内容选择、课程分析、助教培训等方面的探究进行了介绍, 以及强调安全教育与保障是开展实验教学的必要条件, 并介绍了进一步的教学实践设想。

关键词: 自主实验; 基础实验; 分析化学; 实验教学

中图分类号: G64; O6-3

Exploration of Independent Experiments in Basic Analytical Chemistry Laboratory

WANG Yan, GENG Jinling, XU Xuanfeng, ZHU Zhiwei, LI Guobao *

National Demonstration Center for Experimental Chemistry Education, College of Chemistry and Molecular Engineering, Peking University, Beijing 100871, P. R. China.

Abstract: Analytical chemistry lab plays an important role in chemistry education for undergraduate. The independent experiment has been widely applied to the practice of laboratory teaching. It is also of great significance to carry out independent experiments for majors such as pharmaceutical sciences. It is a challenging practice to carry out the independent experiment in the limited time of the basic laboratory course. The article discusses the research on the selection of the experimental content, the course analysis, and the training of the teaching assistants, and introduces the tentative plan for further teaching practice.

Key Words: Independent experiment; Basic experiment; Analytical chemistry; Experimental teaching

1 引言

分析化学是化学的重要分支^[1], 侧重于应用并发展各种手段(如方法、仪器、策略)来确定物质在空间及时间上的分布。由于其在化学的其他分支以及生命、材料、医学、环境等众多领域有着不可或缺的作用, 分析化学知识的发展、传承和推广非常重要。分析化学知识的发展主要是由分布在科研院所及企业的科学家和他们的助手来完成, 而其传承和推广则更依赖于各类学校分析化学理论课及实验课的教师和同学们。分析化学实验课注重于理论课所传授系统知识、方法和原理的体验、验证及应用, 强调并体验由于各种因素影响会导致数据的不确定性及波动性, 努力展示前辈科学家们是如何通过巧妙的设计来减小这种不可避免的不确定性及波动性。由于教学安排的侧重点不同, 分析化学实验课常分为基础分析化学实验(也称为定量分析化学实验, 主要涉及容量分析、重量分析及

光度分析)、仪器分析化学实验(主要涉及大型分析仪器的使用)及中(高)级分析化学实验(主要是各种分析手段的综合应用来解决实际问题,侧重点是方法、仪器和策略)。

基础分析化学实验课是分析化学课程的重要组成部分^[2]。北京大学化学与分子工程学院(简称北京大学化学学院)为全校一年级本科生开设基础分析化学实验课。该课程目前所开设的内容以化学分析方法为主线,以四大反应平衡原理为基础,涉及部分简单仪器分析方法(紫外可见分光光度法、电位分析法)。开设的基础实验项目包括:1) 基本操作类实验,如称量练习、玻璃量器校准、滴定法操作练习,引导学生认识到规范的操作、精确的器具是获得准确量的前提;2) 反应平衡的应用性实验,如酸碱平衡反应(工业碳酸钠总碱量的测定)、络合平衡反应(铋和铅的连续络合滴定)、氧化还原平衡反应(碘量法测定铜)、沉淀平衡反应(沉淀重量法测定钡),引导学生学习如何利用各种化学反应来获得准确的量;3) 仪器分析类实验,如邻二氮菲分光光度法测定铁,引导学生学习如何利用各种化学反应获得的物质的性质来获得准确的量,了解微量及痕量物质的分析方法。这些内容主要是传承于为获取准确数据所必需的基本操作及典型的容量、重量分析方法等。其特点是以验证和应用基本理论、基础知识为主线,以前辈科学家精心设计的实验方案为蓝本,规范实验操作,培养严谨的作风和实事求是的态度,借助于从实验操作到归纳结论再到讨论分析的教学过程来建立起严格的“量”的概念^[3]。基础实验的重要性不言而喻,基本操作的地基效应也早已被反复论证。基础分析化学实验教学的思考、实践、改进、改革一直没有停歇^[4-7],为的是避免学生去“照方抓药”,把实验教科书当菜谱而缺乏科学的思考和严谨的探究。为保护学生的兴趣,调动其主动性,就需要对学生进行科学的引导、对实验内容时时更新、对教与学的方法常常改进。十几年前田曙坚等^[8]就对化学实验课教学规律有系统的总结;李国宝等^[9]在具体教学实践中提出“信手拈来”教学法,这是一种适合化学实验教学、朴素的理念方法;“发现教学法”等教学方法在培养学生兴趣及提高学生能力方面也起到积极的作用^[10]。这些经常用到的实验教学方法体现了当前的教育学理论:新知识与学生认知结构中已有的知识相互作用才得以产生有效教学。开展自主实验也是这种教学理念的一种表现形式。该类实验需要学生在实验教学中利用自己的知识结构去努力实现设定的目标,在实施的过程中巩固已有的知识结构,从而获取新的知识,完善以前的认知结构。

自主实验(有时也称为设计实验)已经普遍应用到实验教学的实践中^[11-13],并且成为单独教学模块或已经单独设课,这种教学模式已经形成共识并有很多实践^[14,15]。北京大学化学学院为本院学生在基础分析实验(课程名为定量分析化学实验)之后开设了多年的自主分析实验(课程名称为中级分析实验),但对于如药学专业这样以分析化学为基础课,本身专业课任务重基础课时很少的情况,如何在有限时间内完成严谨教学任务的同时,引入自主实验模式,是很值得教学工作进行探索和实践的。

2 自主实验的特点与实践

北京大学化学学院的自主分析实验教学始于1982年。为了激发学生学习的积极性,培养理论联系实际与独立分析解决实际问题的能力,安排若干个自拟方案实验,当时称设计实验^[16],后逐渐称为自主实验(下文都称为自主实验)。刚开始自主实验开设在化学等专业本科大一下学期的定量化学分析课程里,后来单独设课为中级分析实验课。教学对象是北京大学化学学院的本科生,并未在其他专业的本科生分析实验课程里普遍开设。

前文已经提及,自主实验与基本实验有截然不同的目的和要求。做基本实验时,要求学生按照给定的实验方法和步骤进行操作,对实验结果要求很高,而自主实验有更高的要求,尽量给学生一个自由发挥的机会,希望他们充分运用所学的理论知识和实验技术,自己选择分析方法、设计实验步骤,并在实验过程中进行试验、改进和完善,完成实验目标并对结果有讨论有评估。在三十多年的课程开设中,自主实验经历了如下所述的两个探索阶段。

2.1 分析样品较为确定的实验题目

在课程开设的教学实践里,前期多是分析样品较为确定的实验题目。由学生针对选定的实验题目,运用分析理论课的基本理论知识和基础分析化学实验课的实验知识,适当查阅有关的参考资料,独立设计实验方案并进行实验。典型的实验题目是“配制多组分溶液的浓度的测定”,如,“HCl-NH₄Cl 溶液中二组分浓度的测定”“HNO₃-Pb(NO₃)₂-Ca(NO₃)₂”溶液中各组分浓度的测定;以及部分简单实际样品含量的测定实验,如,“食用米醋中总酸量和氨基酸氮含量的测定”“鸡蛋壳中钙含量的测定”。教学重点强调在实验过程中,提倡对不同的实验条件(例如:不同的指示剂、酸度、温度、试剂用量、样品的用量及处理方法)进行试验、对比,以便确定最佳方案。

2.2 探索型复杂体系的实验题目

另一种是近十几年来的探索型题目,实验选择复杂的现实样品,更加注重对整个实验过程的体验。在所提供的实验题目中,学生能选择自己感兴趣的内容,独立查阅资料、设计方案,独自进行实验、撰写报告。提倡学生自始至终抱着探究的态度,大胆、理性地去质疑前人的工作;鼓励针对一种测定对象,尝试多种方法、多种实验条件,以便确定最佳方案;希望运用所学知识认真分析、解释实验现象和实验结果。典型的探索型题目,如,“蔬菜水果中维生素 C 含量的测定”“饮料中维生素 C、有机酸和某些金属离子含量的测定”。

3 在基础实验里开展自主实验的实践

基础实验项目本身就是经过岁月历练的经典内容,北大本科教育理念之一“加强基础”的要求使得对此部分的建设改革要尤其慎重,即使面对学时的减少、社会生活的变迁、科学前沿动态的发展,也要保留经典中的核心。因此在基础实验里进行实践探索,开展的自主实验项目选择“沉淀重量法”和“络合滴定法”的这两个经典方法的应用。

3.1 自主实验项目内容的选择设置

通过多年分析实验教学实践的反馈,在基础实验项目的后面增加一个需要两次课(15 学时)完成的实验项目,通过模拟样品建立分析方法。衔接“基础”与“前沿”,秉承“信手拈来”教学方法,以主讲教师最新研究成果作为实验背景,选择分析样品——新的超导体 Ba_{1-x}Pr_xBi_{0.20}Pb_{0.80}O_{3-z} 作为样品来源,其元素组成有 Ba、Pr、Bi、Pb,适合作为分析样品。考虑到实验课时有限,也可以由实验技术教师配制 Ba、Pr、Pb 的硝酸溶液来模拟分析样品,同时把一人独立完成调整成两人合作完成(部分情况下为三人合作完成)。主要是“沉淀重量法测定钡”“络合滴定测定金属元素”两类实验项目的灵活开展应用。

沉淀重量法是一种非常重要的经典方法,在药品质量控制(药典)、环境检测等领域中都有很多应用,也是重要的仲裁方法之一。重量分析法不需要基准物质做参比(为“绝对分析法”),通过直接沉淀和称量而测得物质的含量,其测定结果的准确度很高。在本实验项目中,应用沉淀重量法测定 Ba 元素,不但要学习沉淀重量法的基本要点,还要建立恒重的概念。先测定只含 Ba 的硝酸溶液的模拟样品,熟悉并验证沉淀重量法,练习沉淀、陈化、恒重等关键实验环节,接着测定同时含有 Ba、Pr、Pb 元素的硝酸溶液。使用稀硫酸溶液作为沉淀剂时,不但有硫酸钡沉淀、还同时生成硫酸铅沉淀,摸索此时沉淀重量法测定 Ba 的分析条件,比如沉淀时酸度范围、如何沉淀完全、陈化条件等。应用后面的络合滴定方法测定出 Pb 含量,与沉淀重量法的结果比较做差,即可得 Ba 含量。

应用经典的络合反应平衡进行滴定分析,络合滴定分析测定金属元素是最常见的化学分析方法之一。基本知识点属于络合反应的范围,学习常见络合滴定剂 EDTA 标准溶液的配制方法,先分别测定只含 Pr 或 Pb 的硝酸溶液的模拟样品,在实验中理解体会酸度控制、络合稳定常数的意义。接着在混合溶液中,摸索通过控制不同酸度连续滴定 Pr 和 Pb 的分析方法。对于学有余力的学生,若是课时等条件允许,可使用课题组提供的超导体做为样品,体会固体样品的化学预处理方法。分析样品为前沿先进材料,有助于加强学生对分析化学测试的感性认识、激发其探索兴趣和学习热情。

3.2 实验题目的范围明确可控

立足课程本身是开设在大一下学期的基础实验课程的一部分,教学对象是刚刚踏入校园才一学期的大一新生,学生的实验技能普遍较弱,即使是参与过化学竞赛的学生,也不够系统、扎实。学生普遍有重理论轻实验的倾向,他们在科学思维统筹实验方案方面也有欠缺,所以实验题目的题目不能过于开放,要有比较清晰的分析对象,实验中的分析方法、具体方案、实验过程等才会比较清晰,指导教师(助教)才能适宜地安排教学过程,与学生互动讨论,指导学生,实验室也能较好地提供支持,做好辅助工作。

3.3 在限定的实验分析对象中强调应用经典分析方法

在完成前面的基本实验之后,增加基础实验项目,就是希望学生充分运用前面所学的经典实验方法技术,完成自己感兴趣的实验项目,并在实验过程中进行试验、改进和完善。此前开设的一些实验题目虽然目的是给学生一个相对自由发挥的机会,希望他们独立查阅资料、设计方案,提倡探究的态度。但是毕竟是大一学生,化学的知识体系(如仪器分析)及科学的系统方法还没有建立,过多强调自由尝试,未免揠苗助长。具体现象就是,现在各类电子文献方便易得,学生会查到各种各样的文献,但并没有足够分析识别文献的能力,很多学生对于查阅到的分析方法,并不能吸收应用,多是照方抓药,成了另类的“基本实验——按照给定的实验方法和步骤进行操作”。而且很多文献方法并不可靠,应用到的实验仪器及药品五花八门,实验室难以承载相关教学辅助。“强调应用经典分析方法”对指导教师(助教)提出严格的要求,首先自己要吃透经典方法的基本原理、能够举一反三,才能一对一指导学生,根据限定的分析对象,以经典化学分析方法为纲,理解应用文献方法,形成实验方案,重在结果讨论分析。

3.4 在实验方案中强调“分析方法”概念的建立

“分析方法”是分析实验的核心概念,基本实验中已经给出确切的分析方法,要求学生按照给定的实验方法和步骤进行操作,这只是介绍了经典分析方法,分析方法的建立并没有得到训练,这部分就要在自主实验中强化完成。实验中要求自拟实验方案,就是要培养学生建立自己的分析方法。对于早些年开设的多组分溶液中离子浓度的测定的实验项目,由于样品是人工配制的,测定的过程不像实际样品有复杂的外界干扰因素,测定的过程自然就形成了离子浓度测定的分析方法。近年来开展了实际样品和复杂材料样品含量的测定实验项目。很多学生根据查询的特定应用型文献,比照文献,套用分析方法直接分析实际样品,实验结果不是很理想。并且由于实际样品中的很多干扰因素,对于实验结果的讨论也很难开展。这就是恰恰忽略了分析方法建立的环节,应先根据实际样品的组成及目标测定,配制模拟样品溶液,由易而难,从经典分析方法出发,逐步建立根据实际样品的特定分析方法,通过实验环节的修正改进,细化探讨实验细节,达到对已学知识的活学活用,建立简便、经济的分析方案。样品分析方法的建立就像一道数学题目,都要从公理定理出发,一步一步推导验证,达到一个结论。同时,这个过程也锻炼和培养了学生从事科学研究的严谨的治学态度和思维方式。

3.5 实验课助教的要求与培训

目前实验课教学师资队伍的主要成员是研究生助教,一项重要的工作前提就是研究生助教的培训。师资不做好充分的准备,教学就无从谈起了。目前定量分析实验课的助教培训已经建立起一套严谨的规程,关键在于各个环节的认真执行。助教培训中不仅要相关的实验内容细节让助教熟悉,更重要的是让助教理解教学理念,最终让他们能融入到教学过程中,而不是简单地完成任务。定量分析实验课的助教培训已形成严谨的规范^[17],四个环节,前期准备、集体培训、集体备课会和班前会,关键在于各个环节的认真执行。

3.6 实验课现场对安全环节的把控

自主实验的过程中,学生实验操作自由度大,使用药品多且复杂,因此在公共教学实验室里,进行自主实验,对安全环节的把控显得尤为重要。学生在自主实验过程应严格遵守操作规程,并有

恰当的防护措施。同时实验室方面要有完善的事故应急处理预案,实验过程全程有视频监控,实验方案由课程主讲教师和助教审核,对于危险化学品的审核相对于科研实验室应该更加严格:剧毒品不能使用,从原料试剂的审核到废弃物的处置全过程管理,要求进行自主实验的学生加强实验室废液的处理和回收,从而尽量减少实验室污染;同时在重要仪器设备的选择、培训、使用及维护方面也必须加强管理。

安全制度及管理是开展实验教学的必要条件,课程主讲教师是自主实验的安全负责人,要求每位实验者严格遵守安全制度以及化学实验室安全指南。实验过程中所需试剂、药品和仪器,在实验室助教的要求以及实验室管理人员安排下使用。遇突发事件,立即报告主讲教师和值班室人员。实验结束后,务必将试剂、药品归还原位,清洗干净玻璃仪器等,妥善处理化学废弃物,做好实验后的卫生工作,告知实验室助教后方可离开实验室。这些行为习惯的培养,对于实验者将来无论是从事科研工作,还是其他事务都是有所裨益的。

4 进一步教学实践设想

基础分析化学实验课程中开展自主实验的探究实践还有亟待提高的方面。关于后续实验项目的开发,还将从三方面继续开展工作:1) 样品预处理的实验内容;2) 现实实际样品的处理分析——强调分析方法的重要性;3) 在现实实验中引入虚拟仿真实验——作为一些实验条件无法实现的实验的补充。应用实践相关教育心理学理论,形成一套适合的行之有效的教学方法和策略。

4.1 在实验技术中引入样品预处理环节

实验教学过程中采用真实的现实样品,要想达到精确的分析测试结果,必须要对样品进行预处理才能进行化学分析或者仪器分析。样品预处理在基础实验中很少涉及,但现实情况是要处理真实的复杂的样品,需要指导教师做好教学准备,能够细致地指导学生,保证实验安全顺利地进行。

样品预处理一直是学生实际操作中的弱项,现实科学研究工作、生产生活中的分析检测,样品预处理是必不可少的重要环节,甚至到了没有样品预处理就无法分析检测的地步,但在学生的基本实验教学中的系统训练几乎没有,不够系统规范,不但给分析实验课程的开展带来一些困难,也不利于学生后面的实验学习。因此实验课教学团队提出在药学院分析实验课程中,实验样品由合金变为药片,增加一个胃药铝酸铋样品预处理的实验项目,不仅有合金处理时的酸溶解样品的环节,更系统地增加干法消解实际样品的各个环节,如炭化、灰化、酸溶等环节。以此制备铋铝待测溶液,以备后续实验项目连续滴定分析检测含量。

4.2 培养学生的责任感,提高学生的兴趣,调动学生的主动性

责任是学习的原动力,兴趣是很好的浸润剂,可以活跃学习气氛、缓解压力,从而提高学习的效率。无论在实验技术的选择上,还是在实验内容的安排上,实验课教学团队都尽量做到培养学生的责任感、提高学生的兴趣、调动学生的主动性。

实验技术的选择涉及到我们期望学生学到什么样的内容。现代科学发展得非常迅速,基础实验涉及的基本理念还被保留着,但那些具体的实验方法已很少用得上了。如何实现其中的过渡,或许是自主实验可以解决的问题。所以自主实验中学生涉及的实验技术还是应当以基础实验介绍的方法为根本,在此基础上可以有适当的延伸,除光度法以外的仪器分析方法可以应用“虚拟仿真实验”来进行。

实验内容应当是能够进行创新的相关实验,即如果这个实验被正确完成,所获得的实验结果属于新的数据,可以鼓励学生进行发表论文的工作。

参 考 文 献

- [1] 李克安. 分析化学教程. 北京: 北京大学出版社, 2005.
- [2] 北京大学化学与分子工程学院分析化学教学组. 基础分析化学实验. 第3版. 北京: 北京大学出版社, 2010.

-
- [3] 张素斌, 赵建芬. 大学化学, **2013**, 28 (4), 28.
- [4] 毕淑云, 刘春明, 邢磊. 长春师范大学学报, **2008**, 27 (12), 158.
- [5] 许晶, 徐宝荣. 实验室科学, **2010**, 13 (1), 33.
- [6] 王平, 赵桦萍. 化工时刊, **2016**, 30 (4), 44.
- [7] 林毅, 吴云, 丁琼. 大学化学, **2017**, 32 (3), 15.
- [8] 田曙坚, 廖一平, 焦书明. 大学化学, **2005**, 20 (1), 25.
- [9] 李国宝, 王岩, 耿金灵, 廖一平. 湖南师范大学自然科学学报学术专刊, **2011**, 34 (10), 262.
- [10] 杜曦, 杜军, 周锡兰. 实验科学与技术, **2010**, 8 (4), 79.
- [11] 李雯, 邵爱萍, 丁鸣. 实验室研究与探索, **2013**, 32 (10), 178.
- [12] 王玲, 吴卫平. 实验室科学, **2011**, 14 (1), 23.
- [13] 李志富. 实验室研究与探索, **2008**, 27 (10), 114.
- [14] 宿艳, 肖光, 崔丽钧. 实验室科学, **2012**, 15 (3), 150.
- [15] 孔祥平, 王娟, 吕海涛. 实验技术与管理, **2011**, 28 (7), 164.
- [16] 廖一平, 焦书明. 大学化学, **2005**, 20 (5), 14.
- [17] 廖一平. 大学化学, **2012**, 27 (3), 9.