

考试科目: (802) 分析化学(含仪器分析)

共 4 页

★★★★ 答题一律做在答题纸上, 做在试卷上无效。 ★★★★★

一、是非题 (判断下列叙述是否正确, 正确的画√, 错误的画×)

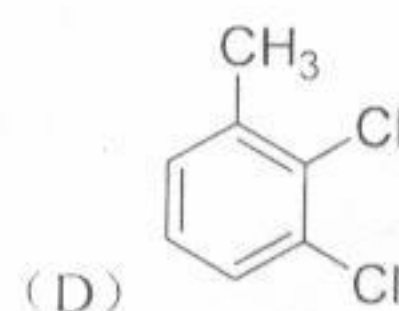
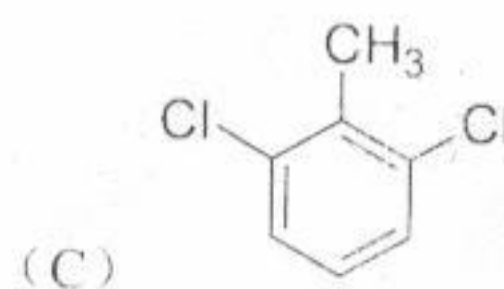
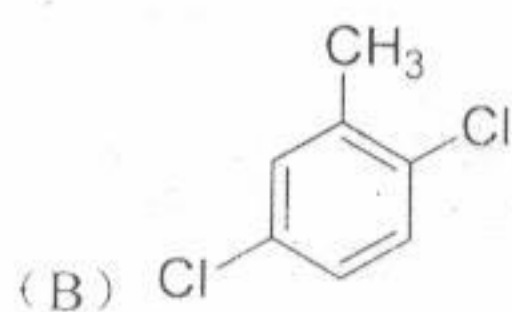
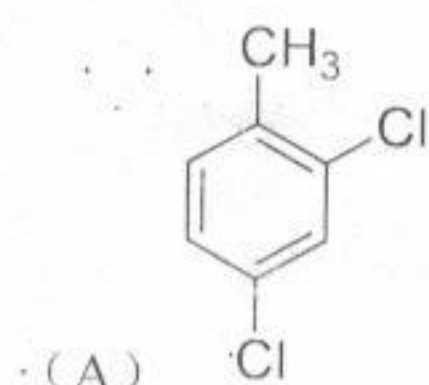
(本大题共 10 小题, 每小题 2 分, 共 20 分)

- 1、醛、酮、羧酸、酯的羰基 ($C=O$) 的伸缩振动在红外光谱上所产生的吸收峰频率是相同的。
- 2、离子选择性电极的电极电位随溶液中测定离子的活度的改变而变化。
- 3、定量分析时, AAS 的准确度优于 AES, 其主要是由于 AAS 受温度的影响较小。
- 4、当进行电解分析时, 溶液是静止的, 从而加速电解时间。
- 5、质谱分析中, 挥发性样品主要采用电子轰击源, 对于相对分子质量大, 难挥发或热稳定性差的样品宜采用快速原子轰击源。
- 6、常见的试剂纯度从高到低的顺序是 G.R.; A.R.; L.R.; C.P.
- 7、欲测定沙子中 SiO_2 的含量, 可采用热 HF 溶液来分解试样, 在聚四氟乙烯烧杯中进行。
- 8、在酸性溶液中用 $K_2Cr_2O_7$ 标定 $Na_2S_2O_3$, 加入 KI 后放入暗处反应是为了防止 I_2 的挥发。
- 9、重量法测定 I^- 离子时, 过滤 AgI 沉淀应选用玻璃砂芯漏斗。
- 10、 $pH=11.45$ 有四位有效数字。

二、单项选择题 (在下列各题中, 选择出符合题意的答案):

(本大题共 20 小题, 每小题 2 分, 共 40 分)

- 1、仪器分析法的主要特点是:
 - (A) 分析速度快但重现性低, 样品用量少但选择性不高;
 - (B) 灵敏度高但重现性低, 选择性高但样品用量大;
 - (C) 分析速度快, 灵敏度高, 重现性好, 样品用量少, 选择性高;
 - (D) 分析速度快, 灵敏度高, 重现性好, 样品用量少, 准确度高
- 2、原子荧光光谱分析测定中, 所用的测定荧光谱线与激发谱线波长相同时, 称为:
 - (A) 共振荧光;
 - (B) 敏化荧光;
 - (C) 直跃线荧光
 - (D) 阶跃激发荧光
- 3、液相色谱分析中能够最有效提高色谱柱效的途径是:
 - (A) 适当升高柱温;
 - (B) 适当提高柱前压力;
 - (C) 增大流动相流速
 - (D) 减少填料颗粒直径, 提高装填的均匀性
- 4、库仑分析法是一种测定_____从而确定物质含量的方法:
 - (A) 电压;
 - (B) 电流;
 - (C) 电荷量;
 - (D) 电位
- 5、下列化合物的 1H NMR 谱图中出现一组单峰、一组二重峰、一组三重峰的化合物是:



- 6、某溶液中主要含有 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 及微量的 Al^{3+} 。今在加入三乙醇胺后用缓冲液控制 $\text{pH}=10$ 时，以 EDTA 标准溶液滴定，用铬黑 T 为指示剂，则测出的是：
 (A) Ca^{2+} 含量 (B) Mg^{2+} 含量
 (C) Ca^{2+} 和 Mg^{2+} 总量 (D) Al^{3+} 含量
- 7、可用下列哪种方法减免分析测定中的系统误差：
 (A) 测定时保持环境温度一致； (B) 增加测定次数；
 (C) 进行仪器校正； (D) 细心操作
- 8、重量分析测定 Ba^{2+} 中，为使沉淀损失减少，洗涤 BaSO_4 沉淀时通常用：
 (A) 有机溶剂 (B) NaCl 溶液
 (C) 稀 H_2SO_4 (D) 蒸馏水
- 9、当测定次数很多时，下列关于标准偏差 σ 与平均偏差 δ 之间的关系式中，哪一个是正确的？
 (A) $\sigma < \delta$ (B) $4\sigma \approx 3\delta$ (C) $\sigma \approx 0.8\delta$ (D) $4\delta \approx 3\sigma$
- 10、要用 Na_2O_2 对铬铁矿进行熔融分解，最合适的容器是：
 (A) 铂坩埚 (B) 镍坩埚 (C) 铁坩埚 (D) 银坩埚
- 11、下列氧化还原反应用于滴定分析，滴定突跃范围最长的是（假定别的条件相同）：
 (A) $\text{MnO}_4^- + \text{I}_2 \rightarrow \text{Mn}^{2+} + \text{IO}_3^-$ (B) $\text{MnO}_4^- + \text{H}_2\text{O}_2 \rightarrow \text{Mn}^{2+} + \text{O}_2$
 (C) $\text{MnO}_4^- + \text{Br}^- \rightarrow \text{Mn}^{2+} + \text{Br}_2$ (D) $\text{MnO}_4^- + \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \rightarrow \text{Mn}^{2+} + \text{CO}_2$
 (已知: $\varphi^\ominus(\text{IO}_3^-/\text{I}_2) = 1.19\text{V}$, $\varphi^\ominus(\text{O}_2/\text{H}_2\text{O}_2) = 0.69\text{V}$,
 $\varphi^\ominus(\text{Br}_2/\text{Br}^-) = 1.065\text{V}$ $\varphi^\ominus(\text{CO}_2/\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) = -0.49\text{V}$)
- 12、下列因素中，与有色配合物的摩尔吸光系数有关的是：
 (A) 入射光波长 (B) 被测物质浓度
 (C) 显色剂浓度 (D) 掩蔽剂浓度
- 13、已知分析结果计算式为 $B = \frac{10.12(0.02) \times 5.06(0.02)}{2.50(0.01)}$ (式中括号内的数据为测量值的标准偏差)，该运算结果 B 的相对标准偏差为：
 (A) 0.006 (B) 0.005 (C) 0.008 (D) 0.010
- 14、在 $1.0000\text{ L } 0.2000\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 盐酸溶液中，需加入多少 mL 水，才能使稀释后的盐酸溶液对 CaO 的滴定度 $T_{\text{CaO}/\text{HCl}} = 0.005000\text{ g/mL}$ 。 $M(\text{CaO})$: 56.08 g/mol
 (A) 60.8 mL (B) 182.4 mL (C) 121.6 mL (D) 243.2 mL
- 15、在分光光度计中，光电转换装置接收的是：
 (A) 入射光的强度； (B) 透入射光的强度；
 (C) 吸收入射光的强度； (D) 散射光的强度
- 16、以 $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ 的质量计算 P_2O_5 含量时的换算因数为：
 (A) $M(\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7)/M(\text{P}_2\text{O}_5)$; (B) $M(\text{P}_2\text{O}_5)/M(\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7)$;
 (C) $2M(\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7)/M(\text{P}_2\text{O}_5)$; (D) $2M(\text{P}_2\text{O}_5)/M(\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7)$
- 17、用间接碘量法测定 BaCl_2 的纯度时，先将 Ba^{2+} 沉淀为 $\text{Ba}(\text{IO}_3)_2$ ，洗涤后溶解并酸化，加入过量的 KI ，然后用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液进行滴定，此处 BaCl_2 与 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 的计量关系 $n(\text{BaCl}_2)$: $n(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ 是？
 (A) 1: 2; (B) 1: 3; (C) 12: 1; (D) 1: 12
- 18、Ba 和 Ra 的电子构型相似，因此可以利用沉淀从溶液中富集微量元素 Ra，这种沉淀方

式称为:

- (A) 混晶共沉淀; (B) 表面吸附共沉淀;
(C) 包夹共沉淀; (D) 固体萃取共沉淀

19、已知 $\varphi^\ominus(\text{MnO}_4^-/\text{Mn}^{2+}) = 1.51\text{V}$, 计算 $\text{pH}=2$ 及 $\text{pH}=4$ 时, 电对 $\text{MnO}_4^-/\text{Mn}^{2+}$ 的条件电极电势为:

- (A) 1.13 V, 1.32V; (B) 1.32 V, 1.13 V;
(C) 1.51V, 1.51 V; (D) 1.13 V, 1.51 V

20、用 EDTA 标准溶液滴定 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 时, 可以在下述哪个条件下进行?

- (A) $\text{pH}=2$ 滴定 Al^{3+} , $\text{pH}=4$ 滴定 Fe^{3+}
(B) $\text{pH}=1$ 滴定 Fe^{3+} , $\text{pH}=4$ 滴定 Al^{3+} ;
(C) $\text{pH}=2$ 滴定 Fe^{3+} , $\text{pH}=4$ 返滴定 Al^{3+} ;
(D) $\text{pH}=2$ 滴定 Fe^{3+} , $\text{pH}=4$ 间接法滴定 Al^{3+} 。

三、填充题 (根据题意, 在各题的横线处, 填上正确的文字或数值; 每空 2 分, 共 42 分)

1、在测量过程中, 下列情况对结果造成的影响的性质属于 (系统误差、随机误差或过失): 在重量分析中沉淀溶解 _____; 称量时记错读数 _____; 试剂中含有微量干扰测定的离子 _____; 滴定管读数小数点后第二位不确定 _____。

2、筛号也就是网目, 它是以 _____ 长度内的 _____ 数表示的。筛号越大则筛孔直径越 _____。

3、用盐酸溶解砷、锑、锆试样时, 生成的氯化物在 _____ 时易挥发造成损失; 盐酸作为溶剂, 主要由于 _____ 的原因使盐酸的应用范围受到限制。

4、滴定管的初读数为 $(0.05 \pm 0.01)\text{mL}$, 末读数为 $(22.10 \pm 0.01)\text{mL}$, 则滴定剂的体积可能在 _____ mL 的范围内波动?

5、气相色谱法是以 _____ 作为流动相, 以 _____ 或 _____ 为固定相的色谱法。

6、电位滴定法确定终点的常用方法是 _____、_____、_____。

7、 $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ 水溶液的质子条件为 _____。

8、在氧化还原滴定中, 选择指示剂的基本原则是 _____。

9、置信度为 95% 时, 欲使平均值的置信区间不超过 $\bar{x} \pm 2s$, 则至少应平行测 _____ 次。[已知置信度为 95% 时, $t=12.7(n=2)$; $4.30(n=3)$; $3.18(n=4)$; $2.78(n=5)$; $2.57(n=6)$; $2.45(n=7)$]

10、碘量法的主要误差来源是: _____、_____。

四、简述与问答题 (本大题共 3 小题, _____, 共 18 分)

1、原子吸收光谱分析中, 光源灯的工作电流对原子吸收测定有较大的影响, 一般光源灯电流选择的原则是什么? 为什么? (本题 4 分)

2、试说明在配位滴定中使用酸碱缓冲溶液控制溶液酸度的理由。(本题 6 分)

3、铁矿样用盐酸溶解后, 采用高锰酸钾法测定通常要加入 Mn^{2+} , 请说明理由; 并说明加入硫-磷混酸的作用。(本题 8 分)

五、计算题 (根据题目要求, 解答下列各题。本大题共 4 小题, 总计 30 分)

1、用甲醇作为内标, 称取 0.0610g 甲醇和 5.921g 环氧丙烷样品混合后进行色谱分析, 测得甲醇和水的峰面积分别为 158mm^2 和 180mm^2 , 校正因子分别为 0.59 和 0.56。试计算环氧丙烷中水的质量分数。(本题 5 分)

- 2、计算 0.10 mol/L H_2SO_4 溶液的 pH 值 (H_2SO_4 的 $\text{p}K_{a2}$ 为 1.92) (本题 5 分)
- 3、用 NaOH 标液滴定磷酸 (设均为 0.1mol/L)，①计算说明能产生几个滴定终点；②计算第一个化学计量点时体系的 pH 值；③若第一化学计量点采用甲基橙为指示剂 (假使在变黄时 $\text{pH}=4.40$ 为滴定终点)，计算滴定误差。 (H_3PO_4 的 $\text{p}K_{a1}$ 、 $\text{p}K_{a2}$ 、 $\text{p}K_{a3}$ 为 2.12、7.20、12.36) (本题 10 分)
- 4、在 0.10mol/L 的 Al^{3+} 溶液中，加入 NH_4HF_2 ，使溶液的 pH 值控制在 4.0； NH_4HF_2 的浓度为 0.10mol/L 。求溶液中游离 Al^{3+} 的浓度，并判断溶液中配合物的主要存在形式。 [已知 $\text{Al}^{3+}-\text{F}^-$ 的 $\lg\beta_1\sim\lg\beta_6$ 为 6.13, 11.15, 15.00, 17.75, 19.37, 19.84； HF 的 $\text{p}K_a$ 为 3.18， $\text{pH}=4.0$ 时可不考虑 Al^{3+} 的羟基配位效应] (本题 10 分)