

第13届全国大学生化学实验竞赛总决赛无机及分析化学实验试题解析

印志磊*, 宋新宇, 孙绚, 金钊, 张瑾, 马学美, 葛斌, 宋其圣*

山东大学化学与化工学院, 济南 250100

摘要: 介绍了第13届全国大学生化学实验竞赛总决赛无机及分析化学实验操作试题的命题思路, 对实验操作中存在的主要问题及成绩情况进行了分析。

关键词: 化学实验竞赛; 无机及分析化学实验; 试题解析; 赛况分析

中图分类号: G64; O6

Analysis of Inorganic and Analytical Chemistry Experiment in the 13th National Undergraduate Chemistry Experiment Competition Finals

Zhilei Yin*, Xinyu Song, Xuan Sun, Zhao Jin, Jin Zhang, Xuemei Ma, Bin Ge, Qisheng Song*

School of Chemistry and Chemical Engineering, Shandong University, Jinan 250100, China.

Abstract: This paper presents the conceptual framework behind the design of inorganic and analytical chemistry experiment questions for the 13th National Undergraduate Chemistry Experiment Competition Finals. It also provides an analysis of the primary issues encountered during the experimental procedures and evaluates the performance outcomes.

Key Words: Chemistry experiment competition; Inorganic and analytical chemistry experiment; Exam question analysis; Competition analysis

由教育部高等学校化学教育研究中心与教育部国家级(化学)实验教学示范中心联席会共同主办, 山东大学承办的“第13届全国大学生化学实验竞赛总决赛”于2024年8月15–18日在山东济南举行。来自全国128所高校的173位学生和300余位教师汇聚泉城, 进行比赛交流和研讨学习。比赛分为实验理论考试和实验操作考试, 实验操作考试又分成无机及分析化学实验和有机化学实验两类, 本文深入剖析无机及分析化学实验试题的特点和命题思路, 对竞赛过程学生在实验操作中出现的主要问题进行了细致分析。期望能为推动化学实验教学模式、教学内容、教学方法的改革提供有价值的参考, 探索培养创新型化学人才的新思路、新途径与新方法, 进而为提高我国高校本科化学实验教学总体水平、助力大学化学实验教学的改革发挥积极作用(无机及分析化学实验试卷及评分细则详见补充材料)。

收稿: 2024-12-30; 录用: 2025-02-18; 网络发表: 2025-06-17

*通讯作者, Emails: cherryyin@sdu.edu.cn (印志磊); sqs@sdu.edu.cn (宋其圣)

基金资助: 山东省教改重点项目(Z2021136); 山东大学教改重点项目(2023Z07)

1 命题意图

化学学科具有以实验为基础、理论与实验并重的突出特点,培养学生开展科学研究的思路、方法和能力显得尤为重要。本届决赛无机及分析化学实验考试题目是“碳酸合铜酸钠的制备及含量测定”。该实验综合性较强,包括三步合成和一个定量分析环节。三步合成包括:五水合硫酸铜的制备及重结晶提纯;碱式碳酸铜的制备及分离提纯;三水合碳酸合铜酸钠的制备及分离提纯。一个定量分析——微型碘量法测定铜的含量。整个实验涵盖了无机及定量分析的绝大多数基本操作。

无机及分析化学实验考试聚焦基础,命题重点体现在以下方面:其一,注重考查并强调实验基本操作的规范性,要求学生理解规范操作背后蕴含的化学原理,且能够在实验过程中正确灵活地运用化学原理分析、解决问题;其二,考查学生进行统筹规划、合理安排,提高实验效率的能力;其三,考查学生根据可视化指标初步判断实验结果优劣、开展后续实验的能力。考试力图涵盖无机及分析化学中大多数基本操作,实验结果能够直观体现实验操作的规范性。该考试充分体现了从实验设计—实验操作—实验现象和数据—综合分析—得出结论的完整科研流程。既要求学生有扎实规范的实验基本操作技能,又能够反映学生的科学素养和综合处理问题的能力,符合原全国大学生化学实验邀请赛的竞赛宗旨^[1],旨在培养学生的科学思维,切实提高学生解决实际问题的综合能力^[2,3]。

2 试题分析

无机及分析化学实验考试涉及的基本操作涵盖试剂取用、溶液配制及标定,以及无机物常规合成及分离提纯,诸如加热蒸发、浓缩结晶、过滤、洗涤、重结晶等。尤其注重碘量瓶、吸量管、滴定管、分析天平等的使用。在无机物滴定分析环节,采用常见的碘量法,且为微型实验。试题中仅提供简要实验步骤,这就要求学生在自身储备的基本化学原理和知识,根据可视化指标如颜色变化、产品外观、产量等研判是否能够开展后续实验,或者针对失误进行及时有效补救。特别需要在有限的时间内合理规划实验流程,规范记录实验数据,并对实验现象和结果进行合理分析。实验结果,即各分段产品的外观、颜色、产量及纯度基本反映了学生的化学实验能力和科学素养。

首先,看似简单的实验基本操作,其背后实则蕴含着重要的化学原理。产品1五水合硫酸铜的制备与重结晶中,析出的五水合硫酸铜粗品应先转移至布氏漏斗,产品铺平后进行抽滤。如此,既便于抽干形成滤饼,又能保证粗品得到充分洗涤,有利于提高重结晶后精品五水合硫酸铜的产量。在产品转移环节,为减少产品转移中的损失,可用滤液(即硫酸铜饱和溶液)润洗结晶容器,而不能用水润洗(硫酸铜在水中溶解度较大)。在重结晶时,利用硫酸铜溶解度随温度变化显著的特点,将粗品置于一定量的水中形成热饱和溶液,以此有效除去可溶性硝酸铜等杂质。尤其要注意的是,重结晶时微热令粗产品溶解即可。若加热过度,可溶性杂质会与产品1(硫酸铜精品)共同析出,影响产品纯度。

其次,产品2(碱式碳酸铜)的制备关键在pH=8的调控。在控制温度适中的同时,须防止碳酸钠过快加入,以免造成局部过浓,使Cu²⁺迅速水解为棕黑色的CuO。这需要学生熟悉铜化合物的性质及相互转化的条件,故题目中特意给出“蓝绿色沉淀”的提示信息。然而,相当一部分同学得到的是黑色(棕色)的氧化铜,导致此步实验失败。部分同学未能留意实验步骤中的关于产品2的颜色提示及时纠错,进而导致最终产品并非目标产物,实验失败。而注意到该提示的同学能及时重新制备产品2,而最终成功获得目标产物,顺利完成后续实验。这一过程,充分考查了学生在面对异常情况时能否进行灵活有效应对的能力。

第三,在最终目标产物碳酸合铜酸钠制备过程中^[4],部分同学对“将产品2少量多次加入溶液C”这一操作要点的理解不足,过快加入使配合反应进行不完全,导致碳酸合铜酸钠中Cu含量偏高,在用微型碘量法进行定量分析时,消耗的标准液浓度大幅超过合理滴定范围,甚至导致滴定分析失败。

第四,碘量法是定量分析中的常用方法,在本实验中采用的是间接碘量法,并将其设计成微型实验。这一优化设计在节省试剂用量和实验时长的同时,也对滴定操作提出了更高的要求。其原理为:将产品溶解转化成Cu²⁺,在弱酸性介质中,Cu²⁺与过量的KI发生反应,生成CuI沉淀,同时析出

I₂。随后，析出的I₂以淀粉为指示剂，用Na₂S₂O₃标准溶液滴定。此过程用到的试剂种类多，不仅需要学生理解测定反应原理，并且对指示剂的加入时机，尤其是KSCN的作用有清晰认知。在最后的问题作答环节，对这些知识点进行了考查。

最后，由于不同反应条件下制备的碳酸合铜酸钠的组成会有差异，仅通过产品外观及铜含量的测定，不足以确认其是否为最终目标产物。因此，需借助差热重分析所提供的数据进一步开展验证，从而分析得出最终目标产物合理的化学式。这一过程充分体现了“实验设计-实验操作-实验现象和数据-综合分析-得出结论”的完整科研流程。

3 成绩分析

无机及分析化学实验考试规定学生需在8小时内(含午餐时间)完成全部实验内容。在参赛的87位同学中有53位同学(占比60%)在规定时间内完成实验，8位同学(占比9%)超时30分钟完成实验。

本次试题总分设置为100分，其中实验结果占70分，实验操作占20分，实验报告(含问题回答)占10分。实验结果的好坏基本能体现基本操作的规范性、实验安排的合理性、数据处理的科学性，所以占比最大。整个实验环节、评分细则的制订、评分及成绩确定均在总决赛督导组监督下完成，彰显了公平和公正的原则。

图1为无机及分析化学实验考试总成绩的分布情况，表1列出构成实验成绩各部分的均分、最高和最低分。

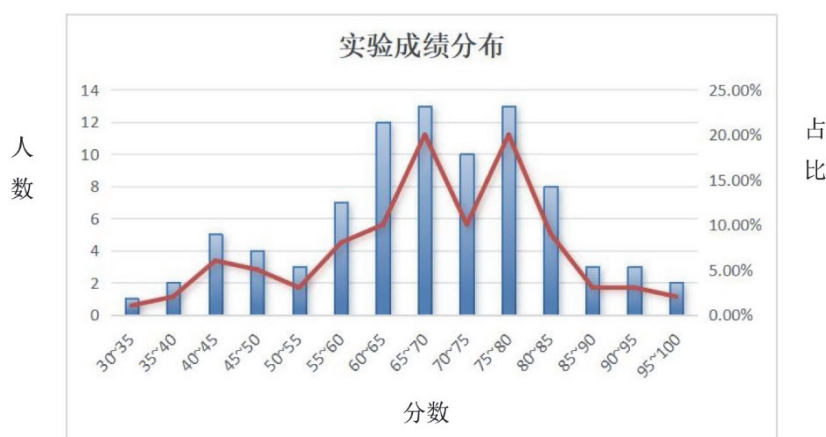


图1 无机及分析化学实验总成绩分布

表1 无机及分析化学实验考试各部分的最得分、最低分及平均分

得分情况	成绩组成				总分
	产品制备	含量测定	实验操作	实验报告	
满分	35	35	20	10	100
平均分	28.40	18.87	16.08	5.99	67.46
最高分	35	35	20	10	96
最低分	3.4	6	6	1	33

无机及分析化学实验考试各部分成绩的得分情况详见图2。

在具体评分方面，本次无机及分析化学实验考试包含3步连续合成，前一步合成的产物为后续合成的反应原料。若产品1五水合硫酸铜不足将直接影响后续合成，故产品1产量低于1.3 g将会被扣分。

产品2碱式碳酸铜的制备过程中,常因pH调控过高或碳酸钠溶液局部过浓引起铜离子强烈水解而失败,造成最终产物非目标产物“碳酸合铜酸钠”,这从产品3的产量及铜含量测定结果可直接体现。因此制备部分仅根据产品1和产品3的产量确定给分,由于产品2可在短时间内重新制得,故索要产品1用以重制产品2将会被扣掉10分。此外,终产物产量过多或过少也会被扣分。整体上70%以上的学生可以顺利完成3步合成,得到25–35分。

在定量分析部分,采用间接碘量法测定产品3中铜的含量,该部分包含硫代硫酸钠溶液浓度的标定和铜含量的测定两部分。在硫代硫酸钠溶液浓度测定环节,主要考查学生对容量瓶、吸量管、滴定管等的规范使用。微型滴定管的读数以及对滴定数据的精密度要求给学生带来了一定挑战。整体完成情况尚可,70%以上的学生得分在15以上。但仍有近10%的学生因不理解碘量法的测定原理和出现严重错误操作,导致失分较多。另外,产品2制备不佳导致产物纯度差,使学生在铜含量的测定中迅速拉开分差,得30分以上仅8人,占比9%。

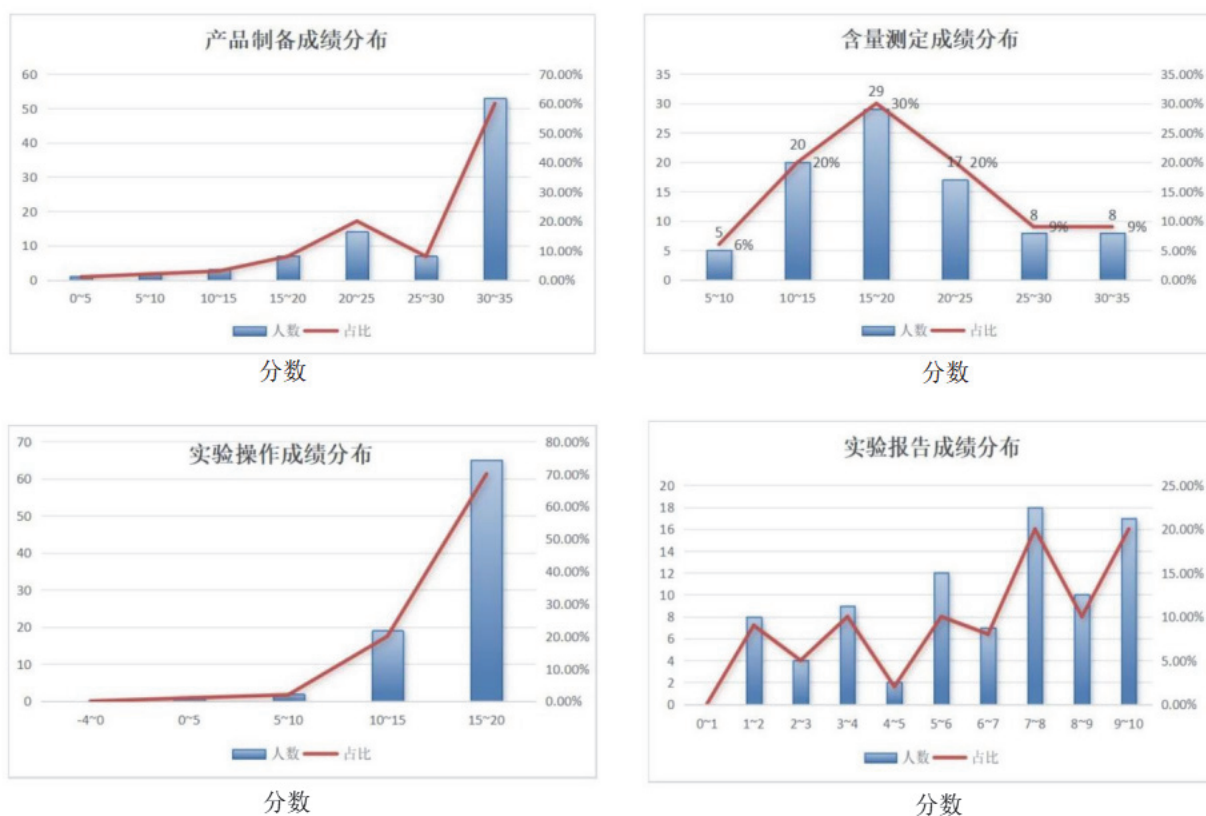


图2 无机及分析化学实验试题各组成部分成绩分布图

实验操作部分,核心考查点聚焦于学生对于药品称量(差减法)、减压过滤、溶液配制、移液、滴定等的规范程度。由于该实验定量分析部分的终点为突变,比较容易把控,故大部分学生的操作都较为规范。仍有部分同学出现较多典型的错误操作,突出表现在碘量瓶使用时不加水封,差减法称量用手拿取称量瓶,在台秤称取重铬酸钾配制标准液,滴定前未用滴定液润洗滴定管、装液后不排气泡,用量筒量取待测液等。这些操作错误也会导致实验结果不佳。此外,任何因操作不规范乃至错误而引发的安全问题、三废的处理、实验室安全及卫生、仪器破损、药品洒出、超时等,在成绩评定时都将予以相应扣分处理。

实验报告部分总计10分,其涵盖正确写出碘量法测定铜含量的反应原理、规范进行实验数据处

理并得出结果以及准确回答相关问题。这部分旨在全面考查学生对基本化学原理的掌握情况、数据记录及处理的规范性和对实验数据合理分析的能力。从得分情况看, 80%的学生得分在6分以上。然而, 仍有部分同学暴露出不理解碘量法的测定原理, 因方程式书写错误, 导致后续在求算硫代硫酸钠浓度和铜的百分时, 产生一系列连锁错误。

4 竞赛中发现的问题

本次竞赛中的无机及分析化学实验考试综合性强、基本操作涵盖广, 较为客观地反映出学生的基本实验技能与综合实践能力。而得分较低的学生普遍存在以下共性问题: 对实验原理理解不够透彻, 在实验过程中缺乏主动思考, 理论知识基础不扎实, 难以做到学以致用; 实验基本操作规范性缺失, 这一问题在定量分析环节中尤为突出。针对这些问题, 我们在今后的实验教学中应着重强化几个关键方面: 务必让学生认识每一项规范操作背后蕴含的化学原理, 操作上务必严格把关要求; 积极引导学生在实验中注重效率、统筹规划实验步骤与时间安排。此外, 相当多同学在制备碱式碳酸铜时出现失误, 表明在教学中理论与实践的结合力度仍需加强。建议进一步加强化学实验教学体系、教学方法、教学内容、学习成效评价等环节的全面改革与研究, 帮助学生更好地掌握规范的实验技能, 培养其解决实际问题的能力和严谨的科学思维, 以适应未来科研与实践工作的需求。

补充材料: 可通过链接 <https://www.dhx.pku.edu.cn> 免费下载。

参 考 文 献

- [1] 段连运. 大学化学, **2002**, 17 (5), 64.
- [2] 赵斌, 章文伟, 张剑荣. 大学化学, **2016**, 31 (11), 111.
- [3] 黄利华, 李恺, 余旻, 卢有彩, 武杰, 何占航. 大学化学, **2022**, 37 (2), 2109117.
- [4] Mukhopadhyay, U.; Bernal, I. *J. Coord. Chem.* **2004**, 57 (5), 353.