



延安大学

二〇一七年招收攻读硕士学位研究生入学考试业务课试题

适用专业名称: 分析化学

考试科目名称: 分析化学(含仪器分析) 科目代码: 717

注意事项:

- 1、请将答案直接做到答题纸上, 做在试题纸上或草稿纸上无效。
- 2、除答题纸上规定的位置外, 不得在卷面上出现姓名、考生编号或其它标志。
- 3、本试题共 4 页, 满分 150 分, 考试时间 180 分钟。

一、选择题 (20 题 每题 2 分 共 40 分)

1. 下列情况引起的误差不是系统误差的是 ()
(A) 砝码被腐蚀 (B) 试剂里含有微量的被测组分
(C) 重量法测定 SiO_2 含量是, 试液中硅酸沉淀不完全 (D) 天平的零点突然有变动
2. 在重量分析法中, 洗涤无定形沉淀的洗涤液是 ()
(A) 冷水 (B) 含沉淀剂的稀溶液 (C) 热的电解质溶液 (D) 热水
3. 用 0.1 mol/L HCl 滴定 0.1 mol/L NaOH 的突跃范围为 $9.7 \sim 4.3$, 则 0.01 mol/L HCl 滴定 0.01 mol/L NaOH 的突跃范围应为 ()
(A) $9.7 \sim 4.3$ (B) $8.7 \sim 4.3$ (C) $8.7 \sim 5.3$ (D) $10.7 \sim 3.3$
4. 下列物质中可用于直接配制标准溶液的是 ()
(A) 固体 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7(\text{GR})$ (B) 浓 $\text{HCl}(\text{CP})$ (C) 固体 $\text{NaOH}(\text{GR})$ (D) 固体 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}(\text{AR})$
5. 用 KMnO_4 法测定 H_2O_2 水时, 一般用 () 来控制溶液的酸度。
(A) HCl (B) H_2SO_4 (C) HNO_3 (D) HF
6. 称取基准物质 $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ 0.5208g , 用以标定 NaOH 溶液, 至化学计量点时消耗 NaOH 溶液 25.20ml , 则 NaOH 溶液的浓度为 () 已知 $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ 的分子量为 204.22 。
(A) $0.1012 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ (B) $0.1120 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ (C) $0.01011 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ (D) $0.01015 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$
7. 标定 HCl 常用的基准物质是 ()
(A) 重铬酸钾 (B) 硼砂 (C) 邻苯二甲酸氢钾 (D) 碳酸钙
8. 在紫外-可见光度分析中极性溶剂会使被测物吸收峰 ()
(A) 消失 (B) 精细结构更明显 (C) 位移 (D) 分裂
9. 酸碱滴定法选择指示剂时可以不考虑的因素 ()
(A) 滴定突跃的范围 (B) 指示剂的变色范围
(C) 指示剂的颜色变化 (D) 指示剂相对分子质量的大小

10. EDTA 滴定 Zn^{2+} 的最高酸度 $pH = 4.0$, 最低酸度 $pH = 6.4$, 指示剂 XO 在 $pH > 6$ 时呈红色, $pH < 6$ 时呈黄色, 而 $Zn-XO$ 呈红色。当以 XO 作指示剂用 EDTA 滴定 Zn^{2+} 的适宜酸度是()。
- (A) $pH > 4.0$ (B) $pH < 6.0$ (C) $4.0 < pH < 6.4$ (D) $4.0 < pH < 6.0$
11. 物质的量浓度是指()
- (A) 单位体积的溶液中所含物质的质量 (B) 单位质量的物质中所含被测物质的物质的量
(C) 单位质量的溶液中所含物质的质量 (D) 单位体积的溶液中所含物质的物质的量
12. 许多化合物的吸收曲线表明, 它们的最大吸收常常位于 $200-400nm$ 之间, 对这一光谱区应选用的光源为()
- (A) 氘灯或氢灯 (B) 能斯特灯 (C) 钨灯 (D) 空心阴极灯
13. 下列称量形式和待测组分的化学因数正确的是()
- (A) 以 $Mg_2P_2O_7$ 为称量形式, 测定 $MgSO_4 \cdot 7H_2O$, $F = \frac{2MgSO_4 \cdot 7H_2O}{Mg_2P_2O_7}$
- (B) 以 Al_2O_3 为称量形式, 测定 Al, $F = \frac{Al}{Al_2O_3}$
- (C) 以 $(NH_4)_2PO_4 \cdot 12MoO_3$ 为称量形式, 测定 P_2O_5 , $F = \frac{2(NH_4)_2PO_4 \cdot 12MoO_3}{P_2O_5}$
- (D) 以 $PbCrO_4$ 为称量形式, 测定 Cr_2O_3 , $F = \frac{PbCrO_4}{Cr_2O_3}$
14. 为了消除 AAS 火焰法的化学干扰, 常加入一些能与待测元素(或干扰元素)生成稳定络合物的试剂, 从而使待测元素不与干扰元素生成难挥发的化合物, 这类试剂叫()。
- (A) 消电离剂 (B) 释放剂 (C) 保护剂 (D) 缓冲剂
15. 使用热导池检测器时, 应选用下列哪种气体作载气, 其效果最好?()
- (A) H_2 (B) He (C) Ar (D) N_2
16. 色谱法分离混合物的可能性决定于试样混合物在固定相中()的差别。
- (A) 沸点差 (B) 温度差 (C) 吸光度, (D) 分配系数。
17. 玻璃电极对 H^+ 的指示作用主要是()
- (A) 内部溶液 (B) 待测试液 (C) 玻璃膜 (D) 内参比电极
18. 在吸光光度法测定中, 浓度的相对误差最小时的 A 值为()。
- (A) 0.378 (B) 0.434 (C) 0.500 (D) 1.00
19. 荧光分析法和磷光分析法的灵敏度比吸收光度法的灵敏度()
- (A) 高 (B) 低 (C) 相当 (D) 不一定谁高谁低
20. 具有组成结构为: 光源 → 单色器 → 吸收池 → 检测器的分析仪器是()光谱仪。
- (A) AES (B) AAS (C) UV-VIS (D) IR

二、填空题 (8 题 共 18 分)

1. (2 分) 某含氯试样 $0.2500g$, 溶于水后加入 $0.1000 mol \cdot L^{-1}$ 的 $AgNO_3$ 溶液 $30.00mL$, 过量的 $AgNO_3$ 用 $0.1200 mol \cdot L^{-1}$ 的 NH_4SCN 溶液滴定, 耗去 $2.00mL$ 。该试样中氯的含量为_____。
2. (2 分) 分子磷光是指激发态分子在第一电子激发态的最低振动能级, 经_____转移到_____的最低振动能级, 最后跃迁至基态发出的光辐射。
3. (3 分) 红外光谱法主要研究振动中有_____变化的化合物, 因此, 除了_____和_____等外, 几乎所有的化合物在红外光区均有吸收。
4. (3 分) $NaHCO_3$ 水溶液中的质子条件_____

5. (2分) 极谱定性分析的依据是_____，定量分析的依据是_____。
6. (2分) 当 M 与 Y 反应时，溶液中有另一络合剂 L 存在，若 $M(L)=1$ 表示_____。
7. (2分) 现有浓度为 0.1125mol/L 的 HCl 溶液，用移液管移取此溶液 100mL ，须加入_____ mL 蒸馏水，方能使其浓度为 0.1000mol/L 。
8. (2分) 在正相色谱中，极性_____的组分先出峰，极性_____的组分后出峰。

三、判断题 (每题 2 分，共 20 分，在正确的前面打 \checkmark ，在错误的前面打 \times)

- () 1. 碘量法中，淀粉指示剂应当在滴定接近终点时加入。
- () 2. 金属指示剂的僵化现象，对滴定结果没有影响。
- () 3. 测定值 5.204 与 5.240 都是四位有效数字。
- () 4. 采样就是从大量的分析对象中选取有特别外观的样品。
- () 5. 滴定终点与等量点 (化学计量点) 之差就是滴定误差。
- () 6. 因为 H_2SO_4 是二元强酸，所以用 NaOH 滴定 H_2SO_4 会有两个突跃。
- () 7. 高效液相色谱适用于大分子，热不稳定及生物试样的分析。
- () 8. 吸光光度法，吸光度越大，测量的相对误差就越小。
- () 9. 单道双光束原子吸收分光光度计，既可以消除光源和检测器不稳定的影响，又可以消除火焰不稳定的影响。
- () 10. 红外光谱中，化学键的力常数 K 越大，原子折合质量 μ 越小，则化学键的振动频率越高，吸收峰将出现在低波数区，相反则出现在高波数区。

四、计算题 (共 5 题 35 分)

1. (6 分)

两人测定同一标准试样，各得一组数据的偏差如下：

(1)	0.3	-0.2	-0.4	0.2	0.1	0.4	0.0	-0.3	0.2	-0.3
(2)	0.1	0.1	-0.6	0.2	-0.1	-0.2	0.5	-0.2	0.3	0.1

- ① 求两组数据的平均偏差和标准偏差；
 - ② 为什么两组数据计算出的平均偏差相等，而标准偏差不等；
 - ③ 哪组数据的精密度高？
2. (6 分) 取 100mL 水样，用氨性缓冲溶液调节至 $\text{pH}=10$ ，以 EBT 为指示剂，用 EDTA 标准溶液 (0.008826mol/L) 滴定至终点，共消耗 12.58mL ，计算水的总硬度 (以 CaCO_3 的含量表示)。如果将上述水样再取 100mL ，用 NaOH 调节 $\text{pH}=12.5$ ，加入钙指示剂，用上述 EDTA 标准溶液滴定至终点，消耗 10.11mL ，试分别求出水样中 Ca^{2+} 和 Mg^{2+} 的量。 CaCO_3 的式量为 100.1，Ca 的原子量为 40.078，Mg 的原子量为 24.305
3. (8 分) 取 25.00mL 苯甲酸溶液，用 $20.70\text{mL } 0.1000\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{NaOH}$ 溶液滴定至计量点。(1) 计算苯甲酸溶液的浓度；(2) 求计量点的 pH ；(3) 应选择那种指示剂。苯甲酸的 $K_a=6.2\times 10^{-5}$
4. (8 分) 假设两组分的调整保留时间分别为 16min 和 17min ，死时间为 1min ，计算：
- (1) 较晚流出的第二组分的分配比 k_2 。
 - (2) 欲达到分离度 $R=0.75$ 时，所需的理论塔板数。

5.(7分)用氟离子电极测定饮用水中 F^- 含量时,取水样20.00ml,加总离子强度调节缓冲液20.00ml,测得电动势为140.0mV;然后在此溶液中加入浓度为 $1.00 \times 10^{-2} \text{mol/L}$ 的氟标准溶液1.00ml,测得电动势为120.0mV。若氟电极的响应斜率为58.5mV/pF,求饮用水中 F^- 的浓度。

五、简答题(共6题 37分)

- 1.(6分)为什么一般都用强酸(碱)溶液作酸(碱)标准溶液?为什么酸(碱)标准溶液的浓度不宜太浓或太稀?
- 2.(7分)试述银量法指示剂的作用原理,并与酸碱滴定法比较之。
- 3.(6分)何谓锐线光源?在原子吸收光谱分析中为什么要用锐线光源?
- 4.(6分)分子荧光是怎样产生的?产生的条件是什么?
- 5.(6分)直接电位法测定溶液中氟离子浓度时,所加入TISAB的组成是什么?其作用又是什么?
- 6.(6分)简述溶剂效应对有机化合物紫外—可见光谱的影响及原因。