

华南理工大学
2010 年攻读硕士学位研究生入学考试试卷

（请在答题纸上做答，试卷上做答无效，试后本卷必须与答题纸一同交回）

科目名称：分析化学

适用专业：分析化学

共 页

一．单项选择题（共 25 题，每空 1.5 分，共计 37.5 分）

1. 在下列分析过程中，不会出现系统误差的是（ ）

- A. 过滤时使用了定性滤纸，因而使最后的灰分加大
- B. 使用分析天平时，天平的零点稍有变动
- C. 试剂中含有少量的被测组分
- D. 以含量为 99% 的邻苯二甲酸氢钾作基准物标定碱溶液

2. 下列数据不是四位有效数字的是（ ）

- A. $\text{pH}=11.26$
- B. $[\text{H}^+]=0.1020$
- C. $\text{Cu}\%=10.26$
- D. $[\text{Pb}^{2+}]=12.28\times 10^{-4}$

3. 从精密度就可以判断分析结果可靠的前提是（ ）

- A. 随机误差小
- B. 系统误差小
- C. 平均偏差小
- D. 相对偏差小

4. 通常定量分析中使用的试剂应为分析纯，其试剂瓶标签的颜色为（ ）

- A. 绿色
- B. 红色
- C. 咖啡色
- D. 蓝色

5. 在下类洗干净的玻璃仪器中，使用时必须用待装的标准溶液或试液润洗的是（ ）

- A. 量筒
- B. 锥形瓶
- C. 滴定管
- D. 容量瓶

6. 下述情况，使分析结果产生负误差的是（ ）

- A. 以盐酸标准溶液测定某碱样品，所用的滴定管未洗干净，滴定时内壁挂水珠；
- B. 测定 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 的摩尔质量时，草酸失去部分结晶水；

C. 用于标定标准溶液的基准物质在称量时吸潮;

D. 滴定速度过快, 并在到达终点时立即读数

7. 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 溶 $\text{pH}=7.5$ 时溶液中的主要存在形式是 ()

A. $[\text{H}_2\text{PO}_4^-] > [\text{HPO}_4^{2-}]$

B. $[\text{H}_2\text{PO}_4^-] < [\text{HPO}_4^{2-}]$

C. $[\text{H}_2\text{PO}_4^-] = [\text{HPO}_4^{2-}]$

D. $[\text{PO}_4^{3-}] > [\text{HPO}_4^{2-}]$

8. 酸碱滴定中选择指示剂的原则是 ()

A. $\text{K}_{\text{a}}=\text{KHIn}$;

B. 指示剂的变色范围与等当点完全符合;

C. 指示剂的变色范围全部或部分落入滴定的 pH 突跃范围之内;

D. 指示剂的变色范围应完全落在滴定的 pH 突跃范围之内

9. 在 $\text{pH}=10$ 时, 以铬黑T为指示剂, 用EDTA滴定 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 总量时, Al^{3+} 、 Fe^{3+} 等的存在会使得指示剂失效, 这种现象称为指示剂的 ()

A. 僵化

B. 封闭

C. 变质

D. 变性

10. 已知某金属指示剂 (HR) 的 $\text{pK}_{\text{a}}=3.5$, 其共轭酸型体为紫红色, 其共轭碱型体为亮黄色。已知该金属指示剂与大多数金属离子形成 1:1 的红色络合物, 该金属指示剂的适用 pH 值范围为 ()

A. $\text{pH}>3.5$

B. $\text{pH}<3.5$

C. $\text{pH}=3.5\pm 1.0$

D. $\text{pH}=3.5\pm 2.0$

11. 在 $1\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液中, $\varphi_{\text{Ce}^{4+}/\text{Ce}^{3+}}^{\theta'} = 1.44\text{V}$; $\varphi_{\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}}^{\theta'} = 0.68\text{V}$, 以 Ce^{4+} 滴定 Fe^{2+} 时, 最适宜的指示剂是 ()

A. 二苯胺磺酸钠 ($\varphi_{\text{In}}^{\theta'} = 0.84\text{V}$)

B. 邻苯氨基苯甲酸 ($\varphi_{\text{In}}^{\theta'} = 0.89\text{V}$)

C. 邻二氮菲—亚铁 ($\varphi_{\text{In}}^{\theta'} = 1.06\text{V}$)

D. 硝基邻二氮菲—亚铁 ($\varphi_{\text{In}}^{\theta'} = 1.25\text{V}$)

12. 高锰酸钾在中性或弱碱性溶液中的还原产物是 ()

- A. MnO_2 B. MnO_4^{2-} C. Mn(III) D. Mn^{2+}

13. 以 SO_4^{2-} 为沉淀剂, 采用重量法测定 Ba^{2+} 离子, 假如所得沉淀形中包藏了 CaSO_4 , 则测定结果会 ()

- A. 偏高 B. 偏低 C. 无影响 D. 不确定

14. 法扬司法测定时的介质条件为 ()

- A. 稀硝酸介质 B. 弱酸性或中性
C. 和指示剂的 pK_a 有关 D. 没有什么限制

15. 甘汞参比电极的电极电位随 KCl 溶液浓度的增加而产生什么变化:

- A. 增加 B. 减小 C. 不变 D. 两者无直接关系

16. 离子选择性电极在使用时, 每次测量前都要将其电位值清洗至一定的值, 即固定电极的预处理条件, 这样做的目的是:

- A. 避免存贮效应(迟滞效应或记忆效应) B. 清洗电极
C. 消除电位不稳定性 D. 提高灵敏度

17. 二氧化碳气敏电极是以 $0.01 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 碳酸氢钠作为中介溶液, 指示电极可以选择:

- A. SCE B. 铂电极 C. pH 玻璃电极 D. 中性载体膜钠电极

18. 下列说法正确的是:

- A. 透光率与浓度呈直线关系 B. 摩尔吸收系数随波长而改变
C. 比色法测定 FeSCN^+ 时, 用红色滤光片 D. 玻璃棱镜适合紫外光区

19. 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

20. 光度分析中, 某浓度待测物以 1.0 cm 吸收池测得透过率为 T, 若仅浓度增大一倍, 其它条件不变, 则透过率应为:

A. T^2

B. $T/2$

C. $2T$

D. \sqrt{T}

21. 在其它条件相同下, 如使理论塔板数增至原来的二倍, 对二个接近间隔峰的分度将会 ()

A. 减少 2 倍

B. 增加 $\sqrt{2}$ 倍

C. 增加 1 倍

D. 增加 2 倍

22. 气相色谱中选择程序升温方式进行分离的样品主要是 ()

A. 同分异构体

B. 同系物

C. 沸点差异大的混合物

D. 极性差异大的混合物

23. 填充柱气相色谱分析混合醇试样, 选择下列哪种固定相可能比较合适 ()

A. 硅胶

B. 聚乙二醇

C. 角鲨烷

D. 分子筛

24. 含 Na^+ 、 Zn^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Th^{4+} 的混合溶液, 通过强酸性阳离子交换树脂时, 最先流出柱子是 ()

A. Na^+

B. Zn^{2+}

C. Fe^{3+}

D. Th^{4+}

25. 以薄层色谱法在相同的条件下测定两个化合物的 R_f , 下列说法正确的是 ()

A. R_f 相同则是同一种化合物

B. R_f 不相同则不是同一种化合物

C. R_f 不相同则可能是同一种化合物

D. R_f 相同则不是同一种化合物

二、填空题: (共 25 题, 每空 1.5 分, 总 37.5 分)

1. 置信度一定时, 增加测定次数 n , 置信区间变_____ ; n 不变时, 置信度提高, 置信区间变_____。

2. 在滴定分析中，指示剂变色时停止滴定的这一点称为_____。

3. 已知 $T_{\text{H}_2\text{SO}_4/\text{NaOH}} = 0.004904 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$ ，则 $c_{\text{NaOH}} =$ _____。

($M_{\text{H}_2\text{SO}_4} = 98.08$)

4. 酸碱滴定中，强碱滴定弱酸时，通常可选用_____作为指示剂；强酸滴定弱碱时，通常可选用_____作为指示剂。

5. 今有 $0.20 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的二元弱酸 H_2B 溶液 30 mL，加入 $0.20 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaOH 溶液 15 mL 时的 $\text{pH} = 4.70$ ；当加入 NaOH 溶液 30 mL 时达到第一化学计量点，此时 $\text{pH} = 7.2$ ，则 H_2B 的 $\text{pK}_{\text{a}2} =$ _____。

6. 含有 Zn^{2+} 和 Al^{3+} 的酸性混合溶液，欲在 $\text{pH} = 5 \sim 5.5$ 的条件下，用 EDTA 标准溶液滴定其中的 Zn^{2+} 。加入一定量的六亚甲基四胺的作用是_____；加入 NH_4F 的作用是_____。

7. 已知在 $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HCl 介质中 $\varphi_{\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}}^{\theta'} = 0.68 \text{ V}$ ， $\varphi_{\text{Sn}^{4+}/\text{Sn}^{2+}}^{\theta'} = 0.14 \text{ V}$ ，则下列反应：

$2\text{Fe}^{3+} + \text{Sn}^{2+} = 2\text{Fe}^{2+} + \text{Sn}^{4+}$ 的平衡常数为_____；化学计量点电位是_____。

8. 沉淀重量法中，盐效应可使沉淀的溶解度_____。

9. 利用 PbCrO_4 ($M = 323.2$) 沉淀形式称重，测定 Cr_2O_3 ($M = 151.99$) 时，其换算因数 $F =$ _____。

10. F^- 电极的敏感膜是由掺杂了 EuF_2 的 LaF_3 单晶切片构成，其中掺杂了 EuF_2 的原因是：_____； F^- 电极的内参比液组成为：_____。

11. 电位选择系数 K_{ij} 可以估量离子选择性电极的选择性， K_{ij} 越____，表示电极选择性越高。

12. 称取苦味酸胺 0.0250 g，处理成 1 L 有色溶液，在 380 nm 处以 1 cm 吸收池测得吸光度为 0.760，已知其摩尔吸收系数 ϵ 为 $1.35 \times 10^4 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ ，则其摩尔质量为_____。

13. 吸光度具有_____，这也是采用吸光度法进行多组分测定的

基础。

14. 采用光度法定量时，在不存在其它吸收峰干扰的情况下，测定通常选择在 λ_{\max} 处进行的原因是：
_____。

15. 长度相等的两根色谱柱，其Van Deemter常数如下，若载气流速为 $0.50\text{ cm}\cdot\text{s}^{-1}$ ，则哪根柱子的理论塔板数大？_____。

	A	B	C
柱 1	0.18 cm	$0.40\text{ cm}^2\cdot\text{s}^{-1}$	0.24 s
柱 2	0.05 cm	$0.50\text{ cm}^2\cdot\text{s}^{-1}$	0.10 s

16. 某组分在一 2 m 长的色谱柱上的分配比为 3.0，若载气流速为 $28\text{ cm}\cdot\text{min}^{-1}$ ，请问在理想状态下 20 min 后该组分柱中的位置（峰值距色谱柱进样端的距离）_____，组分流出色谱柱所需时间_____。

17. 在气相色谱分析中为了测定下列物质，最适宜的检测器为：

- (1) 苯和二甲苯的异构体_____；
- (2) 从野鸡肉萃取液中分析痕量的含氯农药_____。

18. 1 g 干阳离子交换树脂的交换容量为 $5.0\text{ mmol}\cdot\text{g}^{-1}$ ，将其充分浸泡后装柱可占据 7.5 mL 体积，若某交换柱含有 25 mL 树脂，请问它可交换多少毫克的钙离子_____（ $M_{\text{Ca}}=40.08$ ）

三. 判断题（每题 1 分，共 10 分）

- 1. 试样采取的原则是必须保证所取试样能代表整批物料的平均组成。 ()
- 2. 通过增加测定次数可以减免分析测试中的偶然误差。 ()
- 3. 共轭酸碱对 K_a 与 K_b 的关系是 $K_aK_b=K_w$ 。 ()
- 4. 从酸效应曲线可以查出金属离子所允许滴定的最高 pH 值。 ()
- 5. 间接碘量法中加入淀粉指示剂的适宜时间是滴定至近终点时。 ()
- 6. 重量分析法中，称量形式和沉淀形式必须相同。 ()
- 7. 为了提高分离的选择性，色谱柱温越高越好。 ()
- 8. 电位滴定终点可用二级微商法确定，其曲线的最高点对应于滴定终点。()
- 9. 光强度与单色器狭缝宽度有关，定性分析时采用的狭缝宽度较小，而定量分析时

采用的狭缝宽度较大。()

10.萃取是常用的一种分离方法，萃取效率是衡量分离效果的唯一指标。()

四、计算题（6 小题，共 45 分）

1. 两种方法测定鱼肉中的 Ca 含量 (ppm)，测得数据如下：方法 1：0.44, 0.45, 0.47, 0.48, 0.43；方法 2：0.39, 0.40, 0.39, 0.44, 0.42, 0.45；请问这两种方法是否存在显著性差异？（P=90%）（8 分）

$t_{\alpha, f}$ 值表

f	9	10	11
P=90%	1.83	1.81	1.80

F 值表（置信度 95%）

$f_{\text{大}} \backslash f_{\text{小}}$	4	5	6
4	6.39	6.26	6.16
5	5.19	5.05	4.95
6	4.53	4.39	4.28

2. 欲配制pH=4.74 的缓冲溶液，量取 6.0mL冰乙酸（CH₃COOH）与适量蒸馏水混合，加入 1.0g NaOH后，溶解搅拌均匀，稀释成 1L。请问：

- a. 溶液的实际 pH 值为多少？
 - b. 若要使溶液 pH=4.74，需再加入一元弱酸或一元强碱多少摩尔？
- （已知：冰醋酸pKa=4.74、密度为 1.0g·mL⁻¹、分子量为 60.05；NaOH分子量 40.01）（7 分）

3. 分析含铜、锌、镁合金时，称取 0.5000g试样，溶解后定容成 100mL试液。移取 25.00mL，调节pH=6，用PAN做指示剂，用 0.05000mol·L⁻¹EDTA标准溶液滴定，用去 37.30mL。另取 25.00mL试液，调节pH=10，加入KCN后，用同样浓度EDTA标准溶液滴定，用去 4.10mL，然后加入甲醛，用同一EDTA标准溶液滴定，用去 13.40mL。请分析每步滴定的离子，并计算试样中含铜、锌、镁的百分含量。（已知：lgK_{CuY}=18.80，lgK_{ZnY}=16.50，lgK_{MgY}=8.69；Mr（Cu）=63.55，Mr（Zn）=65.41，Mr（Mg）=24.30）（8 分）

4. 称取含有苯酚的试样 0.2000g，溶解后加入 0.01667mol·L⁻¹ KBrO₃溶液（其中含有过量的KBr）25.00mL，加HCl酸化后，放置，待反应完全后，加入过量KI，析出的I₂用 0.1000mol·L⁻¹的Na₂S₂O₃标准溶液滴定，用去 23.56mL，计算试样中苯酚的百分含量。（已知：苯酚的分子量为 94.11）（7 分）

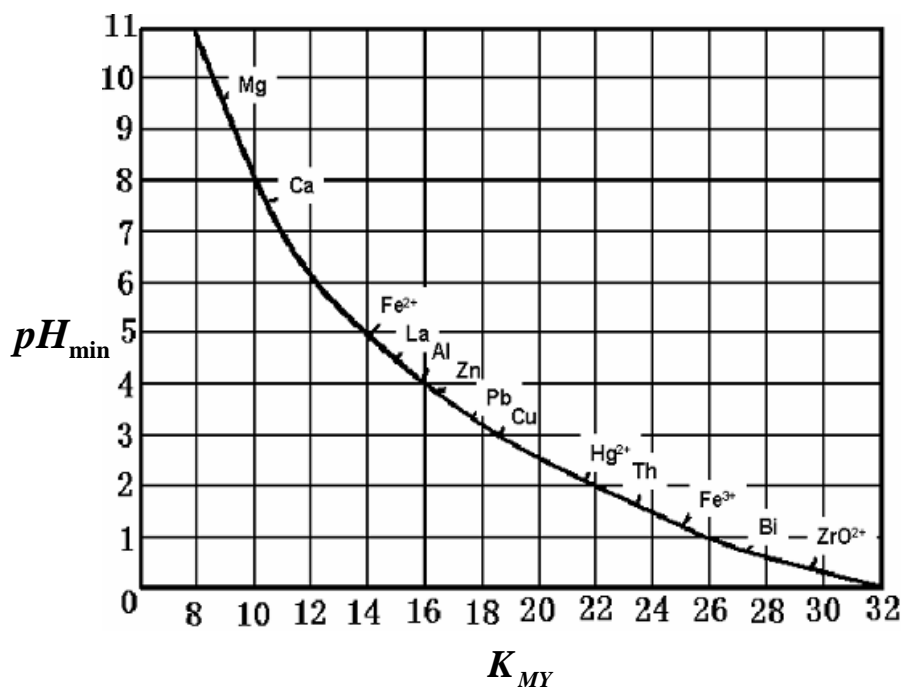
5. 某气相色谱柱上，组分 A 的保留时间为 5min，组分 B 的保留时间是 6min，死时

间为 0.5min，若色谱柱的有效塔板高度为 1mm，请问至少要多长的柱子才能将 A 和 B 完全分离？（7 分）

6. 称取 2.00 g 一元弱酸 HA（相对分子量为 120）溶于 50 mL 水中，用 $0.200 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 NaOH 滴定，用标准甘汞电极(NCE)做正极，氢电极作负极，当酸中和一半时，在 30°C 测得 $E=0.58 \text{ V}$ ，完全中和时 $E=0.82 \text{ V}$ ，计算试样中 HA 的质量百分比。（ 30°C 时 $RT/F=0.060$ ， $\varphi_{\text{NCE}}=0.28\text{V}$ ）（8 分）

五、问答题 （每题 10 分，共计 20 分）

1. 根据所学知识，试判断能否用控制酸度的方法来分别测定试液中共存的 Al^{3+} 、 Fe^{3+} （已知 Al^{3+} 、 Fe^{3+} 的浓度均为 $0.01 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ），并说明测定 Al^{3+} 、 Fe^{3+} 的最佳 pH 范围。 $\lg K_{\text{FeY}}=25.1$, $\lg K_{\text{AlY}}=16.1$, $K_{\text{sp}}(\text{Fe}(\text{OH})_3)=4.0 \times 10^{-38}$, $K_{\text{sp}}(\text{Al}(\text{OH})_3)=4.6 \times 10^{-33}$)



2. 现需要将某河流水质污染情况进行化学成分的全面分析，请你阐述分析的基本思路，设计可行的实验方案，包括试样采集处理、测定组分及相应测定方法的选择。