

理工科考研辅导系列 化学生物类

分析化学

「名校考研 真题详解」

金圣才 主 编



中国水利水电出版社
www.waterpub.com.cn

理工科考研辅导系列（化学生物类）

分析化学名校考研真题详解

金圣才 主 编

内 容 提 要

本书分为上下篇共 22 章（含分析化学和仪器分析），每章包括三部分内容：第一部分是重点与难点解析；第二部分是名校考研真题详解；第三部分是名校期末考试真题详解。

本书所选题目均为知名院校近年的考研或期末考试真题，且本书对所有真题均进行了详细解答。通过这些真题及其详解，读者可以在很大程度上了解和掌握相关院校考研、期末考试的出题特点和解题方法。

本书特别适合备战考研和大学期末考试的读者。同时，对于参加相关专业同等学力考试、自学考试、资格考试的考生而言，本书也具有较高的参考价值。

图书在版编目（C I P）数据

分析化学名校考研真题详解 / 金圣才主编. -- 北京
: 中国水利水电出版社, 2010.3
(理工科考研辅导系列. 化学生物类)
ISBN 978-7-5084-7266-9

I. ①分… II. ①金… III. ①分析化学—研究生—入学考试—解题 IV. ①065-44

中国版本图书馆CIP数据核字(2010)第034577号

书 名	理工科考研辅导系列(化学生物类) 分析化学名校考研真题详解
作 者	金圣才 主 编
出 版 发 行	中国水利水电出版社 (北京市海淀区玉渊潭南路1号D座 100038) 网址: www.waterpub.com.cn E-mail: sales@waterpub.com.cn 电话: (010) 68367658 (营销中心) 北京科水图书销售中心 (零售) 电话: (010) 88383994、63202643 全国各地新华书店和相关出版物销售网点
排 版	北京零视点图文设计有限公司
印 刷	北京市兴怀印刷厂
规 格	184mm×260mm 16开本 20印张 499千字
版 次	2010年3月第1版 2010年3月第1次印刷
印 数	0001—4000册
定 价	38.00元

凡购买我社图书，如有缺页、倒页、脱页的，本社营销中心负责调换
版权所有·侵权必究

编 委 会

主 编：金圣才

编 委：（按姓氏笔画排序）

孔丽娜	尹守华	王 丹	王仁醒
汤明旺	许明波	吴义东	张 伟
张永翰	张彩云	杨 刚	肖爱林
辛灵轩	辛灵暖	陈 志	陈剑波
段辛云	段辛雷	徐新猛	殷超凡
高 丹	董兵兵	潘丽繁	

前　　言

分析化学是化学、化工、材料、环境、医学等相关学科的重要专业基础课程，也是相关专业硕士研究生入学考试的必考内容之一。为了帮助广大读者掌握分析化学课程的学习方法和解题思路，顺利通过研究生入学考试或大学期末考试，我们在综合分析各大院校近年来出题特点的基础上，编写了本书。

本书分为上下篇共 22 章（含分析化学和仪器分析），每章包括三部分内容：第一部分主要是根据各高校的教学大纲、考试大纲等，对本章的重点与难点进行归纳，并进行简要解析；第二部分主要是精选知名院校近年的考研真题，并进行详细解答；第三部分主要是精选知名院校近年的本科期末考试真题，并进行详细解答。

本书具有以下主要特点：

（1）所选题目均为知名院校近年的考研或期末考试真题，这些题目具有很强的代表性。通过这些真题及其详解，读者可以在很大程度上判断和把握相关院校考研和大学期末考试的出题特点、解题要求等。

（2）对所有考试真题均进行了详细解答。了解历年真题不是目的，关键是要通过真题解答掌握和理解相关知识点，因此本书不但精选了真题，同时还对所有的真题均进行了详细解答。

本书特别适合备战分析化学考研和大学期末考试的读者，同时，对于参加相关专业同等学力考试、自学考试、资格考试的考生而言，本书也具有较高的参考价值。

参与本书编写的人员主要有张伟、王丹、陈志、董兵兵、许明波、孔丽娜、张彩云、汤明旺、辛灵暖、吴义东、段辛云、段辛雷等。

我们始终抱着一种严肃、认真的态度来编写本书，力求使内容准确、完整，但由于编者水平有限，时间仓促，不妥之处在所难免，恳请广大读者批评指正。

在本书编写过程中，参考了很多考生的复习资料，不能一一核实其最终出处。如有疑问，请与编辑或作者（ytchenzip@163.com）联系。

编　者

2009 年 12 月

目 录

前言

上 篇

第 1 章 概论	1
1.1 重点与难点解析.....	1
1.2 名校考研真题详解.....	2
1.3 名校期末考试真题详解.....	4
第 2 章 分析试样的采集与制备.....	6
2.1 重点与难点解析.....	6
2.2 名校考研真题详解.....	7
2.3 名校期末考试真题详解.....	7
第 3 章 分析化学中的误差与数据处理.....	9
3.1 重点与难点解析.....	9
3.2 名校考研真题详解.....	10
3.3 名校期末考试真题详解.....	19
第 4 章 分析化学中的质量保证与质量控制.....	23
4.1 重点与难点解析.....	23
4.2 名校考研真题详解.....	24
4.3 名校期末考试真题详解.....	25
第 5 章 酸碱滴定法.....	26
5.1 重点与难点解析.....	26
5.2 名校考研真题详解.....	28
5.3 名校期末考试真题详解.....	65
第 6 章 络合滴定法.....	73
6.1 重点与难点解析.....	73
6.2 名校考研真题详解.....	76
6.3 名校期末考试真题详解.....	110
第 7 章 氧化还原滴定法	119
7.1 重点与难点解析.....	119
7.2 名校考研真题详解.....	121
7.3 名校期末考试真题详解.....	142
第 8 章 沉淀滴定法和滴定分析小结	149
8.1 重点与难点解析.....	149

8.2	名校考研真题详解.....	150
8.3	名校期末考试真题详解.....	154
第 9 章	重量分析法	155
9.1	重点与难点解析.....	155
9.2	名校考研真题详解.....	156
9.3	名校期末考试真题详解.....	161
第 10 章	吸光光度法	163
10.1	重点与难点解析.....	163
10.2	名校考研真题详解.....	165
10.3	名校期末考试真题详解.....	178
第 11 章	分析化学中常用的分离和富集方法	185
11.1	重点与难点解析.....	185
11.2	名校考研真题详解.....	188
11.3	名校期末考试真题详解.....	189

下 篇

第 12 章	原子发射光谱法	192
12.1	重点与难点解析.....	192
12.2	名校考研真题详解.....	194
12.3	名校期末考试真题详解.....	195
第 13 章	原子吸收光谱法	197
13.1	重点与难点解析.....	197
13.2	名校考研真题详解.....	199
13.3	名校期末考试真题详解.....	201
第 14 章	原子质谱法	205
14.1	重点与难点解析.....	205
14.2	名校考研真题详解.....	207
14.3	名校期末考试真题详解.....	214
第 15 章	紫外—可见吸收光谱法	215
15.1	重点与难点解析.....	215
15.2	名校考研真题详解.....	216
15.3	名校期末考试真题详解.....	220
第 16 章	红外吸收光谱法	221
16.1	重点与难点解析.....	221
16.2	名校考研真题详解.....	224
16.3	名校期末考试真题详解.....	233
第 17 章	核磁共振波谱法	235
17.1	重点与难点解析.....	235

17.2	名校考研真题详解.....	238
17.3	名校期末考试真题详解.....	245
第 18 章	电位分析法.....	249
18.1	重点与难点解析.....	249
18.2	名校考研真题详解.....	251
18.3	名校期末考试真题详解.....	260
第 19 章	电解和库仑法.....	264
19.1	重点与难点解析.....	264
19.2	名校考研真题详解.....	266
19.3	名校期末考试真题详解.....	267
第 20 章	色谱法导论.....	271
20.1	重点与难点解析.....	271
20.2	名校考研真题详解.....	275
20.3	名校期末考试真题详解.....	288
第 21 章	气相色谱	294
21.1	重点与难点解析.....	294
21.2	名校考研真题详解.....	296
21.3	名校期末考试真题详解.....	304
第 22 章	高效液相色谱法	306
22.1	重点与难点解析.....	306
22.2	名校考研真题详解.....	307
22.3	名校期末考试真题详解.....	309

上 篇

第1章 概 论

1.1 重点与难点解析

(一) 本章重点与难点

1. 滴定分析法。
2. 分析方法的分类。
3. 滴定方式。
4. 基准物质和标准溶液。

(二) 重点与难点解析

1. 滴定分析法

滴定分析法又称容量分析法，它根据化学计量关系和指示剂用标准溶液滴定被测物质，主要方法有酸碱滴定法、络合滴定法、氧化还原滴定法、沉淀滴定法。

2. 分析方法的分类

(1) 按原理分为化学分析和仪器分析

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，包括光学分析方法、电化学分析法、色谱法及热分析等。

(2) 按分析任务可分为定性分析、定量分析、结构分析。

(3) 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。

3. 滴定方式

(1) 直接滴定法。

(2) 间接滴定法，如 Ca^{2+} 沉淀为 CaC_2O_4 ，再用硫酸溶解，用 KMnO_4 滴定 $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ ，间接测 Ca^{2+} 。

(3) 反滴定法，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。

(4) 置换滴定法。

4. 基准物质和标准溶液

基准物质是能用于直接配制和标定标准溶液的物质，如硼砂要求：试剂与化学组成一致；

纯度高；稳定；摩尔质量大；滴定反应时无副反应。

标准溶液是已知准确浓度的试剂溶液，如氢氧化钠标准溶液。配制方法有直接配制和标定两种。

1.2 名校考研真题详解

【1-1】（南京理工大学 2007 年硕士研究生入学考试试题）简述分析化学的主要任务。

答：分析化学主要是研究获取物质化学组成和结构信息的分析方法和相关理论的科学。其目标就是要求利用尽可能少的材料，尽可能短的时间，尽可能低的成本鉴定物质的化学组成、测定物质的有关组分含量、确定物质的结构和存在形态等。因此，分析化学的任务就是提高分析方法灵敏度和选择性，向快速、自动、仪器自动化和计算机化，并向信息化纵深发展。

【1-2】（中国科学院—中国科学技术大学 2006 年硕士研究生入学考试试题）下列基准物质选择一种滴定分析中合适的常用标准溶液进行标定，并选择滴定指示剂。

- (1) 硼砂_____，_____。
- (2) $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ _____，_____。
- (3) $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$ _____，_____。
- (4) NaCl _____，_____。

解：所选的标准溶液及滴定指示剂如下所示：

- | | |
|---|--|
| (1) HCl , 甲基橙 | (2) KMnO_4 , KMnO_4 |
| (3) $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, 淀粉—KI | (4) AgNO_3 , K_2CrO_4 |

【1-3】（南京理工大学 2006 年硕士研究生入学考试试题）滴定分析所基于的化学反应必须具备的条件有哪些？

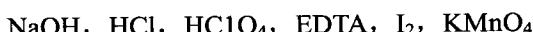
答：滴定分析所基于的化学反应必须具备的条件有：

- (1) 化学反应必需定量地进行。
- (2) 反应速度要尽量快，如果速度较慢，要采取措施设法加快其速度。
- (3) 要有确定终点的合适的方法。

【1-4】（中国地质大学（武汉）2006 年硕士研究生入学考试试题）简单介绍有机化合物中定量测定氮的方法原理及过程。

答：有机化合物中定量测定氮的方法有 Kjeldahl 定氮法。方法是利用酸碱返滴定。该方法是在催化剂存在时，用硫酸钾溶液将试样进行分解，有机物中的氮转化为硫酸氢或硫酸铵，然后用氢氧化钠溶液进行碱化，使铵离子以 NH_3 的形式导入过量的标准盐酸溶液中，再用标准氢氧化钠溶液返滴定剩余的盐酸，计算氮的含量。含有硝基或偶氮基的有同化合物，分解时必须加入还原剂，使氮定量转化为铵离子。

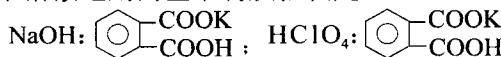
【1-5】（东南大学 2005 年硕士研究生入学考试试题）作为基准物质的试剂应该具备哪些条件？标定下列标准溶液分别选用的基准物质是什么？



答：

(1) 应该具备如下条件：化学组成与化学式一致；化学纯度大于 99.9%；有好的化学稳定性；摩尔质量较大。

(2) 标定题目中所给标准溶液选用的基准物质依次是:



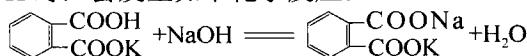
HCl: 无水 Na_2CO_3 (无水); EDTA: ZnO ;
 I_2 : AS_2O_3 ; KMnO_4 : $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

【1-6】 (东南大学 2005 年硕士研究生入学考试试题) 邻苯二甲酸氢钾作为基准物质, 既可标定 NaOH 标准溶液的浓度, 又可标定高氯酸标准溶液的浓度, 为什么? 写出各标定反应和浓度计算关系式, 并说明各标定反应使用什么指示剂及终点颜色变化?

答:

(1)  由于有一 COOH 又有一 COOK , 它既显酸性又显碱性, 所以它可被用于标定酸, 也可用于标定碱。

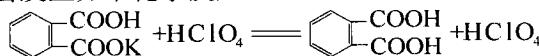
(2) 在用它标定 NaOH 时, 会发生如下化学反应:



当溶液由无色变为微红色, 停止滴定。由此可以得到 NaOH 的浓度表达式为:

$$C_{\text{NaOH}} = \frac{W_{\text{邻}}}{V_{\text{NaOH}} \cdot \frac{M_{\text{邻}}}{1000}}$$

当标定 HClO_4 时, 会发生如下化学反应:



达到滴定终点时, 可以看到溶液由紫红变为纯蓝, HClO_4 浓度表达式为:

$$C_{\text{HClO}_4} = \frac{W_{\text{邻}}}{V_{\text{HClO}_4} \cdot \frac{M_{\text{邻}}}{1000}}$$

【1-7】 (华中科技大学 2004 年硕士研究生入学考试试题) 以下滴定应采用的滴定方式分别是()。

(1) 佛尔哈德法测 Cl^- ; (2) 甲醛法测 NH_4^+ ;

(3) KMnO_4 法测定 Ca^{2+} ; (4) 莫尔法测定 Cl^- 。

A. 直接法 B. 回滴法 C. 置换法 D. 间接法

答案: B; C; D; A。

解析:

(1) 佛尔哈德法测 Cl^- 采用的是回滴法。由于佛尔哈德法测 Cl^- 的方法是以铁铵钒为指示剂, 利用含 Cl^- 的硝酸溶液中加入过量的 AgNO_3 , 是用 NH_4SCN 反滴定过量的 AgNO_3 , 测定 Cl^- 的含量。

(2) 甲醛法测 NH_4^+ 采用的是置换法。其原理如下所示:



用 NaOH 标准溶液滴定反应置换出来的 4 个 H^+ , 用酚酞做指示剂, 就是所谓的置换法。

(3) 用 KMnO_4 法测定 Ca^{2+} 时采用的是间接法。由于 Ca^{2+} 离子本身无氧化还原性, 所以需让 Ca^{2+} 离子转化成有还原性的 CaC_2O_4 , 再与 KMnO_4 发生氧化还原反应, 这样就可以根据

KMnO_4 溶液消耗的体积，计算出 $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 的含量，进而推算出 Ca^{2+} 离子含量。

(4) 莫尔法测 Cl^- 采用的是直接法。以 K_2CrO_4 为指示剂，用 AgNO_3 溶液为滴定剂，在 $\text{pH}=6.5 \sim 10.5$ 条件下，直接滴定定量。

【1-8】 (中国地质大学(武汉)2003年硕士研究生入学考试试题)写出配制和标定浓度为 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的氢氧化钠溶液的实验步骤。

答：实验步骤为：用粗天平称量，用量筒量取水体积，用邻苯二甲酸氢钾或草酸基准物质标定，或用标准盐酸标定，盐酸用硼砂或碳酸钠标定。

【1-9】 (复旦大学2006年硕士研究生入学考试试题)何为空白试验和空白校正？

答：在不加试样的情况下，按照与试样分析相同的方法和步骤进行实验，将所得结果作为试样测定的空白值，这种实验方法即为空白试验。该指标反映了分析系统中试剂、仪器等引起的系统误差。

从试样的分析结果中扣除同样条件下所得空白值即为空白校正。以空白校正来消除系统误差，提高分析结果的准确度。

1.3 名校期末考试真题详解

【1-10】 (武汉大学2005-2006学年第1学期期末考试试题)什么是基准物质？什么是标准溶液？

答：基准物质是能用于直接配制或标定标准溶液的物质。标准溶液是一种已知准确浓度的溶液。

【1-11】 (武汉大学2005-2006学年第1学期期末考试试题)有人说“滴定分析所用标准溶液浓度不宜过大的原因是由于过量一滴所造成的误差必然相应增大”，你认为正确吗？试说明：

(1) 由于过量一滴所造成的误差与浓度有何关系？

(2) 浓度大时对终点误差的影响是有利还是无利？

(3) 浓度不宜过大原因是什么？

答：上述说法不正确。

(1) 此时必须增大试样量，使消耗体积与原来相近，这时过量1滴(0.04mL)所造成的误差为 $0.04 \times c/V \times c = 0.04/V$ ，它仅与总消耗体积有关，而与浓度无关。

(2) 对终点误差而言，浓度大些好。以 NaOH 滴定 HCl 为例，若是以酚酞为指示剂， $E_t = 10^{-5} \times V/c \times V = 10^{-5}/c$ ，即浓度大则终点误差小。

(3) 浓度不能过大，原因是防止造成浪费。

【1-12】 (华南理工大学2007-2008学年第1学期期末考试试题)称取质量分数为65.00%的 Na_2SO_4 和35.00%的另一硫酸盐 MSO_4 的纯混合物1.500g，溶解后用 BaCl_2 溶液处理，得到 BaSO_4 2.102g，求 MSO_4 的相对分子质量。 $[\text{M}_r(\text{BaSO}_4) = 233.39, \text{M}_r(\text{Na}_2\text{SO}_4) = 142.04]$

解：由题意可得：

$$65.00\% \times 1.500 \times \frac{\text{M}_r(\text{BaSO}_4)}{\text{M}_r(\text{Na}_2\text{SO}_4)} + 35.00\% \times 1.500 \times \frac{\text{M}_{\text{BaSO}_4}}{\text{M}_{\text{MSO}_4}} = 2.102$$

$$65.00\% \times 1.500 \times \frac{233.39}{142.04} + 35.00\% \times 1.500 \times \frac{233.39}{M_{\text{MSO}_4}} = 2.102$$

于是求得 MSO_4 的相对分子质量为：

$$M_{\text{MSO}_4} = 245.1$$

【1-13】 (华南理工大学 2006-2007 学年第 1 学期期末考试试题) 用邻苯二钾酸氢钾 ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) 作基准物, 标定 $0.2\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaOH 溶液的浓度。今欲把用去的 NaOH 溶液体积控制为 25mL 左右, 应称取基准物多少克? [$M_r(\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4) = 204.2$]

解: 设称取基准物 m 克, 由题意得:

$$m = c_{\text{NaOH}} V_{\text{NaOH}} \frac{M_r(\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4)}{1000} = 0.2 \times 25 \times \frac{204.2}{1000} = 1.0\text{g}$$

第2章 分析试样的采集与制备

2.1 重点与难点解析

(一) 本章重点与难点

1. 试样的采集。
2. 不同试样的分解。
3. 干扰元素的避免。
4. 分析试样常用方法：溶解法和熔融法。

(二) 重点与难点解析

1. 试样的采集

分析试样的采集指从大批物料中采取少量样本作为原始试样，所采试样应具有高度的代表性，采取的试样的组成能代表全部物料的平均组成。

平均试样采取量与试样的均匀度、粒度、易破碎度有关，可按切乔特采样公式：

$$Q \geq Kd^2$$

式中， Q 为保留样品的最小质量（kg）； d 为样品中最大颗粒直径（mm）。

2. 不同试样的分解

土壤样品要求采集深度 0~15cm 的表地为试样，按 3 点式（水田出口、入口和中心点）或 5 点式（两条对角线交叉点和对角线的其他 4 个等分点）取样。每点采 1~2kg，经压碎、风干、粉碎、过筛、缩分等步骤，取粒径小于 0.5mm 的样品作分析试样。

沉积物要求用采泥器从表面往下每隔 1 米取一个试样，经压碎、风干、粉碎、过筛、缩分，取小于 0.5mm 的样品作分析试样。

金属试样要求经高温熔炼，比较均匀，钢片可任取。对钢锭和铸铁，钻取几个不同点和深度取样，将钻屑置于冲击钵中捣碎混匀作分析试样。

3. 干扰元素的避免

铝合金中 Fe、Mn、Ni 的测定，如用 NaOH 溶液溶解试样，此时 Fe、Mn、Ni 形成氢氧化物沉淀，然后过滤，再用酸溶解沉淀，制成分析试液，可避免大量 Al 的干扰。又如铬铁矿中铬的测定，若用 Na₂O₂ 作为熔剂进行熔融，然后用水浸取熔块时，Cr 被氧化成 Cr₂O₇²⁻ 留在溶液中。Fe、Mn 等重金属形成氢氧化物沉淀，过滤，再将滤液酸化，制备分析试液。这样可避免铁、锰等元素的干扰。

4. 分析试样常用方法：溶解法和熔融法

溶解法（湿法分解）常用溶剂有水、酸、碱及混酸等；酸有盐酸、硫酸、硝酸、高氯酸、氢氟酸、磷酸；混酸有王水、红酸、硝酸+高氯酸、HF+硫酸、HF+硝酸等；NaOH 溶液用

于溶解一些两性金属(Al)和氧化物。

熔融法是将试样与固体溶剂混匀后置于特定材料制成的坩埚中，在高温下熔融，分解试样，再用水或酸浸取融块。熔剂分为酸性熔剂和碱性熔剂。 $K_2S_2O_7$ 与 $KHSO_4$ 为酸性熔剂，铵盐也属酸性溶剂，它们与碱性氧化物反应。 $NaOH$ 、 Na_2CO_3 、 Na_2O_2 等为碱性溶剂，用于分解大多酸性矿物。

2.2 名校考研真题详解

【2-1】(中国科学院—中国科学技术大学2004年硕士研究生入学考试试题)在不含其他成分的 $AgCl$ 与 $AgBr$ 混合物中， $m(Cl):m(Br)=1:2$ ，试求混合物中 Ag 的质量分数。

$$[A_r(Cl)=35.45, A_r(Br)=79.90, A_r(Ag)=107.87]$$

解：设混合物中氯的质量为 m ，则溴的质量为 $2m$ ，银的质量为 X ，则由原子守恒得：

$$w(Ag) = \frac{X(Ag)}{\frac{M_r(AgCl)}{A_r(Cl)} \times m + \frac{M_r(AgBr)}{A_r(Br)} \times 2m} \times 100\%$$

代入 m 以及 $2m$ 得：

$$w(Ag) = \frac{\frac{A_r(Ag)}{A_r(Cl)} \times m + 2m \times \frac{A_r(Ag)}{A_r(Br)}}{\frac{M_r(AgCl)}{A_r(Cl)} \times m + 2m \times \frac{M_r(AgBr)}{A_r(Br)}} \times 100\%$$

代入数据后，得混合物中 Ag 的质量分数为：

$$\begin{aligned} w(Ag) &= \frac{\frac{107.87}{35.45} + \frac{107.87}{79.90} \times 2}{\frac{143.32}{35.45} + \frac{187.77}{79.90} \times 2} \times 100\% \\ &= 65.69\% \end{aligned}$$

2.3 名校期末考试真题详解

【2-2】(武汉大学2005-2006学年第1学期期末考试试题)将一个仅含 CaO 和 $CaCO_3$ 的混合物(在 $1200^{\circ}C$)灼烧并在干燥器中冷却，质量损失5.00%，计算试样中 $CaCO_3$ 的质量分数。 $[M_r(CaCO_3)=100.1, M_r(CaO)=56.08]$

解：由于：

$$M_r(CO_2)=100.1-56.08=44.02$$

所以，100g试样中 $CaCO_3$ 质量为：

$$5.00/44.02 \times 100.1 = 11.37 \text{ g}$$

即 $w(CaCO_3)=11.4\%$ 。

【2-3】 (中国地质大学<武汉>2003-2004 学年第 2 学期期末考试试题) 有试样 20kg, 粗碎后最大粒度为 6mm, 缩分系数 k 为 $0.2\text{kg}/\text{mm}^2$, 粗碎后应保留的试样量至少是多少千克? 应缩分几次?

答: 根据固体试样缩分公式计算得:

$$m_Q = Kd^2 = 0.2 \times 6^2 = 7.2 \text{ kg}$$

所以 20kg 试样只能缩分一次, 得到 10kg 后, 不能再缩分, 否则不符合最低可靠质量的要求。

第3章 分析化学中的误差与数据处理

3.1 重点与难点解析

(一) 本章重点与难点

1. 分析化学中的误差种类。
2. 系统误差和偶然误差。
3. 有效数字及其运算规则。
4. 准确度与精密度。
5. 置信度、置信区间及显著检验。

(二) 重点与难点解析

1. 分析化学中的误差种类

绝对误差：测量值与真值间的差值，用 E 表示。

相对误差：绝对误差占真值的百分比，用 Er 表示。

系统误差：又称可测误差，具单向性、重现性、可校正特点。

方法误差：溶解损失、终点误差——用其他方法校正。

仪器误差：刻度不准、砝码磨损——校准（绝对、相对）。

操作误差：颜色观察。

试剂误差：所配试剂不纯须做空白实验。

主观误差：个人误差，因人而异。

随即误差：又称偶然误差不可校正，无法避免，服从统计规律。

2. 系统误差和偶然误差

系统误差可以测定，可以通过仪器校正，做空白试验或对照试验予以避免。偶然误差有偶然因素造成，少次测量无规律，多次测量服从统计规律，即小误差出现概率大，大误差出现概率小，大小相近的正负误差出现的概率相同。

3. 有效数字及其运算规则

有效数字是分析工作中实际能测得的数字，包括全部可靠数字及一位不确定数字在内。其计算规则为：

- (1) 数字前 0 不计，数字后计入，如 0.00350。
- (2) 数字后的 0 含义不清楚时，最好用指数形式表示。例如 1000 可以是 1.0×10^3 、 1.00×10^3 和 1.000×10^3 。
- (3) 自然数和常数可看成具有无限多位数，如倍数、分数关系。