

华东师范大学

二〇〇一年攻读硕士学位研究生入学试题

考试科目: 分析化学

招生专业:

化学分析部分 (70 分)

一、选择题 (请将正确的答案填入括号中, 每题 1 分, 共 10 分)

- 在下列条件下, 能溶解的物质是 ____。
 a. CoCl_2 在硫化铵溶液中
 b. AgOH 在 $\text{pH}=4$ 的 NH_4Cl 溶液中
 c. $\text{Al}(\text{OH})_3$ 在 NH_3 水中
 d. SnCl_2 在过量 NaOH 溶液中
- 欲使 Cu^{2+} 与 Fe^{3+} 分离, 可应用的方案是 ____。
 a. 在 $\text{pH}=9$ 的 NH_3 溶液中通 H_2S
 b. 加入过量 NaOH
 c. 加入过量 NH_3 水
 d. 加入六次甲基四胺
- 硼砂保存于干燥剂中, 用于标定 HCl 溶液, 浓度将会 ____。
 a. 偏高
 b. 无影响
 c. 偏低
- 多元酸滴定时, 若样品浓度和滴定剂浓度各扩大十倍, 突跃大小的变化为 ____。
 a. 2 个 pH 单位
 b. 1 个 pH 单位
 c. 0.5 个 pH 单位
 d. 不变
- 用 0.01mol/L 的 NaOH 溶液滴定 0.01mol/L $\text{pK}_a = 4.0$ 的弱酸, 其实跃范围是 $8.0 - 8.7$ 。若 NaOH 溶液和弱酸的浓度都为 0.1mol/L , 且弱酸的 $\text{pK}_a = 2.0$, 则突跃范围为 ____。
 a. $6.0 - 8.7$
 b. $5.0 - 9.7$
 c. $7.0 - 7.7$
 d. $8.0 - 10.7$
- 用 EDTA 测定 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 的含量时, 为消除共存的 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 离子干扰, 可采用最简便的方法是 ____。
 a. 加入过量的 NaOH 溶液使干扰离子沉淀
 b. 加入适量的 NH_3 溶液调节溶液的 pH 值
 c. 加入三乙醇胺掩蔽
 d. 采用萃取剂萃取的方法
- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液保存中吸收了 CO_2 , 用此标液滴定 I_2 溶液, 则 ____。
 a. 消耗 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 的量增大
 b. 消耗 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 的量减少
 c. 导致测定结果偏高
 d. 无影响
- 在沉淀形成过程中, 与待测离子的半径相近的杂质离子常与待测离子一道与构晶离子形成 ____。
 a. 吸留
 b. 混晶
 c. 包藏
 d. 后沉淀
- 已知 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 在水溶液中有下列平衡:

$$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} + \text{H}_2\text{O} = 2\text{HCrO}_4^-$$
 $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ 与 HCrO_4^- 都对可见光有吸收, 且 $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ 的 ϵ_{450} 大于 HCrO_4^- 的 ϵ_{450} , $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ 的 ϵ_{450} 小于

HCrO_4^- 的 ϵ_{350} 。在等吸收点时, $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ 的 ϵ 与 HCrO_4^- 的 ϵ 的关系为 _____。

- a. $\epsilon(\text{HCrO}_4^-) = 2 \epsilon(\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-})$ b. $\epsilon(\text{HCrO}_4^-) = 1/2 \epsilon(\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-})$
c. $\epsilon(\text{HCrO}_4^-) = \epsilon(\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-})$ d. $\epsilon(\text{HCrO}_4^-) = 4 \epsilon(\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-})$

10. 双波长分光光度计的输出信号是 _____。

- a. 样品吸收与参比吸收之差 b. 样品在 λ_1 和 λ_2 处吸收之差
c. 样品在 λ_1 和 λ_2 处吸收之和 d. 样品在 λ_1 的吸收和参比在 λ_2 的吸收之和

二、问答题 (每题 5 分, 共 20 分)

1. 间接碘量法的主要误差来源有哪些? 在实际工作中应该如何减少误差?
2. 用 HCl 中和草酸钠 ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$: $K_{a1}=5.9 \times 10^{-2}$, $K_{a2}=6.4 \times 10^{-5}$) 溶液至 $\text{pH} \approx 6$ 和 $\text{pH} \approx 2$ 时, 溶液中各有哪些组分? 其中主要组分是什么?
3. 在聚乙烯中加入一定量的碳酸钙粉末, 可制成环保产品—可降解塑料, 其中碳酸钙含量的大小和产品质量密切相关。请设计一分析方法定量分析此产品中碳酸钙的含量。
4. 有 HCl 和 NH_4Cl 的混合液体样品, 试设计一种分析方法分别测定其中 HCl 和 NH_4Cl 的含量。

三、计算题 (每题 8 分, 共 40 分)

1. 称取含丙二酸二钠盐 ($K_{a1}=1.43 \times 10^{-3}$, $K_{a2}=2.2 \times 10^{-7}$) 和 NaCl 的混合试样, 溶解后, 通过氢型强酸性阳离子交换树脂, 收集流出液, 用 0.1000 mol/L NaOH 滴定, 至第一计量点时, 耗去 NaOH 28.30 毫升, 进行第二计量点滴定又耗去 14.06 毫升, 求二钠盐 and NaCl 的质量 (g)。 $M(\text{Na}_2\text{A}) = 148.03$ 。
2. 试计算证明用沉淀掩蔽法在 $\text{pH} = 12$ 时用 EDTA 能准确滴定 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 混合液中的 Ca^{2+} 而 Mg^{2+} 不干扰 (已知 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 及 EDTA 的浓度均为 0.01 mol/L , $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 的 $\text{p}K_{sp} = 10.7$, $\lg K_{\text{CaY}} = 8.7$, $\lg \alpha_{\text{Y}} = 10.7$, $\text{pH} = 12$ 时 $\lg \alpha_{\text{Y(OH)}} = 0$)
3. 在下列氧化还原体系中, 以氧化剂 O_1 滴定还原剂 R_2 :

$$\text{O}_1 + n_1 e = \text{R}_1, \quad \text{O}_2 + n_2 e = \text{R}_2$$
 - (1) 当 $n_1 = n_2 = 1$ 时, 为了在计量点时反应定量地进行到 99.9% , 计算 $\varphi_{\text{O}_1/\text{R}_1}^{\text{sp}}$ ($\varphi_{\text{O}_1/\text{R}_1}^{\text{sp}}$) 和 $\varphi_{\text{O}_2/\text{R}_2}^{\text{sp}}$ ($\varphi_{\text{O}_2/\text{R}_2}^{\text{sp}}$) 的最小差值是多少伏?
 - (2) 当 $n_1 = 5$, $n_2 = 2$ 时情况又如何?
4. 一般测水中溶解氧的方法是: 用溶解氧瓶装满水样后, 依次加入 1 毫升硫酸锰及 2 毫升碱性碘化钾, 加塞混匀, 再加入 1.5 毫升浓硫酸, 盖好瓶盖, 待沉淀完全溶解并混匀后取出 100 毫升溶液于三角瓶中, 迅速用 0.01250 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液滴定到溶液呈微黄色, 再加入 1 毫升淀粉作指示剂, 继续滴定至蓝色刚好褪去, 耗去溶液 7.25 毫升, 求其中溶解氧的含量 (以 mg/L 计) (忽略样品处理时加入试剂对体积的影响)。 ($M(\text{O}_2) = 32.0$)
5. 以差示分光光度法测定高锰酸钾液的浓度, 以含锰 10.0 mg/ml 的标准作参比液, 其在水透光率为 $T=20.0\%$, 并以此调节透光率为 100% , 此时测得未知浓度 KMnO_4 溶液的透光率为 $T_x = 40\%$, 计算 KMnO_4 的浓度 (mg/ml)

仪器分析部分

一. 选择题 (请将正确的答案填入括号中, 每题 1 分, 共 10 分)

- 由 Hg 和 Hg_2Cl_2 (固) 及 KCl 溶液组成:
 $\text{Hg}|\text{Hg}_2\text{Cl}_2(\text{固}), \text{Cl}^-$ 的甘汞电极是 ()
 a. 第一类电极 b. 第二类电极 c. 第三类电极 d. 零类电极
- 关于恒电流库仑滴定分析, 下列哪种叙述是正确的 ()
 a. 被测物质不是直接在电极上反应, 而是以电极反应的产物作为滴定剂与被测物质定量用。
 b. 即要保证电流恒定, 又要控制电极电位。
 c. 只适用发生氧化还原的反应。
 d. 电极反应的产物必须是稳定的, 才能保证电流效率 100%。
- 在极谱分析法中, 工作电极一般是小面积的电极, 因为极谱分析要求在工作电极 ()
 a. 产生浓差极化 b. 产生过电位
 c. 产生大的电流 d. 电位不容易极化
- 在色谱分析中进行定量分析时, R 值最好在什么范围? ()
 a. $R=1$ b. $R<1$ c. $R=1.5$ d. $R\neq 1$
- 用 HPLC 分离稠环芳烃类化合物时, 所选择的色谱柱和淋洗液分别 ()
 a. 极性柱, 非极性淋洗液 b. 极性柱, 极性淋洗液
 c. 非极性柱, 极性淋洗液 d. 非极性柱, 非极性淋洗液
- 有机化合物中羟基的红外吸收峰, 随邻近取代基的电负性增强, 它的红外吸收峰的波 ()
 a. 减小 b. 无明显变化 c. 增大 d. 不能确定
- 在发射光谱分析中 ICP 光源有很高的灵敏度, 这是因为 ()
 a. 光源稳定 b. 基体影响小
 c. 没有自吸现象 d. 温度高, 试样在火焰中停留时间长
- 在原子吸收光谱分析中, 灯电流必须采用调制光源, 目的是消除 ()
 a. 杂光干扰 b. 光散射 c. 火焰的干扰发射 d. 吸收重迭
- 下列哪两种核都适于做核磁共振测定 ()
 a. ^1H , ^{11}B b. ^{19}F , ^{17}O c. ^{32}S , ^{12}C d. ^{19}F , ^{13}C
- 下列哪种质量分析器的分辨率最高 ()
 a. 单聚焦质量分析器 b. 双聚焦质量分析器
 c. 飞行时间质量分析器 d. 四极质量分析器

二. 问答题 (每题 5 分, 共 10 分)

1. 简单叙述方波极谱是怎样消除电容电流的。
2. 试论述为什么在原子吸收光谱分析法中一定要用锐线光源。

三. 计算题 (每题 5 分, 共 10 分)

1. 在下列电池中

标准氢电极 | HCl 溶液或 NaOH || SCE

在 HCl 溶液中测得 $E = 0.276V$, 在 NaOH 溶液中测得 $E = 1.036V$, 在 100ml HCl 和 NaOH 的混合液中测得 $E = 0.954V$, 计算 100ml 混合液中其 HCl 及 NaOH 溶液各有多少毫升。

2. 在 1 米长的填充色谱柱上, 某药物 A 及异构体 B 的保留时间分别为 5.80min 和 6.60min, 峰底宽度分别为 0.78min 及 0.82min, 空气通过色谱柱需 1.10min, 计算:

- (1). A 及 B 的分离度
- (2). 色谱柱的平均有效塔板数和塔板高度
- (3). 分离度为 1.5 时, 所需的柱长。