

# 江西理工大学

## 2018 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、判断题（30分）

判断下列命题的对错，并改正。

- 1、测定数据的精密度好，其准确度一定高。（ ）
- 2、标准溶液只能用标准物质配制。（ ）
- 3、平衡常数大的氧化还原反应就能应用于氧化还原滴定中。（ ）
- 4、强酸滴定弱碱时，滴定突跃大小仅受弱碱的 $pK_b$ 影响。（ ）
- 5、为使滴定终点明显，指示剂加得越多越好。（ ）
- 6、EDTA是六元酸。（ ）
- 7、酸碱的强弱只与其本身的性质有关，与溶剂无关。（ ）
- 8、沉淀形式与称量形式可以相同，也可不同。（ ）
- 9、在分光光度法中，摩尔吸收系数的值随入射光波长增加而减小。（ ）
- 10、莫尔法使用硫酸铁铵作指示剂。（ ）

### 二、简答（40分）

- 1、写出 $(NH_4)_2CO_3$ 的 MBE、CBE 和 PBE。
- 2、NaOH 标准溶液如吸收了空气中的  $CO_2$ ，当以其测定某一强酸的浓度，分别用甲基橙或酚酞指示终点时，对测定结果的准确度各有何影响？
- 3、试配制 1L 的约 0.1mol/L  $Na_2S_2O_3$  标准溶液？ $M_{Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O}=248.19$
- 4、试区分共沉淀和后沉淀的不同。
- 5、简述参比电极的作用，并列两种平常使用的参比电极。

### 三、计算（60分）

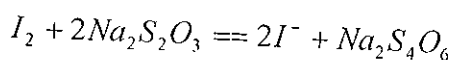
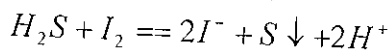
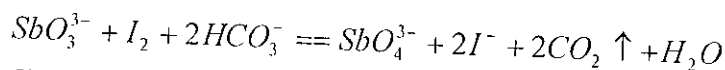
- 1、用氧化还原法测得软锰矿中二氧化锰的百分含量为 20.21、20.23、20.24、20.27 和 20.22。用 Q 法检验上述各测定结果，是否有数据应该舍弃（置信度为 90%）？并求平均值，平均偏差，标准偏差和置信度为 90%时平均值的置信区间。 $Q=0.64, t=2.13$ （12分）
- 2、有一 0.2000mol/L 的  $Cd^{2+}$  溶液，在  $pH=2$  能否用 0.2000mol/L 的 EDTA 准

# 江西理工大学

## 2018 年硕士研究生入学考试试题

准确滴定? 加入氨水, 调 PH 至 10,  $[\text{NH}_3]=0.1\text{mol/L}$ ,  $[\text{Cd}^{2+}]=?$  能否用  $0.2000\text{mol/L}$  的 EDTA 准确滴定? 已知:  $K_{\text{CdY}}=10^{16.50}$  pH=2 时  $\lg \alpha_{\text{Y(H)}}=13.8$ ; pH=10.0 时  $\lg \alpha_{\text{Y(H)}}=0.45$  镉氨配合物的累积稳定常数为: Cd-NH<sub>3</sub> 的  $\lg \beta_1 \cdot \dots \cdot \lg \beta_6$  分别为  $\lg \beta_1=2.65$ ,  $\lg \beta_2=4.75$ ,  $\lg \beta_3=6.19$ ,  $\lg \beta_4=7.12$ ,  $\lg \beta_5=6.80$ ,  $\lg \beta_6=5.14$

- 3、称取含有 Na<sub>2</sub>S 和 Sb<sub>2</sub>S<sub>5</sub> 试样 0.200 0g, 溶解后, 使 Sb 全部变为 SbO<sub>3</sub><sup>3-</sup> 后, 在 NaHCO<sub>3</sub> 介质中以 0.010 00mol · L<sup>-1</sup> I<sub>2</sub> 溶液滴定至终点, 消耗 20.00mL, 另取同样质量的试样溶于酸后, 将产生的 H<sub>2</sub>S 完全吸收于含有 70.00mL 上述 I<sub>2</sub> 溶液中, 过量 I<sub>2</sub> 以 0.010 00 mol · L<sup>-1</sup> Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 溶液滴定至终点, 消耗 20.50mL, 计算试样中 Na<sub>2</sub>S 和 Sb<sub>2</sub>S<sub>5</sub> 质量分数。[M<sub>r</sub>(Na<sub>2</sub>S)=78.00; M<sub>r</sub>(Sb<sub>2</sub>S<sub>5</sub>)=404.0] (12 分)



- 4、利用生成二乙酰二肟镍显色络合物的方法测定试样中镍含量。称取某含镍钢样 0.200 g, 试样溶解后, 转入 100 mL 容量瓶中, 显色, 再加水稀释至刻度。已知该络合物的摩尔吸光系数  $\epsilon=1.30 \times 10^4 \text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$  (470nm)。取试液于波长 470nm 处用 2cm 比色皿进行测量, 恰好得测量误差最小时的吸光度, 钢样含镍多少? M<sub>Ni</sub>=58.69 (12 分)

- 5、气相色谱法测定某试样中水分的含量。称取 0.0186g 内标物加到 3.125g 试样中进行色谱分析, 测得水分和内标物的峰面积分别是 135mm<sup>2</sup> 和 162mm<sup>2</sup>。已知水和内标物的相对质量校正因子分别为 0.55 和 0.58, 计算试样中水分的质量分数。(12 分)

### 四、实验设计 (20 分)

试设计一方法检测工业废水中的铅。(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

## 2018 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、判断题（30分）

判断下列论点对错，错了请改正。

- 1、从误差的基本性质来分，可以将它分为三大系统：系统误差、随机（偶然）误差和过失误差。（ ）
- 2、数据修约遵循四舍六入五成双规则，故 0.5025001 修约为三位为 0.502 （ ）
- 3、缓冲溶液能使溶液 pH 不再改变。（ ）
- 4、酸碱指示剂的变色是由得失  $H^+$  引起的，同样氧化还原法中指示剂的变色一定是由得失电子所造成的。（ ）
- 5、EDTA 一般与待测离子形成 1:1 的配合物。（ ）
- 6、分光光度计的单色器分出的光越纯越好。（ ）
- 7、原子吸收分光光度计必须用原子化器使试样原子化，才能够测定。（ ）
- 8、莫尔法使用荧光黄作指示剂。（ ）
- 9、在沉淀形成过程中，当聚集速度小于定向速度，将形成非晶形沉淀。（ ）
- 10、吸光光度法和原子吸收分光光度法都用朗伯比尔定律进行定量测定。（ ）

### 二、简答（40分）

- 1、写出  $(NH_4)_3PO_4$  的 MBE、CBE 和 PBE
- 2、试述酸碱滴定用 NaOH 标准溶液的配制方法，并说明原因。
- 3、何为准确度和精密度？它们有何联系？如何来评价它们的好坏？
- 4、试述空心阴极灯的构造和作用。
- 5、简述 TISAB 的作用及其组成。

### 三、计算（60分）

1、矿石中钨的百分含量的测定结果为 20.38, 20.41, 20.48, 20.40, 20.42。用 Q 法检验上述各测定结果中是否有数据应该舍弃？（置信度为 90%）并求平均值，平均偏差，标准偏差和置信度为 90%时平均值的置信区间。 $Q=0.64$ ,  $t=2.13$

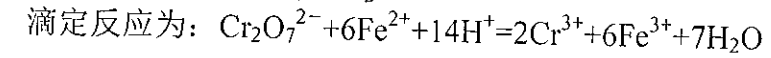
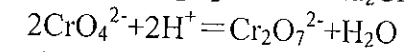
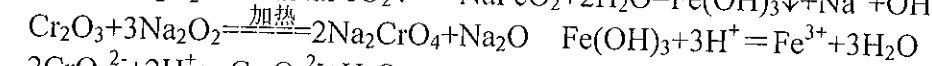
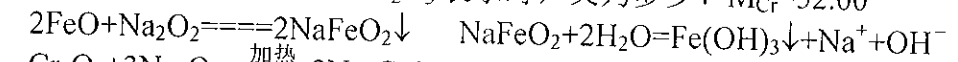
2、某溶液含  $Al^{3+}$  和  $Cu^{2+}$ ，其浓度均为 0.02000 mol/l，加入 KF 掩蔽  $Al^{3+}$ ，若此时的  $[F^-]=10^{-2}$  mol/L，在 PH=5.5 时，用 0.02000 mol/l EDTA 滴定  $Cu^{2+}$ ，以二甲酚橙为指示剂，问能否准确滴定  $Cu^{2+}$ ？ $lgK_{AlY}=16.3$ ,  $lgK_{CuY}=18.80$  EDTA 的  $lgK_{a1} \cdots lgK_{a6}$  分别为 -0.9, -1.6, -2.0, -2.67, -6.16, -10.26, Al-F 的  $lg\beta_1 \cdots lg\beta_6$  分别为 6.13, 11.15, 15.00, 17.75, 19.37, 19.84

3、称取 0.5000g 铬铁矿样品，经  $Na_2O_2$  熔融后使其含的铬氧化为  $Cr_2O_7^{2-}$ 。

# 江西理工大学

## 2018 年硕士研究生入学考试试题

然后加入  $3\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{H}_2\text{SO}_4$  10ml 及 50.00ml  $0.1200\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$  硫酸亚铁铵溶液处理, 过量的  $\text{Fe}^{2+}$  消耗掉 15.05ml  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  (1ml  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7=0.00600\text{g Fe}$ ) 溶液, 求试样中铬的百分含量为多少? 若以  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  表示时, 又为多少?  $M_{\text{Cr}}=52.00$



4、用分光光度法测定某电镀废水中的铬。取 500ml 水样, 经浓缩和预处理后转入 100ml 容量瓶中, 取 20.00ml 试液, 调整酸度, 加二苯碳酰二肼显色, 稀释至 25.00ml。在 540 纳米处的摩尔吸光系数是  $42000\text{L}/\text{mol}\cdot\text{cm}$ , 在 3.00cm 比色皿中测得该溶液的吸光度为 0.500, 求该废液中铬的浓度。用  $\text{mg}/\text{L}$  表示。

$M_{\text{Cr}}=52.00$  (12 分)

5、有一试样含乙苯、二甲苯、丁苯等的有机物质, 称取此试样 1.000g。以正壬烷作内标, 称取正壬烷 0.2000g, 加到试样中, 混合均匀后, 吸取此试液 3ml 进样, 得到色谱图。测得各组分峰面积及已知的  $S'$  值如下表所示:

	乙苯	二甲苯	丁苯	正壬烷
峰面积/ $\text{cm}^2$	96.2	51.5	32.8	138
响应值 $S'$	0.912	0.931	0.964	1.00

求样品中乙苯、二甲苯、丁苯的质量分数。 (12 分)

### 四、实验设计 (20 分)

试设计一方法检测工业废水中的镍。(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

## 2018 年硕士研究生入学考试试题

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。  
(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、原子吸收分光光度法和 ICP 等离子光谱法。如为常量范围含量，可考虑采用重量法或配位滴定法。(2分)
- (2) 分光光度法：采用丁二酮肟作显色剂，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。  
ICP 等离子光谱法：用酸处理好样品，用 ICP 等离子光谱测定。注意背景干扰。  
配位滴定法：酸处理成  $\text{Ni}^{2+}$ ，在 pH5，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。