

同济大学 2000 年 硕 士 生 入 学 考 试 试 题

考试科目: 分析化学

编号: 119-1

答题要求:

3

一、(40%) 选择题:

- (8) 间接碘量法中常用 _____ 标准溶液作滴定剂。
A. I_2 ; B. $Na_2S_2O_3$; C. KIO_3 ; D. $KMnO_4$.
- (9) 有关银量法的说法正确的是:
A. 银量法主要用于测定卤素离子和 SCN^- 等;
B. 银量法不能用电位滴定法确定滴定终点;
C. 银量法适用的 pH 范围为 1-12;
D. 沉淀的 K_{sp} 越小, 银量法的误差越大。
- (10) 以沉淀分离为手段的重量分析法的主要特点是:
A. 灵敏度高; B. 方便、快速;
C. 可同时测定多组分; D. 不需基准物, 具有较高准确度。
- (11) 用 CCl_4 萃取水相中 I_2 , 如果在水相中加入 I^- , 则:
A. 分配比 D 会提高; B. 分配系数 K 会降低;
C. 有机相 I_2 的浓度会提高; D. 萃取率 E 将降低。
- (12) 电感耦合高频等离子焰 (ICP) 主要用于: :
A. 原子发射光谱; B. 原子吸收光谱;
C. 核磁共振谱; D. 红外光谱。
- (13) 原子吸收光谱必须使用锐线光源, 原因是:
A. 普通光源强度不够; B. 单色器通带太窄;
C. 吸收线频带太宽; D. 吸收线频带太窄。
- (14) 原子光谱的产生是由于 _____ 引起的。
A. 原子外层电子的振动与转动; B. 原子的转动;
C. 原子外层电子在不同能级间的跃迁; D. 原子的振动。
- (15) 示差分光度法的参比溶液为:
A. 试剂空白溶液; B. 去离子水;
C. 试样溶液; D. 标准溶液。
- (16) 下列分析方法方法中, 具有最高灵敏度的是:
A. 直流极谱法; B. 交流极谱法;
C. 方波极谱法; D. 脉冲极谱法。
- (17) 有关库仑滴定法的说法正确的是:
A. 库仑滴定法中的电量通常用氢氧库仑计测出;
B. 库仑滴定法的电生滴定剂必须很稳定, Cl_2 、 Cu^+ 等不可能作为滴定剂;
C. 库仑滴定法也可用指示剂法或电位法确定终点;
D. 库仑滴定法必需制备标准溶液并准备原始基准物质。

- (1) 测定海水中矿物油(石油)的一种合适的方法是:
A. 萃取-紫外分光光度法; B. 极谱法;
C. 酸碱滴定法; D. 原子发射光谱法。
- (2) 下述有关平均值的置信区间的论述中, 错误的是:
A. 同条件下测定次数越多, 则置信区间越小;
B. 同条件下平均值的数值越大, 则置信区间越大;
C. 同条件下测定的精密度越高, 则置信区间越小;
D. 给定的置信度越小, 则置信区间也越小。
- (3) 适合于滴定分析的化学反应应具备一些基本条件。但下列条件中不必要的是:
A. 反应必须定量完成; B. 反应能够迅速地完成;
C. 能用合适的方法确定化学计量点; D. 滴定剂和待测溶液必须是无色的。
- (4) 有一混合酸含二元酸 H_2A ($pK_{a1}=1.8$, $pK_{a2}=12.5$) 及一元酸 HB ($pK_a=7.0$), 设两者浓度均约为 0.5 mol/L 。如果用 $NaOH$ 标准溶液滴定至第一次突跃时, 溶液中两种酸的主要存在形式为:
A. H_2A 和 B^- ; B. HA^- 和 HB ; C. HA^- 和 B^- ; D. A^{2-} 和 B^- 。
- (5) 上述混合酸继续用 $NaOH$ 溶液滴定至第二个 pH 突跃时, 较合适的指示剂为:
A. PAN; B. 淀粉; C. 酚酞; D. 甲基橙。
- (6) 用络合滴定法测定水泥中 CaO 含量时, 标定 EDTA 最方便且能抵消系统误差的基准物质时:
A. $CaCO_3$; B. MgO ; C. ZnO ; D. 纯铜。
- (7) 用 EDTA 滴定 Bi^{3+} ($\lg K_{BiY}=27.9$) 和 Pb^{2+} ($\lg K_{PbY}=18.0$) 混合液中的 Bi^{3+} 时, 可用来消除 Pb^{2+} 干扰的一种简便而有效的方法是:
A. 加入 Na_2SO_4 沉淀 Pb^{2+} ; B. 加入 $NaOH$ 沉淀 Pb^{2+} ;
C. 加入酒石酸作掩蔽剂; D. 加入 HNO_3 调节 pH 为 1-1.5。

同济大学 2000 年 硕士生入学考试试题

考试科目: 分析化学

编号: 119-2

答题要求:

(18) 气相色谱法定性的依据是:

- A. 保留时间 t_r ; B. 分离度R; C. 气体扩散系数 D_g ; D. 塔板高度H.

(19) 气相色谱流出曲线是:

- A. 信号高度对时间作图; B. 信号高度对流速作图;
C. 峰面积对时间作图; D. 流出体积对流速作图.

(20) 在有机物定性或定量分析中不常用到的仪器是:

- A. 原子发射光谱仪; B. 红外光谱仪;
C. 色谱仪; D. 紫外-可见分光光度仪.

二、(22%) 填空题:

(1) Kjeldahl法是测定有机物中____含量的重要方法。该法加入____溶液来消化有机试样, 并用____等作催化剂。当用 HNO_3 和 HClO_4 混合酸消化有机试样时, 不能直接把 HClO_4 加入到热的有机试样中, 否则有可能引起_____。

(2) $0.2\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的 NaHS 水溶液的质子平衡方程为_____;
可近似算出该溶液的 $\text{pH}=\text{_____}$ 。该溶液中浓度最高和最低的离子分别为____、____。(H₂S: $\text{p}K_{a1}=6.88$; $\text{p}K_{a2}=14.15$)

(3) 原子吸收原子化器主要分为_____和非火焰原子化法两大类。引起原子吸收轮廓线变宽的主要因素有____、____和劳伦茨变宽(又称压力变宽)。

(4) 在气相色谱法中, 热导池检测器(TCD)的响应信号与进入载气的_____成正比, 因此属于浓度型检测器。氢焰离子化检测器属于_____型检测器。

(5) 分光光度法中偏离郎伯-比耳定律的原因有_____和_____。
分光光度仪中常用的单色器有棱镜或_____。测定时, 如果吸收池中放置的为参比溶液, 则应调节透光率 $T=\text{_____}\%$ 。

(6) 在恒电流电解分析中, 随着电解的进行, 阴极电位变得越来越____, 阳极电位变得越来越正, 分解电压变得越来越_____。

(7) 电位分析法中常用的参比电极有_____电极和_____电极等。用电位滴定法确定酸碱滴定的终点可采_____用作指示电极。

三、(12%) 简答题(四题中任选三题):

- 简述一种测定废水中化学需氧量(COD)的方法(列出主要试剂及简要步骤)。
- 如何检验并消除测定过程存在的系统误差?
- 是否可利用滴定法测定颜色很深的溶液中的金属离子? 请简述方法原理。
- 气相色谱中用什么指标来评价分离结果的好坏? 试写出其计算公式。

四、(26%) 综合题:

(1) (21%) 有一锌铝合金, 其主要成分有Zn、Al、Cu、Si和Fe等元素。称取该合金样品1.000 g, 用 HCl 和 H_2O_2 溶解后按下列步骤测定各组分的含量。

- 过滤, 滤液稀释至250.0mL, 而沉淀灼烧后称得质量为0.0125g。
- (碘量法测铜) 吸取50.00mL滤液, 调至合适的pH值(记作 pH1)后, 加过量KI, 用 0.00909mol/L 的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 滴定, 用去6.30mL。
- (络合滴定测铝) 另取25.00mL滤液, 加过量的EDTA, 煮沸稍冷后加适量六次甲基四胺调至合适的酸度(记作 pH2)后用 Zn^{2+} 标准液滴至指示剂恰好变色, 然后加入过量 NH_4F 并煮沸, 再用 0.03141mol/L 的 Zn^{2+} 滴定至指示剂变色用去23.40mL。
- 最后取20.00mL滤液, 加适量 SnCl_2 和氨水后稀释至50.00mL, 在 $\lambda=430\text{nm}$ 用1cm比色皿测得吸光度 $A_1=0.268$ 。同时吸取4.00mL 0.0100mg/mL 的 Fe^{3+} 与样品同样处理在同条件下测得吸光度为 $A_2=0.253$ 。

问:

- (4%) 指出步骤B、C中 pH1 、 pH2 的大致范围。碘量法测铜时如果 pH 太高或太低对测定有和影响?

同济大学 2000 年 硕士生入学考试试题

考试科目：分析化学

编号：119-3

答题要求：

- ②(2%) 步骤B、C中应分别采用什么作指示剂？
- ③(3%) 步骤C中为什么要两次滴定至指示剂变色？加入过量 NH_4F 的作用是什么？
- ④(1%) 合金中%Si为多少？(Si原子量：28.09)
- ⑤(2%) 计算合金中的%Cu。(Cu原子量：63.44)
- ⑥(2%) 计算合金中的%Al。(Al原子量：26.98)
- ⑦(3%) 根据步骤D的数据，计算该条件下Fe-Ssal络合物的吸光系数($\text{L} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$)及合金中的%Fe(不考虑其它离子的干扰)。(Fe原子量：55.85)
- ⑧(3%) 由于 Cu^{2+} 在步骤D的条件下也能与Ssal生成有色络合物而干扰铁的测定，请提出一种合适的方法来消除由于铜的干扰而引起的误差。
- ⑨(1%) 该合金中含量最高的组分是什么？
- (2) (5%) 在恒电流1.20A的条件下，分别将 Co^{2+} ①以元素Co形式沉积在阴极上；②以 Co_2O_3 的形式沉积在阳极上。若沉积 Co^{2+} 的量均为0.400g，问两种情况分别需电解多长时间？(Co原子量：58.93, 1法拉第=96487库仑)

五、问答题：(仅作参考，不计入总分)

- (1) 试述在你学过的方法中哪些可用于测定溶液中的铜？如果铜的含量非常低而不能直接测定，你有将采用什么方法来解决？
- (2) 请写出你所知道的国内外分析化学领域中的有关学术期刊名称。