

江西理工大学

2016 年硕士研究生入学考试试题

考试科目代码及名称：836 分析化学

要求：答案一律写在考点发放的答题纸上，写在试题上无效。

允许带计算器。

一、填空(20分)

- 1、根据分析任务的不同，分析方法可分为结构分析、_____和_____。
- 2、误差可根据其性质的不同区分为_____和_____。
- 3、滴定分析中，最常用_____法指示终点，此外尚有_____法等等。
- 4、目前络合滴定中应用最多的是_____配位剂，其中最常用的是_____。
- 5、混合碱的双指示剂法测定中所用指示剂是_____和_____。
- 6、膜电极的基本结构包括：内参比电极，_____和_____。
- 7、原子吸收光谱法中，常采用_____作光源，它是一种_____光源。
- 8、 $A \sim \lambda$ 关系曲线称为_____， $A \sim C$ 关系曲线称为_____。
- 9、分析试样采取和制备的关键是_____。

湿法分析时，要求对试样进行分解以达到_____的要求。

- 10、由第一激发态向基态跃迁所发射的谱线称为_____线，它具有最小的激发电位，因此最容易被激发，为该元素最强的谱线，也是该元素的_____线

二、选择题(20分)

- 1、能更好地说明测定数据分散程度的是()
A. 绝对偏差 B. 相对偏差 C. 平均偏差 D. 标准偏差
- 2、定量分析工作要求测定结果的误差()
A. 在允许误差范围之内 B. 等于零 C. 没有要求 D. 略大于允许误差
- 3、草酸的 $K_{a1}=5.9 \times 10^{-2}$, $K_{a2}=6.4 \times 10^{-5}$, 用 0.2000 mol/L 的 NaOH 滴定()
A. 没突跃 B. 有一个滴定突跃 C. 有两个滴定突跃 D. 不能确定。
- 4、间接碘法(即滴定碘法)中加入淀粉指示剂的适宜时间是:()
A. 滴定开始时 B. 滴定至近终点时 C. 在标准溶液滴定了近 50% 时
D. 滴定至 I_3^- 离子的红棕色退尽，溶液呈无色时
- 5、下列电极中属于膜电极的为()
A 铂电极 B 玻璃电极 C 甘汞电极 D 银-氯化银电极
- 6、植物学家茨维持在研究植物色素的成分时采用的色谱方法属于()。
A. 气-固色谱 B. 液-液色谱 C. 液-固色谱 D. 气-液色谱

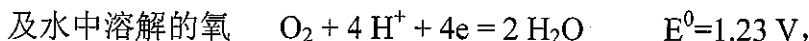
江西理工大学

2016 年硕士研究生入学考试试题

- 7、如果被吸附的杂质易形成和沉淀具有相同的晶格，这就形成()
A. 后沉淀 B. 机械吸留 C. 包藏 D. 混晶
- 8、石墨炉原子吸收法与火焰法相比，其优点是()。
A. 灵敏度高 B. 重现性好 C. 分析速度快 D. 背景吸收小
- 9、吸光光度法与原子吸收光谱法对比，二者一致的是()
A. 定量基础 B. 仪器结构 C. 光源 D. 吸收池
- 10、同时涉及色谱过程热力学和动力学因素的参数是()。
A. 分配比 B. 分离度 C. 相对保留值 D. 分配系数

三、简答 (30 分)

- 1、写出 NH_4HCO_3 的物料平衡式 MBE、电荷平衡式 CBE 和质子平衡式 PBE。
- 2、已知电极电位如下：



及水中溶解的氧 $\text{O}_2 + 4 \text{H}^+ + 4e = 2 \text{H}_2\text{O}$ $E^0 = 1.23 \text{ V}$,
问将 SnCl_2 配成水溶液，该水溶液在空气中能稳定存在吗？为什么？

- 3、简述分光光度计的基本组成部件及其主要作用。
- 4、原子吸收分析用的火焰按燃气与助燃气的比例不同可分为哪几种类型？
- 5、以配位滴定法为例，说说容量分析所需要的基本分析器具和试剂。

四、计算 (60 分)

- 1、容量法测定铜矿石中铜的含量，五次测定结果分别为：15.48%、15.37%、15.47%、15.43%、15.40%，(1) 用 Q 检验决定 15.37% 的取舍。(2) 求平均值、平均偏差、标准偏差，(3) 求置信度为 95% 时平均值的置信区间。

$$(Q=0.64, t=2.13)$$

- 2、称取混合碱试样 0.8983g，溶于水后，加酚酞指示剂，以 $0.2896 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HCl 标准溶液滴定至终点，耗去 HCl 溶液 31.45mL。再加入甲基橙指示剂，继续滴定至终点，又耗去同浓度 HCl 溶液 24.10mL。求试样组成及其含量。

(已知 $M_{\text{NaOH}} = 40.01 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ ， $M_{\text{Na}_2\text{CO}_3} = 106.0 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ ， $M_{\text{NaHCO}_3} = 84.01 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$)

- 3、在一个效率相当于 4200 有效塔板数的色谱柱上，十八烷和 α -甲基十七烷的调整保留时间分别为 15.05 分钟和 14.82 分钟。(1) 这两个化合物在此色谱柱上的分离度 (R) 是多少？(2) 如果需要分离度 $R=1.0$ ，则需要多少有效塔板数？

- 4、浓度为 $25.5 \mu\text{g}/50 \text{ ml}$ 的 Cu^{2+} 溶液，用双环己酮草酰二脒显色后测定。在 $\lambda=600 \text{ nm}$ 处，用 2 cm 比色皿测得 $T=55.1\%$ ，求吸光度 A 和摩尔吸光系数 ϵ 。 $M_{\text{Cu}}=63.55$

江西理工大学

2016 年硕士研究生入学考试试题

5、在 NO_2^- 和 NO_3^- 共存的溶液中，若 NO_2^- 活度为 0.010molL^{-1} ， NO_3^- 的活度为 0.0010molL^{-1} 。试计算用硝酸根离子选择性电极测定 NO_3^- 时，由于 NO_2^- 存在所引起的相对误差。已知：电位选择系数 $K_{\text{NO}_3^-, \text{NO}_2^-} = 0.06$

五、实验设计 (20 分)

1、试设计一方法检测工业废水中的铁。(可以一种方法为例，简述方法的原理、主要器具、分析流程、数据处理、注意事项等等)

江西理工大学

2016 年硕士研究生入学考试试题

考试科目代码及名称：836 分析化学

要求：答案一律写在考点发放的答题纸上，写在试题上无效。

允许带计算器。

一、填空（1分×20）

- 1、定性分析 和 定量分析。
- 2、系统误差 和 偶然误差。
- 3、最常用指示剂法指示终点，此外尚有各种仪器法等等。
- 4、应用最多的是氨羧配位剂，其中最常用的是EDTA。
- 5、甲基橙 和 酚酞。
- 6、内参比溶液 和 敏感膜。
- 7、常采用空心阴极灯作光源，它是一种锐线光源。
- 8、 $A \sim \lambda$ 关系曲线称为吸收曲线，
 $A \sim C$ 关系曲线称为工作曲线。
- 9、分析试样采取和制备的关键是具有代表性。
湿法分析时，要求对试样进行分解以达到测定成分完全溶解的要求。
- 10、由第一激发态向基态跃迁所发射的谱线称为共振线，
也是该元素的灵敏线。

二、选择题（2分×10）

- 1、（ D ）
- 2、（ A ）
- 3、（ B ）
- 4、（ B ）
- 5、（ B ）
- 6、（ C ）
- 7、（ D ）
- 8、（ A ）
- 9、（ A ）
- 10、（ B ）

三、简答（6分×5）

- 1、答：MBE： $[\text{NH}_4^+] + [\text{NH}_3] = [\text{H}_2\text{CO}_3] + [\text{HCO}_3^-] + [\text{CO}_3^{2-}]$ （2分）
CBE： $[\text{NH}_4^+] + [\text{H}^+] = [\text{OH}^-] + [\text{HCO}_3^-] + 2[\text{CO}_3^{2-}]$ （2分）
PBE： $[\text{H}_2\text{CO}_3] + [\text{H}^+] = [\text{OH}^-] + [\text{NH}_3] + [\text{CO}_3^{2-}]$ （2分）
- 2、答：将 SnCl_2 配成水溶液使用，该水溶液在空气中能稳定存在（2分）。尽管氧的标准

江西理工大学

2016 年硕士研究生入学考试试题

(2 分)

(2) 一般情况下为微量范围含量, 可考虑采用分光光度法或原子吸收分光光度法。如为常量范围含量, 可考虑采用氧化还原滴定法或配位滴定法。(2 分)

(2) 分光光度法: 采用邻菲罗啉或磺基水杨酸作显色剂, 注意显色 PH, 并注意加掩蔽剂, 在选好的波长下测定。

原子吸收分光光度法: 用酸处理好样品, 用原子吸收分光光度计测定。

氧化还原滴定法: 采用重铬酸钾法滴定。

配位滴定法: 酸处理成 Fe^{3+} , 在 PH2, 加掩蔽剂滴定。

几种方法中任选一种简述方法的原理 (2 分)、主要器具 (2 分)、分析流程 (8 分)、数据处理 (2 分)、注意事项 (2 分) 等等即可。

江西理工大学

2016 年硕士研究生入学考试试题

电极电势较高,从理论上说水中溶解的氧会氧化 Sn^{2+} 而使 SnCl_2 水溶液不稳定(2分),但该反应速度很慢,实践证明 Sn^{2+} 在水溶液中有一定稳定性,可以将 SnCl_2 配成水溶液使用(2分)。

- 3、答:分光光度计一般由光源,单色器,吸收池和检测系统组成。(2分)
光源:采用钨灯或氢灯或氘灯提供所需波长范围内的连续光谱作入射光。(1分)
单色器:一般用光栅或棱镜将连续波长的光,分光成特定范围波长的光。(1分)
吸收池:玻璃皿盛装待测溶液。(1分)
检测系统:由硒光电池或光电管等光电转换元件将光信号转变成电信号,得出吸光度。(1分)
- 4、按助燃比可将火焰分为三类:即化学计量火焰、贫燃火焰和富燃火焰。
化学计量火焰:指的是燃气和助燃气之比基本符合化学计量而构成的火焰。(2分)
富燃火焰:指的是燃气和助燃气之比大于化学计量而构成的火焰。(2分)
贫燃火焰:指的是燃气和助燃气之比小于化学计量而构成的火焰。(2分)
- 5、答:玻璃仪器 — 滴定管、锥形瓶、移液管、烧杯、吸耳球等等(3分)
试剂 — 酸、碱、滴定剂 EDTA、指示剂等等(3分)
(每说到一件1分)

四、计算 (12分×5)

1、解:按从小到大排列成为 $X_1 \dots X_5$ 15.37%, 15.40%, 15.43%, 15.47%, 15.48%

$$Q = \frac{x_2 - x_1}{x_2 - x_1} = \frac{15.40\% - 15.37\%}{15.48\% - 15.37\%} = 0.27 < 0.64 \text{ 不舍 } (X_6 - X_5 < X_2 - X_1, \text{检 } X_1 \text{ 即可}) \quad (3 \text{ 分})$$

$$\bar{X} = \frac{x_1 + \dots + x_5}{n} = \frac{15.37\% + 15.40\% + 15.43\% + 15.47\% + 15.48\%}{5} = 15.43\% \quad (2 \text{ 分})$$

$$\bar{d} = \frac{\sum |x_i - \bar{x}|}{n} = \frac{|15.37\% - 15.43\%| + \dots + |15.48\% - 15.43\%|}{5} = 0.036\% \quad (2 \text{ 分})$$

$$S = \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{(15.37\% - 15.43\%)^2 + \dots + (15.48\% - 15.43\%)^2}{5-1}} = 0.046\% \quad (2 \text{ 分})$$

$$\mu = \bar{X} \pm \frac{t \times s}{\sqrt{n}} = 15.43\% \pm \frac{2.13 \times 0.046\%}{\sqrt{5}} = 15.43\% \pm 0.04\% \quad (3 \text{ 分})$$

2、解: V 酚 HCl $>$ V 甲 HCl (连续滴定),

可见试样组成为 NaOH 与 Na_2CO_3 3 分

$$w_{\text{NaOH}} = \frac{0.2896 \times (3145 - 2410) \times 4001}{0.8983 \times 1000} \times 100\% = 9.48\% \quad 5 \text{ 分}$$

江西理工大学

2016 年硕士研究生入学考试试题

$$W_{\text{Na}_2\text{CO}_3} = \frac{(0.2896 \times 2 \times 2410) \times 1060}{0.8983 \times 1000 \times 2} \times 100\% = 82.36\% \quad 4 \text{ 分}$$

3、解：(1) 根据 $n_{\text{有效}} = 16R^2 \left(\frac{r_{2,1}}{r_{2,1} - 1} \right)^2$ 3分

$$r_{2,1} = \frac{t'_{R2}}{t'_{R1}} = \frac{15.05}{14.82} = 1.0155 \quad 2 \text{ 分}$$

$$\text{则有 } 4200 = 16R^2 \left(\frac{1.0155}{1.0155 - 1} \right)^2 \quad 2 \text{ 分}$$

$$\text{解得 分离度 } R = 0.25 \quad 2 \text{ 分}$$

$$(2) \text{ 若 } R = 1.0 \text{ 则 } n_{\text{有效}} = 16 \times 1.0^2 \left(\frac{1.0155}{1.0155 - 1} \right)^2 = 6.9 \times 10^4 \quad 3 \text{ 分}$$

即为所需要有效塔板数。

4、解：由于 $T = 55.1\%$, $A = \lg \frac{1}{T} = 0.259$ (3分)

$$A = abc \quad b = 2 \text{ cm} \quad c = 0.510 \times 10^{-3} \text{ g} \cdot \text{L}^{-1} \quad (3 \text{ 分})$$

$$\text{所以 } a = \frac{A}{bc} = \frac{0.259}{2 \times 0.510 \times 10^{-3}} = 254 \text{ L} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1} \quad (3 \text{ 分})$$

$$\epsilon = M \times a = 63.55 \times 254 = 1.61 \times 10^4 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1} \quad (3 \text{ 分})$$

即吸光度 A 为 0.259, 摩尔吸光系数 ϵ 为 $1.6 \times 10^4 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ 。

5、解：

$$\% \text{ 相对误差} = \frac{K_{ij} \times (a_j)^{\frac{z_i}{z_j}}}{a_i} \times 100 \quad 4 \text{ 分}$$

$$= \frac{0.06 \times 0.010}{0.0010} \times 100 = 60 \quad 6 \text{ 分}$$

即由于 NO_2^- 存在所引起的相对误差为 60%

五、实验设计 (20 分 × 1)

1、答：设计实验方案如下：

(1) 根据废水的来源, 可初步判断其含量高低, 是常量还是微量范围。