

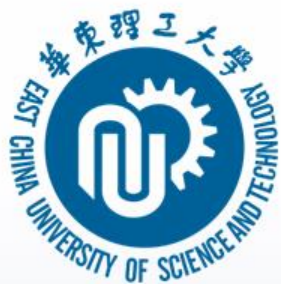


分析化学总复习

华东理工大学分析化学教研组

2023-6-14





通知

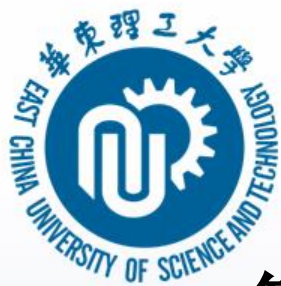
考试时间： 6月29日上午9:30-11:30 (120分钟)

题型： 选择、填空、计算、简答 **闭卷**

提醒： 带好计算器

答疑安排： 6月28日 A教三楼休息室

上午 9:00-11:30 下午13:00-17:15



内容

第二章 误差及分析数据统计处理

第三章 滴定分析概论

第四章 酸碱滴定

第五章 配位滴定

第六章 氧化还原滴定

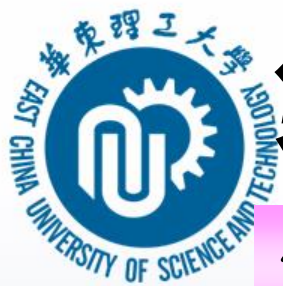
第八章 电位分析法

第九章 吸光光度法

第十一章 色谱分析法

化学分析

仪器分析



第二章 误差及分析数据统计处理

掌握内容

误差和偏差：定义、表示、

准确度和精密度：定义、表示、相互关系

系统误差：特点、来源、减少、确定

（方法、试剂、仪器、操作习惯不规范）

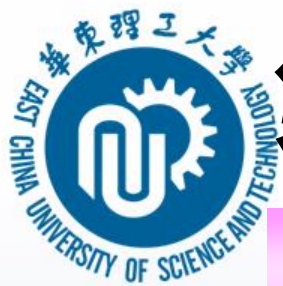
偶然误差：特点、分布、减少、确定

置信区间

置信区间的含义

$$\mu = \bar{x} \pm \frac{ts}{\sqrt{n}}$$

影响置信区间宽窄的因素



第二章 误差及分析数据统计处理

掌握内容

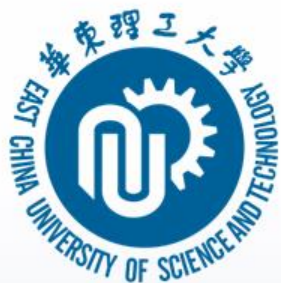
有效数字及其计算

位数确定（pH、对数）、取舍、

运算（加减、乘除）分析结果的有效数字

分析结果的数据处理

- 1、可疑数据的取舍： Q 、 G
- 2、数据间精密度检验： F 检验法
- 3、方法可靠性检验（系统误差）： t 检验法



第三章 滴定分析概论

掌握内容

滴定分析法

滴定分析法： 滴定反应的要求、偏高/偏低问题

基准物质： 对基准物质的要求及选择

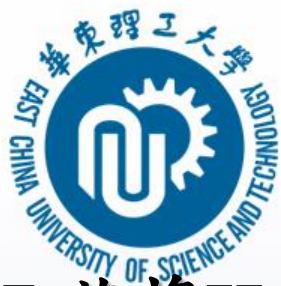
可以作为基准物的物质： 邻苯二甲酸氢钾、硼砂、无水碳酸钠、 Zn 、 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 、 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 、 KBrO_3 、 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

不能直接配置的标准溶液： NaOH 、 HCl 、乙二胺四乙酸二钠、 KMnO_4 、 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

滴定分析计算： c 、 w 、 T 的计算

$$T_{B/A} = \frac{C_A \times \frac{b}{a} \times M_B}{1000}$$

$$B\% = \frac{T_{B/A} \times V_A}{W_B} \times 100$$

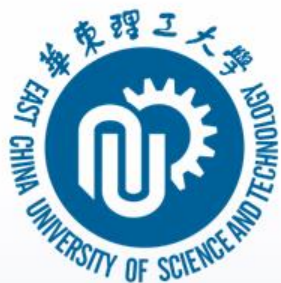


思考题

7. 若将 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 基准物长期存放在有硅胶的干燥器中，当用它来标定 NaOH 溶液的浓度时，结果是偏低还是偏高？

$$c_{\text{NaOH}} = \frac{2m_{\text{草酸}}}{M_{\text{草酸}} \cdot V_{\text{NaOH}}}$$

正常草酸	失水草酸
质量 m	m
草酸含量	升高
消耗 NaOH 体积	增大
测得 NaOH 浓度	偏低



第4章 酸碱滴定法

掌握内容

分布系数： 定义，分布曲线图

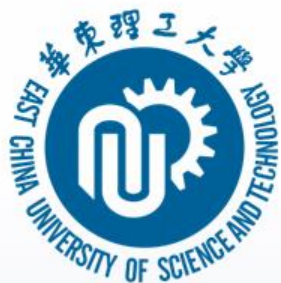
质子条件式： 零水准、质子条件式（结合滴定过程）

H^+ 浓度计算（最简式）：

一元、二元、两性、缓冲溶液

指示剂： 变色原理、变色范围、常用指示剂

指示剂的选择（甲基橙、酚酞）



第4章 酸碱滴定法

掌握内容

滴定曲线

滴定条件（判据）

$$\text{一元: } cK_a \geq 10^{-8}$$

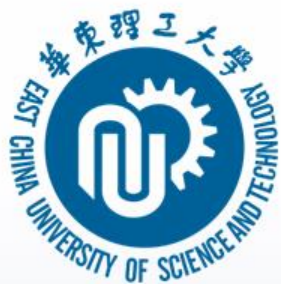
$$\text{多元: } cK_{a1} \geq 10^{-9}$$

$$K_{a1}/K_{a2} \geq 10^4$$

影响滴定**突跃范围**的因素（具体判断）：

强碱滴定强酸（ c ）、强碱滴定弱酸（ c 、 K_a ）

应用：判断能否滴定、有几个突跃、终点产物、
化学计量点pH、指示剂选择



第4章 酸碱滴定法

掌握内容

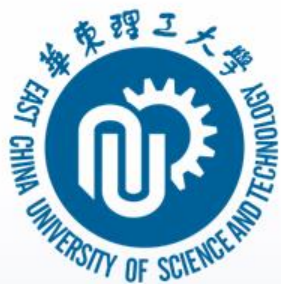
应用： 混合碱测定 (NaOH 、 Na_2CO_3 、 NaHCO_3)

NH_4^+ 的测定 (蒸馏法、甲醛法) 计量比

硼酸的测定 (加入多元醇, 使弱酸强化)

计算： pH计算, 含量计算

设计： 酸碱测定分析方案



第4章 酸碱滴定法

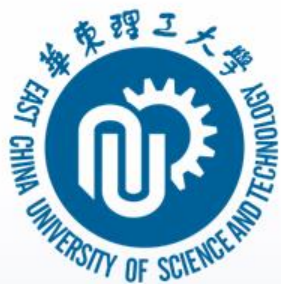
不做要求

P53~62: pH计算精确式

P67: 混合指示剂

P80: 线性滴定法

P89~91: 非水溶液中的酸碱滴定



第5章 配合滴定法

掌握内容

EDTA性质: 乙二胺四乙酸（二钠盐）

弱酸（6元酸、7种存在形式）

配位性质($M:Y=1:1$)

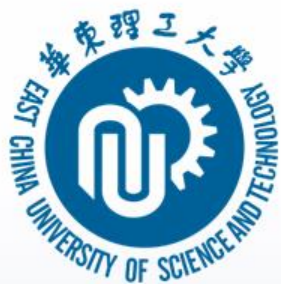
配合物的颜色（取决于金属离子）

水中溶解性（钠盐可溶）

参与配位的存在形式: Y^{4-}

MY稳定性的影响因素

酸效应、水解效应等的影响



第5章 配合滴定法

掌握内容

EDTA的酸效应：定义

$$\alpha_{Y[H]} = \frac{[Y]_{\text{总}}}{[Y^{4-}]}$$

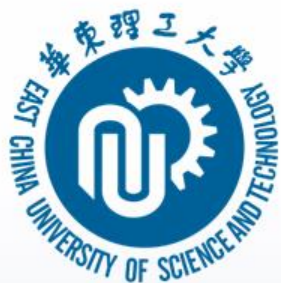
影响因素 $\alpha_{Y[H]} \propto [H^+]$

条件稳定常数

$K'_{\text{稳}}$ 定义及与 $K_{\text{稳}}$ 、 $\alpha_{Y[H]}$ 的相互关系

$$K_{\text{稳}}^{\theta'} = \frac{K_{\text{稳}}^{\theta}}{\alpha_{Y[H]}}$$

$$\lg K_{\text{稳}}^{\theta'} = \lg K_{\text{稳}}^{\theta} - \lg \alpha_{Y[H]}$$



第5章 配合滴定法

掌握内容

直接滴定条件:

$$\lg K_{MY}^{\theta'} + \lg c_{M_0} \geq 6$$

指示剂: 变色原理、具备条件

封闭、僵化原因、现象及解决方法

常用指示剂及使用pH

选择

应用 (单组分) : 直接滴定 (满足滴定条件)、
返滴定、置换滴定、间接滴定



第5章 配合滴定法

掌握内容

混合离子的滴定

分别直接滴定的条件

控制酸度法

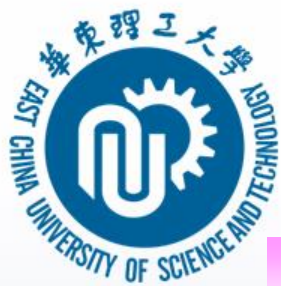
$$\begin{cases} \Delta \lg K'_{\text{稳}} \geq 5 \\ \lg c_{\text{M}} K'_{\text{稳,MY}} \geq 6 \end{cases}$$

掩蔽法：配合、沉淀、氧化还原掩蔽法

常用掩蔽剂：KCN、三乙醇胺、 NH_4F

滴定计算： c 、 w 的计算

设计：金属离子测定方案：包括滴定剂、pH、指示剂、所需其它试剂等。



第5章 配合滴定法

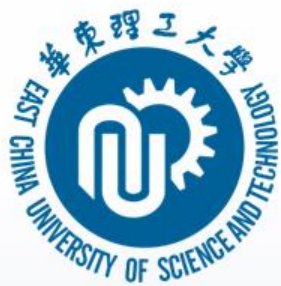
不做要求

P108:金属离子的副反应系数的计算

P111:配位滴定曲线

P121:解蔽

P122: 预先分离、用其他配位剂滴定



第6章 氧化还原滴定法

掌握内容

能斯特方程

$$\varphi_{Ox/Red} = \varphi_{Ox/Red}^{\theta'} + \frac{2.303RT}{nF} \lg \frac{c_{Ox}}{c_{Red}}$$

反应平衡常数

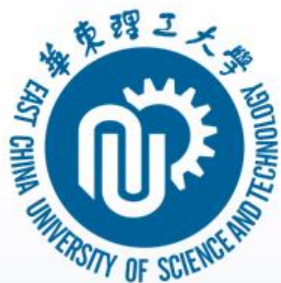
$$\lg K' = \frac{n(\varphi'_{(+)} - \varphi'_{(-)})}{0.059}$$

滴定条件

$$\varphi'_{(+)} - \varphi'_{(-)} \geq \frac{3(n_1 + n_2) \times 0.059}{n_1 \times n_2}$$

加快反应速度措施

浓度、温度、催化剂
诱导反应



第6章 氧化还原滴定法

滴定曲线： 电极电位计算（计量点计算（ $n=1$ ）、滴定过程）

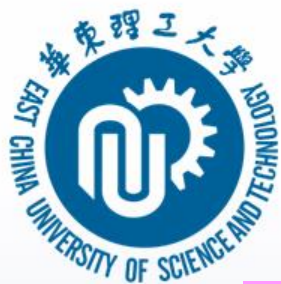
指示终点方法： 自身指示剂（ KMnO_4 ）、专属指示剂(淀粉)、氧化还原指示剂

高锰酸钾法、碘量法：

反应方程式（非常重要、必须会写并配平）

滴定条件：酸碱度、温度、催化剂、指示剂

结果计算 w_x



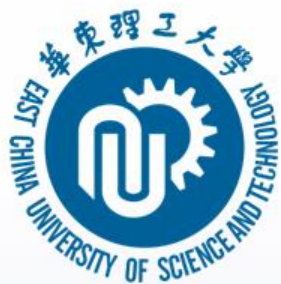
第6章 氧化还原滴定法

不做要求

P145-147: 氧化还原滴定法中的预处理

P152-154: 重铬酸钾法

P161-163: 其他氧化还原滴定法



第8章 电位分析法

掌握内容

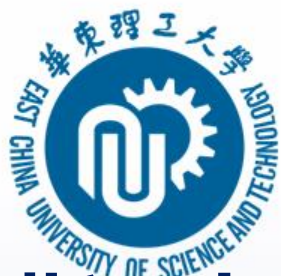
电位分析：方法、特点

分类：电位测定法、电位滴定法

电池的电动势： $E = \varphi_+ - \varphi_-$

参比电极：定义、作用、名称

甘汞电极、Ag-AgCl电极



第8章 电位分析法

掌握内容

指示电极： 玻璃电极、氟电极

电极基本构造及选择性原理

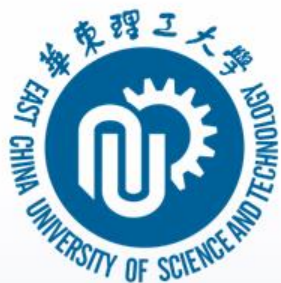
膜电位表达式

$$\varphi_M = K + \frac{2.303RT}{nF} \lg a_{\text{阳离子}}$$
$$\varphi_M = K - \frac{2.303RT}{nF} \lg a_{\text{阴离子}}$$

电极电位表达及不对称电位概念

离子选择性电极选择系数 K_{ij}

物理含义、作用、误差计算（公式）



第8章 电位分析法

掌握内容

电位测定法： 测定pH（pH标度法）和离子浓度

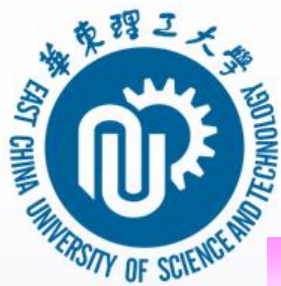
测定pH原理： 电池组成、 E 与pH关系

测定离子浓度： 电池组成 E 与离子浓度的关系

pH标度、标准缓冲溶液定位的作用（消去 K'' ）

标准曲线法（TISAB组成、意义）、标准加入法

电位滴定法： 特点、确定滴定终点的三种方法



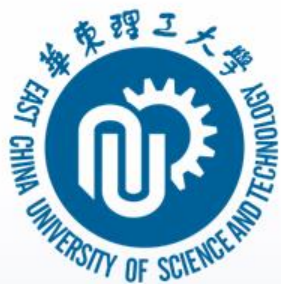
第8章 电位分析法

不做要求

P200~202: 金属-金属离子电极、金属-金属难溶盐电极、惰性金属电极等

P209~212: 活动载体电极、敏化电极

P214: 离子选择性电极的测定线性范围及检出限



第9章 吸光分析法

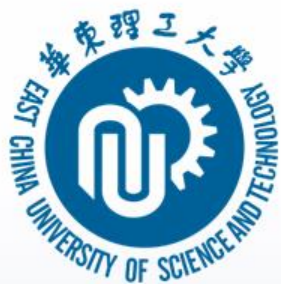
掌握内容

物质对光的选择性吸收：吸收曲线、A、T
 λ_{\max} 的相关概念（定性依据）

定量：朗伯-比尔定律、T与A关系、变化趋势

$$A = \lg \frac{I_0}{I} = abc \quad -\lg T\% = A$$

$\varepsilon(a)$ 的相关概念，计算
朗伯比尔定律的使用条件、偏离原因



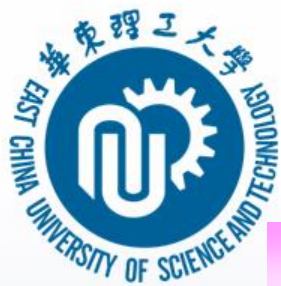
第9章 吸光分析法

掌握内容

分光光度仪组成和作用 } 光源、单色器、吸收池
检测器、显示器

吸光度测定条件: 波长、参比液、读数范围
测量波长的选择、原因
读数范围的选择、原因、方法
参比溶液的作用、选择

方案设计: 单组分含量测定方案



第9章 吸光分析法

不做要求

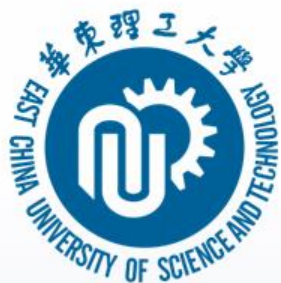
P248: 显色剂

P249 : 三元配合物在光度分析中的应用

P253: 酸碱解离常数的测定、配合物组成及稳定常数测定、双波长分光光度法

P256: 紫外吸收光谱法

P260: 分光发光分析法简介



第11章 气相色谱法

掌握内容

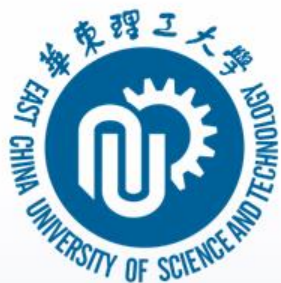
分离原理：分配系数 K 、溶解-挥发、吸附-脱附

色谱相关术语：色谱流出曲线、峰宽 ($Y_{1/2}$ 、 W_b)、保留值 (保留时间、死时间、调整保留时间、保留体积、死体积、调整保留体积)、相对保留值 r_{21} (公式)

分离度：定义 (公式)、意义、影响因素、

(相邻两峰完全分离的要求 $R \geq 1.5$)

定性依据及方法、定量依据及方法：三种定量方法使用条件、优缺点 (归一化、内标、外标)



第11章 气相色谱法

掌握内容

气相色谱仪主要构造及相关作用

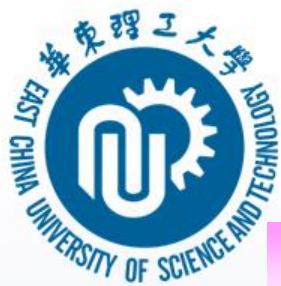
固定相及选择：选择原则，出峰规律

检测器：分类（**热导TCD、氢火焰离子化FID**）

流动相种类（载气）： H_2 、He N_2

热导检测器：原理（热导系数）、适用范围、检测条件

氢火焰离子化检测器：原理、适用范围



第11章 气相色谱法

不做要求

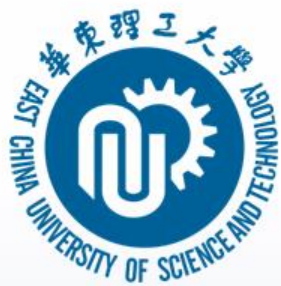
P304: 分配比

P308-310: 塔板理论、速率理论

P331-332: 其他检测器

P335: 毛细管气相色谱法简介

P337: 高效液相色谱法



祝大家期末考试顺利!

