

分析化學講義

第一回

503420-1



社團法 人 考友社 出版發行

分析化學講義 第一回



第一回 (1/2)

第一講 分析化學方法流程	1
命題大綱	1
重點整理	2
一、分析化學的分類.....	2
二、化學分析流程.....	4
三、萃取.....	19
四、化學計量.....	41
五、實驗操作.....	47
精選試題	52

第一回 (2/2)

第二講 品質管理與統計	1
命題大綱	1
重點整理	2
一、品質保證和品質管制.....	2
二、有效數字和基本統計應用.....	19
精選試題	34

第一講 分析化學方法流程



- 一、分析化學的分類
 - (一)定性、定量分析
 - (二)化學分析方法
- 二、化學分析流程
 - (一)分析流程簡述
 - (二)試劑、樣品名稱簡介
 - (三)樣品前處理
- 三、萃取
 - (一)萃取簡介
 - (二)萃取原理
 - (三)影響萃取的因素
 - (四)萃取法分類
 - (五)常用的萃取法
- 四、化學計量
 - (一)國際單位制
 - (二)化學量
 - (三)濃度表示法
- 五、實驗操作
 - (一)操作實驗注意事項
 - (二)實驗前準備工作
 - (三)試劑配製
 - (四)溶液加熱
 - (五)試料的預備試驗

2. 定量分析 (quantitative analysis) :

- (1) 量測樣品中待測物的存在比率、化合物中元素比及其結構。
- (2) 分析時，樣品中不可以有其他會干擾分析的物質，待測成分須自樣品中完全分離出來，以秤重量或定量。
- (3) 因為已知所須分析的物質成分，故不需做定性分析。
- (4) 依待測物濃度，可分為一般常量分析、半微量分析、微量分析、超微量分析：
 - ① 一般常量分析：

待測物濃度在 1% 以上。
 - ② 半微量分析：

待測物濃度 100mg/L ~ 1%。
 - ③ 微量分析 (trace analysis) :
 - A. 待測物濃度為 1mg/L ~ 100mg/L。
 - B. 可以採取大量樣品，用適當的方法濃縮，提高濃度後進行。但這種方法不稱為大量 (樣品) 分析。
 - C. 成分含量愈少，分析誤差愈大。
 - D. 化學分析對成分分析設有容許誤差，微量分析必須慎防污染和成分損失的機會。大部分的微量分析都使用儀器分析。
 - ④ 超微量分析：

待測物濃度在 1mg/L 以下。

(二) 化學分析方法：

以化學反應為基礎的分析方法。可分為古典 (classical) 分析法 (或稱為化學分析法) 與儀器 (instrumental) 分析法。

1. 古典 (傳統) 分析法：

利用化學反應的計量關係進行分析。假設成分 A 和試劑 B 完全反應，且沒有副反應，生成物 AB。依求得反應物含量的方式，可分為下列三種分析：

(1) 重量分析：

① 簡介：

通過化學反應及一系列操作步驟，使試劑中的待測成分轉化為另一種固定化學成分的化合物，再稱其重量，從而計算待測成分含量。

② 例：

從生成物 AB 的重量求得 A 的含量。

(2) 容量分析 (滴定分析)：

503420-1(1/2)

①簡介：

根據被測成分含量，將反應完成時加入試劑的準確體積和濃度，計算出待測成分含量。

②例：

從滴定管加入濃度已知的試劑 B 溶液，求反應消耗的試劑容積，算出 A 的含量。使用指示劑以判斷滴定的終點。

(3)氣體分析：

假若反應生成物是氣體，在定溫定壓，測量其體積即可以定量。

2.儀器（現代）分析法：

採用比較複雜或特殊的儀器設備，通過測量光、電、熱、聲、磁等物理化學性質，轉換成物質的物理量，確定其化學組成、含量以及化學結構的分析方法。

(1)利用電磁學、光學、熱學等的物理現象做為分析的基礎。

(2)將化學量（如：濃度），轉變為電流、電壓等物理量，經放大信號，記錄結果。

(3)為提高分析精度，各種儀器都設有類比—數位轉換器，將類比量轉換為數位量，因為數位量比類比量精美。

①類比量（analog quantity）：

A. 定義：

連續性的量。

B. 例：

電流、電壓、溫度等，精度較低。

②數位量（digital quantity）：

A. 定義：

不連續，可以用數字計數的量。

B. 例：

放射性物質的放射度，精度較高。

(4)以分析儀器而言，類比量是用指針表示偵測所得的信號者。例如 pH 計，用指針的精度是 $\pm 0.01\text{pH}$ 單位，經過類比—數位轉換器後的直讀式 pH 計之精度可達 $\pm 0.001\text{pH}$ 單位。

二、化學分析流程

(一)分析流程簡述：

1.系統化的闡述問題：

將一般性的問題轉換成可經由化學測量回答的形式。

2. 選擇適合的分析方法：

搜尋適當的文獻並尋找適當的分析方法，或設計一個新的分析方法獲得所需的資訊。

3. 採樣 (sampling)：

(1) 定義：

取得具「代表性樣品」的過程。

(2) 若採集的樣品不具代表性或樣品在採樣、運送的過程中產生變化，則分析所得的結果即失去意義。

(3) 對於均勻性樣品與非均勻性樣品，必須有不同的採樣策略。

4. 樣品前處理，或稱為樣品準備 (sample preparation, sample pretreatment)：

(1) 定義：

將具代表性的樣品轉換成適合化學分析的型態。

(2) 目的：

① 去除樣品中會干擾分析的物質。

② 濃縮樣品，將整體樣品轉換成均勻的實驗室樣品。

5. 分析：

(1) 定義：

確認未知樣品中含有哪些東西或確定樣品中待測物的含量。

【註】待測物、分析物 (analyte)：欲測定的物質。

(2) 樣品在分析時，需注意品質保證 (quality assurance)，以確保分析方法的可信度：

① 重複測定 (replicate measurement)：

樣品必須等分 (aliquot) 成數份，以評估分析的不準度並且避免單一測定所造成的誤差。

② 使用其他分析方法進行測定，評估得到的結果是否相同。

③ 分析數個不同樣品來評估採樣過程是否恰當。

6. 報告整理與數據解釋：

整理分析數據，提出合理且完整的結果報告。報告中需清楚提及方法限制。

7. 結論：

報告愈清楚，閱讀報告者誤解的機會就愈低，分析人員有責任確保結論與數據是一致的。

(二) 試劑、樣品名稱：

503420-1(1/2)

1. 分析流程中，樣品名稱簡介，如圖(-)：

(1) 批 (lot)：

① 定義：

想要分析的樣品總數。

② 例：

一整節火車貨車廂的穀粒。

(2) 整體樣品 (bulk sample) 或總樣品 (gross sample)：

① 從這批樣品中所要分析或是要保留的樣品。

② 整體樣品必須是這批樣品中具有代表性的，否則分析結果將沒有意義。

(3) 實驗室樣品 (laboratory sample)：

進行實驗室分析時，從整體樣品中再取出少量又均勻的樣品，它們必須與整體樣品的組成相同。

(4) 部分樣品 (aliquot)：

分析人員再從實驗室樣品中，取出少量、多份部分樣品，進行樣品處理。

(5) 隨機樣品 (random sample)：

自隨機非均勻物質 (random heterogeneous material) 中隨機取樣而得的整體樣品。

① 隨機非均勻物質：

樣品中不同部分的組成是不同且隨機的。

② 要得到隨機非均勻物質中具代表性的整體樣品的方法步驟如下：

A. 將物質劃分成許多小區域。

B. 將每一個小區域編號，用電腦隨機取其中幾個數字。

C. 自這些數字所對應的小區域中取樣。

D. 取出的樣品混合均勻，即可得到具代表性的樣品。

(6) 組成樣品 (composite sample)：

自分離性不均勻物質 (segregated heterogeneous material) 中，按組成比例採樣，其整體樣品中的組成比例應該與原物質相當。

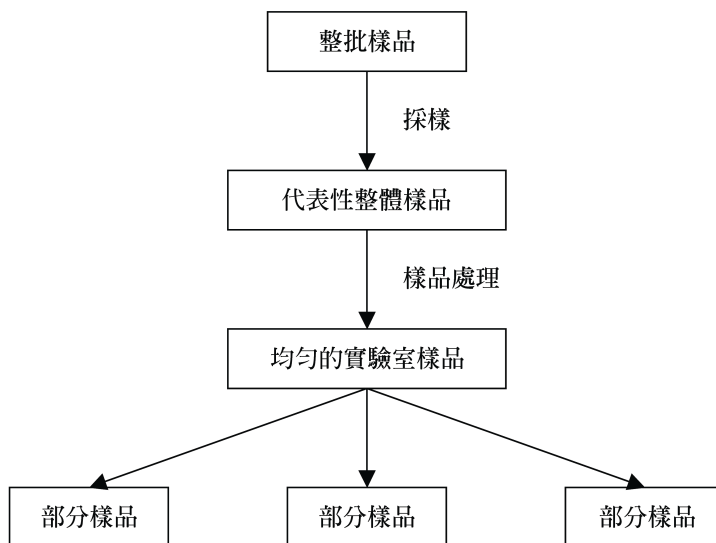
① 分離性不均勻物質：

非均勻性物質，但可以明顯的區分組成不同的部分。

② 取得組成樣品的的方法步驟如下：

A. 將明顯可區分的區域畫在紙上，求出個別所佔比例。

B. 以亂數方式取樣，所得的整體性樣品裡需包含相同比例的組成物。



圖(一) 樣品經處理後的各代表名稱

2. 使用之試劑：

(1) 試藥純度：

- ① 所有檢測用的試藥，須是分析試藥級。
- ② 若須使用其他等級試藥，使用前必須確認該試劑的純度夠高，不致降低檢測結果的準確度。

(2) 試劑水：

① 一般試劑水：

A. 適用：

重金屬及一般檢測分析。

B. 製備方式：

自來水經過初濾及離子交換樹脂處理後，再經全套玻璃蒸餾器或更進一步的離子交換樹脂處理，需避免蒸餾器受污染。

C. 注意事項：

試劑水需符合空白試驗的規範。

② 不含有機物試劑水：

A. 定義：

一般指試劑水中干擾物的濃度低於有機待測物的方法偵測極限。

B. 適用：

有機物檢測。

C. 製備方式：

♥♥♥♥♥♥♥♥♥♥♥♥♥♥♥♥
♥
♥ **精選試題** ♥
♥♥♥♥♥♥♥♥♥♥♥♥♥♥♥♥

壹、選擇題

- (C) 1. 重量分析法中，利用 Na_2CO_3 處理矽酸鹽時，使用的坩堝為下列何種材質？ (A) 石墨 (B) 瓷 (C) 鉑 (D) 鎳。
- (B) 2. 萃取時，一次萃取的溶劑量，若是等分成兩分，作兩次萃取，比較前後兩次萃取的結果，何者效果較佳？ (A) 前者效果佳 (B) 後者效果佳 (C) 相同 (D) 隨溶劑之不同而不同。
- (A) 3. 從水中萃取有機物的萃取液，必須用乾燥劑脫水，選用乾燥劑時不能有下列何者性質？ (A) 不吸附溶質，可吸附溶劑 (B) 不會吸附溶劑及溶質 (C) 不與溶質及溶劑作用 (D) 吸水力強。
- (D) 4. 請問 0.034ppm 最近似下列何者？ (A) 34kg/L (B) 34g/L (C) 34mg/L (D) 34 μg /L。
- (C) 5. 電流的 SI 單位為？ (A) 庫侖 (C) (B) 歐姆 (Ω) (C) 安培 (A) (D) 伏特 (V)。
- (B) 6. 下列何者是 SI 制的基本單位？ (A) 牛頓 (N) (B) 燭光 (Cd) (C) 瓦特 (W) (D) 赫茲 (Hz)。
- (D) 7. 某物質經測量所得重量為 $3 \times 10^{-9}\text{g}$ ，其重量也可寫成？ (A) 3pg (B) 3mg (C) 3 μg (D) 3ng。
- (A) 8. 氧化還原反應中，獲得一莫耳電子所析出的元素量，稱為？ (A) 當量 (B) 當量數 (C) 氧化數 (D) 還原數。
- (C) 9. 試計算 2M $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 在氧化還原反應中，相當於多少當量濃度 N？ (A) 2 (B) 4 (C) 12 (D) 18。
- (D) 10. 最常被應用的超臨界流體為 CO_2 ，下列何者並非其被採用的主要原因？ (A) 無毒性 (B) 無揮發性 (C) 易達到臨界壓力 (D) 可分離高極性的化合物。

貳、申論題

一、試列舉三種可用於萃取固體樣品中，半揮發性/非揮發性有機物的方法。

答：(一) 微波萃取法。

(二) 超音波萃取法。

(三) 超臨界流體萃取法。

二、一般商品之鹽酸濃度標示為 37%，比重為 1.18，換成體積莫耳濃度其值為何？

答：(一) 37%通常為重量百分率濃度，代表 100g 溶液中，含有 37g HCl

(二) HCl 式量 $\div 37.5$

(三) 37%溶液中：

$$1. \text{溶質莫耳數} \div \frac{37}{36.5} (\text{mol})$$

$$2. \text{溶液體積} = \frac{100}{1.18} (\text{mL})$$

$$(四) \text{體積莫耳濃度} = \frac{\text{溶質莫耳數}}{\text{溶液體積}} = \frac{37}{\frac{100}{1.18}} \div 12 (\text{M})$$

三、28.6 克的 $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 溶於 200 克水中，求其重量百分率？

答：(一) Na_2CO_3 重量：

1. 28.6 克的 $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 溶於水中，其結晶水視為溶劑。

$$2. \text{故溶質 } \text{Na}_2\text{CO}_3 \text{ 含量為：} 28.6 \times \frac{\text{Na}_2\text{CO}_3}{\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}} = 28.6 \times \frac{106}{286} = 10.6 \text{ 克}$$

$$(二) \text{結晶水重 } 28.6 \times \frac{180}{286} = 18 \text{ 克}$$

$$(三) \text{wt}(\%) = \frac{106}{10.6 + (200 + 18)} \times 100 = 4.63\%$$

四、使用 20mL 四氯化碳萃取 50mL 之 $1.97 \times 10^{-2}\text{M}$ 碘溶液，平衡後水溶液濃度降為 $5.30 \times 10^{-4}\text{M}$ ，試求分佈係數。

$$\text{答：(一) } D = \frac{[\text{I}_2]_{\text{四氯化碳層}}}{[\text{I}_2]_{\text{水溶液}}}$$

(二) 水溶液中，碘的莫耳數：

$$1. \text{萃取前：} (1.97 \times 10^{-2}) \times 50 = 0.985 \text{ mmol}$$

$$2. \text{萃取後：} (5.30 \times 10^{-4}) \times 50 = 0.0265 \text{ mmol}$$

(三) 四氯化碳層：

$$1. \text{溶質：碘莫耳數} = 0.985 - 0.0265 = 0.9585$$

$$2. \text{溶劑：四氯化碳體積 } 20 \text{ mL}$$

$$(四) D = \frac{\left(\frac{0.9585}{20}\right)}{5.3 \times 10^{-4}} \div 90.4$$