

高校 **经典** 化学教材配套



考研辅导系列

分析化学考研辅导

—— 考点、题库、精解

(武汉大学 主编 · 高教版 · 第五版)

朱永春 田冬梅 董国斌 编

- 难点辨析 ●
- 例题分析 ●
- 真题解析 ●
- 强化训练 ●

化学工业出版社

名校

化学考研辅导

已

考研辅导系列

分析化学考研辅导

—— 考点、题库、精解 ——

主编：李华 副主编：王明 编委：张三 李四 王五 赵六

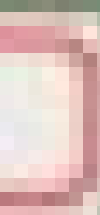
主审：陈德海 审稿：周志远 杨晓峰 孙志军

■ 第一章 绪论

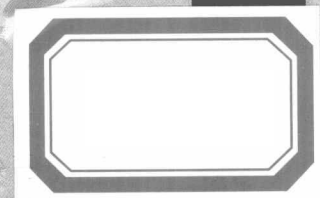
■ 第二章 滴定分析

■ 第三章 光谱分析

■ 第四章 电化学分析



.....



高校 经典 化学教材配套



-17

考研辅导系列

分析化学考研辅导

—— 考点、题库、精解

(武汉大学 主编 · 高教版 · 第五版)

朱永春 田冬梅 董国斌 编



化学工业出版社

· 北京 ·

本书是《高校经典化学教材配套考研辅导系列》中的分析化学专业分册,依武汉大学主编的《分析化学》(第5版)为蓝本,分为概论;分析试样的采集与制备;分析化学中的误差与数据处理;分析化学中的质量保证与质量控制;酸碱滴定法;络合滴定法;氧化还原滴定法;沉淀滴定法;重量分析法;吸光光度法;分析化学中的常用的分离和富集方法。每章设计了本章的框架及要求;要点及疑难点辨析;考点与常考题型解题方法;强化及自测练习4个知识板块。书后附有两套模拟试题及其答案。

本书可作为理工科化学、化工、环境类考研学生的辅导书,也可供相关专业本科生学习参考。

图书在版编目(CIP)数据

分析化学考研辅导——考点、题库、精解/朱永春,田冬梅,董国斌编. —北京:化学工业出版社,2011.5
高校经典化学教材配套考研辅导系列
ISBN 978-7-122-10802-9

I. 分… II. ①朱…②田…③董… III. 分析化学-研究生-入学考试-自学参考资料 IV. 065

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2011) 第 044999 号

责任编辑:成荣霞

文字编辑:向东

责任校对:陈静

装帧设计:王晓宇

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

印刷:北京永鑫印刷有限责任公司

装订:三河市万龙印装有限公司

787mm×1092mm 1/16 印张17 字数417千字 2011年7月北京第1版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:39.00元

版权所有 违者必究

前言

分析化学是理工科化(轻)工类专业和相关专业的一门基础课,是以定量为主,注意应用,重视实验的一门课程;是理学、工学相关专业硕士研究生入学考试的一门考试科目;对于化学、化工、医学、环保、文物保护等专业的学生来说更是需要掌握的基本知识和必修、必考内容。本书的基本任务是:使学生了解和掌握有关分析方法的基本理论知识和基本操作技术;培养学生良好的实验习惯,实事求是的科学态度和严谨细致的工作作风,为后续课程的学习和将来参加社会生产实践打下基础。

随着硕士授权点的增加,特别是一级化学硕士点数量的增加,分析化学是分析化学硕士入学考试的主干专业科目,也是化学类综合的主要科目之一。在分析化学课程考研复习准备过程中,考生普遍感到分析化学内容好学题难做,公式太长太多,难以记忆和应用。为了满足广大读者学习与考研复习应试的需要,化学工业出版社组织编写了这套考研辅导书——《高校经典化学教材配套考研辅导系列》。笔者根据多年从事分析化学课程教学及其考研辅导经验,编写了本书。

本书基本上依高等教育出版社出版的面向21世纪课程教材,由武汉大学主编的《分析化学》(第5版)为蓝本来编写。内容分别为:第1章概论,第2章分析试样的采集与制备,第3章分析化学中的误差与数据处理,第4章分析化学中的质量保证与质量控制,第5章酸碱滴定法,第6章络合滴定法,第7章氧化还原滴定法,第8章沉淀滴定法和滴定分析小结,第9章重量分析法,第10章吸光光度法,第11章分析化学中常用的分离和富集方法。每章设计了以下知识板块。

1. 本章的框架及基本要求:对本章内容进行了系统概括,并以框图形式表述,便于记忆和整体把握。

2. 要点及疑难点辨析:对本章内容进行全面系统的归纳总结。

3. 考点与常考题型解题方法:详细解析书中例题,鉴于已有许多思考题及习题的详细题解,本书只给出了思考题和习题解题的提示和答案。

4. 强化及自测练习:包括判断、选择、填空、简答、计算五种类型的练习题及其答案,很多来自考研真题和其他分析化学书后练习题的汇编。

书后还附有两套硕士学位研究生入学分析化学模拟考试试卷及其参考答案。

全书由朱永春、田冬梅、董国斌编写,朱永春统稿、定稿。其中,朱永春执笔第2章、第4章、第7章、第8章、第9章,田冬梅执笔第1章、第5章和第10章,董国斌执笔第3章、第6章和第11章。本书在编写过程中,沈阳师范大学的郝洁、吕子健、吴英、贾晓光、曲谦、王倩、赵丹、张京京、杜晓慧等人参与试题的收集整理等工作。许多同志给予了热心支持和具体帮助,对此,谨致谢忱。

由于水平有限,书中疏漏与不妥之处在所难免,恳请读者批评指正。

编者

2011年3月于沈阳

目录

第1章 概论	1
1.1 本章框架及基本要求	1
1.2 要点及疑难点辨析	1
1.3 考点与常考题型解题方法	4
1.3.1 例题解析	4
1.3.2 思考题及提示	6
1.3.3 习题及提示	7
1.4 强化及自测练习	9
强化及自测习题答案	13
第2章 分析试样的采集与制备	15
2.1 本章框架及基本要求	15
2.2 要点及疑难点辨析	15
2.3 考点与常考题型解题方法	21
2.3.1 例题解析	21
2.3.2 思考题及提示	22
2.3.3 习题及提示	22
2.4 强化及自测练习	23
强化及自测习题答案	25
第3章 分析化学中的误差与数据处理	27
3.1 本章框架及基本要求	27
3.2 要点及疑难点辨析	27
3.3 考点与常考题型解题方法	32
3.3.1 例题解析	32
3.3.2 思考题及提示	37
3.3.3 习题及提示	38
3.4 强化及自测练习	41
强化及自测习题答案	51
第4章 分析化学中的质量保证与质量控制	54
4.1 本章框架及基本要求	54
4.2 要点及疑难点辨析	54
4.3 考点与常考题型解题方法	63

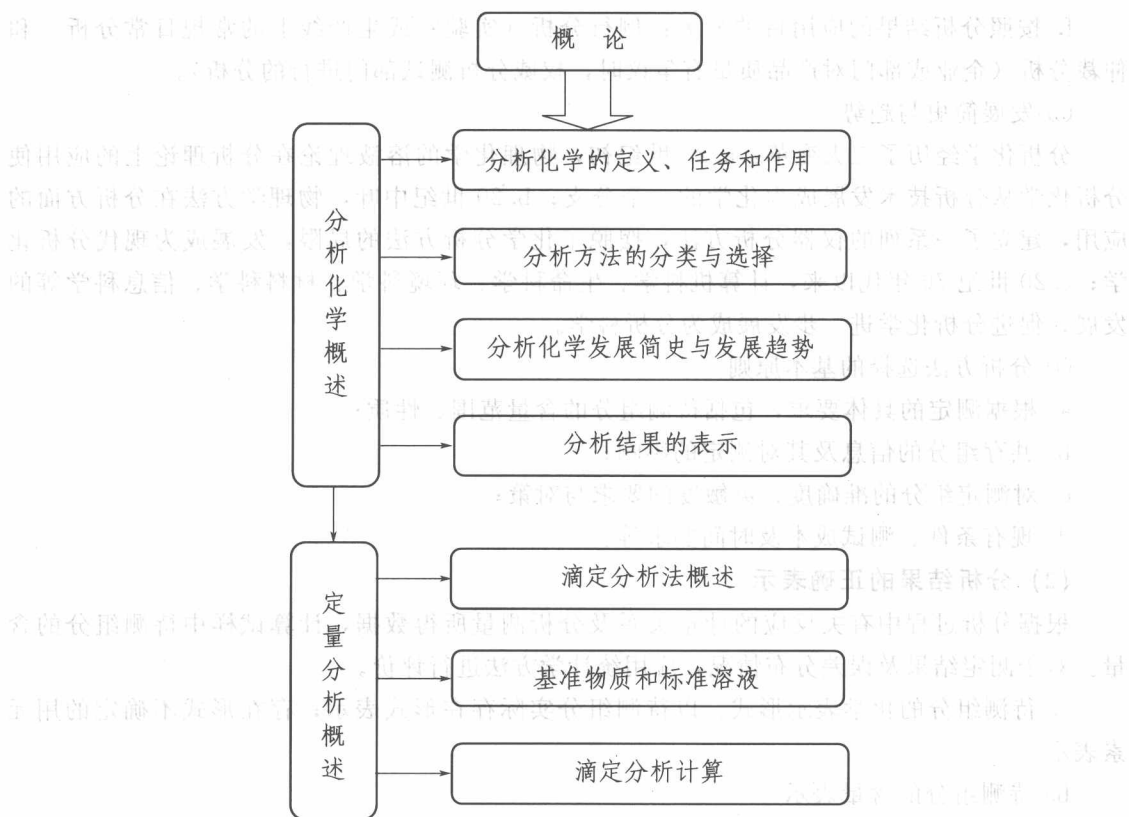
4.3.1 例题解析	63
4.3.2 思考题及提示	63
4.3.3 习题及提示	63
4.4 强化及自测练习	64
强化及自测习题答案	67
第5章 酸碱滴定法	69
5.1 本章框架及基本要求	69
5.2 要点及疑难点辨析	69
5.3 考点与常考题型解题方法	83
5.3.1 例题解析	83
5.3.2 思考题及提示	90
5.3.3 习题及提示	91
5.4 强化及自测练习	94
强化及自测习题答案	104
第6章 络合滴定法	109
6.1 本章框架及基本要求	109
6.2 要点及疑难点辨析	110
6.3 考点与常考题型解题方法	116
6.3.1 例题解析	116
6.3.2 思考题及提示	124
6.3.3 习题及提示	126
6.4 强化及自测练习	131
强化及自测习题答案	139
第7章 氧化还原滴定法	143
7.1 本章框架及基本要求	143
7.2 要点及疑难点辨析	143
7.3 考点与常考题型解题方法	148
7.3.1 例题解析	148
7.3.2 思考题及提示	155
7.3.3 习题及提示	156
7.4 强化及自测练习	163
强化及自测习题答案	175
第8章 沉淀滴定法和滴定分析小结	179
8.1 本章框架及基本要求	179
8.2 要点及疑难点辨析	179

8.3 考点与常考题型解题方法	181
8.3.1 例题解析	181
8.3.2 思考题及提示	181
8.3.3 习题及提示	181
8.4 强化及自测练习	182
强化及自测习题答案	187
第9章 重量分析法	190
9.1 本章框架及基本要求	190
9.2 要点及疑难点辨析	190
9.3 考点与常考题型解题方法	194
9.3.1 例题解析	194
9.3.2 思考题及提示	198
9.3.3 习题及提示	199
9.4 强化及自测练习	203
强化及自测习题答案	211
第10章 吸光光度法	215
10.1 本章框架及基本要求	215
10.2 要点及疑难点辨析	215
10.3 考点与常考题型解题方法	221
10.3.1 例题解析	221
10.3.2 思考题及提示	221
10.3.3 习题及提示	221
10.4 强化及自测练习	223
强化及自测习题答案	228
第11章 分析化学中常用的分离和富集方法	231
11.1 本章框架及基本要求	231
11.2 要点及疑难点辨析	231
11.3 考点与常考题型解题方法	236
11.3.1 例题解析	236
11.3.2 思考题及提示	236
11.3.3 习题及提示	237
11.4 强化及自测练习	239
强化及自测习题答案	247
附录 硕士学位研究生入学分析化学模拟考试试卷及其参考答案	252
硕士学位研究生入学分析化学模拟考试试卷(A卷)	252

第1章

概 论

1.1 本章框架及基本要求



1.2 要点及疑难点辨析

(1) 分析方法的分类

① 定义

分析化学是发展和应用各种理论、方法、仪器和策略以获取有关物质在相对时空内的组成和性质的信息的一门科学。

② 分析方法分类

a. 按测定原理分为：化学分析，以物质的化学反应为基础的分析方法；仪器分析，以物质的物理和物理化学性质为基础的分析方法。

b. 按分析任务分为：定性分析，定量分析，结构分析。

c. 按分析对象分为：无机分析，有机分析，生物分析，环境分析等。

d. 按试样用量及操作规模分为：常量、半微量、微量和超微量分析。

方 法	试样质量	试液体积
常量分析	>0.1g	>10mL
半微量分析	0.01~0.1g	1~10mL
微量分析	0.1~10mg	0.01~1mL
超微量分析	<0.1mg	<0.01mL

e. 按待测成分含量分为：常量分析 (>1%)，微量分析 (0.01%~1%)，痕量分析 (<0.01%)。

f. 按照分析结果的应用目的分为：例行分析（实验室或生产线上的常规日常分析）和仲裁分析（企业或部门对产品质量有争议时，权威分析测试部门进行的分析）。

③ 发展简史与趋势

分析化学经历了三大变革：a. 20 世纪初，物理化学的溶液理论在分析理论上的应用使分析化学从分析技术发展成为化学的一个分支；b. 20 世纪中叶，物理学方法在分析方面的应用，建立了一系列的仪器分析方法，摆脱了化学分析方法的局限，发展成为现代分析化学；c. 20 世纪 70 年代以来，计算机科学、生命科学、环境科学、材料科学、信息科学等的发展，促进分析化学进一步发展成为分析科学。

④ 分析方法选择的基本原则

- 根据测定的具体要求，包括待测组分的含量范围、性质；
- 共存组分的信息及其对测定的影响；
- 对测定组分的准确度、灵敏度的要求与对策；
- 现有条件、测试成本及时间要求等。

(2) 分析结果的正确表示

根据分析过程中有关反应的计量关系及分析测量所得数据，计算试样中待测组分的含量。对于测定结果及误差分布情况，应用统计学方法进行评估。

a. 待测组分的化学表示形式：以待测组分实际存在形式表示；存在形式不确定的用元素表示。

b. 待测组分的含量表示

i. 固体试样：常用质量分数表示 $\omega_B = \frac{m_B}{m_s}$ ；含量非常低时用 $\mu\text{g/g}$ ； ng/g 或 pg/g 表示。

ii. 液体试样：物质的量浓度 $c = \frac{n}{V}$ ，单位为 mol/L ；质量摩尔浓度， $m_x = \frac{n}{m_s}$ ，单位为 mol/kg ；质量分数；体积分数；摩尔分数；质量浓度等表示。

iii. 气体试样：用体积分数或质量浓度表示。

(3) 滴定分析法

① 基本术语与概念

a. 化学计量点：进行滴定分析时，先将试样制备成溶液置于容器（通常为锥形瓶）中，在适宜的反应条件下，再将另一种已知准确浓度的试剂溶液，即标准溶液（又称滴定剂）由滴定管加到被测物质的溶液中去，直到两者按照一定的化学方程式所表示的计量关系完全反应为止，这时称反应到达化学计量点，简称计量点（以 sp 表示）。

b. 滴定终点：一般来说，由于在计量点时试液的外观并无明显变化，因此还需加入适当的指示剂，使滴定进行至指示剂的颜色发生突变时而终止（或用仪器进行检测），此时称为滴定终点，简称终点（以 ep 表示）。

c. 终点误差：滴定终点（实测值）与化学计量点（理论值）往往并不相同，由此引起测定结果的误差称为终点误差（ Et ），又称滴定误差。

d. 滴定分析方法的特点：i. 简便；ii. 快速；iii. 准确度高；iv. 成本低；v. 不需要昂贵仪器设备。

② 滴定分析法对化学反应的要求

- 必须具有确定的化学计量关系。
- 反应必须定量地进行。
- 必须具有较快的反应速率。
- 必须有适当简便的方法确定终点。
- 共存物不干扰测定。

③ 滴定方式的分类

按照滴定方式不同，分为直接滴定法、间接滴定法、返滴定法、置换滴定法。

a. 直接滴定法：用标准溶液直接滴定待测物质。

b. 间接滴定法：不能与滴定剂直接起反应的物质，通过另外的化学反应间接进行测定。

例如，先将 Ca^{2+} 沉淀为 CaC_2O_4 ，以硫酸溶解后再用 $KMnO_4$ 滴定 $C_2O_4^{2-}$ ，可间接测定 Ca^{2+} 。

c. 返滴定法：先加入一定量且过量的标准溶液，待其与被测物质反应完全后，再用另一种滴定剂滴定剩余的标准溶液，从而计算被测物质的量，又称为剩余量滴定法。

例如，测定 $CaCO_3$ 加入过量盐酸，多余盐酸用标准氢氧化钠溶液返滴定。

d. 置换滴定法：先用适当试剂与待测组分反应，使其定量地置换为另一种物质，再用标准溶液进行滴定。

④ 基准物质及其要求

a. 基准物质：能用于直接配制并用于标定标准溶液的物质。

b. 要求：试剂组成与化学式一致；纯度足够高；性质稳定；摩尔质量大；滴定反应时没有副反应。如氧化还原的常用基准物质 $K_2Cr_2O_7$ ，可用于标定 $Na_2S_2O_3$ 的浓度。

(4) 分析化学过程

一般试样的定量分析过程主要包括：试样的采取；试样的分解与处理；试样的分离与富集；分析方法选择与分析测试；分析结果的计算与评价。

(5) 分析结果的计算

① 基本原理及公式

a. 物质的量浓度：

$$c_B = n_B / V_B$$

$$n_B = m_B / M_B$$

$$m_B = c_B V_B M_B$$

b. 滴定分析计算的常用公式：



$$n_B = (b/t)n_T$$



$$c_B V_B = (b/t) c_T V_T \quad m_T / M_T = (t/b) c_B V_B$$

② 滴定分析法的有关计算

a. 标准溶液的配制 (直接法), 稀释与增浓。

$$m_B = c_B V_B M_B \quad m_B = n_B M_B = (b/t) c_T V_T M_B$$

b. 标定溶液浓度:

$$c_B = n_B / V_B = m_B / (V_B M_B)$$

c. 待测组分含量的计算:

$$\omega_B = \frac{m_B}{m_s}$$

$$\omega_B = \frac{b}{t} \frac{c_T V_T M_B}{m_s}$$

1.3 考点与常考题型解题方法

1.3.1 例题解析

【例 1.1】准确称取基准物质 $K_2Cr_2O_7$ 1.471g, 溶解后定量转移至 250.0mL 容量瓶中, 问此 $K_2Cr_2O_7$ 溶液浓度为多少?

分析: 此题涉及基准物质的概念及其物质的量浓度的准确配制和计算。

解 已知: $M_{K_2Cr_2O_7} = 294.2 \text{g/mol}$

根据物质的量浓度定义有:

$$c_{K_2Cr_2O_7} = \frac{1.471 \text{g} / 294.2 \text{g/mol}}{0.2500 \text{L}} = 0.02000 \text{mol/L}$$

答: 略。

【例 1.2】欲配制 0.1000mol/L 的 Na_2CO_3 标准溶液 500mL, 问应称取 Na_2CO_3 多少克?

分析: 此题是有关已知物质的量浓度求物质的质量的计算。

解 已知: $M_{Na_2CO_3} = 106.0 \text{g/mol}$

根据物质的量浓度的定义, 可计算所需物质的质量为,

$$m_{Na_2CO_3} = c_{Na_2CO_3} V_{Na_2CO_3} M_{Na_2CO_3} = 0.1000 \text{mol/L} \times 0.5000 \text{L} \times 106.0 \text{g/mol} = 5.300 \text{g}$$

答: 略。

【例 1.3】有 0.1035mol/L NaOH 标准溶液 500mL, 欲使其浓度恰好为 0.1000mol/L, 问需要加入水多少毫升?

分析: 此为溶液稀释问题, 稀释前后体积发生变化, 但物质的量不变。

解 设需要加入水为 $V \text{mL}$

$$0.1035 \text{mol/L} \times 0.500 \text{L} = 0.1000 \text{mol/L} \times (500 \text{mL} + V)$$

$$V = \frac{(0.1035 \text{mol/L} - 0.1000 \text{mol/L}) \times 500 \text{mL}}{0.1000 \text{mol/L}} = 17.50 \text{mL}$$

答：略。

【例 1.4】 为标定 HCl 溶液，称取硼砂 ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) 0.4710g，用 HCl 溶液滴定至化学计量点时消耗 24.20mL，求 HCl 的浓度。

分析：有关滴定计算，首先要写出滴定反应的完整平衡式，根据反应的计量关系，找出物质的量关系，再根据滴定数据计算。

解 滴定反应为： $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 + 2\text{HCl} + 5\text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons 4\text{H}_3\text{BO}_3 + 2\text{NaCl}$

物质的量关系为： $n_{\text{HCl}} = 2n_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}}$

代入滴定数据： $c_{\text{HCl}} V_{\text{HCl}} = 2m_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}} / M_{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}}$

$$c_{\text{HCl}} = \frac{2 \times 0.4710\text{g}}{381.37\text{g/mol} \times 24.20\text{mL} \times 10^{-3}} = 0.1021\text{mol/L}$$

答：略。

【例 1.5】 称取铁矿石试样 0.5006g，将其溶解，使全部铁还原为亚铁离子，用 0.01500mol/L $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 标准溶液滴定至化学计量点时，用去 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 标准溶液 33.45mL，求试样中以 Fe 和 Fe_2O_3 计的质量分数。

分析：此题涉及滴定分析，以及分析结果的不同表示方式。

解 其滴定反应为： $6\text{Fe}^{2+} + \text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} + 14\text{H}^+ \rightleftharpoons 6\text{Fe}^{3+} + 7\text{H}_2\text{O} + 2\text{Cr}^{3+}$

计量比为： $n_{\text{Fe}^{2+}} = 6n_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}$

$$\begin{aligned} w_{\text{Fe}} &= \frac{6n_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} M_{\text{Fe}}}{m_s} = \frac{6c_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} V_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} M_{\text{Fe}}}{m_s} \\ &= \frac{6 \times 0.01500\text{mol/L} \times 33.45\text{mL} \times 55.85\text{g/mol} \times 10^{-3}}{0.5006\text{g}} = 0.3359 \end{aligned}$$

如以 Fe_2O_3 形式表示，每个分子 Fe_2O_3 含有两个 Fe 原子，其关系为： $n_{\text{Fe}_2\text{O}_3} = \frac{1}{2}n_{\text{Fe}}$

$$\begin{aligned} w_{\text{Fe}_2\text{O}_3} &= \frac{\frac{1}{2}n_{\text{Fe}} M_{\text{Fe}_2\text{O}_3}}{m_s} = \frac{3c_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} V_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} M_{\text{Fe}}}{m_s} \\ &= \frac{3 \times 0.01500\text{mol/L} \times 33.45\text{mL} \times 55.85\text{g/mol} \times 10^{-3}}{0.5006\text{g}} = 0.1679 \end{aligned}$$

答：略。

【例 1.6】 称取含铝试样 0.2000g，溶解后加入 0.02082mol/L EDTA 标准溶液 30.00mL，控制条件使 Al^{3+} 与 EDTA 络合完全。然后以 0.02012mol/L Zn^{2+} 标准溶液返滴定，消耗 Zn^{2+} 标准溶液 7.20mL，计算试样中 Al_2O_3 的质量分数。

分析：结果报告的形式是滴定形式的 2 倍关系。

解 络合反应为： $\text{Al}^{3+} + \text{H}_2\text{EDTA} \rightleftharpoons \text{AlEDTA} + 2\text{H}^+$

物质的量关系为： $n_{\text{Al}_2\text{O}_3} = \frac{1}{2}n_{\text{Al}^{3+}} = \frac{1}{2}n_{\text{EDTA}}$

$$\begin{aligned} w_{\text{Al}_2\text{O}_3} &= \frac{n_{\text{Al}_2\text{O}_3} M_{\text{Al}_2\text{O}_3}}{m_s} = \frac{\frac{1}{2}(n_{\text{EDTA}} - n_{\text{Zn}^{2+}}) M_{\text{Al}_2\text{O}_3}}{m_s} \\ &= \frac{\frac{1}{2}(0.02082\text{mol/L} \times 30.00\text{mL} \times 10^{-3} - 0.02012\text{mol/L} \times 7.20\text{mL} \times 10^{-3}) \times 102.0\text{g/mol}}{0.2000\text{g}} \end{aligned}$$

$$= 0.1223$$



答：略。

【例 1.7】 计算 0.01500 mol/L $K_2Cr_2O_7$ 溶液对 Fe 和 Fe_2O_3 的滴定度。

分析：此题涉及滴定度概念以及不同形态物质间的换算因子问题。

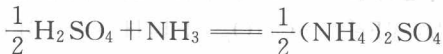
解 根据滴定反应式： $6Fe^{2+} + Cr_2O_7^{2-} + 14H^+ \rightleftharpoons 6Fe^{3+} + 7H_2O + 2Cr^{3+}$

$$T_{Fe/K_2Cr_2O_7} = \frac{c_B M_{Fe} a}{1000b} = \frac{0.015 \times 55.85 \times 6}{1000 \times 1} = 0.005026 \text{ g/mL}$$

$$T_{Fe_2O_3/K_2Cr_2O_7} = \frac{c_B M_{Fe_2O_3} a}{1000b} = \frac{0.015 \times 159.7 \times 3}{1000 \times 1} = 0.007186 \text{ g/mL}$$

【例 1.8】 测定氮肥中 NH_3 的含量。称取试样 1.6160 g，溶解后在 250.0 mL 容量瓶中定容。移取 25.00 mL，加入过量 NaOH 溶液，将产生的 NH_3 导入 40.00 mL $c_{\frac{1}{2}H_2SO_4} = 0.1020 \text{ mol/L}$ H_2SO_4 标准溶液吸收，剩余的 H_2SO_4 用 $c_{NaOH} = 0.0960 \text{ mol/L}$ NaOH 返滴定，消耗 17.00 mL，计算该氮肥中 NH_3 的含量。

分析：以 $\frac{1}{2}H_2SO_4$ 作为物质形式，其具有与 NH_3 和 NaOH 简单的计量关系，使得计算更加简单化。



解 滴定过程涉及的反应有：



计量点时， $n_{NH_3} = n_{\frac{1}{2}H_2SO_4} - n_{NaOH}$

$$w_{NH_3} = \frac{n_{NH_3} M_{NH_3}}{m_s \times \frac{25}{250}} \times 100\%$$

$$= \frac{(0.1020 \text{ mol/L} \times 40.00 \text{ mL} \times 10^{-3} - 0.0960 \text{ mol/L} \times 17.00 \text{ mL} \times 10^{-3}) \times 17.01 \text{ g/mol}}{1.6160 \text{ g} \times \frac{1}{10}} \times 100\%$$

$$= 25.76\%$$

答：略。

1.3.2 思考题及提示

1. 简述分析化学的定义、任务和作用。

2. 讨论选择分析方法的原则。

3. 简述一般试样的分析过程。

4. 标定 NaOH 溶液浓度时，邻苯二甲酸氢钾 ($KHC_8H_4O_4$, $M=204.23 \text{ g/mol}$) 和水合草酸 ($H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$, $M=126.07 \text{ g/mol}$) 都可以作为基准物质。你认为选择哪一种更好？为什么？（提示：考虑称量误差）

5. 基准物 Na_2CO_3 和 $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ 都可用于标定 HCl 溶液的浓度。你认为选择哪种更好？为什么？（提示：考虑称量误差）

6. 用基准物 Na_2CO_3 标定 HCl 溶液时，下列情况会对 HCl 的浓度产生何种影响（偏高、偏低或无影响）？（提示：依据计算式 $c_{HCl} = \frac{w_{Na_2CO_3}}{M_{Na_2CO_3} V_{HCl}}$ 考虑各情况下产生的影响，偏高、偏低、无影响、不确定）

- 滴定速度太快, 附在滴定管壁上的 HCl 来不及流下来就读取滴定体积;
 - 称取 Na_2CO_3 时, 实际质量为 0.1834g, 记录时误记为 0.1824g;
 - 在将 HCl 标准溶液倒入滴定管之前, 没有用 HCl 溶液荡洗滴定管;
 - 锥形瓶中的 Na_2CO_3 用蒸馏水溶解时多加了 50mL 蒸馏水;
 - 滴定开始之前, 忘记调节零点;
 - 滴定管旋塞漏出 HCl 溶液;
 - 称取 Na_2CO_3 时, 少量 Na_2CO_3 撒在天平盘上;
 - 配制 HCl 溶液时, 没有混匀。
- 若将 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 基准物质不密封, 长期置于放有干燥剂的干燥器中, 用它标定 NaOH 时, 结果偏高、偏低还是无影响? (提示: 参考 6 题及风化失水)
 - 假设用 HCl 标准溶液滴定不纯的 Na_2CO_3 试样, 若出现 7 题中的情况, 将会对分析结果产生何种影响? (提示: 参考 7 题)

1.3.3 习题及提示

- 称取纯金属锌 0.3250g, 溶于 HCl 后, 定量转移并稀释到 250mL, 定容, 摇匀, 计算 Zn^{2+} 溶液的浓度。(提示: 计算物质的量及物质的量浓度; 0.01988mol/L)
- 有 0.0982mol/L 的 H_2SO_4 溶液 480mL, 现欲使其浓度增至 0.1000mol/L。问应加入 0.5000mol/L H_2SO_4 溶液多少毫升? (提示: 溶液混合问题, 混合前后物质的量不变; 2.16mL)
- 在 500mL 溶液中含有 9.21g $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$, 计算该溶液的浓度及在以下反应中对 Zn^{2+} 的滴定度。 $3\text{Zn}^{2+} + 2[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-} + 2\text{K}^+ \longrightarrow \text{K}_2\text{Zn}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]_2$ (提示: 根据滴定度概念和反应的摩尔比关系; 0.0500mol/L; 4.90mg/mL)
- 要求在滴定时消耗 0.2mol/L NaOH 溶液 25~30mL。问应称取基准试剂邻苯二甲酸氢钾 ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) 多少克? 如果改用 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 作基准物质, 又应称取多少克? (提示: 根据质量与浓度间关系计算; 1.0~1.2g; 0.3~0.4g)
- 欲配制 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液用于在酸性介质中标定 0.02mol/L 的 KMnO_4 溶液, 若要使标定时, 两种溶液消耗的体积相近, 问应配制多大浓度的 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液? 配制 100mL 这样的溶液应取 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 多少克? (提示: 计算物质的量及反应的摩尔比; 0.05mol/L; 0.7g)
- 含 S 有机试样 0.471g, 在氧气中燃烧, 使 S 氧化为 SO_2 , 用预中和过的 H_2O_2 将 SO_2 吸收, 全部转化为 H_2SO_4 , 以 0.108mol/L KOH 标准溶液滴定至化学计量点, 消耗 28.2mL。求试样中 S 的质量分数。(提示: 计算反应的摩尔比及物质的摩尔质量; 10.3%)
- 将 50.00mL 0.1000mol/L $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ 溶液加入到 1.000g 含有 NaF 的试样溶液中, 过滤, 洗涤, 滤液及洗涤液中剩余的 Ca^{2+} 用 0.0500mol/L EDTA 滴定, 消耗 24.20mL, 计算试样中 NaF 的质量分数。(提示: 此为返滴定法的计算; 31.83%)
- 0.2500g 不纯 CaCO_3 试样中不含干扰测定的组分。加入 25.00mL 0.2600mol/L HCl 溶解, 煮沸除去 CO_2 , 用 0.2450mol/L NaOH 溶液返滴定过量酸, 消耗 6.50mL, 计算试样中 CaCO_3 的质量分数。(提示: 酸碱返滴定; 98.24%)
- 不纯 Sb_2S_3 0.2513g, 将其置于氧气流中灼烧, 产生的 SO_2 通入 FeCl_3 溶液中, 使 Fe^{3+} 还原至 Fe^{2+} , 然后用 0.02000mol/L KMnO_4 标准溶液滴定 Fe^{2+} , 消耗溶液 31.80mL。计算试样中 Sb_2S_3 的质量分数。若以 Sb 计, 质量分数又为多少? (提示: 物质的量间关系)

为 $\text{Sb}_2\text{S}_3 \sim 2\text{Sb} \sim 3\text{SO}_2 \sim 6\text{Fe}^{2+} \sim \frac{6}{5}\text{KMnO}_4$; 71.66%; 51.35%)

10. 已知酸性溶液中, Fe^{2+} 与 KMnO_4 反应时, 1.00mL KMnO_4 溶液相当于 0.1117g Fe, 而 1.00mL $\text{KHC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液在酸性介质中恰好与 0.20mL 上述的 KMnO_4 溶液完全反应. 问需要多少毫升 0.2000mol/L NaOH 溶液才能与上述的 1.00mL $\text{KHC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液完全中和? (提示: 此为氧化还原反应与酸碱反应滴定度之间的换算关系; 1.50mL)

11. 用纯 As_2O_3 标定 KMnO_4 溶液的浓度. 若 0.2112g As_2O_3 在酸性溶液中恰好与 36.42mL KMnO_4 反应. 求该 KMnO_4 溶液的浓度. (提示: 计算反应的摩尔比及物质的量浓度; 0.02345mol/L)

12. 称取大理石试样 0.2303g, 溶于酸中, 调节酸度后加入过量 $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液, 使 Ca^{2+} 沉淀为 CaC_2O_4 , 过滤、洗净, 将沉淀溶于稀 H_2SO_4 中, 溶解后的溶液用浓度为 $c(\frac{1}{2}\text{KMnO}_4) = 0.0212\text{mol/L}$ 标准溶液滴定, 消耗 22.30mL, 计算大理石中钙 (以 CaC_2O_4 计) 的质量分数. (提示: 此为 KMnO_4 返滴定法测定 Ca 的计算; 97.49%)

13. $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 作为还原剂, 可与 KMnO_4 反应如下:



其两个质子也可被 NaOH 标准溶液滴定. 分别计算 0.100mol/L NaOH 和 0.100mol/L KMnO_4 溶液与 500mg $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 完全反应所消耗的体积 (mL). (提示: 此为氧化还原反应与酸碱反应之间的换算; 111mL; 22.2mL)

14. $\text{Cr}(\text{III})$ 因与 EDTA 的反应缓慢而采用返滴定法. 某含 $\text{Cr}(\text{III})$ 的药物试样 2.63g 经处理后用 5.00mL 0.0103mol/L EDTA 滴定分析, 剩余的 EDTA 需 1.32mL 0.0122mol/L Zn^{2+} 标准溶液返滴定至终点, 求此药物试样中 CrCl_3 ($M = 158.4\text{g/mol}$) 的质量分数. (提示: 络合返滴定; 0.221%)

15. 含 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 5.442g/L 的标准溶液. 求其物质的量浓度以及对于 Fe_3O_4 ($M = 231.54\text{g/mol}$) 的滴定度 (mg/mL). (提示: 氧化还原反应滴定度的计算; 0.01850mol/L; 8.567mg/mL)

16. 0.200g 某含锰试样中的锰含量分析如下: 加入 50.00mL 0.100mol/L $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ 标准溶液还原 MnO_2 到 Mn^{2+} , 完全还原以后, 过量的 Fe^{2+} 在酸性溶液中被 0.0200mol/L KMnO_4 标准溶液滴定, 需 15.0mL, 以 Mn_3O_4 ($M = 228.8\text{g/mol}$) 的形式计算该试样中锰的含量.



(提示: 发生的滴定反应为:



氧化还原返滴定; 66.7%)

17. 按国家标准规定, 化学试剂 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ($M = 278.04\text{g/mol}$) 的含量: 99.50%~100.5% 为一级 (GR); 99.00%~100.5% 为二级 (AR); 98.00%~101.0% 为三级 (CP). 现以 KMnO_4 法测定, 称取试样 1.012g, 在酸性介质中用 0.02034mol/L KMnO_4 溶液滴定, 至终点时消耗 35.70mL. 计算此产品中 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 的质量分数, 并判断此产品符合哪一级化学试剂标准. (提示: 计算反应的摩尔比及物质的质量分数; 10.3%)

18. 有反应: $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 + 2\text{Ce}^{4+} = 2\text{CO}_2 + 2\text{Ce}^{3+} + 2\text{H}^+$, 多少毫克 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ($M = 126.07\text{g/mol}$) 将与 1.00mL 0.0273mol/L 的 $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$ 依上式反应? (提示: 计算反应的