

第 11 届全国大学生化学实验邀请赛物理化学操作考试试题的评析与思考

祝淑颖, 李奕*, 吴舒婷, 孙燕琼, 魏巧华, 袁耀锋, 汤倣*

福州大学化学学院, 福州 350116

摘要: 介绍了第11届全国大学生化学实验邀请赛物理化学实验的命题思路、实验试题的背景及考试情况, 并对竞赛中所反映的当前实验教学中存在的问题进行了总结分析。

关键词: 大学生实验竞赛; 物理化学实验; 教学改革

中图分类号: G64; O6

Analysis of Physical Chemistry Experiment for the 11th National Undergraduate Chemistry Laboratory Tournament

ZHU Shuying, LI Yi *, WU Shuting, SUN Yanqiong, WEI Qiaohua, YUAN Yaofeng, TANG Jing *

College of Chemistry, Fuzhou University, Fuzhou 350116, P. R. China.

Abstract: The experimental test, research background and design ideals of physical chemistry experiment for the 11th National Undergraduate Chemistry Laboratory Tournament were introduced. The problems found in current laboratory teaching which are reflected in the tournament were also analyzed.

Key Words: Undergraduate chemistry laboratory tournament; Physical chemistry experiment; Teaching reform

化学是一门实践性和综合性很强的学科, 其中化学实验教学是化学教育的重要组成部分, 它不仅可以传授和巩固课本知识, 还是技能训练、素质训练以及培养学生创新意识和创新能力的重要阵地。为此, 由教育部高等学校化学教育研究中心组织牵头, 于 1998 年在南开大学举办了首届全国化学实验邀请赛。至今, 全国大学生化学实验邀请赛已成功举办了 11 届。福州大学化学学院于 2018 年 7 月 6 日到 10 日承办了“第 11 届全国大学生化学实验邀请赛暨化学实验教学研讨会”。此次赛事邀请了 43 所高校的 129 名化学类本科生和 200 多名化学实验教学教师参加。邀请赛秉承“重参与、淡名次”精神, 旨在检验我国高等学校化学实验教学改革成果, 促进化学实验教学模式、内容和方法的改革, 探索培养创新型化学人才的新思路、新途径和新方法, 推动化学实验教学改革进一步深入。本文将通过对本次邀请赛的物理化学实验竞赛试题特点、竞赛结果及竞赛过程中发现的问题进行分析与探讨, 以期能进一步加强各高校间的交流与合作, 同时对科学地教育与培养化学创新性“一流”人才起到一定的作用。

1 命题思路(试题下载网址: <http://chemlab.fzu.edu.cn/>)

本次竞赛中的物理化学实验试题是从当今能源与环境的主题出发, 立足于当前物理化学学科的

收稿: 2018-10-23; 录用: 2018-11-04; 网络发表: 2018-11-14

*通讯作者, Email: jingtang@fzu.edu.cn; liy99@fzu.edu.cn

基金资助: 福州大学高等教育教学改革工程项目(50010852); 福州大学化学一流本科教学重点核心课程建设; 2018 年福建省本科高校重大教育教学改革研究项目(FBJG20180053)

前沿研究热点,紧密结合福州大学在物理化学学科中的研究特色,将物理化学实验操作试题确定为“g-C₃N₄光致催化降解罗丹明B的动力学研究”。命题秉承竞赛的指导思想和内容要求,注重考查学生掌握实验基本知识、基本原理、基本技能的情况,以及运用这些知识和技能规范完成实验操作的能力。

邀请赛第一部分要求考生独立设计实验方案,即要求学生根据已知的基础知识和未知的文字信息,逻辑推理出完整的实验过程,旨在考查学生是否能利用现有基础知识,解决实际问题,真正做到“知识迁移”。体现了“化学是一门实践性很强的学科,理论与实验相辅相成”,没有扎实的理论知识,只能“照方抓药”,综合分析解决问题能力的提高只能成为一种奢求。

实验操作部分注重考查学生的基本实验操作技能。虽然光致催化反应涉及到光致化学、催化、材料、环境等多学科知识,对大部分本科生而言这是一个全新的综合反应,但是其中涉及的操作较为简单,主要围绕着溶液的配制和与浓度相关的物理量的测量。同时,注重考查学生“手脑并用”的能力。实验操作部分仅提供简单操作步骤,没有细节,学生要根据所学知识,明晰装置搭建、关键实验步骤及操作顺序,真正理解“实验原理、实验仪器、实验操作”三者间的关系。

得到实验结果后,主要考查学生“归纳总结”的能力。学生对实验测试得到的一系列数据进行科学处理与分析,数据分析过程要做到有据可依,进而得出科学合理的结论。

试题中通过适当设置区分度,如设计实验方案、操作题中有些步骤没有明确给出,另外提高思考题的“深度”与“层次”,以使参赛选手间存在区分度。

2 实验相关的科学研究背景

实验中选用的罗丹明B是一种典型的三苯甲烷类染料,此类染料广泛应用于纺织印染、食品、医药、造纸、化妆品及制革等行业,是仅次于偶氮染料和蒽醌染料的第三类染料。其基本分子结构是三个苯环连接在同一个碳原子上,这种化学结构很稳定,难降解,会随着生产、运输、使用等各个环节进入到环境中。这类染料都具有一定的致癌作用,因此对环境危害巨大。罗丹明B的相对分子质量为479.0,由于罗丹明B颜色鲜艳(鲜桃红色),且在溶液中有强烈的荧光,可用于细胞荧光染色、有色玻璃、特色烟花爆竹等行业。以罗丹明B为目标物进行降解研究,能够给三苯甲烷类染料废水处理领域提供重要的参考价值。

石墨相氮化碳(g-C₃N₄)作为一种非金属半导体被引入到催化产氢、产氧,及降解有机污染物等光致催化领域。传统光催化剂TiO₂带隙为3.2 eV,仅能吸收利用波长小于380 nm的紫外光,而g-C₃N₄则能够响应可见光,因此引起人们的广泛关注。此外,g-C₃N₄廉价稳定,具备化学组成和能带结构易调控等特点,将其作为可见光催化剂是值得深入探索的研究方向之一。

本实验以罗丹明B为目标物,采用g-C₃N₄作为催化剂,进行光致催化降解研究,测定该反应的反应级数和速率常数,实验装置如图1所示。



图1 光致催化降解实验装置图

3 考试情况

物理化学实验竞赛时间为 7 h, 总分 100 分, 由四部分组成, 分别为实验设计(15 分)、实验操作(26 分)、思考题(15 分)和实验报告(44 分)。另外还设置了扣分项, 直接从实验总分中扣除。本次邀请赛中参加物理化学实验操作比赛的选手共 41 位。

物理化学实验的得分分布情况如图 2 所示, 分值分布相对集中, 且呈正态分布。对于本次物理化学实验竞赛内容, 虽然考生学习过化学动力学的相关理论知识, 但对于本科生而言, 研究一个前沿且涉及多学科内容的催化反应, 无疑对考生的各方面能力提出了更高的要求。尽管如此, 考生的得分还是比较理想的, 其中 60 分以上的考生占了 65.9%, 平均分为 64.8, 这表明了大部分学校考生能够基本理解和掌握物理化学理论知识和实验技能, 通过“多动脑, 多思考”来理解理论知识和实验原理。实验成绩的最高得分是 85, 最低是 40, 这也一定程度上反映了不同院校学生的差距, 很有必要通过化学实验竞赛促进各层次院校之间的教学交流, 推动实验教学进一步改进, 继续提高教学质量。

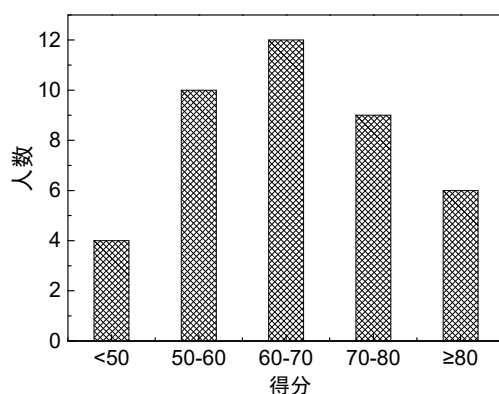


图 2 物理化学实验试题总分分布图(共 100 分)

物理化学实验试题各部分得分分布情况如表 1 所示。在总分为 15 分的实验设计部分, 得分在 9 分以下的占了 61.0%, 最高得分是 12 分, 最低仅 1 分, 平均分为 7.4 分。本次物理化学实验竞赛内容属于多相催化反应。假定该反应物分子在催化剂表面吸附满足 Langmuir 吸附条件, 要求考生简要

表 1 物理化学实验试题各部分得分分布情况(共 100 分)

考查分类	得分	人数	所占比例/%
实验设计(15 分)	≥12	4	9.8
	9-12	12	29.3
	<9	25	61.0
实验操作(26 分)	≥21	25	61.0
	21-16	15	36.6
	<16	1	2.4
思考题(15 分)	9-12	12	29.3
	<9	29	70.7
实验报告(44 分)	≥36	11	26.8
	27-36	21	51.2
	<27	9	22.0

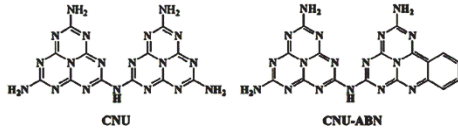
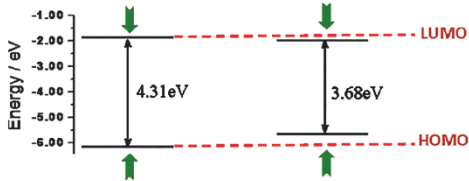
设计出测定该反应级数与速率常数的实验方案,并写出主要步骤。考生需要考虑到光源的选择、实验应在恒温下进行、实验过程中应持续搅拌、催化剂与反应物的吸附脱附平衡、物理量与浓度之间的函数关系,以及光反应的避光或利用对照实验考查自然光的影响等。然而考生在该部分失分比较严重,主要因为审题不完整,只做了简单的实验设计方案或实验步骤,或对实验原理和实验步骤理解不透彻,相关理论知识不扎实,且平时没有得到相应的训练,当遇到这样一个综合的催化反应时,难以给出较完整的实验步骤。值得注意的是,有4位学生能够从这些未知的文字信息中提炼出有效的信息,做到“知识迁移”,从而取得12分的高分。这反映出这4位学生所在的高校在平时实验教学中注重培养运用所学知识独立设计实验的能力及综合运用各科知识的能力,并在这些方面取得了显著的成效。

在实验操作部分,得分<16的只有1位,得分 ≥ 21 的有25位。考生在这部分中都取得了较好的成绩,差距不大,这归功于各院校在学生实验操作技能培养上所下的功夫。实验操作部分涵盖了溶液的配制、分光光度计的使用、装置的搭建、取样与离心分离四部分的内容。这部分的扣分点主要集中于:移液管的润洗不规范、容量瓶定容不规范和磁力搅拌转速不合适。另外,实验操作中部分考生未仔细阅读试题的实验内容和附录的仪器说明。例如,在实验过程中,没有提前阅读计时器使用说明,在物料混合后或者开灯后再调计时器,造成计时不准确;不看已贴在离心机上的使用说明,欲用一根离心管进行不对称离心操作的危险操作,幸被监考教师及时制止。此外,实验操作部分也反映出部分考生仍然是“照方抓药”进行实验,没有准确理解“实验原理、实验仪器、实验操作”三者间的关系,没有领会到为什么要选择这样的仪器、为什么要这么设计装置及为什么要这么操作等。具体体现在以下几点:1)不会根据实验精度要求,正确选择和使用玻璃仪器,有个别考生用不同规格的移液管移取90 mL罗丹明B溶液用于反应,而不直接用量筒移取;2)罗丹明B溶液和催化剂在烧杯中混合后再倒入玻璃扁瓶中,导致固体催化剂残留在烧杯壁上而转移不完全,造成催化剂损失,影响降解速率测定结果;3)为了提升光利用率和保证光照量的均匀一致,反应器除了扁平一面未包裹锡箔纸,其他面均有包裹,个别考生未能理解该原因,甚至不知要将反应器透光面朝向光源进行光致催化反应。

思考题部分有三道题,每题各5分,得分情况不容乐观。得分在9分以下的占了71%,最高得分是11分,最低仅3分,平均分为7.6分。思考题题目及评分标准如表2所示。其中第1题涉及到结构化学的知识点,属于有深度的难题。只有两位考生回答相对完整,大部分考生只得了2分,8位考生没有答到得分点。这说明了大部分的学生在知识的广度上尚可进一步提升,也给各高校一个很重要的启示,在平常的实验教学中除了常规的实验训练外,还须进一步给予学生拓展性的基础理论知识的教学。第2题是考查考生对实验步骤的理解。这题的平均得分为3分,10位考生能给出较完整的答案,这也说明大部分学生理解为什么要进行自然光条件下的实验。第3题属于开放式题目,得分也不太理想,平均得分2.4分,对影响光催化降解效率因素的分析不透彻、不准确。

最后,实验报告在本试题中所占比例接近50%。实验报告评分综合考虑了实验数据记录和实验数据处理两个方面。实验数据记录主要考查考生是否细心观察和准确记录实验数据:(1)记录实验当天的室温与气压、催化剂的质量,准确记录实验时间及溶液浓度;(2)实验数据表格有标题、表头、单位;(3)物理量要有单位,须能表示出所有的有效数字。数据处理部分包括标准曲线的绘制、吸光度与浓度的换算、数据处理及确定反应级数与速率常数。标准曲线要包含图名和横、纵坐标,以及曲线的线性拟合趋势,即线性函数, R^2 值越接近1越理想。按吸光度与浓度的换算要求设计换算表格,且计算过程准确。数据处理要求能够尝试用不同级数对反应进行拟合,分析讨论尝试法的结果及判断尝试法是否合理,最后计算速率常数。这部分得分在27分以下的有9人,主要是因为有些考生不会处理数据或者是数据处理过程错误。有部分考生只尝试了一种级数下的数据拟合,但是线性拟合结果不理想,仍未考虑其他级数,以及结果讨论不充分。尽管如此,得分在40分以上的有4位,表明这些学生有较强“归纳总结”的能力,能够根据所得的系列实验数据做出合理的实验报告和数据分析。

表 2 实验操作考试思考题的评分标准(共 15 分)

题号	评分标准
1) 尿素在 550 °C 煅烧可得到 g-C ₃ N ₄ , 其二聚体(CNU)如图 3 所示。往尿素中添加一定量邻氨基苯甲腈(ABN)煅烧后可以生成 CNU-ABN。研究表明, 在可见光下 CNU-ABN 光催化活性明显优于 CNU, 结合图 3 试解释其原因	引入芳环分子提高了共轭体系范围(2 分), 能够有效降低共轭体系中电子从 π 键跃迁到反 π 键的能量, 也就是降低了 HOMO 到 LUMO 之间的能量差, 即降低了 g-C ₃ N ₄ 的禁带宽度(3 分)
 图3a 结构简式  图3b 轨道能级图	
2) 在自然光条件下进行实验的目的是什么?	C ₃ N ₄ 是可见光催化剂, 通过自然光反应观察吸光度随时间的变化, 可讨论自然光条件对该光催化反应的影响(3 分)。通过大于半小时的观察, 使光催化剂与罗丹明 B 达到吸附脱附平衡(2 分)
3) 试述本实验中影响光催化降解效率的因素	光催化剂用量、比表面、结构与带隙等 (2 分); 光源(光的强度、波长)(2 分); 其他实验条件(温度、浓度、pH 等)(1 分)

此外, 在实验操作部分还设置了扣分项(10 分), 是直接从总分中扣除。扣分项主要考查学生的实验综合素质及是否具备良好的实验习惯, 如佩戴护目镜和手套、保持实验台面整洁、规范记录实验数据、损坏仪器、索取母液重做、实验超时和废液倒入指定容器等。共有 16 位考生在扣分项有扣分, 扣 4 分以上的有 5 人, 主要是不良操作习惯造成的, 具体表现在以下几个方面: ① 实验中, 滴管和离心管散放桌面; ② 操作过程中发生玻璃碰撞声; ③ 磁力搅拌转速不合适造成磁子碰到反应器, 发出声响, 没有及时处理; ④ 仪器使用后, 未检查是否复原(如有离心管遗留在离心机里)及不关电源; ⑤ 实验结束后, 未取出磁子, 随废液直接倒入废液桶中。此外, 有 4 位考生没能统筹安排时间, 而未能按时提交试卷。需要指出的是, 本次竞赛中有 17% 考生将原始数据记录在试卷或附录上, 而不是记录在实验报告中, 这反映了考生对实验记录的不注重, 科学素养有待提高。

4 结语

在多方的精心安排下, 第11届全国大学生化学实验邀请赛已圆满结束。通过对这次赛事中物理化学实验项目情况的考查, 我们发现考生存在的共同问题: 1) 实验原理和实验步骤理解不透彻, 相关理论知识不扎实; 2) 基本操作不规范。然而出现这些问题并不算意外。主要原因有以下几点: 第一, 当前很多学校开设了综合性实验, 强调创新型人才的培养, 然而却淡化了基础性实验的教学, 基础实验技能只在低年级的基础化学实验中得到训练。除此之外, 由于后续实验课程的课时有限, 且侧重点不同, 指导教师很少强调基础实验技能的训练, 因此得不到加强巩固, 致使学生掌握不扎

实。第二, 学生在开展日常实验过程中, 教师会提前做好准备工作, 学生只需按照讲义上的实验步骤操作即可, 没有动脑思考, 很少主动查阅相关的理论知识, “知识迁移”得不到锻炼。同时, 由于某些客观原因, 学生不能独立组装实验装置。第三, 不重视学生实验结果的正确表达与分析, 以至于学生的归纳、总结及分析能力不强。

综上, 要提高学生的综合素质, 必须对物理化学基础实验教学进行必要的改革。首先, 实验技能训练要渗透到每一个基础实验教学中, 从实验的规范性和熟练方面着手切实提高学生的实际动手能力, 全面统筹考虑基础性实验的教学安排; 其次, 学生综合素质的培养是依靠平常实验教学中的精心培养, 而不是一蹴而成, 要为学生提供更加良好的实验条件和环境, 给学生更多的机会进行独立实验。总之, 邀请赛对于促进实验教学、交流实验教学经验发挥了很好的作用, 同时也让我们看到了各高校的差距, 并发现了问题, 未来如果能够积极采取措施解决问题, 这必然会进一步推进全国化学实验的教学与改革。

参 考 文 献

- [1] 高绍康, 陈建中. 基础化学实验. 北京: 化学工业出版社, 2013: 347-348.
- [2] 段连运. 大学化学, **2002**, 17 (5), 64.
- [3] 陈六平, 邹世春, 石建新, 刘鹏, 杨洋溢, 易菊珍, 童叶翔. 大学化学, **2007**, 22 (1), 14.
- [4] 夏春兰, 邓立志, 刘欲文, 龚淑玲, 黄驰. 大学化学, **2011**, 26 (4), 17.
- [5] Ou, H. H.; Yang, P. J.; Lin, L. H.; Anpo, M.; Wang, X. C. *Angew. Chem. Int. Ed.* **2017**, 56, 10905.
- [6] Zheng, Y.; Yu, Z. H.; Ou, H. H.; Asiri, A. M.; Chen, Y. L.; Wang, X. C. *Adv. Fun. Mater.* **2018**, 28, 1705407.
- [7] Ignasi, S. E.; Hargreaves, D. M.; Puma, G. L. *Environ. Sci. Technol.* **2007**, 41 (6), 2028.
- [8] Liang, C. J.; Bruell, C. J. *Ind. Eng. Chem. Res.* **2008**, 47, 2912.
- [9] Carraher, J. M.; Curry, S. M.; Tessonnier, J. P. *J. Chem. Educ.* **2016**, 93 (1), 172.
- [10] Hippler, M. *J. Chem. Educ.* **2003**, 80 (9), 1074.
- [11] Cakmakci, G. *J. Chem. Educ.* **2010**, 87 (4), 449.
- [12] 赵斌, 章文伟, 张剑荣. 大学化学, **2016**, 31 (11), 111.
- [13] 王秋长, 吴世华, 赵鸿喜. 大学化学, **2002**, 17 (1), 51.