

青岛大学 2011 年硕士研究生入学考试试题

科目代码: 620 科目名称: 分析化学(含仪器分析)(共 4 页)

请考生写明题号, 将答案全部答在答题纸上, 答在试卷上无效

一、选择题 (10 题, 每题各 2 分, 共 20 分)

1-1. 下列四个数据中是四位有效数字的是----- ()

- (1) 0.2760; (2) 2.7600; (3) 0.0276; (4) 2.760
(A) 1,2 (B) 3,4 (C) 2,3 (D) 1,4

1-2. 以下说法错误的是----- ()

- (A) 摩尔吸光系数 ϵ 随浓度增大而增大
(B) 吸光度 A 随浓度增大而增大
(C) 透射比 T 随浓度增大而减小
(D) 透射比 T 随比色皿加厚而减小

1-3. 下列说法中违背非晶形沉淀条件的是----- ()

- (A) 沉淀应在热溶液中进行
(B) 沉淀应在浓的溶液中进行
(C) 沉淀应在不断搅拌下迅速加入沉淀剂
(D) 沉淀应放置过夜使沉淀陈化

1-4. 在含有 Fe^{3+} 和 Fe^{2+} 的溶液中, 加入下述何种溶液, $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$ 电对的电位将升高(不考虑离子强度的影响)----- ()

- (A) 稀 H_2SO_4 ; (B) HCl ; (C) NH_4F ; (D) 邻二氮菲

1-5. 在重量分析中, 待测物质中含的杂质与待测物的离子半径相近, 在沉淀过程中往往形成----- ()

- (A) 混晶; (B) 吸留; (C) 包藏 ; (D) 后沉淀

1-6. 发射光谱法用的摄谱仪与原子荧光分光光度计相同的部件是 ()

- (1)光源; (2)原子化器; (3)单色器; (4)检测器

1-7. 某一化合物以水或乙醇作溶剂, 在UV光区 204nm处有一弱吸收带,

在红外光谱的官能团区有如下吸收峰: $3300\sim 2500\text{cm}^{-1}$ (宽而强); 1710cm^{-1} , 则该化合物可能是 ()

- (1) 醛 (2) 酮 (3) 羧酸 (4) 酯

1-8. 化合物 $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$,有几种化学等价的质子 ()

- (1) 5; (2) 4; (3) 3; (4) 12

1-9. CO_2 的如下振动中, 何种属于非红外活性振动 ? ()

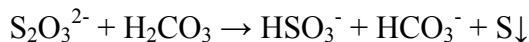
- (1) $\leftarrow \rightarrow$ (2) $\rightarrow \leftarrow \rightarrow$ (3) $\uparrow \quad \uparrow$ (4) \downarrow
 $\text{O}=\text{C}=\text{O}$ $\text{O}=\text{C}=\text{O}$ $\text{O}=\text{C}=\text{O}$ $\text{O}=\text{C}=\text{O}$

1-10. NMR 法中, 自旋耦合是通过下列哪种情况起作用的()

- (1) 通过自由空间产生的
(2) 通过成键电子传递的
(3) 磁各向异性效应
(4) 共轭效应

二、填空题 (15 题, 每题各 2 分, 共 30 分)

2-1. 碘量法用的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液, 在保存过程中吸收了 CO_2 而发生分解作用



若用此 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 滴定 I_2 , 消耗 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 量 _____ (增大或减小), 从而导致测定结果 _____ (偏高或偏低)。若加入 _____ 可防止以上分解作用。

2-2. 已知 NH_3 的 $\text{p}K_b=4.74$, 则 NH_4^+ 的 K_a 值为 _____。

2-3. 化学分析法主要用于 _____ 组分的测定, 组分质量分数在 _____ 以上; 仪器分析法通常适于 _____ 组分的测定, 组分质量分数在 _____ 以下。

2-4. 某溶液氢离子浓度为 $2.5\times 10^{-3} \text{mol/L}$, 有效数字是 _____ 位, pH 为 _____。

2-5. 标定 NH_4SCN 溶液应采用 _____ 标准溶液, _____ 为指示剂。

2-6. 符合朗伯-比尔定律的一有色溶液, 通过 1cm 比色皿时, 光减弱程度为 66.2% , 其吸光度值为 _____, 当将原溶液稀释至三倍时, 其透射比为 _____。

2-7. 在滴定分析中若指示剂的变色点与化学计量点恰好相同,____ (能或不能)说滴定误差为零。这是因为_____。

2-8. 均匀沉淀法是指_____。其优点是_____。

2-9. 若分子A-B的力常数为 k_{A-B} ,折合质量为 μ_{A-B} ,则该分子的振动频率为(公式)_____,分子两振动能级跃迁时吸收的光的波长为(公式)_____。

2-10. 富燃焰适用于一些在火焰中易形成_____的元素的原子吸收测定。

2-11. 高分辨质谱仪一个最特殊的用途是获得化合物_____。

2-12. 仪器分析主要分为三大类,它们是_____,_____和_____。

2-13. 已知氟核的 $\mu=2.6273$,氢核的 $\mu=2.7927$,如果在辐射频率不变的情况下发生共振,则氟原子核所需的外磁场强度一定比氢核所需的_____。

2-14. 在原子吸收光谱分析过程中,被测元素的原子质量愈小,温度愈高,谱线的热变宽将_____。

2-15. 电化学分析法是建立在_____基础上的一类分析方法。

三、计算题 (4 题, 共 50 分)

3-1 (15 分). 用 $2 \times 10^{-2} \text{ mol/L}$ EDTA 滴定同浓度 Zn^{2+} , Al^{3+} 混合液中的 Zn^{2+} , 以磺基水杨酸(H_2L)掩蔽 Al^{3+} 。若终点时 pH 为 5.5, 未络合的磺基水杨酸总浓度为 0.01 mol/L , 选二甲酚橙为指示剂。计算终点误差

[$\lg K(\text{ZnY})=16.5$, $\lg K(\text{AlY})=16.1$, H_2L 的 $\text{p}K_{a1}=2.6$, $\text{p}K_{a2}=11.6$; Al-L 的 $\lg \beta_1 \sim \lg \beta_3$ 分别为 12.9, 22.9, 29.0; pH=5.5 时, $\lg \alpha_{Y(\text{H})}=5.5$, $\text{pZn}_{\text{终}}(\text{二甲酚橙})=5.7$]

3-2 (11 分). 称取 0.7000g 硫脲试样, 溶解后在容量瓶中稀释至 250mL。移取 25.00mL 试液, 需要 0.008333 mol/L KBrO_3 15.00mL 与其定量反应, 反应式如下。计算试样中硫脲的质量分数。 $\{M_r[\text{CS}(\text{NH}_2)_2]=76.10\}$
$$3\text{CS}(\text{NH}_2)_2 + 4\text{BrO}_3^- + 3\text{H}_2\text{O} = 3\text{CO}(\text{NH}_2)_2 + 3\text{SO}_4^{2-} + 4\text{Br}^- + 6\text{H}^+$$

3-3 (12 分). 一台原子吸收光谱仪单色器的色散率(倒线色散率)是

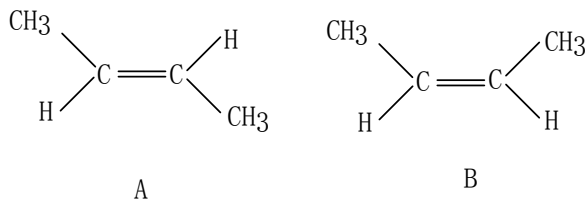
1.5nm/mm, 若出射狭缝宽度为 $20\mu\text{m}$, 问理论光谱通带是多少? 波长 407.10nm 和 401.60nm 两条谱线在记录图上的距离是 10mm, 半宽度是 7mm, 问单色器的实际通带是多少?

3-4 (12 分). 用原子吸收法测定元素 M, 试样的吸收值读数为 0.435, 现于 9 份试样溶液中加入 1 份 $100 \times 10^{-6} \text{ mol/L}$ 的标准溶液后混匀, 取 1/10 测得吸收值为 0.835, 计算试样溶液中 M 的浓度是多少?

四、问答题 (4 题, 共 50 分)

4-1 (12 分). 为何测定 MnO_4^- 时不采用 Fe^{2+} 标准溶液直接滴定, 而是在 MnO_4^- 试液中加入过量 Fe^{2+} 标准溶液, 而后采用 KMnO_4 标准溶液回滴?

4-2 (12 分). 下列化合物在红外光谱官能团区有何不同? 指纹区呢?



4-3 (11 分). 将某粉末试样装于碳电极空穴中, 用低压交流电弧激发摄谱, 经译谱, 发现以下波长(nm)谱线, 确定该试样含有什么成分?

Ca: 445.48	443.49	396.85	393.37		(灵敏线)
Mg: 518.36	517.27	383.82	383.23	285.21	(灵敏线)
Na: 589.59	588.99	330.30	330.32		(灵敏线)
Si: 288.16	252.85	251.61	250.69		(灵敏线)
Al: 266.04					(非灵敏线)
Ag: 328.06					(最灵敏线)
Cu: 327.39	324.75				(灵敏线)

4-4 (15 分)

简述红外吸收光谱吸收的原理。常见的有机化合物基团频率出现的范围: $4000 \sim 670 \text{ cm}^{-1}$, 依据基团的振动形式, 分为四个区: (1) $4000 \sim 2500 \text{ cm}^{-1}$; (2) $2500 \sim 1900 \text{ cm}^{-1}$; (3) $1900 \sim 1200 \text{ cm}^{-1}$; (4) $1200 \sim 670 \text{ cm}^{-1}$), 在这四个区出现的有机化合物基团为那些?