

一、单项选择题（每题 1 分，共 30 分）

1. 下列情况中哪个不属于系统误差：

- A. 滴定管未经过校正 B. 所用试剂中含干扰离子
C. 天平两臂不等长 D. 砝码读错

2. 用 0.1mol/L 的 HCl 滴定 0.1mol/L 的 NaOH 的 pH 突跃范围是 9.7~4.3，则用 0.01mol/L 的 HCl 滴定 0.01mol/L 的 NaOH 的 pH 突跃范围是：

- A. 9.7~4.3 B. 8.7~4.3 C. 8.7~5.3 D. 10.7~3.3

3. 络合滴定中，指示剂封闭现象是由哪种原因引起的：

- A. 指示剂与金属离子生成的络合物不稳定
B. 被测溶液的酸度过高
C. 指示剂与金属离子生成的络合物稳定性小于 MY 的稳定性
D. 指示剂与金属离子生成的络合物稳定性大于 MY 的稳定性

4. 摩尔法测定 Cl^- 含量时，要求介质在 pH=6.5~10.0 范围内，若酸度过高则会：

- A. AgCl 沉淀不完全 B. 形成 Ag_2O 的沉淀
C. AgCl 吸附 Cl^- D. Ag_2CrO_4 沉淀不易生成

5. 下列物质中，不能直接配制标准溶液的是：

- A. $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ B. KMnO_4 C. As_2O_3 D. $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

6. 下列各数中有效数字位数为四位的是：

- A. $w_{\text{CaO}}=25.30\%$ B. $[\text{H}^+]=0.0235 \text{ mol/L}$ C. $\text{pH}=10.46$ D. 420Kg

7. 比较两组分析数据的精密度是否存在显著差异，应当用哪种方法：

- A. F 检验 B. t 检验 C. Q 检验 D. G 检验

8. H_3PO_4 的 $\text{pK}_{\text{a}1} \sim \text{pK}_{\text{a}3}$ 分别为 2.12, 7.20, 12.4。当 H_3PO_4 的 pH 为 7.30 时，溶液中

主要存在形式为

- A. $\text{H}_2\text{PO}_4^- + \text{HPO}_4^{2-}$ B. HPO_4^{2-} C. H_2PO_4^- D. $\text{HPO}_4^{2-} + \text{PO}_4^{3-}$

9. 某有色溶液用 1 cm 吸收池时, 其透光率为 T; 若改用 2 cm 吸收池, 则透光率应为:

- A. 2T B. $2\lg T$ C. $T^{1/2}$ D. T^2

10. 分析宽沸程多组分混合物, 多采用:

- A. 气相色谱 B. 气固色谱
C. 毛细管气相色谱 D. 程序升温气相色谱

11. 气相色谱中通用型检测器是:

- A. 热导池检测器 B. 电子捕获检测器
C. 氢火焰离子化检测器 D. 火焰光度检测器

12. 在重量分析法中, 若待测物质中所含杂质的半径与待测离子的半径相近, 在沉淀过程中往往形成:

- A. 混晶 B. 吸留 C. 包藏 D. 后沉淀

13. 氯化银在 1mol/L 的 HCl 中比在水中较易溶解是因为:

- A. 酸效应 B. 盐效应 C. 同离子效应 D. 配合效应

14. 各厂生产的氟离子选择性电极的性能指标不同, 均以 K_{F^-, Cl^-} 表示, 若 Cl^- 的活度为 F^- 离子的 100 倍, 要使 Cl^- 离子对 F^- 离子测定的干扰小于 0.1%, 应选用 K_{F^-, Cl^-} 等于哪一种的电极:

A. 10^{-1} B. 10^{-2} C. 10^{-3} D. 10^{-5}

15. 在萃取分离达到平衡时溶质在两相中的浓度比称为:

A. 浓度比 B. 萃取率 C. 分配系数 D. 分配比

16. 用分光光度法测定试样时, 以标准系列中含“0.00”毫升标准溶液的溶液作参比溶液, 此参比溶液称为:

A. 试剂空白 B. 蒸馏水空白
C. 试液空白 D. A、B、C 都不是

17. 原子吸收分光光度法的测定是基于:

A. 气态原子外层电子由基态到第一激发态的跃迁
B. 气态原子外层电子由基态到所容许的较高的激发态的跃迁
C. 气态原子外层电子由第一激发态返回基态的跃迁
D. 气态原子外层电子由较高的激发态返回较低的或基态的跃迁

18. 示差分光光度法与普通分光光度法的不同之处是:

A. 选择的测定波长不同 B. 使用的光程不同
C. 参比溶液不同 D. 标准溶液不同

19. 在原子发射分析中, 如果采用摄谱法进行元素全分析时, 一般采用下列哪种元素作为标尺:

A. Na B. Mg C. Fe D. Co

20. 平板色谱中, 定性鉴定某组份的依据是:

- A. 相对比移值 B. 保留时间
C. 相对保留值 D. 调整保留时间

21. 当两电对的电子转移数均为 2 时, 为使反应完全程度达到 99.9%, 两电对的电极电位差至少应大于:

- A. 0.09 V B. 0.18 V C. 0.27 V D. 0.35 V

22. 用离子选择性电极进行测量时, 需要磁力搅拌的原因是:

- A. 减小浓差极化 B. 加快响应速度
C. 使电极表面保持干净 D. 降低电极内阻

23. 傅立叶变换红外分光光度计的色散元件为:

- A. 玻璃棱镜 B. 石英棱镜 C. 迈克尔逊干涉仪 D. 卤化盐棱镜

24. 甘汞电极的电位随电极内的 KCl 溶液浓度的增大而产生什么变化:

- A. 增加 B. 减小 C. 不变 D. 无法判断

25. 具有下列活性基团的树脂中, 哪一种属于弱酸性阳离子树脂:

- A. $R-SO_3H$ B. $R-OH$ (酚基)
C. $R-NH_3OH$ D. $R-NH_2CH_3OH$

26. 下列关于 $BaSO_4$ (晶形沉淀) 的沉淀条件的说法中错误的是:

- A. 在稀溶液中进行沉淀 B. 在热溶液中进行沉淀
C. 慢慢加入稀沉淀剂溶液并不断搅拌 D. 不必陈化

27. 根据范第姆方程式 $H=A+B/u+Cu$, 下列说法正确的是:

A. H 越大, 则柱效越高, 色谱峰越窄, 对分离有利

B. 固定相颗粒填充越均匀, 则柱效越高

C. 载气线速越高, 柱效越高

D. 载气线速越低, 柱效越高

28. 发射光谱法基本定量公式 $I=ac^b$, 其中 b 值与下列哪个因素有关:

A. 试样组成

B. 光源类型

C. 谱线的自吸

D. 感光板性质

29. 当其水溶液 $\text{PH}>12$ 时, EDTA 的主要存在形式为:

A. H_4Y

B. H_3Y^-

C. Y^{4-}

D. HY^{3-}

30. 从大量的分析物料中采取少量的分析试样, 必须保证所取的试样具有:

A. 一定的时间性

B. 广泛性

C. 一定的灵活性

D. 代表性

二、填空题: (每空 1 分, 共计 30 分)

1. 测定某溶液浓度 ($\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$) 得如下结果: 0.1014, 0.1012, 0.1016, 0.1025, 用 Q 检验法判断 0.1025 这个值后, 该数据应_____ ($Q_{0.10,3} = 0.76$)。

2. 用同一 KMnO_4 标准溶液分别滴定体积相等的 FeSO_4 和 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液, 耗用的标准溶液体积相等, 则 FeSO_4 与 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 的浓度之间的关系为: _____。

3. 浓度为 c (mol/L) 的 $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ 溶液的质子平衡方程为:

_____。

4. 正态分布曲线的最高点体现了数据的_____, 曲线以 $x=\mu$ 的一条直线为对称轴

说明了正误差和负误差_____。

5. 用 0.20 mol/L 的 NaOH 溶液滴定 0.10 mol/L 的 H_2SO_4 和 0.10 mol/L 的 H_3PO_4 的混合溶液时，在滴定曲线上可以出现_____个突跃。

6. EDTA 的酸效应曲线表示了_____的关系，溶液的 pH 越大，则_____越小。采用 EDTA 为滴定剂测定水的硬度时，因水中含有少量的 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 应加入_____做掩蔽剂，滴定时应控制溶液 pH 为_____。

7. 称取 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 基准物质时，有少量的 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 撒在天平盘上而未被发现，则配得的标准溶液真实浓度将偏_____；用此 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液测定试样中的 Fe 含量时，将引起_____误差（填正或负）；用此 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液标定 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液，则所得浓度将会偏_____，以此 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液测定试样中 Cu 含量时，将引起_____误差（填正或负）。

8. 离子交换树脂主要由_____和_____两部分组成。

9. 重量分析法中，一般同离子效应将使沉淀溶解度_____，沉淀阴离子的酸效应将使沉淀的溶解度_____。沉淀称量形式为 $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ，被测组分为 MgO ，则其换算因数计算式为_____（只写公式）。

10. 电对 $\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-}/\text{Fe}(\text{CN})_6^{2-}$ 的条件电极电位将随介质离子强度增加而_____；其氧化能力将_____。电对 $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$ 在含 F⁻ 的介质中，其条件电位将随 F⁻ 浓度增加而_____；其氧化能力将_____。

11. 利用氟离子选择性电极测定自来水中氟离子含量时, 需使用由 KNO_3 、 NaAC-HAC 缓冲溶液和柠檬酸钾组成的总离子强度调节缓冲溶液 (TISAB), 其作用主要是 (1) _____ (2) _____ (3) _____。

12. 红外光谱产生的两个必要条件是 _____ 和 _____。

13. 在气相色谱中, 色谱法使用的上限温度取决于 _____; 下限温度取决于 _____。

三、判断题: (对的打√, 错的打×, 每题一分, 共计 10 分)

1. 从数据的精密度好坏来判断分析结果是否可靠的前提是系统误差小。 ()
2. 已知溶液的 pH 值为 0.070, 其氢离子浓度的正确值为 0.8 mol/L 。 ()
3. 用 EDTA 法测定 Ca^{2+} 和 Mg^{2+} 混合液中的 Ca^{2+} 含量时, 可通过氧化还原掩蔽法来消除 Mg^{2+} 的干扰。 ()
4. 溶解在己烷中的某一化合物, 具有 $\lambda_{\text{max}}=305\text{nm}$ 。当溶解在乙醇中, $\lambda_{\text{max}}=307\text{nm}$ 。可以判断该吸收是由 $\pi \rightarrow \pi^*$ 跃迁引起的。 ()
5. Ca^{2+} , Fe^{3+} , Cs^+ 离子在阳离子树脂上的亲和力顺序是 $\text{Cs}^+ > \text{Ca}^{2+} > \text{Fe}^{3+}$ 。 ()
6. 高锰酸钾法测定铁试样中的铁含量时, 通常用 HCl 溶解样品。 ()
7. 在分光光度分析中, 出现工作曲线不过原点的原因是显色反应灵敏度低。 ()

8. 根据范第姆特方程式，最佳流速时，塔板高度最小。 ()
9. 衡量色谱柱选择性的指标是相对保留值。 ()
10. 电位滴定中，以 $\Delta E/\Delta V \sim V$ 作图绘制滴定曲线，滴定终点为曲线最高点所对应的体积。 ()

四、简明回答（本题 20 分）

1. 有一批试样需对其中的 A 组分进行定量测定，在各取同样量试样、采用吸光度法（分光光度法）在相同条件下对 A 组分进行预分析时，发现其中一个试样溶液的吸光度值大于 1，根据本分析测试工作要求和预测定的情况，你打算如何进行正式测定？（本题 3 分）
2. 气相色谱分析法中，影响分离度（R）大小的因素是什么？R 值为多少时可认为分离效果好？（本题 5 分）
3. 写出采用直接电位法测定未知溶液的 pH 值时，装置的主要构成部分和主要试剂。（本题 6 分）
4. 在用 ZnO 作为基准物对 EDTA 溶液的浓度进行标定时，以铬黑 T（EBT）为指示剂，pH=10 缓冲溶液为介质，当用待标定的 EDTA 溶液滴定上述 ZnO 的标准溶液至溶液刚呈现纯蓝色时即为终点。简明阐述本测定中指示剂指示终点的原理。（本题 6 分）提示：写出主要的反应式来阐明，已知：① 锌离子与 EBT 生成的配合物为红色；② 下面是 EBT 在一定 pH 溶液中呈现颜色的示意：

H_3In	H_2In^-	HIn^{2-}	In^{3-}
红色	红色	蓝色	橙色
$\text{pK}_{\text{a}1} = 3.9$	$\text{pK}_{\text{a}2} = 6.3$	$\text{pK}_{\text{a}2} = 11.6$	pH

$\text{pH} < 6$ | $\text{pH} = 8 \sim 11$ | $\text{pH} = 12$

五、计算题：（共 9 题，总 40 分）

1. 测定铁矿中铁的含量，五次结果如下：38.48%；38.36%；38.45%；38.40%；38.44%，没有可疑数据，求置信度 95% 时置信区间。（ $t_{0.05}(5) = 2.57$ ； $t_{0.05}(4) = 2.78$ ）（本题 4 分）

2. 称取混合碱试样 1.200 g，溶于水，用 0.5000 mol/L HCl 溶液滴定至酚酞褪色，用去 30.00 mL，然后加入甲基橙，继续滴定至溶液呈现橙色，又用去 5.00 mL，求各组分百分含量。（ $M_{\text{NaOH}} = 40.01$ ； $M_{\text{Na}_2\text{CO}_3} = 105.99$ ； $M_{\text{NaHCO}_3} = 84.01$ ）（本题 5 分）

3. 用 EDTA 滴定 Zn^{2+} 至化学计量点附近，此时 $\text{pH} = 11.00$ ， $[\text{NH}_3] = 0.10 \text{ mol/L}$ ，计算 $\lg \alpha_{\text{Zn}}$ 。（ $\text{Zn}(\text{OH})_n$ 配合物的 $\lg \beta_{1-4} = 4.4, 10.1, 14.2, 15.5$ ；

$\text{Zn}(\text{NH}_3)_n$ 配合物的 $\lg \beta_{1-4} = 2.37, 4.61, 7.31, 9.06$ ）（本题 4 分）

4. 以 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 为基准物质，采用析出 I_2 的方法标定 0.020 mol/L $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液的浓度，需称多少克 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ？应如何做才能使称量误差不大于 0.1%？（已知：

$M_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} = 294$ ；提示： $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 按常规滴定分析滴定体积计算）（本题 5 分）

5. 称取含铝试样 0.5000 g, 溶解后用 C_9H_7NO 沉淀, $120^\circ C$ 烘干后得 $Al(C_9H_6NO)_3$ 重 0.3280 g。(1)计算样品中铝的质量分数;(2)若将沉淀在 $1200^\circ C$ 灼烧成 Al_2O_3 称重, 可得称量形式多少克? ($M_{Al_2O_3} = 101.96$; $M_{Al(C_9H_6NO)_3} = 459.4$; $M_{Al} = 26.98$)

(本题 4 分)

6. 用 8-羟基喹啉-氯仿溶液与 $pH=7.0$ 时, 从水溶液中萃取 La^{3+} (已知 $D=43$)。今取含 La^{3+} 水溶液 20 mL, 计算用 10 mL 萃取液一次萃取和等体积分两次萃取的萃取率。

(本题 4 分)

7. 某含铁约 0.2%的试样, 用邻二氮菲亚铁光度法 ($\epsilon=1.1 \times 10^4$) 测定。试样溶解后稀释至 100 mL, 用 1.00 cm 比色皿在 508 nm 下测定吸光度 (1) 为使吸光度测量引起的浓度相对误差最小, 应当称取试样多少克? (2) 如果使测定时吸光度在最适宜范围 0.200-0.650 之间, 则测定液中的铁浓度应控制在什么范围? $M_{Fe} = 55.85$

(本题 4 分)

8. 将钙离子选择电极和饱和甘汞电极插入 100.00 mL 水样中, 用直接电位法测定水样中的 Ca^{2+} 。25°C 时, 测得钙离子电极电位为 $-0.0619 V$ (对 SCE), 加入 0.0731 mol/L 的 $Ca(NO_3)_2$ 标准溶液 1.00 mL, 搅拌平衡后, 测得钙离子电极电位为 $-0.0483 V$ (对 SCE)。试计算原水样中 Ca^{2+} 的浓度。(本题 4 分)

9. 用一根柱长为 1 m 的色谱柱分离 A、B 两种物质, 其保留时间分别为 14.4 和 15.4 min, 对应的峰底宽分别为 1.07 min 和 1.16 min (死时间为 4.2 min), 试计算:

(1) 物质 A 的理论塔板数; (2) 分离度 R; (3) 选择性因子 α ; (4) 完全分离所需

的柱长 （本题 6 分）

六、综合题（本题 20 分）

有一试样，经预分析得知其中含有二氧化硅（常量）、铁（微量）、铝（常量）、钙（常量）、镁（微量）、钾（微量）、钠（微量）、锰（微量）等的组分，现需采用易于开展工作的仪器及方法、对上述样品中的各组分进行定量分析，你计划如何工作？

提示：（1）根据上述样品应采用什么方法对样品进行分解？（2）如何制备各组分的测定试液？（3）针对样品中的不同组分及其含量，采用什么方法进行测定（写出测定方法的名称，采用的仪器,或标准溶液与指示剂等）。