



第十届全国大学生化学实验邀请赛

物理化学实验试题（一）

项目	实验设计	实验操作	数据处理	思考题	总分
得分					
阅卷教师					

注意事项

1. 本部分实验总分100分，竞赛时间为3.5小时，包括设计实验及完成实验报告。请选手仔细阅读实验内容，合理安排时间。
2. 请选手开始实验前仔细检查所提供的仪器及药品，如有问题请及时向监考老师报告。
3. 本部分实验包含设计实验内容，答题时间为30分钟且不得超时。设计实验答题写在答题纸上(另附)，如将答案写在本试卷上视为无效答题。设计实验答卷全部上交后，方发放操作部分试卷。如经监考老师提醒仍不交卷，视为自愿放弃下一阶段资格。
4. 实验时务必注意安全，规范操作，请穿着实验服，必要时可使用乳胶手套。
5. 由于操作失误而重做实验，每次扣2分。损坏仪器，按件扣2分。
6. 实验记录请记在实验报告指定的位置上，记在其它地方、未请监考老师签字确认、或原始数据记录错误，修改前未经监考老师签字确认，均按无效处理。伪造数据者取消竞赛资格。
7. 实验报告书写要规范整洁，实验完成后将实验报告交给监考老师，并请监考老师签字确认（包括原始数据、计算过程、图表和问题回答）。
8. 实验结束，实验中产生的废弃物投放于指定的容器内、清洗仪器、整理台面并将所用器材归还原处（不计入实验时间），经监考老师同意方可离开考场。

选手号：

题
答
勿
请
内
线
订
装

实验一 离子迁移数的测定

一、实验目的

1. 采用希托夫法测定溶液中的铜离子迁移数。
2. 掌握一种使用分光光度计测定铜离子浓度的方法。

二、实验原理

离子在外电场作用下发生定向运动称为离子的电迁移。当通电于电解质溶液时，溶液中的正、负离子分别向阴极和阳极移动，并在相应电极界面发生氧化还原作用，其通入的总电量等于正、负离子迁移电量之和，也与电极界面发生变化的物质的量成正比。把离子 B 所运载的电量与总电量之比称为离子 B 的迁移数(t_B)。若溶液中只存在一种正离子和一种负离子，则其迁移数分别为：

$$t_+ = \frac{Q_+}{Q} \qquad t_- = \frac{Q_-}{Q}$$

测定离子迁移数的方法主要有三种：希托夫法、界面移动法和电动势法。本次实验采用希托夫法测定硫酸铜溶液中 Cu^{2+} 的表观迁移数。

三、仪器与药品

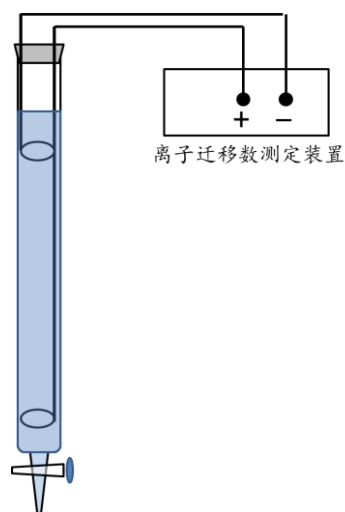
直形迁移管 1 根；电极 2 根；HTF-7C 离子迁移数测定装置 1 台（配电线两根）；尤尼柯 7200 型分光光度计 1 台；玻璃比色皿 1 套；电子天平 (0.1 mg) 两人共用 1 台；锥形瓶 (100 mL，已洗净干燥) 3 个；容量瓶 (10 mL) 3 个；刻度移液管 (10 mL) 1 支；烧杯 (25 mL) 1 个；烧杯 (50 mL) 1 个；烧杯 (500 mL) 2 个；塑料滴管 2 支，计时器 1 个；洗耳球 1 个；洗瓶 1 个。

CuSO_4 电解液； CuSO_4 标准溶液 (浓度见瓶标签)。

四、实验前期步骤

1. 两根电极用砂纸打磨处理，清洗后用滤纸擦干。清洗迁移管，检漏。用 CuSO_4 电解液荡洗迁移管，再加入该溶液至 5 cm 刻度以上。将迁移管垂直夹持，并将处理清洁后的两根电极浸入 (如右图所示)，两电极之间距离约为 20 cm。调节迁移管中液面高度，使上端电极在液面下大约 3 cm 处，下端电极距离底部约 3 cm。

2. 用电线将迁移管中两根电极与离子迁移数测定装置的正、负极直接相连，检查无误后接通电源，控制电流为约 18 mA，通电约 90 min，并记录电流强度、通电时间和室温。实验过程中随时关注电流变化。



3. 停止通电后, 首先将迁移管的溶液按照 4:2:4 的体积比划分“阳极区”、“中间区”和“阴极区”, 分别放入三个洁净的 100 mL 锥形瓶 (空锥形瓶需要预先称重) 中, 然后再分别称量。

五、实验设计部分 (30 分钟时间)

1. 为了求出 Cu^{2+} 离子迁移数, 本实验将使用分光光度法测定各区中 CuSO_4 溶液的浓度。请在以上实验前期步骤的基础上, 按照分光光度法的分析原理, 补充完整后面的实验步骤。

2. 分别写出阳极区和阴极区 Cu^{2+} 及 SO_4^{2-} 离子的 $n_{\text{前}}$, $n_{\text{后}}$, $n_{\text{迁}}$ 和 $n_{\text{电}}$ 之间关系式。

3. 设计完毕, 将设计部分的考卷交给监考老师。

六、实验后期步骤

1. 确定最大吸收峰波长：使用 7200 型分光光度计测定 CuSO_4 溶液吸光度与吸收波长的关系曲线（波长从 720 到 840 nm），从中找到最大吸收峰波长。

2. 工作曲线的测定：使用移液管和容量瓶将 CuSO_4 标准溶液稀释至初始浓度的 0.75 倍、0.50 倍、0.25 倍。在最大吸收峰波长处分别测定不同稀释倍数标准溶液的吸光度数值。

3. 测定各区溶液的吸光度：在与“2”同样实验条件下，将“阴极区”、“中部区”和“阳极区”各区溶液振荡均匀后，分别测定其吸光度。

4. 实验结束将数据和处理结果交监考老师签字，废液倒入废液桶中，清洗所用仪器，整理好台面（此步不记入考试时间）。

七、数据处理

1. 使用坐标纸画出工作曲线。

2. 从测定结果计算 Cu^{2+} 迁移数，按数据记录和处理表中的要求将计算出各物理量填入表中，其中通入电量从离子迁移数测定装置上显示电流值来计算。

对于阳极区而言， Cu^{2+} 物质的量变化为： $n_{\text{后}} - n_{\text{前}} = n_{\text{电}} - n_{\text{迁}}$

对于阴极区而言， Cu^{2+} 物质的量变化为： $n_{\text{前}} - n_{\text{后}} = n_{\text{电}} - n_{\text{迁}}$

◆ 为了计算方便，假定电解前后 CuSO_4 溶液的密度近似等于水的密度（ 1.00 g cm^{-3} ）。

◆ 有关常数： $M(\text{CuSO}_4) = 159.6 \text{ g mol}^{-1}$ ， $F = 96485 \text{ C mol}^{-1}$ 。

◆ 若不清楚计算公式，可以向监考老师索取，但要扣掉相应的公式推导分数。

八、思考题

1. 通常离子迁移数测定实验中采用碘量法分析各区中 CuSO_4 的含量，本实验中采用分光光度法来进行测量。试比较两种方法分析 CuSO_4 溶液浓度的主要优缺点。

2. 试分析影响本实验结果的主要因素。