

中国海洋大学 2006 年招收攻读硕士研究生入学考试试题

科目代码:315 科目名称:分析化学(含仪器分析)

一、 填空题

- 1、 人用络合滴定法测定试样中铝的质量分数。称取试样 0.2000g,加入 0.02002mol/L EDTA 溶液 25.00mL,返滴定时消耗了 0.02012 mol/L Zn^{2+} 溶液 23.12 mL。则试样中铝的质量分数为_____,有效数字位数为_____,提高测定的准确度的方法是_____。(4 分)
- 2、 写出下列物质水溶液的质子平衡方程式 (4 分):
 - (1) 浓度为 C_1 的 HCN 和浓度为 C_2 的 NaOH 混合溶液
 - (2) KH_2PO_4
- 3、 在下列各种情况下,分析结果是准确的、偏低或偏高? (4 分)
 - (1) 若试液中含有胺盐,在 Ph 约为 10 时,用莫尔法滴定 Cl^-
 - (2) 用佛尔哈德法测 Cl^- ,未沉淀过滤,也未加 1, 2-二氯乙烷
 - (3) $K_2Cr_2O_7$ 法测定铁, $SnCl_2$ 加入过量
 - (4) 用 $Na_2C_2O_4$ 标定 $KMnO_4$ 溶液浓度时,溶液酸度过低
- 4、 按有效数字计算和修约规则计算下列结果 (2 分):

$$\frac{(0.3032 \times 25.89 - 0.5241 \times 5.55)}{1.000} \times \frac{52.00}{3000} =$$
- 5、 原子吸收光谱法中,采用电热原子化比火焰原子化更灵敏的原因是:_____ (3 分)
- 6、 在液相色谱法中,使用硅胶色谱柱,用甲苯 ($P' = 0.29$) 为流动相,某组分的调整保留时间为 30min,如果改用乙醚 ($P' = 0.38$) 为流动相,则该组分的调整保留时间变为_____。(2 分)
- 7、 Mn 的共振线是 403.3073nm,若在 Mn 试样中含有 Ga,则用原子吸收光谱法测 Mn 时, Ga 的共振线 403.2982 nm 将会有干扰,这种干扰属于_____干扰,可采用_____来消除干扰。(2 分)
- 8、 测定如下项目,选用何种仪器分析方法最为合适? (6 分)
 - (a) 血清中 Pb 含量的测定_____
 - (b) 测定有机物中的微量水分_____
 - (c) 润滑油中 Ca、Cu、Mg、Zn、Fe、Ni、V 等元素的测定_____
 - (d) 果汁中有机酸含量的检测_____

二、选择题 (每题 3 分,共 33 分)

- 1、 用 0.10 mol/L NaOH 标准溶液滴定 0.10 mol/L 六次甲基四胺盐 (已知 $(CH_2)_6N_4$ 的 $pK_b = 8.87$) 时,宜选用的指示剂是:
 - A. 甲基橙
 - B. 甲基红
 - C. 二甲酚橙
 - D. 酚酞
- 2、 以金属锌为基准物质,络黑 T 为指示剂标定 EDTA,用以测定试液中 Ca^{2+} 的含量。若配制的 EDTA 溶液的水中含有 Ca^{2+} ,则对测定结果的影响是:

($\lg K_{CaY} = 10.69; \lg K_{ZnY} = 16.5$)

 - A. 无影响
 - B. 测定结果偏低
 - C. 测定结果偏高
 - D. 不确定
- 3、 在下列滴定中,当滴定剂和被滴定物质浓度均增加 10 倍时,滴定突跃范围增大最多的滴定是:
 - A. NaOH 滴定 HAc
 - B. EDTA 滴定 Zn^{2+}
 - C. $KMnO_4$ 滴定 Fe^{2+}
 - D. $AgNO_3$ 滴定 Cl^-
- 4、 下列说法正确的是:
 - A. 0.1 mol/L NH_4Cl 能用酸碱滴定法直接测定

- B.分析结果的精密度高,则准确度也一定高
- C. $\lg cK_{MY} - \lg cK_{NY} \geq 6$ 时,用 EDTA 滴定 M 离子时, N 离子不产生干扰
- D.系统误差的分布符合正态分布
- 5、在 PH=10.0 的氨性缓冲溶液中用 EDTA 滴定 Zn^{2+} 至 50%处时:
- A. pZn' 只与 $[NH_3]$ 有关 B. pZn' 与 $\lg K'_{ZnY}$ 有关
- C. pZn' 只与 $C_{Zn^{2+}}$ 有关 D. pZn' 与以上三者均有关
- 6、用 $KMnO_4$ 溶液滴定 $C_2O_4^{2-}$ 时, 滴定应:
- A.始终以较快速度进行 B.始终以缓慢速度进行
- C.按慢-快-慢的速度进行 D.按快-慢-快的速度进行
- 7 在分光光度法中, 吸光体系有时会偏离朗比定律, 以下因素中与偏离朗比定律无关的是:
- A.单色光谱带较宽 B.分析体系颜色较浅
- C.有色物质具有互变异构体 D.光路系统有散射光
- 8、在重量分析中, 洗涤无定形沉淀的洗涤液应该是:
- A.冷水 B.含沉淀剂的稀溶液 C.热的电解质溶液 D.热水
- 9、滴定分析中, 滴定管读至毫升小数点后第二位值的误差属于:
- A.过失误差 B.操作误差 C.系统误差 D.随机误差
- 10、使用气相色谱仪时, 有下列几个步骤: 1.打开桥电流开关; 2.打开记录仪开关; 3.通载气; 4.升柱温及检测器温度; 5.启动色谱仪开关。则下列哪个次序是正确的?
- A.1 → 2 → 3 → 4 → 5 B.2 → 3 → 4 → 5 → 1 C.3 → 5 → 4 → 1 → 2
- D.5 → 3 → 4 → 1 → 2 E.5 → 4 → 3 → 2 → 1
- 11、下列叙述中正确的是:
- A.原子吸收和原子荧光光谱法都属原子光谱, 其仪器结构相似, 即光源、原子化器和检测器都置于主光路上
- B.对可逆过程, 氧化态物质的阴极波和还原态物质的阳极波将显示相同的半波电位
- C.气相色谱法可用于具有生物活性物质的分析和纯化
- D.利用原子发射光谱法进行矿石的定性和半定量分析宜选用交流电弧光源

三、名词解释? (每题 2 分, 共 10 分)

- (1) 弛豫 (2) 第一共振线 (3) 还原波 (4) 气-液色谱法
- (5) 分子荧光

四、简答 (共 30 分, 每题 10 分)

- 1、有一硅酸盐试样, 经分离 Si、Ca、Mg 后, 得一只含 Fe(III)、Ti(IV)、Al(III)的 HCl 溶液, 试设计测定 Fe、Ti、Al 含量的分析方案 (要求: 写明主要步骤和重要条件, 如酸度、指示剂和掩蔽剂等。)
- 2、请比较电位分析法、极谱分析法和库仑滴定法中电流的相对大小, 并指出每种方法中决定大小的因素和该方法是否需要搅拌。
- 3、吉林石化公司双苯厂发生爆炸后, 产生的苯胺、硝基苯等爆炸污染物流入松花江中, 环保部门要对以上物质进行监测, 可选用何种仪器分析方法? 请简述其中一种仪器分析方法的原理和仪器的基本构造。

五、计算题 (共 50 分, 每题 10 分)

- 1、称取化学纯的某弱酸 HA0.8050g 配成 100mL 溶液。用移液管移取此溶液 25.00mL, 用 0.1000 mol/LNaOH 标准溶液滴定。当 HA 被中和 50%时用电位法测得溶液的 pH=5.00, 化学计量点时的 $pH_{ep}=9.10$ 。若该弱酸的分子量为 74.08。试由以上数据计算: (1) 试样中 HA 的百分含量; (2) 滴定过程的终点误差。
- 2、酒石酸 ($H_2C_4H_4O_6$) 与甲酸 ($HCOOH$) 混合液 10.00 mL, 用 0.1000mol/L NaOH 滴定

至 $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6^{2-}$ 与 HCOO^- , 耗去 15.00 mL。另取 10.00 mL 混合液, 加入 0.2000 mol/L Ce(IV) 溶液 30.00 mL, 在强酸性条件下, 酒石酸和甲酸全部被氧化成 CO_2 , 剩余的 Ce(IV) 用 0.1000 mol/L Fe(II) 回滴, 耗去 10.00 mL。计算混合液中酒石酸和甲酸的浓度。

(已知: 酒石酸: $\text{pK}_{\text{a}1}=3.04, \text{pK}_{\text{a}2}=4.37$; 甲酸 $\text{pK}_{\text{a}}=3.74$)

3、铬蓝黑 R 的酸离解常数 $\text{K}_{\text{a}1}=10^{-7.3}$, $\text{K}_{\text{a}2}=10^{-13.5}$, 它与镁的络合物稳定常数 $K(\text{MgIn})=10^{7.6}$ 。请:

(1) 计算 $\text{pH}=10.0$ 时 $(\text{pMg})_{\text{ep}}$ 值;

(2) 若以它为指示剂, 在 $\text{pH}=10.0$ 时以 2×10^{-2} mol/L EDTA 滴定同浓度的 Mg^{2+} , 终点误差多大?

(已知: $\lg K(\text{MgY})=8.7$, $\text{pH}=10.0$ 时, $\lg \alpha_{Y(H)}=0.5$)

4、某人测定一溶液浓度 (mol/L), 获得以下结果: 0.2038、0.2042、0.2052、0.2039。请用 Q 检验法判断第三个结果应否弃去? 测定了第五次, 结果为 0.2041, 这时第三个结果可以弃取吗?

(置信度为 90%, 已知 $Q_{0.90, 4}=0.76$, $Q_{0.90, 5}=0.64$)

5、某光栅光谱仪, 光栅刻数为 600 条/mm, 光栅面积为 $5 \times 5 \text{ cm}^2$, 请问:

(1) 此光栅的一级光谱理论分辨率为多少?

(2) 能否将一级光谱中波长为 310.030 nm 和 310.66 nm 的两条谱线分开?