

仪器分析实验课程教学设计^{*}

——以高效液相色谱分析为例

牛燕燕, 李小宝, 张晓萍, 邹如意, 罗由萍, 孙 伟

(海南师范大学 化学与化工学院, 海南 海口 571158)

[摘要]结合大型分析仪器的特点及仪器分析实验课程的要求,文章以高效液相色谱分析为例,介绍了仪器分析实验课程在理论知识讲解、虚拟仿真预习、仪器认知过程、实验动手操作、结果分析讨论、全面过程考核方面进行的教学改革探索。教学中通过多种教学手段和循序渐进的课程设计,鼓励学生积极探索和发现,以期培养学生分析问题和解决问题的能力,提高学生的实践创新能力和专业水平。

[关键词]仪器分析; 实验课程; 高效液相色谱; 教学设计

Teaching Design of Instrumental Analysis Experiments ——Taking High Performance Liquid Chromatographic Experiment as an Example

Niu Yanyan, Li Xiaobao, Zhang Xiaoping, Zou Ruyi, Luo Youping, Sun Wei

(College of Chemistry and Chemical Engineering, Hainan Normal
University, Haikou, Hainan 571158)

Abstract: Based on the characteristics of large-scale analytical instruments and the requirements of instrumental analysis experimental course, the modern teaching mode of instrumental analysis experiments is discussed by using high performance liquid chromatographic experiment as example, which integrates theoretical explanation, preview and virtual simulation operation, instrument recognition, experimental operation, data analysis, discussion of results and comprehensive process assessment. The students are encouraged to explore and discover actively through a variety of teaching methods and reasonable curriculum design. Moreover, their abilities in analyzing and solving problems and practical innovation ability and professional level are hoped to gradually improved.

Key words: Instrumental analysis; Experimental course; High performance liquid chromatography; Teaching design

[作者简介] 牛燕燕(1986-),女,实验师,硕士;孙伟(1975-),男,教授,博士。

[通信作者] 孙伟, E-mail: sunwei@hainnu.edu.cn。

^{*} 基金项目:海南师范大学教育教学改革研究项目(编号:hsjg2019-21,hsjg2019-10);海口市重点科技项目(编号:2017042)。

随着分析仪器自动化水平的提高,仪器分析进入了快速发展阶段,许多仪器分析方法已被列入国家标准或行业标准,成为通用的方法和手段^[1]。化学是一门实验性学科,化学实验教学包括理论分析、实验方案设计和实验方法验证等环节,大型仪器设备在其中发挥了重要作用。随着高等教育的发展,大型精密仪器逐渐用于教学和科研,极大地推动了教学、科研的发展^[2-3]。但鉴于大型仪器价格昂贵、操作复杂,许多高校仅少量配置,相关专业的学生甚至教师很少有机会独立操作这些仪器^[4],这就导致学生毕业后从事相关工作时,需要花费大量时间去了解这些仪器的构造和原理,熟悉其应用范围,并掌握操作方法、数据分析方法及设备维护知识等。学生创新实践能力的发展也因此受到限制。可见,构建合理的仪器分析实验课程体系对于提高学生的仪器认知水平、拓宽学生的专业视野、培养学生的综合实践能力具有积极的作用^[5-9]。

高效液相色谱(HPLC)分析是一种重要的色谱分析方法,也是重要的分离分析技术,广泛应用于化学、生物、医学、制药、环境等领域。本文以HPLC为例,依据循序渐进的学习过程,将仪器分析实验教学过程划分为六个阶段(见图1),使学生全面、系统地了解HPLC实验过程,提高独立动手操作能力、分析和解决问题的能力,为其将来从事相关工作奠定基础^[10]。

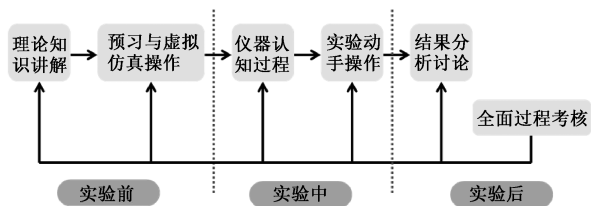


图1 高效液相色谱仪器分析实验教学过程

一、理论知识讲解

不同于常规的化学实验器材和小型仪器,在使用大型分析仪器前,教师必须先向实践机会少、认知水平有限的学生深入讲解该仪器设备的相关理论,如基本结构、分析方法和原理、应用范围等,让学生对仪器有一个全面的认识。实验设计应与相关专业的研究内容相符,教师可从需要解决的问题入手,结合实验指导书对仪器相关理论进行

讲解,以便与实验课内容快速衔接。

以HPLC为例,高效液相色谱仪是目前应用广泛的分离和分析有机化合物的设备之一,是根据待分离组分在两相间的分配系数差异进行分离的。HPLC分析方法条件温和,不破坏样品,适合用来分析高沸点、难汽化挥发、热稳定性差的物质,80%的已知化合物都可以采用该方法进行分离。现代HPLC系统包括输液泵、进样器、色谱柱、检测器、数据记录及处理系统等,还配备了梯度洗脱装置、在线脱气机、自动进样器、柱温控制器等模块,部分制备型仪器还有组分收集装置。教师可以将HPLC与气相色谱相比较,引导学生从仪器结构、分离原理、样品的特点、检测器的检测原理等方面入手,掌握HPLC分析方法及其适用范围。根据化合物的结构特点和化学性质,分析时可以采用体积排阻色谱、离子对色谱、吸附色谱等不同的液相色谱分析方法,并选择合适的检测器(如紫外检测器、荧光检测器、示差折光检测器等)进行检测。学生在实验课前应掌握这些基础知识。

二、虚拟仿真实验预习

实验预习是仪器分析实验课程的必要环节,旨在让学生掌握实验目的、仪器操作方法、实验步骤、注意事项等。预习效果直接影响后期的实验操作过程和实验结果。以往照抄实验教材的预习方式不能使学生深入理解实验内容,而借助虚拟仿真软件进行预习,有助于学生直观地掌握实验操作步骤及数据分析方法,并提前预知实验过程中可能遇到的问题。与传统的实验教学方法相比,虚拟仿真实验具有内容丰富、仿真程度高、受客观条件限制少的特点,且形象生动的虚拟动画与实际操作过程相吻合,有助于学生在反复练习的过程中提高实验操作技能,因此开展虚拟仿真实验是提高学生实验水平和顺利进行实验操作的重要手段^[11]。在理解HPLC基本原理的基础上,结合虚拟仿真软件开展模拟实验,有助于学生熟悉实验步骤与注意事项,从而避免在实验操作时出现失误^[12-13]。

三、仪器认知过程

学生在完成理论学习和实验预习后,就可以

进入仪器室开展实验。授课老师可结合实验内容随机向学生提问,了解他们的掌握程度,进而调控实验课的进度,并讲解实验的重点和难点内容。以 HPLC 为例,老师先强调与实验相关的理论知识,加深学生的印象;再结合设备实物,介绍流动相如何通过高压泵从储液器进入系统,以及样品如何进入流动相并被载入色谱柱进行分离;最后让学生分组进行操作,并完成数据的收集和处理,以巩固所学理论知识。此外,教师也可介绍一些实验技巧和注意事项,如为何选择棕色的储液瓶装水,色谱柱安装时的注意事项,自动进样针如何避免不同样品进样时的污染问题,实验结束后如何冲洗色谱柱,色谱柱长时间不使用时应如何保存,长时间不开机时应如何排除管路内的气泡等。这些实验细节关系到仪器的使用寿命和数据的可靠性、准确性、可重复性等关键问题^[14],教师应提醒学生认真理解并做好笔记。仪器认知过程不仅有助于避免后续实验过程中的一些问题,而且可以为学生今后从事相关工作打下良好的基础。

四、实验动手操作

由于大型仪器价格昂贵且数量有限,因此许多实验操作由老师演示,学生动手实践的机会少且时间短。这就要求教师合理安排学习和操作内容,利用有限的学时和仪器设备,让学生获得最佳的学习效果。如在内标法定量分析甾体化合物(快诺酮和氢化可的松)的实验中,教师将学生分成 8~10 人的小组,并进一步将每个小组分成 A 组和 B 组。A 组同学准备样品(包括标样与待测样)和流动相(如更换流动相、过滤、脱气等),B 组同学在老师的指导下完成开机、管路排气、色谱柱平衡等准备工作。准备就绪后,教师辅导各小组设置实验参数,并讲解各参数对实验结果可能产生的影响。在等待实验结果的过程中,教师可以引导学生思考如何自动进样、如何通过柱压的变化判断仪器运行状况等。实验结束后,教师指导学生读取数据(保留时间、峰面积等),并进行定性和定量分析;然后指导学生更换流动相,冲洗色谱柱,关闭仪器。

五、结果分析与讨论

学生除了要记录实验细节,还要在实验结束

后及时完成实验报告,并根据已掌握的定性和定量分析方法,对实验过程中遇到的问题进行分析,如溶剂峰产生的原因,如何通过调整流动相组成使未完全分离的样品或分离时间过长的样品达到完全分离。在实验报告中,学生要结合实验操作和教师讲解,对实验现象和结果进行讨论(如色谱图的基线为什么不平,为什么不同的流动相组成所产生的色谱峰分离度不同,实验误差产生的可能原因是什么),并就实验操作步骤进行讨论(如流动相为什么要脱气、如何脱气,流动相的组成对保留时间有何影响)。这样不仅可以考查学生对课堂内容的掌握程度和分析与解决问题的能力,而且有利于教师及时调整讲解内容。此外,为了强化化学学科的特点,教师可以让学生根据兴趣参与自己的科研项目,围绕某一台或一类大型仪器,就仪器的结构和理论认知、操作方法和操作技巧、实际应用案例、学习心得等撰写课程论文,并以此作为课程考核的依据之一。

六、全面过程考核

多元化的考核方式不仅能检验学生在各阶段的学习效果,考查学生的综合实践能力,而且有利于激发学生的兴趣,调动学生学习的主动性和积极性^[15]。相较于传统的单一考试形式及以标准答案评价实验报告的模式,全面过程评价不仅涵盖理论知识点的考核,而且注重整个实验过程(包括实验预习、实验操作、结果分析与问题讨论等)的考核,能全面、客观地反映学生的实验操作水平及分析与解决问题的能力。结合 HPLC 实验教学的特点,教师应针对理论知识学习、课前预习、实验操作、结果讨论、问题分析等环节,设计不同的课程考核方式(见表 1),促使学生重视整个实验过程,并客观反映学生的学习效果。

七、结语

不同于化学理论课程,仪器分析实验课程受到学时和仪器台套数的限制,因此教学中应该简化复杂的理论推导过程,突出先进仪器设备的应用方法和使用技巧讲解。与传统的化学基础实验课程相比,仪器分析实验课程在实验安排与实验操作方面存在很大的差别。因此,教师要强化实

表 1 考核方式结构及比重

考核项目	比重	考核内容
理论知识笔试	20%	采用笔试的方式(开卷或闭卷),以理论知识为主,主要考查学生对知识点的掌握情况、理论计算与逻辑思维能力
实验预习与虚拟仿真课程	20%	主要评价预习实验报告、虚拟仿真实验的完成情况
实验操作	20%	考查学生的操作表现及态度
结果分析	20%	对实验结果的分析讨论
实验报告	10%	评价学生对实验过程的理解及分析问题、解决问题的能力
问题讨论	10%	对实验中存在的问题进行总结讨论,分享学习心得

验前的理论知识学习,并结合相关仪器的使用视频和虚拟仿真实验等手段,调动学生的学习兴趣 and 积极性;同时要设计合理的实验内容,设定实验目标,鼓励学生积极探索,发现问题、分析问题并最终解决问题,从而提高学生的专业水平和实践创新能力。教师在授课过程中,应不断加强实验课程设计,构建适合教学目标与要求的实验体系,同时改进实验课程考核方式,以充分调动学生学习的自主性和积极性。 (文字编辑:孙昌立)

参考文献:

[1] 李新霞,常军民,孟磊,等.分析测试中心开设“现代仪器分析技能培训”选修课的思路和实践效果[J].新疆医科大学学报,2009,32(11):1634-1635.

[2] 王献玲,靳明,曹丽丽,等.化学实验中心大型仪器开放共享模式研究与探索[J].实验技术与管理,2018,35(8):276-279.

[3] 李亮亮,吴正超,臧健,等.高等农业院校仪器分析实验课教学模式探索[J].教育教学论坛,2017(7):270-271.

[4] 崔素霞,王慧,盛仙永.生命科学大型仪器分析课程设计的实践与思考[J].实验技术与管理,2008,25(11):140-143.

[5] 张园,梁广,王学宝,等.以就业为导向的大型仪器设备实验教学及培训新模式的探索与实践[J].中国现代教育装备,2018(9):9-11.

[6] 王月荣,胡坪,王燕.仪器分析类综合化学实验教学探索[J].化工高等教育,2017(6):49-51.

[7] 吴建国,杨正宏.利用大型分析测试仪器开展本科学生实验教学[J].实验室研究与探索,2007,26(11):130-132.

[8] 靳明,王献玲,韦丽红,等.基于本科生物科研创新能力的探究型实验设计与实践[J].实验技术与管理,2019,36(1):213-216.

[9] 王合英,孙文博,陈宜保,等.自主探究实验对学生综合素质和创新能力的培养[J].实验技术与管理,2018,35(12):24-28.

[10] 杨明非,贾丽娜.高效液相色谱实验教学模式思考[J].化工高等教育,2012,29(5):68-70.

[11] 焦龙,张群正.运用虚拟实验室技术提高分析化学课程教学质量的探索[J].陕西教育学院学报,2011,27(3):104-107.

[12] 谢一凡,刘慧中,杨若林,等.高效液相色谱法在仪器分析实验教学中的应用[J].化学教育,2017,38(2):52-54.

[13] 刘洋,栾娜,荣瑞芬,等.大型仪器仿真软件在《仪器分析》理论课中的应用初探[J].教育教学论坛,2019(2):168-169.

[14] 赵明,王安冬,祝永卫,等.色谱实验室中高效液相色谱柱的管理[J].实验技术与管理,2018,35(12):267-269.

[15] 李梦硕,何君,徐文华.对应用型本科院校仪器分析课程考核方式的几点思考[J].开封教育学院学报,2016,36(7):142-143.