(cc) BY

Чекмарева Лариса Ивановна
канд. хим. наук, доцент
Яргаева Валентина Александровна
канд. хим. наук, доцент
ФГБОУ ВО «Тихоокеанский государственный университет»
г. Хабаровск, Хабаровский край

ПРАКТИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ МЕТРОЛОГИИ В ЛАБОРАТОРНОМ ПРАКТИКУМЕ ПО ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИМ МЕТОДАМ АНАЛИЗА

Аннотация*: статья посвящена практической реализации обучения метрологическим основам измерения объёмов в курсе «Физико-химические методы анализа» в соответствии с международной концепцией «хорошей лабораторной практики».*

Ключевые слова*: обучение в вузе, хорошая лабораторная практика, метрология, практика измерений.*

Задачей аналитической химии является определение качественного и количественного состава объектов окружающей нас среды. Чтобы обеспечить адекватность результатов анализа, была разработана концепция «хорошей лабораторной практики» (англ. – good laboratory practice – GLP). В широком смысле слова GLP включает в себя вопросы общей организации работы лаборатории, управления персоналом, возможностей лаборатории, выполняемых операций, поверки методик, обеспечения качества работы и ведения документации. Цель всех этих мероприятий – удостоверить, что каждый этап исследования выполняется правильно. Нормы GLP разработаны Организацией по экономическому сотрудничеству и развитию (ОЭСР, OECD) и Международной организацией по стандартизации (ISO). Нормы GLP содержат блок стандартных рабочих процедур и блок обеспечения качества. Рабочие процедуры – это подробное описание всех видов деятельности, выполняемых в лаборатории. Блок обеспечения качества призван гарантировать внедрение мер обеспечения качества лабораторных исследований, что проверяется в ходе аудитов лабораторий. Оценкой квалификации

Content is licensed under the Creative Commons Attribution 4.0 license (CC-BY 4.0)

лаборатории является её аккредитация, в состав мероприятий которой входит проведение квалификационных испытаний персонала [3, 4]. Сотрудники лаборатории должны не только чётко следовать инструкциям стандартных рабочих процедур, но и выполнять их на должном профессиональном уровне.

Важное место среди рабочих процедур занимают различного рода измерения, в том числе отмеривание объёмов жидкостей. Для освоения правильных навыков работы с мерной посудой необходимо чётко понимать, почему используется именно эта техника измерения и эта посуда, к чему приведёт несоблюдение правил данной рабочей процедуры.

При изучении курса «Физико-химические методы анализа» (ФХМА) в вузах вопросы метрологии, как правило, рассматриваются в аспектах классификации источников погрешностей и методов математической статистики для учёта случайных погрешностей [1–5]. Выявление общей погрешности анализа осуществляется путем сравнения полученного результата со стандартным образцом, имеющимся у преподавателя. Техника выполнения аналитических операций обычно демонстрируется в процессе выполнения лабораторных работ как чисто технический приём и не всегда связывается с метрологией анализа. Поэтому студенты, зачастую весьма произвольно, изменяют технику отмеривания объёмов и не понимают, что это может явиться причиной неверных результатов анализа.

Изначально авторами была разработана и поставлена лабораторная работа по технике измерения объёмов жидкостей и влияния различных факторов на правильность результатов для школьников 8–11 классов в рамках проекта «Воскресная школа химических знаний» [6]. Целью работы было ознакомление школьников с видами и назначением мерной посуды, методами её очистки от загрязнений, правилами и техникой измерений, а также с видами и источниками погрешностей измерений. В работе было предусмотрено построение и исследование графических зависимостей погрешностей от температуры, диаметра сосуда в области риски для отмеривания, цены деления, числа проведённых процедур и др.

Следует отметить, что школьники с энтузиазмом выполняли эту работу, учились правильно строить графики и удивлялись, почему ранее не обращали

Содержимое доступно по лицензии Creative Commons Attribution 4.0 license (CC-BY 4.0)

внимания на столь очевидные источники погрешностей. Эта работа заставила школьников по-новому взглянуть на процессы измерения, понять, что технические приёмы имеют под собой теоретическую основу и произвольное их изменение влечет за собой ошибку анализа. Очевидно, то, что проделано собственными руками, запоминается лучше, чем обычная демонстрация преподавателем или просто озвученная информация. Принцип тот же, что и в любом мастерстве: увидеть, как работает мастер, не означает, что и ты так сумеешь, только посмотрев, как это делается. Вторичное апробирование работы с прописью методики, моделирующей описание рабочих процедур, состоялось со школьниками в 2016 г в. Краевом центре образования (КЦО) г. Хабаровска в рамках проекта летней олимпиадной профильной смены по химии.

В наш информационный век прослеживается доминантное стремление к высоким и престижным технологиям. Однако, несмотря на использование высокоточных приборов, существует человеческий фактор. Сотрудники проводят подготовку проб к анализу, готовят растворы, стандартные образцы, выбирают методы и разрабатывают стандартные рабочие процедуры (прописи, инструкции). Все это требует не только теоретических знаний, но и практических умений. Поэтому столь важно привить студентам – будущим специалистам не только правильные практические навыки работы с мерной посудой, но и сформировать понимание необходимости соблюдения стандартных рабочих процедур. В 2017 году рассматриваемая работа была включена в вузовский лабораторный практикум по ФХМА для студентов специальности «Охрана окружающей среды и рациональное использование природных ресурсов». Для оформления отчёта по лабораторной работе была подготовлена печатная основа с необходимыми для заполнения таблицами, включающими расчёт погрешностей каждого измерения и построение графических зависимостей погрешностей от исследуемых факторов.

Обычно работа выполняется на первом занятии и является многоцелевой, т. к. включает знакомство с лабораторной мерной посудой, её назначением, типами измерений; практическое обучение технике измерений при различных

Content is licensed under the Creative Commons Attribution 4.0 license (CC-BY 4.0)

ситуациях; знакомство с типичными ошибками измерений, анализом видов погрешностей и факторов, на них влияющих. С целью систематизации, поддержания и закрепления представлений о рабочих процедурах, используемых в процессе выполнения работы, в печатную основу отчёта были введены для заполнения специальные таблицы, требующие от студента оценивания допускаемых погрешностей в каждом измерении (например, табл.).

Таблица

Мерная посуда, её назначение и метрологические характеристики

Наименование, ёмкость, см^3	Тип использования	Погрешность измерения, см^3	Рабочая процедура	Кол-во операций	Относительная погрешность
Мерная колба. 100	На вливание	$\pm 0{,}1$	Получение точного объёма	1	$\frac{0{,}1}{100} \times 100 = 0{,}1\%$
Пипетка град. 5	На выливание	$\pm 0{,}1$	Отбор аликвоты	2	$\frac{0{,}1}{5} \times 2 \times 100 = 0{,}4\%$

Полученные при каждом измерении погрешности после их статистической обработки позволяют оценить долю систематических погрешностей измерений в общей погрешности анализа и, тем самым, оценить вклад случайных ошибок, зависящих от исследователя, т. е. степень аккуратности студента при выполнении работы и овладение им практическими навыками рабочих процедур. Построение графических зависимостей погрешностей от изменяющихся метрологических характеристик учит наиболее оптимальному подбору масштаба графических осей, т. к. это оказывает влияние на погрешность анализа при графических способах нахождения концентраций, в итоге у обучаемых развивается системное мышление. Авторы полагают, что данной работой закладывается научный фундамент культуры измерений в лабораторной практике, что, несомненно, полезно при изучении метрологии в любой дисциплине и в будущей профессиональной деятельности выпускников вузов.

Список литературы

1. Васильев В.П. Аналитическая химия: Учебник: В 2-х кн. Кн. 2. Физико-химические методы анализа / В.П. Васильев. – М.: Дрофа, 2007. – 383 с.

Содержимое доступно по лицензии Creative Commons Attribution 4.0 license (CC-BY 4.0)

2. Васильев В.П. Аналитическая химия: сборник вопросов, упражнений и задач: Учебное пособие / В.П. Васильев, Л.А. Кочергина, Т.Д. Орлова; ред. В.П. Васильев. – М.: Дрофа, 2003. – 320 с.

3. Глубоков Ю.М. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа: Учебник: В 2-х т. Т. 1 / Ю.М Глубоков; ред. А.А. Ищенко. – М.: Academia, 2012. – 352 с.

4. Кристиан Г. Аналитическая химия: Учебник: В 2-х т. Т. 2 / Г. Кристиан. – М.: Бином. Лаборатория знаний, 2009. – 504 с.

5. Рыбальченко И.В. Аналитическая химия и физико-химические методы анализа: курс лекций: Учебное пособие / И.В Рыбальченко – М.: МГОУ, 2012. – 82 с.

6. Чекмарева Л.И. Воскресная школа химических знаний ТОГУ – научно-образовательный социально-значимый проект / Л.И. Чекмарева, Т.Б. Панасюк, В.А. Яргаева [и др.] // Проблемы высшего образования: Материалы междунар. науч.-метод. конф., Хабаровск, 10–12 апреля 2013 год. / Под ред. Т.В. Гомза. – Хабаровск: Тихоокеан. гос. ун-т, 2013. – С. 219–223.

Content is licensed under the Creative Commons Attribution 4.0 license (CC-BY 4.0)