

安徽师范大学

2017 年硕士研究生招生考试初试试题

科目代码: 712

(可使用不带存储功能的科学计算器)

科目名称: 分析化学 (含仪器分析)

一、选择题 (每小题 2 分, 共 40 分)

1. 若被测组分含量在 1%~0.01% 之间, 则对其进行分析属 ()
A. 微量分析 B. 痕量组分分析 C. 微量组分分析 D. 半微量分析
2. 定量分析中, 精密度与准确度之间的关系是 ()
A. 精密度高, 准确度必然高 B. 准确度高, 精密度不一定高
C. 精密度是保证准确度的前提 D. 准确度是保证精密度的前提
3. 对平均值的置信区间的正确理解是 ()
A. 一定置信度下, 以总体平均值为中心包括测定平均值的区间
B. 一定置信度下, 以测定平均值为中心包括总体平均值在内的可靠范围
C. 总体平均值落在某一个可靠区间的概率
D. 一定置信度下以总体平均值为中心的可靠范围
4. 以 EDTA 滴定 Zn^{2+} 时, 加入的氨性溶液无法起到作用的是 ()
A. 控制溶液酸度 B. 防止 Zn^{2+} 水解
C. 防止指示剂僵化 D. 保持 Zn^{2+} 可被滴定状态
5. 重量分析中, 当杂质在沉淀过程中以混晶形式进入沉淀时, 主要是由于 ()
A. 沉淀表面电荷不平衡 B. 沉淀速度过快
C. 表面吸附 D. 离子结构类似
6. 用 0.1000 mol/L HCl 标准溶液滴定 0.10 mol/L 乙胺 ($pK_b=4.50$) 时, 应选用的指示剂是 ()
A. 甲基橙 ($pK_a=3.4$) B. 溴甲酚绿 ($pK_a=4.9$)
C. 酚红 ($pK_a=8.0$) D. 酚酞 ($pK_a=9.1$)
7. 某学生测定矿石铜的百分含量时, 得到下列结果: 2.50, 2.53, 2.55, 用 \bar{d} 法估计再测定一次所得分析结果不应弃去的界限是 ()

考生请注意: 答案必须写在答题纸上, 写在本试题纸上的无效!

- A. 2.53±0.07 B. 2.53 ±0.017 C. 2.53±0.02 D. 2.463~2.597
8. 用碘量法测定铜矿石中铜的百分含量, 加 NH_4SCN 的作用是 ()
 A. 消除 Fe^{3+} 的干扰 B. 催化剂
 C. 使 CuI 转化为 CuSCN D. 防止 I^- 被空气氧化
9. 若水溶液酸碱滴定分析中所使用的锥形瓶中残存少量的蒸馏水, 使用前 ()
 A. 必须用标准溶液润洗 2-3 次 B. 必须烘干
 C. 必须用待测溶液润洗 2-3 次 D. 不必处理
10. 以 HCl 滴定一碱溶液, 先用酚酞做指示剂, 滴定至终点时体积为 V_1 , 加入甲基橙后继续滴定, 至变橙色时, 又消耗了 HCl 体积为 V_2 , 且 $V_1 > V_2$, 所以碱液的组成物质为 ()
 A. $\text{NaOH} + \text{Na}_2\text{CO}_3$ B. Na_2CO_3 C. $\text{NaHCO}_3 + \text{Na}_2\text{CO}_3$ D. NaHCO_3
11. 下列说法违反无定形沉淀条件的是 ()
 A. 沉淀可在浓溶液中进行 B. 沉淀时加入大量电解质
 C. 在沉淀后放置陈化 D. 沉淀在热溶液中进行
12. 指出下列条件适用于佛尔哈德法的是 ()
 A. $\text{pH}=6.5\sim 10$ B. $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_4$ 作为指示剂
 C. 滴定酸度为 $0.1\sim 1\text{mol/LHNO}_3$ D. 以荧光黄为指示剂
13. 库仑滴定不宜用于 ()
 A. 常量分析 B. 半微量分析 C. 微量分析 D. 痕量分析
14. 为了同时测定废水中 ppm 级的 Fe 、 Mn 、 Al 、 Ni 、 Co 、 Cr , 最好应采用的分析方法为 ()
 A. ICP-AES B. AAS C. AFS (原子荧光光谱) D. UV-Vis
15. 在紫外一可见光谱区有吸收的化合物是 ()
 A. $\text{CH}_3\text{-CH=CH-CH}_3$ B. $\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{OH}$
 C. $\text{CH}_2=\text{CH-CH}_2\text{-CH=CH}_2$ D. $\text{CH}_2=\text{CH-CH=CH-CH}_3$
16. 在电解分析中, 为了提高测定的选择性, 一般都是采用 ()
 A. 大的工作电极 B. 大的电流 C. 控制电位 D. 控制时间
17. 应用气相色谱方法来测定痕量硝基化合物, 宜选用的检测器为 ()
 A. 热导池检测器 B. 氢火焰离子化检测器
 C. 电子捕获检测器 D. 火焰光度检测器
18. 石墨炉原子吸收光谱法相比较火焰原子吸收光谱法的特点是 ()

考生请注意: 答案必须写在答题纸上, 写在本试题纸上的无效!

- A. 绝对灵敏度低, 但精密度高, 且精密性好
 B. 绝对灵敏度高, 且精密性好
 C. 绝对灵敏度低, 且精密度差
 D. 绝对灵敏度高, 但精密度差

19. 如果在 $\text{pH} < 5$ 的酸性溶液中, 使用氟离子选择电极测定 F^- , 则发生 ()

- A. 氟化铜晶体发生溶解
 B. 溶液中的 H^+ 破坏氟化铜晶体结构
 C. 溶液中的 F^- 生成 HF 或 HF_2^- , 产生较大误差
 D. 溶液中的 H^+ 与氟化铜晶体膜中的 F^- 产生交换

20. 严重影响经典极谱分析检测下限的因素是 ()

- A. 电解电流
 B. 扩散电流
 C. 极限电流
 D. 充电电流

二、填空题 (每空 1 分, 共 30 分)

1. 检验两组结果是否存在显著性差异采用_____检验法, 检验两组数据的精密密度是否存在显著性差异采用_____检验法。

2. 对于缓冲溶液, 影响缓冲容量大小的主要因素是_____以及_____。

3. 下列物质中 NH_4Cl ($\text{pK}_b=4.74$), 苯酚 ($\text{pK}_a=9.26$), Na_2CO_3 ($\text{pK}_{a1}=6.38, \text{pK}_{a2}=10.25$), HCOOH ($\text{pK}_a=3.74$), 其中能用强碱标准溶液直接滴定的物质是_____, 其中能用强酸标准溶液直接滴定的物质是_____。

4. 配位滴定曲线突跃范围的大小主要决定于_____和_____。若其他络合剂浓度增大, 则突跃范围会_____ (增大, 减少, 无影响); pH 增大, 则突跃范围会_____ (增大, 减少, 无影响)。

5. 试分析下列效应对沉淀溶解度的影响: 同离子效应_____沉淀的溶解度; 盐效应_____沉淀溶解度; 配位效应_____沉淀溶解度。(增大, 减少, 无影响)

6. 在分子荧光光谱法中, 增加入射光的强度, 灵敏度将_____ (增大、减小或不变), 原因是_____。

7. 红外光谱的产生必须满足_____和_____两个条件; 而分子是否具有拉曼活性, 则取决于分子在振动过程中某一方向的_____是否变化。

8. 光度分析法中, 绘制吸收曲线的目的是为了选择_____; 测定试样浓度需要绘制_____。

9. 当电流通过电极与溶液的界面时, 电极电位偏离平衡电位的现象, 称为_____。

考生请注意: 答案必须写在答题纸上, 写在本试题纸上的无效!

根据产生的原因不同,可分为_____和_____。

10. 在电化学分析方法中,由于测量电池的参数不同而分成各种方法:测定电动势的方法为_____;测量电流随电压变化的是伏安法,其中若使用_____电极的则称为_____;测量电量的方法称为_____。

11. 在色谱分析中,衡量柱效的指标是_____,常用色谱图上两峰间的距离衡量色谱柱的_____,而用_____来表示其总分离效能的指标。

三、简答题 (每小题 6 分, 共 24 分)

1. 写出下列物质的质子条件式:

(1) NaAc 和 H_3BO_3 混合溶液

(2) $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$ 溶液

(3) $\text{NaNH}_4\text{HPO}_4$ 溶液

2. 指出下列情况所引起的误差类型, 应如何消除?

(1) 称量的 Na_2CO_3 试样吸收了水分;

(2) 重量法测定 SiO_2 含量时, 硅酸沉淀不完全;

(3) 滴定管读数时, 最后一位估读不准。

3. 用浓度为 0.1000 mol/L NaOH 标准溶液滴定下列各种酸 (浓度均为 0.1 mol/L), 分别能出现几个滴定突跃? 各选择何种指示剂?

(1) HAc ($K_a=1.8 \times 10^{-5}$)

(2) $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ($K_{a1}=5.9 \times 10^{-2}$, $K_{a2}=6.4 \times 10^{-5}$)

(3) H_3PO_4 ($K_{a1}=7.6 \times 10^{-3}$, $K_{a2}=6.3 \times 10^{-8}$, $K_{a3}=4.4 \times 10^{-13}$)

4. 原子吸收光谱法中峰值吸收的测定, 对光源发出的谱线有何要求? 为什么空心阴极灯能满足这些要求?

四、计算题 (第 1、2、3 小题每小题 10 分, 第 4、5 小题每小题 5 分, 共 40 分)

1. 用 0.200 mol/L NaOH 滴定 $20.00 \text{ mL } 0.200 \text{ mol/L}$ HCl- 0.0200 mol/L HAc ($K_a=1.8 \times 10^{-5}$) 混合溶液中 HCl, 问:

(1) 化学计量点时溶液的 pH 值为多大?

(2) 化学计量点前后的 pH 突跃范围是多大?

2. 浓度均为 0.0100 mol/L 的 Zn^{2+} , Cd^{2+} 混合溶液, 加入过量 KI, 使终点时游离 I⁻ 浓度为

考生请注意: 答案必须写在答题纸上, 写在本试题纸上的无效!

1 mol/L, 在 pH 5.0 时, 以二甲酚橙作指示剂, 用等浓度的 EDTA 滴定其中的 Zn^{2+} , 计算终点误差。(已知 CdI_4^{2-} 的 $\lg\beta_1 \sim \lg\beta_4$ 分别为 2.10, 3.43, 4.49, 5.41, $\lg K_{ZnY} = 16.50$, $\lg K_{CdY} = 16.46$, $\lg \alpha_{Y(H)} = 6.45$, $pZn_{ep} = 4.80$)

3. 组分 A 和 B 在一根 30cm 柱上分离, 其保留时间分别为 16.40min 和 17.63min 峰底宽分别为 1.11min 和 1.21min。不被保留组分通过色谱柱需 1.30min, 试计算:

- (1) 分离度
- (2) 柱子的平均有效塔板数
- (3) 平均有效板高 H
- (4) 完全分离时所需的柱长

4. 以下为伏安法测定镍含量时所得数据, 请计算镍的质量浓度 (mg/L) (Ni 的原子量 58.69)。

被测溶液	$i / \mu A$
25.00 mL 0.2 mol/L NaCl, 稀释至 50 mL	8.4
25.00 mL 0.2 mol/L NaCl, 加 10 mL 试样, 稀释至 50 mL	46.3
25.00 mL 0.2 mol/L NaCl, 加 10 mL 试样, 再加 0.50 mL 2.30×10^{-2} mol/L Ni^{2+} , 稀释至 50 mL	68.4

5. 以 pH 玻璃电极和饱和甘汞电极组成电池, 测量 pH=6.86 的标准缓冲溶液时, 电池电动势为 -0.0524V, 测量未知溶液时, 其电动势为 0.0201V, 求未知溶液的 pH 值。

五、设计题 (16 分)

试设计一实验方案, 采用滴定分析法测定 0.1 mol/L HCl-0.01 mol/L $MgCl_2$ 的混合溶液中各组分的含量, 请写出:

- 1、实验原理 (滴定反应、指示剂和计算公式);
- 2、实验步骤。

(可供选择的试剂: 0.1000 mol/L NaOH 标准溶液、0.02000 mol/L EDTA 标准溶液、基准物质 $KHC_8H_4O_4$ 、0.02000 mol/L Zn^{2+} 标准溶液、HAc-NaAc 缓冲溶液、 $NH_3 \cdot NH_4Cl$ 缓冲溶液、0.1 mol/L HCl-0.01 mol/L $MgCl_2$ 混合溶液、甲基橙、酚酞、铬黑 T、二甲酚橙、三乙醇胺。

可供选择的仪器: 酸式滴定管、碱式滴定管、移液管、量筒、锥形瓶、碘量瓶、电子天平。)