

# 青岛大学 2012 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 ( 共 10 题, 每题 3 分, 共 30 分 )

1-1. 下面四种情况中能造成系统误差的是----- ( )

- (1) 在空气中放置的基准物质直接进行称量
- (2) 指示剂选择错误
- (3) 容量仪器未经校准
- (4) 过滤沉淀时发生穿滤

(A) 1,2 (B) 1,3 (C) 2,3 (D) 2,4

1-2. 用纸色谱法分离  $\text{Fe}^{3+}$ 、 $\text{Cu}^{2+}$ 、 $\text{Co}^{2+}$ , 以丙酮-正丁醇-浓 HCl 为展开剂。若展开剂的前沿与原点的距离为 13cm, 而  $\text{Co}^{2+}$  斑点中心与原点的距离为 5.2cm, 则  $\text{Co}^{2+}$  的比移值( $R_f$ )为----- ( )

- (A) 0.63 (B) 0.54
- (C) 0.40 (D) 0.36

1-3. 在下列统计量中表征有限次测定数据分散程度的是----- ( )

- (1) 极差  $R$  (2) 平均偏差  $\bar{d}$
- (3) 标准偏差  $s$  (4) 总体标准偏差  $\sigma$

(A) 1,3,2 (B) 1,2,4 (C) 1,3,4 (D) 2,3,4

1-4. 以下离子交换树脂属阳离子交换树脂的是----- ( )

- (A)  $\text{R}-\text{NH}_3\text{OH}$  (B)  $\text{RNH}_2\text{CH}_3\text{OH}$
- (C)  $\text{ROH}$  (D)  $\text{R}-\text{N}(\text{CH}_3)_3\text{OH}$

1-5. 下面有关随机误差的表述中正确的是----- ( )

- (1) 大、小误差出现的概率相同
- (2) 正、负误差出现的概率相同
- (3) 大误差出现的概率小, 小误差出现的概率大
- (4) 正误差出现的概率小, 负误差出现的概率大

(A) 1,2 (B) 1,3 (C) 2,3 (D) 2,4

1-6. 含有 0.1250 g  $\text{I}_2$  的 KI 溶液 25mL, 每次用 25mL  $\text{CCl}_4$  与之一起振荡。设  $\text{I}_2$  在  $\text{CCl}_4$  和 KI 溶液之间的分配达到平衡后, 在水相中测得 0.0050 g  $\text{I}_2$ .

则萃取二次的萃取率是----- ( )

- (A) 86.0% (B) 96.0%  
(C) 99.0% (D) 99.8%

1-7. 在光栅摄谱仪中解决 200.0~400.0nm 区间各级谱线重叠干扰的最好办法是----- ( )

- (1) 用滤光片; (2) 选用优质感光板  
(3) 不用任何措施; (4) 调节狭缝宽度

1-8. 低压交流电弧光源适用发射光谱定量分析的主要原因是----- ( )

- (1) 激发温度高; (2) 蒸发温度高  
(3) 稳定性好; (4) 激发的原子线多

1-9. 当两电对的电子转移数均为 2 时, 为使反应完全度达到 99.9%, 两电对的条件电位差至少应大于----- ( )

- (A) 0.09 V (B)  
0.18 V  
(C) 0.27 V (D)  
0.36 V

1-10. 库仑滴定中加入大量无关电解质的作用是----- ( )

- (1) 降低迁移速度; (2) 增大迁移电流  
(3) 增大电流效率; (4) 保证电流效率 100%

## 二、填空题 ( 共 9 题, 每题 3 分, 共 27 分 )

2-1. 一含  $\text{Pb}^{2+}$  的试液, 使  $\text{Pb}^{2+}$  生成  $\text{PbCrO}_4\downarrow$ , 沉淀经过滤洗涤后用酸溶解, 加入过量 KI, 以淀粉作指示剂, 用  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  标准溶液滴定, 则  $n(\text{Pb}^{2+}):n(\text{S}_2\text{O}_3^{2-})$  为\_\_\_\_\_。

2-2. 指示剂的变色点与化学计量点不一致所引起的终点误差属于\_\_\_\_\_; 每次滴定判断终点的不确定性属于\_\_\_\_\_。

2-3. 用薄层色谱法分离混合离子, 若混合离子的极性大小的顺序是  $A < B < C$ , 用极性有机溶剂作展开剂, 其  $R_f$  值大小顺序为\_\_\_\_\_。

2-4. 0.10 mol/L  $\text{HIO}_3$  溶液的 pH [ 已知  $K_a(\text{HIO}_3) = 2 \times 10^{-1}$  ] 是\_\_\_\_\_。(要求写出计算式)

2-5. 卤化银对卤化物和各种吸附指示剂的吸附能力如下: 二甲基二碘荧光黄  $> \text{Br}^- > \text{曙红} > \text{Cl}^- > \text{荧光黄}$ 。如用法扬司法测定  $\text{Br}^-$  时, 应选\_\_\_\_\_指示

剂;若测定  $\text{Cl}^-$ , 应选\_\_\_\_\_指示剂。

2-6. 某溶液氢离子活度为  $1.80 \times 10^{-5} \text{ mol/L}$ , 其有效数字为\_\_\_\_\_位, pH 为\_\_\_\_\_。

2-7. 电解分析的理论基础表现为, 外加电压的量由\_\_\_\_\_方程来决定, 产生的量由\_\_\_\_\_定律来计算, 电解时间的长短与离子扩散有关, 它由\_\_\_\_\_定律来描述。

2-8. 自旋-自旋耦合常数  $J$  是指\_\_\_\_\_,  $J$  值的大小取决于\_\_\_\_\_, 当外磁场强度改变时,  $J$  值\_\_\_\_\_。

2-9 质谱图中出现的信号应符合氮规则, 它是指\_\_\_\_\_。

### 三、计算题 ( 共 4 题, 每题 12 分, 共 48 分 )

3-1

假定泻盐试样为化学纯  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , 称取 0.8000g 试样, 将镁沉淀为  $\text{MgNH}_4\text{PO}_4$  灼烧成  $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ , 得 0.3900 g; 若将硫酸根沉淀为  $\text{BaSO}_4$ , 灼烧后得 0.8179g, 试问该试样是否符合已知的化学式? 原因何在?

$[M_r(\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O})=246.5, \quad M_r(\text{MgSO}_4)=120.4, \quad M_r(\text{H}_2\text{O})=18.02, \\ M_r(\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7)=222.6, \quad M_r(\text{BaSO}_4)=233.4]$

3-2

用 0.0200 mol/L EDTA 滴定 pH=10.0 每升含有 0.020 mol 游离氨的溶液中的  $\text{Cu}^{2+}$  [ $c(\text{Cu}^{2+})=0.0200 \text{ mol/L}$ ], 计算滴定至化学计量点和化学计量点前后 0.1% 时的  $\text{pCu}'$  和  $\text{pCu}$  值。 [ $\lg K(\text{CuY})=18.8$ ; pH=10.0 时  $\lg \alpha_{Y(\text{H})}=0.5$ ,  $\lg \alpha_{\text{Cu}(\text{OH})}=0.8$ ; Cu- $\text{NH}_3$  络合物的各级累积常数  $\lg \beta_1 \sim \lg \beta_4$ : 4.13、7.61、10.48、12.59]

3-3.

用 435.8nm 的汞线作拉曼光源, 观察到 444.7nm 的一条拉曼线. 计算

(1) 拉曼位移  $\Delta \nu (\text{cm}^{-1})$ ; (2) 反 Stokes 线的波长(nm)。

3-4.

(1) 在核磁共振波谱法中, 常用 TMS(四甲基硅烷) 作内标来确定化学位移, 这样做有什么好处?

(2) 1,2,2-三氯乙烷的核磁共振谱有两个峰。用 60MHz 仪器测量时,  $=\text{CH}_2$  质子的吸收峰与 TMS 吸收峰相隔 134Hz,  $\equiv\text{CH}$  质子的吸收

峰与 TMS 吸收峰相隔 240Hz。试计算这两种质子的化学位移值，若改用 100MHz 仪器测试，这两个峰与 TMS 分别相隔多少？

#### 四、问答题（共 4 题，共 45 分）

4-1. （10 分）

应用库仑分析法进行定量分析的关键问题是什么？

4-2. （12 分）

化合物  $C_7H_8O$   $^1H$ -NMR 谱图如下：

(1) 有三组峰

(2) a.  $\delta=3.8$ , 单峰, 1 个质子 请写出结构式, 并解释其理由.

b.  $\delta=4.6$ , 单峰, 2 个质子

c.  $\delta=7.2$  单峰 5 个质子

4-3. （13 分）下表表示离子交换法制备纯水的原理。试指出各种试验的现象和结论。

	原水	原水通过阳 离子交换树脂	原水通过阴 离子交换树脂	原水依次通过阳、 阴离子交换树脂
EBT 试验 (pH=10)				
$AgNO_3$ 试验				
pH 试验				
结论				

(EBT 试验和  $AgNO_3$  试验若呈阳性,以“+”表示,呈阴性以“-”表示)

4-4 （10 分）

何谓梯度洗提？它与气相色谱中的程序升温有何异同之处？