

一、单项选择题：（每题 1 分，共 20 分）

- 1、递减称量法（差减法）最适合于称量：
 - A. 对天平盘有腐蚀性的物质；
 - B. 易潮解、易吸收 CO_2 或易氧化的物质；
 - C. 易挥发的物质；
 - D. 要称几份不易潮解的样品。
- 2、在以 $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ 为基准物标定 NaOH 溶液时，下列哪些仪器需用操作液淋洗 3 次？
 - A. 滴定管；
 - B. 容量瓶；
 - C. 锥形瓶；
 - D. 量筒。
- 3、欲配制 1000mL 0.1mol/L HCl 溶液，应量取浓盐酸（12mol/L HCl ）多少毫升？
 - A. 0.84mL；
 - B. 8.4mL；
 - C. 1.2mL；
 - D. 12mL。
- 4、某碱样溶液，以酚酞为指示剂，用标准盐酸溶液滴定至终点时，耗去的体积为 V_1 ，继以甲基橙为指示剂，又耗去盐酸的体积为 V_2 。若 V_2 小于 V_1 ，则此碱样溶液是：
 - A. Na_2CO_3 ；
 - B. NaHCO_3 ；
 - C. $\text{NaOH} + \text{Na}_2\text{CO}_3$ ；
 - D. $\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{NaHCO}_3$ 。
- 5、以 SO_4^{2-} 沉淀 Ba^{2+} 时，加入适量过量的 SO_4^{2-} 可以使 Ba^{2+} 离子沉淀更完全。这是利用：
 - A. 盐效应；
 - B. 酸效应；
 - C. 配位效应；
 - D. 同离子效应。
- 6、紫外-可见分光光度法中所用的示差法适用于：
 - A. 低含量组分测定；
 - B. 高含量组分测定；
 - C. 干扰严重的测定；
 - D. 高酸度条件下测定。
- 7、根据热导检测器的检测原理，它测量的是：
 - A. 参比池中的载气与测量池中载气加组分的二元混和物热导系数之差；
 - B. 参比池中的载气与测量池中组分的热导系数之差；
 - C. 参比池中组分加载气的二元混和体系与测量池中载气的热导系数之差；
 - D. 参比池中组分与测量池中载气的热导系数之差。
- 8、下列哪项不是玻璃电极的组成部分？
 - A. $\text{Ag}-\text{AgCl}$ 电极；
 - B. 一定浓度的 HCl 溶液；
 - C. 饱和 KCl 溶液；
 - D. 玻璃膜。
- 9、某溶液含 Fe^{3+} 10mg，将它萃取进入某有机溶剂中，分配比 $D=99$ ，用等体积萃取一次，剩余 Fe^{3+} 的质量 m 为多少毫克？萃取百分率（%E）为多少？
 - A. $m=0.1\text{mg}$ ，%E=99；
 - B. $m=0.2\text{mg}$ ，%E=90；
 - C. $m=0.01\text{mg}$ ，%E=99.9；
 - D. $m=0.03\text{mg}$ ，%E=95
- 10、下列选择参比溶液的原则，哪个是不正确的？
 - A. 若仅为待测物有吸收，可选用纯溶剂；
 - B. 若待测物、显色剂等有吸收，可选用不加待测液而其它试剂都加的空白溶液；
 - C. 若待测物、显色剂、缓冲剂等都有吸收，可选择它们都加的空白溶液；
 - D. 若待测物、显色剂、缓冲剂等都无色，可选用蒸馏水做参比。

- 11、可以减小随机误差的方法是：
 A. 对仪器进行校准； B. 做空白试验；
 C. 增加平行测定次数； D. 做对照试验。
- 12、为提高 A、B 两组分的分离度，可采用增加柱长的方法，若分离度增加一倍，柱长应为原来的：
 A. 两倍； B. 四倍； C. 六倍； D. 八倍。
- 13、用离子选择电极采用标准加入法进行定量分析时，加入的标准溶液要求：
 A. 体积要小，其浓度要高； B. 体积要小，其浓度要低；
 C. 体积要大，其浓度要高； D. 体积要大，其浓度要低。
- 14、使用朗伯——比耳定律的前提条件之一为入射光必须是：
 A. 复合光； B. 平行单色光； C. 可见光； D. 紫外光。
- 15、用 HCl 滴定 Na_2CO_3 时，第一理论终点 $[\text{H}^+]$ 的计算式为：
 A. $\sqrt{K_{a1}C_{\text{Na}_2\text{CO}_3}}$ ； B. $\sqrt{K_{a1}K_{a2}}$ ；
 C. $\sqrt{K_{a2}C_{\text{Na}_2\text{CO}_3}}$ ； D. $\sqrt{K_{b1}C_{\text{Na}_2\text{CO}_3}}$
- 16、用 $0.1000\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{HCl}$ 滴定 $20.00\text{mL} 0.1000\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{NaOH}$ ，pH 突跃范围为 $9.7\sim 4.3$ ，则 $0.01000\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{HCl}$ 滴定 $20.00\text{mL} 0.01\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{NaOH}$ ，突跃范围应为：
 A. $9.7\sim 4.3$ ； B. $8.7\sim 4.3$ ； C. $8.7\sim 5.3$ ； D. $10.7\sim 3.3$
- 17、下列参数中，会引起分配系数变化的是：
 A. 柱长缩短； B. 固定相改变； C. 流动相速度增加； D. 相比减小。
- 18、空心阴极灯的两个电极的组成是：
 A. 待测元素做阳极、铂丝做阴极； B. 待测元素做阳极、钨棒做阴极；
 C. 待测元素做阴极、钨棒做阳极； D. 待测元素做阴极、铂丝做阳极。
- 19、离子选择性电极的电位选择性系数可用于：
 A. 估计电极的检测限； B. 估计共存离子的干扰程度；
 C. 校正方法误差； D. 计算电极的响应斜率；
- 20、用 $0.10\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{AgNO}_3$ 标准溶液，电位滴定 Cl^- 溶液数据如下，滴定终点的体积（单位：ml）是：

V AgNO_3/ml	E/mv	$\Delta^2 E / \Delta V^2$
13.30	233	400
13.40	316	-590

- A. 13.40； B. 13.34； C. 13.38； D. 13.30

二 多项选择题

(每题 2 分, 全部选对给分, 不能全部选对不给分, 共 10 分)

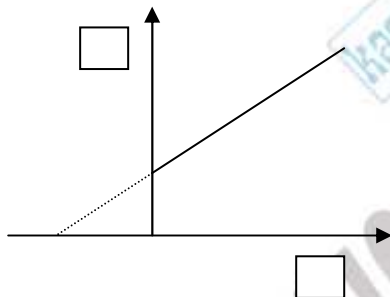
- 1、气相色谱法要求试样具有下列哪些性质:
A. 沸点高; B. 易挥发; C. 热稳定性高; D. 热稳定性低。
- 2、在滴定分析中出现下列情况, 导致系统误差出现的是:
A. 试样未经充分混匀;
B. 砝码未经校正;
C. 所用试剂中含有干扰离子;
D. 滴定管的读数读错。
- 3、在分光光度法中, 标准曲线偏离比耳定律的原因是:
A. 使用了复合光; B. 使用的是单色光;
C. 有色物浓度过大; D. 有色物浓度较稀。
- 4、测定试液的 pH 值(pH_x)是以标准溶液的 pH 值(pH_s)为基准, 并通过比较 E_x 和 E_s 值而确定的, 这样做的目的是消除哪些影响?
A. 不对称电位; B. 液接电位;
C. 内外参比电极电位; D. 酸差。
- 5、下列叙述错误的是:
A. 难溶电解质的溶度积越大, 溶解度越大;
B. 同离子效应使沉淀的溶解度增大;
C. 酸效应使沉淀的溶解度增大;
D. 配位效应使沉淀的溶解度减小

三、判断题 (每题 1 分, 对的打“√”, 错的打“×”。共 10 分):

- 1、在 EDTA (Y) 滴定金属离子 M 时, 指示剂的封闭是由于 $K'_{\text{MIn}} \ll K'_{\text{MY}}$ 。
- 2、容量瓶的用处是将准确容积的浓溶液稀释成准确容积的稀溶液。
- 3、用氟离子选择电极时, 在测定前都需要把电极洗到一定的电位, 即固定电极在测定前的预处理条件, 目的是加快电极的响应时间。
- 4、沉淀滴定法中, 沉淀对吸附指示剂的吸附能力愈强, 色变愈显著。
- 5、配制 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液时, 应当用新煮沸并冷却后的纯水, 其目的是除去 CO_2 和 O_2 及杀死细菌。
- 6、浓差极化是由于在电解过程中, 电极附近溶液的浓度和溶液本身的浓度发生了差别所致, 浓度的大小与电极电位无关, 但与电流密度有关。
- 7、气-液色谱中, 二个溶质的分离度与固定液的化学性质有关而与柱长没有关系。
- 8、高效液相色谱法适用于大分子、热不稳定性和生物试样的分析。
- 9、电子捕获检测器最适合于永久性气体和一般常用有机物的分析。
- 10、分布系数与氢离子浓度间的关系曲线称分布曲线。

四、填空题（每空格 1 分，共 35 分）

- 1、对某试样中 Cl^- 的质量分数进行 4 次测定，测定结果的平均值为 47.60%，标准偏差为 0.08%，则在 95% 的置信度下，测定结果的置信区间为_____（ $t_{0.05,3}=3.18$ ， $t_{0.05,4}=2.78$ ）
- 2、毛细管色谱比填充柱气相色谱具有更高的分离效率，从速率理论来看，这是因为毛细管气相色谱柱中不存在_____。
- 3、 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 法测铁中，加入 H_3PO_4 的主要作用是（1）使_____（2）降低_____，避免过早氧化指示剂。
- 4、下图为原子吸收分光光度法中的标准加入法曲线。补全图中方框。



- 5、描述色谱柱效能的指标是_____。柱的总分离效能指标是_____。
- 6、写出下列换算因数计算式
沉淀算量形式 被测组分 换算因数
 $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{MoO}_3$ P_2O_5 _____
- 7、滴定度的定义是：_____。
- 8、邻菲罗啉分光光度法测定微量铁时，加入盐酸羟胺的作用是_____，加入邻菲罗啉溶液的作用是_____。
- 9、红外吸收光谱的振动形式可分为_____和_____。
- 10、在 $\text{pH}=12.5$ 的 NaOH 介质中，选择钙指示剂用 EDTA 标准溶液滴定 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 混合液中的 Ca^{2+} ，是利用_____方法提高配位滴定的选择性。
- 11、氧化还原滴定理论终点附近电位突跃的长短和_____有关，它们相差愈大，电位突跃愈_____。
- 12、极谱分析法中，与浓度成正比的是_____电流，极谱法的定性依据为_____。
- 13、离子交换树脂主要由_____和_____两部分组成。
- 14、F 检验法，若两组数据有显著性差异则 $F_{\text{计}} > F_{\text{表}}$ 。F 检验计算式是： $F_{\text{计}} = \frac{S_1^2}{S_2^2}$ 。
- 15、在分光光度计中，常因波长范围不同而选用不同材料的容器，现有下面三种材料的容器，各适用于哪个光区：
A. 石英比色皿用于_____； B. 玻璃比色皿用于_____；
C. 氯化钠窗片吸收池用于_____。

- 16、如用 $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ 测定 NaOH 溶液的准确浓度, 这种确定浓度的操作, 称为_____。而此处 $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ 称为_____物质。
- 17、一般常量滴定分析的误差要求为 $\pm 0.1\%$, 一般滴定时的浓度也不低于 0.010mol/L 。则 EDTA 配位滴定中滴定反应的实际条件常数至少应为_____。
- 18、在 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 标定 KMnO_4 时, 由于反应速度不够快, 因此滴定时溶液要维持足够酸度和温度, 但酸度和温度过高时, 又会发生_____。
- 19、欲配制 $250\text{mL } 0.008000\text{mol/L } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液, 应称取 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (其摩尔质量为 294.19g/mol) _____克。
- 20、以正确的有效数字表示下列计算结果
- $$w(x) = \frac{0.1000 \times (25.00 - 24.90) \times 246.47}{1.000 \times 1000} \times 100\%$$
- $$= \underline{\hspace{2cm}}$$
- 21、某饮用水中含有痕量 Cu^{2+} , 取水样 1000 mL , 让其通过阳离子交换树脂, 然后用 5mL HCl 完全洗脱, 经测定此方法的回收率为 98% , 此方法的富集倍数是_____。
- 22、正态分布函数中的两个参数分别为_____和_____。

五、计算题：(共 9 题, 总 60 分)

- 1、在 $20.0 \text{ mL } 0.150 \text{ mol/L } \text{FeCl}_3$ 的盐酸溶液中加入 10.0 mL 乙醚, 一起振荡。水相中剩余的 Fe(III) 用络合滴定法测定, 耗去 $0.0200 \text{ mol/L EDTA } 10.0 \text{ mL}$ 。问铁的萃取率和分配比分别为多大? (5 分)
- 2、有一 KMnO_4 标准溶液, 已知其浓度为 0.1025mol/L , 求其 $T_{\text{Fe}/\text{KMnO}_4}$ 和 $T_{\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{KMnO}_4}$ 。如果称取试样 0.2508g , 溶解后将溶液中的 Fe^{3+} 还原成 Fe^{2+} , 然后用 KMnO_4 标准溶液滴定, 用去 25.33mL , 求试样中含铁量, 分别以 $\% \text{Fe}$ 和 $\% \text{Fe}_3\text{O}_4$ 表示之。已知: $M_{\text{Fe}}=55.85$, $M_{\text{Fe}_3\text{O}_4}=231.54$ 。(8 分)
- 3、计算在 1mol/L HCl 介质中用 Fe^{3+} 滴定 Sn^{2+} 的反应平衡常数及滴定至化学计量点时的电势。已知: $E^0_{\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}} = 0.68\text{V}$ $E^0_{\text{Sn}^{4+}/\text{Sn}^{2+}} = 0.14\text{V}$ (5 分)
- 4、EDTA 法测定标准试样 (已知含 $\text{ZnO } 36.9\%$) ZnO 含量所得数据为 37.9% , 38.9% , 37.4% , 37.1% 。试用 Q 检验法检验是否有数据要丢弃, 并判断此分析方法是否存在系统误差 (置信水平为 90%)
- (已知 $Q_{0.90,4} = 0.76$, $Q_{0.90,3} = 0.94$, $t_{0.10,3} = 2.92$, $t_{0.10,4} = 2.13$;) (10 分)
- 5、称取混合含碱试样 0.7205g , 先加酚酞指示剂, 用 $0.2516\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\text{HCl}$ 标准溶液滴定至终点耗用 29.89mL ; 再加甲基橙指示剂, 继续滴定至终点时, 又耗用上述 HCl 溶液 22.68mL 。求试样各碱性成分的百分含量。($M_{\text{NaOH}}=40.00$; $M_{\text{Na}_2\text{CO}_3} = 106.0$, $M_{\text{NaHCO}_3} = 84.01$) (6 分)

- 6、一根 3 米长的色谱柱上，分析某试样时，得到两个组分的调整保留时间分别为 13 及 16 分钟，后者的基线宽度为 1 分钟，计算：
- (1) 该色谱柱的有效塔板数 ($n_{\text{有效}}$)；
 - (2) 两个组分的相对保留值 $r_{2,1}$ ；
 - (3) 如若使两组分的分离度 $R=1.5$ ，需要有效塔板数为多少？此时应使用多长的色谱柱？（8 分）
- 7、25°C 时，以 F 离子选择性电极用标准加入法测定试液中 F 浓度，取试液 25.00mL，加入适量总离子强度调节剂，加水稀释至 100mL，测量电动势，加入 0.01200 mol · L⁻¹ NaF 溶液 1.00mL 后，再测量电动势，两次测量值相差 10 毫伏，求原试液中 F 的浓度。（5 分）
- 8、有一胺的样品，若测其分子量，先以苦味酸(分子量=229)处理，转化为苦味酸胺(1:1 加成化合物，绝大多数的苦味酸胺有相似的摩尔吸光系数。)，溶于 96%乙醇中，在 380 纳米处的 $\lg \epsilon = 4.13$ 。今称取样品苦味酸胺 0.0300 克，溶于 96%乙醇，准确配至 1 升，取此溶液放在 1.00 厘米厚的比色皿中，在 380 纳米处测得吸光度为 0.800，计算样品胺的分子量。（6 分）
- 9、含有 0.01 mol · L⁻¹ Zn²⁺ 的溶液中加入 NH₃ · H₂O 至生成锌氨配合物，然后加入氨性缓冲溶液，再滴加 0.01mol · L⁻¹ EDTA 溶液至 Zn²⁺ 相当量时，若此时溶液 pH=10，[NH₃]=0.1 mol · L⁻¹，计算此条件下 ZnY 的条件稳定常数 K'_{ZnY} ，并判断 ZnY 能否稳定存在。（已知 $K_{\text{ZnY}}=3.2 \times 10^{16}$ ；pH=10 时，分布系数 $\delta_Y=3.6 \times 10^{-1}$ ；NH₃ 与 ZnY 的各级累积稳定常数分别为： $\beta_1=1.86 \times 10^2$ ； $\beta_2=4.07 \times 10^4$ ； $\beta_3=1.02 \times 10^7$ ； $\beta_4=1.15 \times 10^9$ ）（7 分）

六、综合题和简答题（共 15 分）

- 1、在碘法测定铜含量时，为什么要加 NH₄SCN 溶液，如果在酸化后立即加入 NH₄SCN 溶液会产生什么影响？（5 分）
- 2、请设计浓度为 0.01mol/L 的高锰酸钾溶液 500mL 的配制及标定实验。（内容包括：使用仪器，试剂及分析步骤，及结果计算式）（已知 $M(\text{KMnO}_4) = 158.03$ ；）（10 分）