

南京理工大学

2011 年硕士学位研究生入学考试试题

科目代码: 814

科目名称: 分析化学

满分: 150 分

注意: ①认真阅读答题纸上的注意事项; ②所有答案必须写在答题纸上, 写在本试题纸或草稿纸上均无效; ③本试题纸须随答题纸一起装入试题袋中交回!

一、单项选择题 (本大题共 10 小题, 每小题 2 分, 共 20 分)

- 用滴定分析法测定样品时, 下列哪种情况会导致系统误差 ()。
 - 称量时天平零点漂移;
 - 滴定管的读数读错;
 - 滴定时有液滴溅出;
 - 砝码未经校正。
- 铝盐药物的测定采用配位滴定法, 常用方法是加入过量的 EDTA, 加热煮沸片刻后, 再用标准锌溶液滴定, 该法的滴定方式是 ()。
 - 直接滴定法;
 - 返滴定法;
 - 置换滴定法;
 - 间接滴定法。
- 原子吸收光谱来源于 ()。
 - 原子的外层电子从基态跃迁到激发态;
 - 分子的外层电子从基态跃迁到激发态;
 - 原子核的转动;
 - 原子的外层电子的振动和转动。
- 一价离子选择性电极的研究特别受到重视, 这主要是因为 ()。
 - 制造容易;
 - 选择性好;
 - 受 pH 影响小;
 - 测量误差小。
- 原子吸收光谱法对光源发射线半宽度的要求是 ()。
 - 大于吸收线的半宽度;
 - 等于吸收线的半宽度;
 - 比吸收线的半宽度小得多;
 - 无要求。
- 下列化合物中, 哪一个化合物在紫外区有吸收 ()。
 - $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_5\text{CH}_3$
 - $(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$
 - $\text{CH}_2=\text{CHCH}_2\text{CH}_3$
 - $\text{CH}_2=\text{CHCH}=\text{CHCH}=\text{CHCH}_3$
- $1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液中, 电对 $\text{Ce}^{4+}/\text{Ce}^{3+}$, $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$ 的条件电极电位分别为 1.44V 和 0.68V, 则下列反应化学计量点的电位为 ()。

$$\text{Ce}^{4+} + \text{Fe}^{2+} \rightleftharpoons \text{Ce}^{3+} + \text{Fe}^{3+}$$
 - 1.44V
 - 0.68V
 - 1.06V
 - 0.76V
- 用红外光照射分子, 使之产生振转能级跃迁时, 化学键越强, 则 ()。
 - 吸收光的波数越高;
 - 吸收光的波长越长;
 - 吸收光的波数越低;
 - 吸收光的频率越小。
- 涉及色谱过程热力学和动力学两方面因素的是 ()
 - 保留值;
 - 分离度;
 - 相对保留值;
 - 峰面积。
- 在 $\text{ClCH}_2\text{CH}_2\text{Cl}$ 的 NMR 谱上, CH_2 的质子信号为 ()。
 - 三重峰;
 - 二重峰;
 - 四重峰;
 - 单峰。

二、填空题 (每空 1 分, 共 25 分)

1. 鉴定一个新的方法是否合理, 可将该方法测定的平均值与标准值用_____法进行显著性检验。
2. $0.2015\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HCl}$ 溶液滴定 NaOH 的滴定度 $T_{\text{NaOH}/\text{HCl}}$ 为_____ g/mL 。
($M_{\text{NaOH}} = 40.01$)
3. 在 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 的混合溶液中, 用 EDTA 法测定 Ca^{2+} , 要消除 Mg^{2+} 的干扰, 宜选用_____掩蔽法
4. 紫外-可见分光光度计中, 在紫外光区使用的光源是_____灯、使用_____比色皿。原子吸收分光光度计中常使用的光源是_____灯。
5. 氢键效应使 $-\text{OH}$ 伸缩振动谱带向_____波数方向移动。
6. $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{Cl}$ 的 NMR 谱中有两组峰, 其中最低场是_____重峰。
7. 用反相液相色谱分离正己烷和正己醇时, 先流出的组分是_____。
8. 色谱分析中, 在一定的温度下, 组分的分配系数 K 越_____, 出峰越慢。
9. K_{ij} 称为电极的选择性系数, 通常 $K_{ij} < 1$, K_{ij} 值越_____, 表明电极的选择性越高。
10. 在气相色谱中, 为了改善宽沸程样品的分离, 常采用_____的方法。
11. 共轭效应常使红外光谱的吸收谱带向_____波数方向移动。
12. 产生红外吸收的两个必要条件之一是分子的振动或转动必须伴有_____的变化。
13. 在化合物 CH_3X 中, 随着卤素原子的电负性增加, 质子共振信号将向_____磁场方向移动。
14. 原子吸收的定量方法——标准加入法, 消除了_____干扰。
15. 电位滴定终点确定的方法有_____, _____和_____三种。
16. 气相色谱检测器按响应特性可分为_____型检测器和浓度型检测器。
17. 一个完整的分析过程包括_____, 试样处理、分析测试及_____。
18. 俄国植物学家茨维特 (Tswett M.) 在研究植物色素的成分时所采用的色谱方法属于_____色谱。
19. 标准溶液的配制方法有_____法和间接法。
20. $0.345 \times 2.456 \times 0.3543$ 计算结果的有效数字应保留_____位。

三、简要回答下列问题 (第 1 小题 5 分, 其它各小题 6 分, 共 6 小题 35 分)

1. 写出 H_3PO_4 水溶液的质子条件。
2. 影响配位滴定曲线突跃范围的主要因素。
3. 红外光谱中影响基团频率的因素有哪些?
4. 原子吸收光谱中影响谱线宽度的因素有哪些?
5. 高效液相色谱仪的组成部分及各部分的主要功能。
6. 简述化学位移产生的原因以及在化合物结构解析中的作用。

四、计算题 (每小题各 10 分, 共 5 小题 50 分)

1. (10 分) 用 $0.1000\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的 NaOH 溶液滴定 20.00mL $0.1000\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HCOOH}$ 溶液时, 计量点时的 pH 值是多少? 计量点附近的滴定突跃是多少? 应选用何种指示剂?

(已知: HCOOH 的 $K_a = 1.8 \times 10^{-4}$)

2. (10 分) pH=10.0 时, 以 $0.0100 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 EDTA 溶液滴定 20.00 mL $0.0100 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ Ca^{2+} 离子溶液, 试问 (1) 能否准确滴定? (2) 若能准确滴定, 计算计量点及计量点前后 0.1% 时 Ca^{2+} 离子的浓度。(已知: $\lg K_{\text{CaY}} = 10.96$, pH = 10.0 时, $\lg \alpha_{\text{Y(H)}} = 0.45$)

3. (10 分) 下列电池

氟离子选择性电极 | $\text{F}^{-} (1.00 \times 10^{-3} \text{ mol/L})$ || SCE

其电动势为 -0.315V。若换用未知浓度的溶液, 测得电动势为 -0.378V。试计算其 F^{-} 浓度。

(已知: 25°C 时, $E_{\text{SCE}} = 0.244 \text{ V}$, $2.303RT/F$ 为 0.059)

4. (10 分) 用双硫腙光度法测定 Pb^{2+} 。 Pb^{2+} 的浓度为 0.0800 mg/50 mL , 用 2 cm 比色皿在 520 nm 下测得 $T = 53\%$ 。求该波长下的摩尔吸光系数 ϵ 。若改用 3 cm 比色皿时, T , A , ϵ 各为多少?

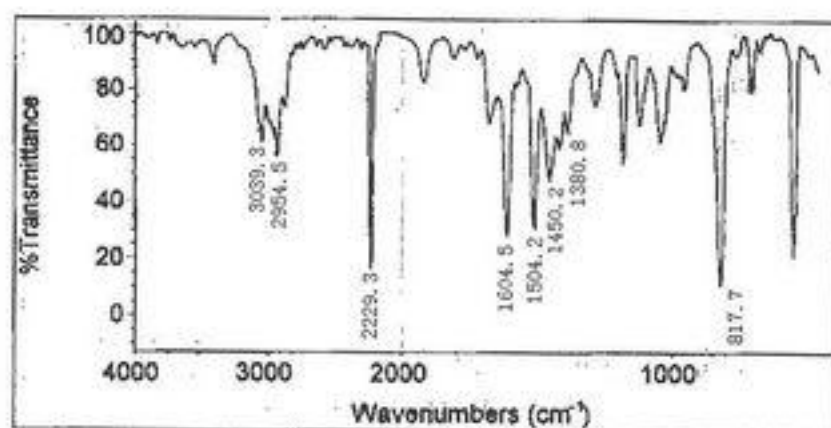
- 5 (10 分) 在一根 1 m 长的填充柱上, 某化合物 A 及其异构体 B 的保留时间分别为 6.0 min 和 7.0 min , 峰底宽均为 1.0 min , 死时间为 1.0 min 。计算:

- (1) 对于组分 B, 容量因子是多少?
- (2) 组分 B 相对于组分 A 的相对保留值。
- (3) 色谱柱对组分 B 的有效塔板数。
- (4) 组分 A 和 B 的分离度。
- (5) 若要使两个组分完全分离, 至少需要柱长多少米?

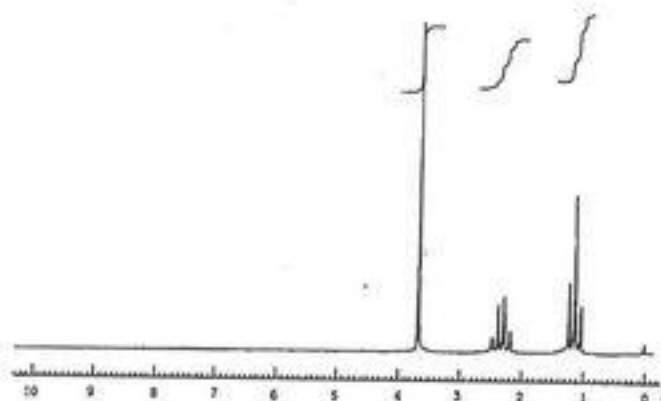
五、谱图解析 (每小题 10 分, 共 2 小题 20 分)

1. (10 分) 化合物 $\text{C}_8\text{H}_7\text{N}$ 的红外光谱图如下:

- (1) 对标出的红外吸收峰进行归属; (2) 写出该化合物可能的结构。



4. 2. (10 分) 下图是化合物 $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2$ 的 NMR 氢谱。



- (1) 计算该化合物的不饱和度。(2) 说明各峰的归属。(3) 写出其可能的结构。