

酸碱溶液的配制与相互滴定

- 化学计量点为 $pH = 7.0$ ，滴定的突跃范围（滴定剂从不足 0.1% 到过量 0.1% 引起的 pH 值变化）为 4.3 ~ 9.7.
 - 甲基橙变色范围 3.1 ~ 4.4
 - 酚酞变色范围 8.0 ~ 9.6
- 指示剂选择
 - 变色范围尽可能窄
 - 变色范围与突跃范围部分重合
 - 颜色变化灵敏度高，由浅色到深色
- 滴定操作
 - 润洗
 - 装液、排气泡
 - 检漏
 - 调零、读数

镇痛药百服宁、散利痛的薄层色谱分析

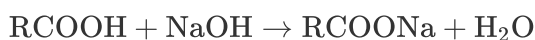
- 吸附剂对各组分吸附能力不同，在展开剂的作用下，它们发生解析的速率不同，迁移的速率不同，从而各组分得以分离.
- 比移值

$$R_f = \frac{\text{斑点偏移}}{\text{展开剂偏移}}$$

- 采用 1 : 2 的无水乙醇和二氯甲烷作为萃取剂，乙酸乙酯（百服宁）/ 3 : 1 乙酸乙酯 - 石油醚（散利痛）作为展开剂，使用三用紫外灯显色.
- 百服宁含有 扑热息痛（对乙酰氨基酚）、咖啡因.
散利痛含有 扑热息痛（对乙酰氨基酚）、异丙安替比林、咖啡因.
- 硅胶 GF₂₅₄ 和 CMC（羧甲基纤维素钠）制板
 - 铺板时应在桌面上轻敲，使薄层表面光滑并出去气泡.
- 薄层板置入展开剂前需待点样干燥，防止二氯甲烷与乙醇被解吸.
- 分离有机化合物方法
 - 蒸馏、萃取、重结晶、色谱分离
- 鉴定有机化合物方法
 - 物理：红外光谱、核磁共振氢谱、质谱、紫外可见吸收光谱、色谱
 - 化学：燃烧法、官能团特征反应
- 薄层色谱分析用途
 - 追踪化学反应进程
 - 提纯、分离、鉴定物质

全透明工艺皂的制备

- 十二烷基脂肪酸（月桂酸）、十四烷基脂肪酸（豆蔻酸）、十六烷基脂肪酸（硬脂酸）、蓖麻油、氢氧化钠发生酸碱中和反应



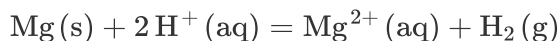
- 采用加入物法制作
 - 乙醇
 - 增加脂肪酸的溶解度，使反应快速完全；使溶液内各物质均匀分散，提高透明度
 - 糖
 - 保湿剂
 - 聚乙二醇
 - 具有保湿性和粘连性
- NaOH 用量应稍过量，使 $pH = 7.3$. 若 pH 过高，则制得碱性皂，对皮肤有害；若 pH 过低，则可能有油脂残余.
- 乙醇不宜过量，否则可能使肥皂制成液体状，或冷却成型时挥发较多使肥皂成型缓慢且有气泡，反而降低透明度.
- 蓖麻油不能与其它油脂一起加入，因为
 - 蓖麻油存在不饱和键，容易被氧化
 - 长时间加热蓖麻油颜色加深，降低透明度
- 提高透明度的方式
 - 加入适量的乙醇
 - 蓖麻油在其他油脂加入反应一段时间后再加入
 - 出料前应先停止搅拌，减少溶液中的气泡

解热镇痛药阿司匹林的合成

- 反应方程式
- 杂质分离
 - 聚合物（淡黄色）
 - 不溶于 NaHCO_3 溶液
 - 使用 NaHCO_3 溶液溶解乙酰水杨酸，与聚合物分离，再通过盐酸聚合结晶
 - 水杨酸
 - 重结晶
 - 可用 FeCl_3 检验
 - 乙酸、乙酸酐
 - 分液
- 产率低的原因
 - 反应平衡常数小，正向进行程度低
 - 产生了较多的聚合物
- 制备时若无结晶析出，可用玻璃棒摩擦瓶壁，产生部分玻璃小微粒作为晶种，从而产生更多的晶种.
- 使用乙酸酐的原因
 - 乙酸酐上的羰基极性比乙酸强，是很好的酰基化试剂

量气法测量摩尔气体常数

- 理想气体状态方程 $pV = nRT$
- 反应方程式



- 误差分析

阿司匹林纯度分析

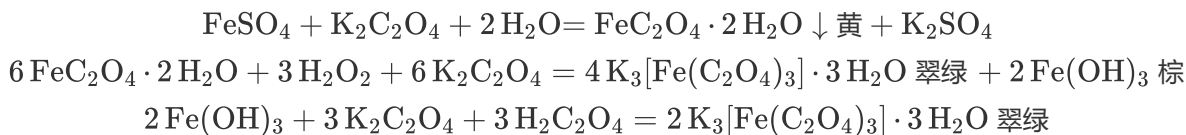
- 乙酰水杨酸是有机弱酸, $K_a = 1 \times 10^{-3}$
- 熔点测定, 纯有机化合物有固定熔点, 熔距短. 乙酰水杨酸熔点文献值为 $133 \sim 135^\circ\text{C}$
- 质量分数偏大 ($> 100\%$)
 - 产品中残留水杨酸、乙酸及磷酸
 - 试样久置或在碱性条件下水解生成水杨酸
- 熔点测定注意事项
 - 试样必须保持干燥
 - 试样必须研磨成粉末状
 - 试样必须致密
 - 试样的量应该适宜
 - 升温时应先快后慢
- 避免乙酰水杨酸水解的方式
 - 冰水浴
 - 缓慢滴定, 防止中和反应过快而放热过快
 - 用乙醇溶解, 减少水分

果菜中维生素 C 的含量测定

- 反应方程式
- 2, 6 - 二氯酚靛酚
 - 酸性下为粉红色, 碱性下为蓝色
 - 还原后无色
 - 滴定终点: 无色变为浅红色
- 设置空白对照实验
 - 草酸有还原性
- 提取维生素 C 时采用 2% 的草酸, 因为 2% 的草酸有抑制抗坏血酸氧化酶的作用, 而 1% 的草酸没有这样的作用.
- 其它测定维生素 C 的方法
 - 荧光法
 - 碘量法

三草酸合(III)铁酸钾的制备

- 反应方程式



- 过量 $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ：易得、易除去、便宜
- 静置陈化：让颗粒变大
- 将热的饱和溶液在控温条件下静置并使之缓慢冷却，成核速度小，形成晶核少，得到颗粒少、均匀且较大的晶体。
- 产物呈棕黄色：可能是 H_2O_2 的量不足或分解较多
产物呈黄绿色：可能是调节 pH 时草酸、草酸钾低价过多，结晶出了白色的草酸、草酸钾晶体
产物呈较多颗粒：可能是冷却时冷却速度过快或冷却时搅拌
- 提高产率的方式
 - 倾析前静置时间长
 - 控制适当的试剂的量与 pH 值
 - 控制适当的温度

分光光度法测定乙酰水杨酸中的残留酸

- 物质对单色光的吸收程度可用吸光度 A 或透光率 T 衡量

$$T = \frac{I}{I_0}$$

$$A = -\lg T$$

- 朗勃·比尔定律

$$A = \epsilon \cdot b \cdot c$$

- 吸收曲线
- 标准曲线
- Fe^{3+} 水合离子呈黄色，对吸光度有影响，故需要选用同浓度的 Fe^{3+} 溶液作参比溶液
 - 以消除待测物质以外的物质引起的吸收和吸收池壁反射引起的系统误差
- 使用比色皿时
 - 手应避免触碰光学面
 - 若光学面有残液，需要用擦镜纸擦净
 - 比色皿使用后需要立即洗净
 - 放入分光计时注意垂直放入，减小误差

乙酸电离度及解离常数的测定

- 能斯特方程

$$E = E_0 - \frac{RT}{nF} \lg \text{H}^+ = K + 2.303 \frac{RT}{F} \text{pH}$$

- pH 计标定
 - 酸性 4.00 6.86
 - 碱性 6.86 9.00
- 氢差、钠差

- 在稀溶液中，离子浓度与活度近似相等
- 解离度

$$\alpha = \frac{c(\text{H}^+)}{c}$$

- 标准电离常数

$$K_a^\theta = \frac{c(\text{H}^+)/c^\theta \cdot c(\text{Ac}^-)/c^\theta}{c(\text{HAc})/c^\theta} = \frac{c\alpha^2}{1-\alpha}$$

- 对于 NaAc-HAc 缓冲溶液（水电离的氢离子可以忽略）

$$\text{pH} = \text{p}K_a^\theta + \lg \frac{c(\text{Ac}^-)}{c(\text{HAc})}$$

电位分析法测定茶叶中的氟含量

- 离子选择电极是一种电化学传感器，它对特定离子有电位相应。氟离子选择电极对氟离子有相应的 LaF_3 单晶敏感膜制成。

$$E = b - 0.0592 \lg \alpha_{\text{F}^-}$$

- 当总离子强度不变时，离子的活度系数为一定值，浓度与活度成正比。
- pH 应保持 $5 \sim 6$
 - 过低： F^- 形成 HF 和 HF_2^- ，电极不能感应
 - 过高：有 OH^- 干扰
- 添加掩蔽剂防止 F^- 与其它溶液组分形成稳定配合物
- 需要加入等量的总离子强度调节缓冲溶液(TISAB)
 - 柠檬酸钠：作掩蔽剂、离子强度调节剂
 - 氯化钠：作离子强度调节剂
 - 醋酸 - 醋酸钠：作缓冲溶液
- 标准曲线法
 - 优点：无需校正因子，可直接读数，操作方便；适用于组分简单的大批量试样测定
 - 缺点：误差较大
- 标准加入法

$$c_s = \frac{c_x V_x}{V_s} (10^{\Delta E/S} - 1)^{-1}$$

- 优点：有效消除基体不同造成的误差，有较好的分析结果准确性和稳定性
- 缺点：工作量大

天然水的硬度测定

- 配位滴定法，以 EDTA（乙二胺四乙酸）为滴定剂，指示剂为 铬黑 T（EBT）与 钙指示剂。
- Fe^{3+} 、 Al^{3+} 等干扰例子可用 三乙酸铵 掩蔽
 Cu^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Zn^{2+} 等重金属离子可用 KCN、 Na_2S 或 巯基乙酸 掩蔽
- 水总硬度

$$\frac{c_{EDTA} V_{EDTA} M_{CaO}}{V_{H_2O}} \times 100\%$$

- 钙硬度 ($mg \cdot L^{-1}$)

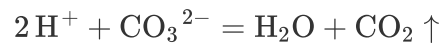
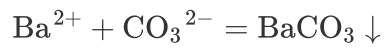
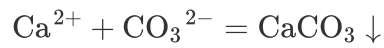
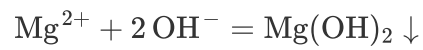
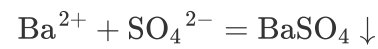
$$\frac{c_{EDTA} V'_{EDTA} M_{CaO}}{V_{H_2O}} \times 100\%$$

- 镁硬度 ($mg \cdot L^{-1}$)

$$\frac{c_{EDTA} (V_{EDTA} - V'_{EDTA}) M_{MgO}}{V_{H_2O}} \times 100\%$$

氯化钠的提纯

- 反应方程式



- 蒸发前用盐酸将 pH 调到 7 以下, 是为了出去 $NaOH$ 、 Na_2CO_3 .
- K^{+} 等其它可溶性杂质含量少, 蒸发浓缩后不结晶, 仍留在母液中.