

## 东华理工大学 2018 年硕士生入学考试初试试题

科目代码：812； 科目名称：《分析化学(含仪器分析)》； (A 卷)  
适用专业(领域)名称：070300 化学

一、选择题：(共 13 小题，每小题 2 分，共 30 分)

1. 以 EDTA 滴定法测定石灰石中  $\text{CaO}$  [ $M_r(\text{CaO})=56.08$ ] 含量，采用  $0.02 \text{ mol/L}$  EDTA 滴定，设试样中含  $\text{CaO}$  约 50%，试样溶解后定容至 250 mL，移取 25 mL 进行滴定，则试样称取量宜为----- ( )  
(A) 0.1 g 左右 (B) 0.2 g ~ 0.4 g (C) 0.4 g ~ 0.8 g (D) 1.2 g ~ 2.4 g
2. 微溶化合物  $\text{A}_2\text{B}_3$  在溶液中的解离平衡是： $\text{A}_2\text{B}_3 \rightleftharpoons 2\text{A} + 3\text{B}$ 。今已测得 B 的浓度为  $3.0 \times 10^{-3} \text{ mol/L}$ ，则该微溶化合物的溶度积  $K_{sp}$  是----- ( )  
(A)  $1.1 \times 10^{-13}$  (B)  $2.4 \times 10^{-13}$  (C)  $1.0 \times 10^{-14}$  (D)  $2.6 \times 10^{-11}$
3. 以下银量法测定需采用返滴定方式的是----- ( )  
(A) 莫尔法测  $\text{Cl}^-$  (B) 吸附指示剂法测  $\text{Cl}^-$   
(C) 佛尔哈德法测  $\text{Cl}^-$  (D)  $\text{AgNO}_3$  滴定  $\text{CN}^-$  (生成  $\text{Ag}[\text{Ag}(\text{CN})_2]$ ) 指示终点
4. 气液色谱中，保留值实际上反映的是下列哪两者间的相互作用----- ( )  
(A) 组分和载气 (B) 载气和载体 (C) 组分和固定液 (D) 组分和载体
5. 测定铁矿中 Fe 的质量分数，求得置信度为 95% 时平均值的置信区间为  $35.21\% \pm 0.10\%$ 。对此区间的正确理解是----- ( )  
(A) 在已测定的数据中有 95% 的数据在此区间内  
(B) 若再作测定，有 95% 将落入此区间内  
(C) 总体平均值  $\mu$  落入此区间的概率为 95%  
(D) 在此区间内包括总体平均值  $\mu$  的把握有 95%
6. 在作分光光度测定时，下列有关的几个步骤：①旋转光量调节器，②将参比溶液置于光路中，③调节至  $A=\infty$ ，④将被测溶液置于光路中，⑤调节零点调节器，⑥测量 A 值，⑦调节至  $A=0$ 。其合理顺序是----- ( )  
(A) ②①③⑤⑦④⑥ (B) ②①⑦⑤③④⑥  
(C) ⑤③②①⑦④⑥ (D) ⑤⑦②①③④⑥
7. 用 EDTA 滴定  $\text{Mg}^{2+}$ ，采用铬黑 T 为指示剂，少量  $\text{Fe}^{3+}$  的存在将导致----- ( )  
(A) 终点颜色变化不明显以致无法确定终点  
(B) 在化学计量点前指示剂即开始游离出来，使终点提前  
(C) 使 EDTA 与指示剂作用缓慢，终点延长  
(D) 与指示剂形成沉淀，使其失去作用
8. 循环伏安法主要用于----- ( )  
(A) 微量无机分析 (B) 定量分析 (C) 定性和定量分析 (D) 电极过程研究

9. (4分) 图 1~图 4 是分光光度法中常见的图形,它们分别代表什么曲线(填 A、B、C、D)

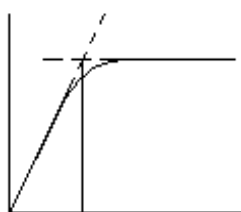


图 1

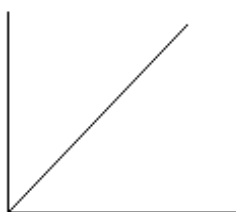


图 2

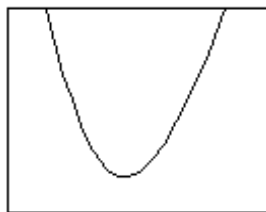


图 3

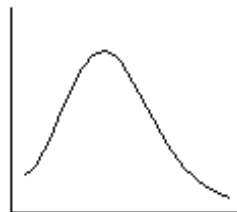


图 4

- (1) 图 1 \_\_\_\_\_ A. 工作曲线  
 (2) 图 2 \_\_\_\_\_ B. 吸收曲线  
 (3) 图 3 \_\_\_\_\_ C. 络合比法测定络合物组成  
 (4) 图 4 \_\_\_\_\_ D. 测量结果的相对误差

10. 以下说法错误的是\_\_\_\_\_ ( )

- (A) 摩尔吸光系数与有色溶液的浓度有关  
 (B) 分光光度计检测器,直接测定的是透射光的强度  
 (C) 比色分析中比较适宜的吸光度范围是 0.2~0.8  
 (D) 比色分析中用空白溶液作参比可消除系统误差

11. (4分) 以下滴定应采用的滴定方式分别是:(填A, B, C, D)

- (1) 佛尔哈德法测定  $\text{Cl}^-$  \_\_\_\_\_  
 (2) 甲醛法测定  $\text{NH}_4^+$  \_\_\_\_\_  
 (3)  $\text{KMnO}_4$  法测定  $\text{Ca}^{2+}$  \_\_\_\_\_  
 (4) 莫尔法测定  $\text{Cl}^-$  \_\_\_\_\_  
 (A) 直接法 (B) 回滴法 (C) 置换法 (D) 间接法

12. 对某一组分来说,在一定的柱长下,色谱峰的宽或窄主要决定于组分在色谱柱中的  
 (A)保留值 (B)扩散速度 (C)分配比 (D)理论塔板数

13. 在重量分析中,如果杂质沉淀量在沉淀放置过程中随着放置时间而增大,则这种污染是由于\_\_\_\_\_ ( )  
 (A) 形成混晶 (B) 表面吸附 (C) 形成双电层 (D) 继沉淀

二、填空题:(共 10 小题,每空 1 分,共 30 分)

1. 化学分析方法是\_\_\_\_\_为基础的分析方法,可分为\_\_\_\_\_分析与\_\_\_\_\_分析两大类;仪器分析是以\_\_\_\_\_为基础的分析方法。总的来说,化学分析方法\_\_\_\_\_度高,仪器分析方法\_\_\_\_\_度高。

2. 在  $\text{pH}=10$  的氨性缓冲溶液中,以铬黑 T(EBT)为指示剂,用 EDTA 溶液滴定  $\text{Ca}^{2+}$  时,终点变色不敏锐,此时可加入少量\_\_\_\_\_作为间接金属指示剂,在终点前溶液呈现\_\_\_\_\_色,终点时溶液呈现\_\_\_\_\_色。

3. 色谱定量分析中常用的定量方法有\_\_\_\_\_，\_\_\_\_\_，\_\_\_\_\_三种。
4. 紫外-可见吸收光谱产生于\_\_\_\_\_的跃迁；红外光谱产生于\_\_\_\_\_的跃迁；原子光谱产生于\_\_\_\_\_的跃迁。
5. 在以下各类滴定体系中,增大反应物浓度.突跃范围变大最显著的有\_\_\_\_\_；完全不改变的有\_\_\_\_\_。(填 1,2,3...)  
 (1)  $\text{OH}^- - \text{H}^+$       (2)  $\text{OH}^- - \text{HA}$       (3)  $\text{Fe}^{3+} - \text{Sn}^{2+}$       (4)  $\text{EDTA} - \text{Ca}^{2+}$
6. 以  $c_{\text{sp}}$  表示化学计量点时被滴定物质的浓度, 则一元弱酸碱能被准确滴定 ( $\Delta\text{pH} = 0.3, E_t \leq 0.2\%$ ) 的条件是  $\lg(c_{\text{sp}}K_t) \geq$ \_\_\_\_\_；金属离子 M 能用 EDTA 准确滴定 ( $\Delta\text{pM} = 0.2, E_t \leq 0.1\%$ ) 的条件是  $\lg(c_{\text{sp}}K'(\text{MY})) \geq$ \_\_\_\_\_。
7. 抗痛风药丙磺舒的结构式为:  $(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2)_2\text{N}-\text{SO}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{COOH}$   
 为准确测定原料药含量宜用\_\_\_\_\_；欲测定很稀溶液中丙磺舒含量宜用\_\_\_\_\_。(填 (1)、(2)、(3)、(4))  
 (1) 紫外可见吸光光度法      (2) 原子吸收光谱法      (3) 酸碱滴定法      (4) 铀量法
8. 在分析过程中,下列情况造成什么性质的误差(系统、随机或过失)?  
 (1) 在重量分析中沉淀溶解损失 \_\_\_\_\_  
 (2) 称量时读错砝码 \_\_\_\_\_  
 (3) 试剂中有少量干扰测定的离子 \_\_\_\_\_  
 (4) 滴定管读数小数点后第二位不确定 \_\_\_\_\_
9. 以下不同情况下使用 HCl 溶液,其纯度规格应是(填 A,B,C)  
 (1) 配制标准 HCl 溶液 \_\_\_\_\_  
 (2) 用以洗玻璃砂坩埚中  $\text{MnO}_2$  \_\_\_\_\_  
 (3) 光度法测定纯试剂中的微量铁 \_\_\_\_\_  
 (A) 工业纯      (B) 分析纯      (C) 优级纯
10. 1.0020,  $\text{pH}=10.35$  分别是\_\_\_\_\_, \_\_\_\_\_ 位有效数字。

三、计算题：(共 5 小题, 共 50 分)

1. (本题15 分) 用  $0.1000 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  NaOH 标准溶液滴定  $20.00 \text{ mL } 0.05000 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$   $\text{H}_2\text{SO}_4$  溶液, 试计算: (1) 滴定开始前溶液的 pH 值? (2) 滴定至化学计量点时溶液的 pH 值? 应选用何种指示剂? (3) 滴定至  $\text{pH}=7.0$  时的终点误差。(  $\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ p}K_a=2.0$  )

指示剂	甲基橙	甲基红	溴甲酚紫	酚红	酚酞
变色范围 (pH 值)	3.1-4.4	4.4-6.2	5.2-6.8	6.4-8.0	8.0-10.0
变色点	3.4	5.2	4.9	8.0	9.1
颜色变化	红-黄	红-黄	黄-紫	黄-红	无-红

2. (本题 8 分) 用原子吸收光谱法测定试液中的 Pb, 准确移取 50mL 试液 2 份。用铅空心阴极灯在波长 283.3nm 处, 测得一份试液的吸光度为 0.325。在另一份试液中加入浓度为 50.0 mg/L 铅标准溶液 300 $\mu$ L, 测得吸光度为 0.670。计算试液中铅的浓度 (mg/L) 为多少?

3. (本题 15 分) 用 0.020 mol/L EDTA 滴定 0.020 mol/L Pb<sup>2+</sup>和 0.20 mol/L Mg<sup>2+</sup>混合物中的 Pb<sup>2+</sup>。求 (1) 能否准确滴定 Pb<sup>2+</sup>; (2) 适宜的酸度范围; (3) 若在 pH = 5.0 进行滴定, 以二甲酚橙作指示剂, 终点误差为多少?

已知:  $\lg K_{PbY} = 18.04$ ,  $\lg K_{MgY} = 8.7$ ,  $K_{sp, Pb(OH)_2} = 10^{-14.93}$   $\lg K_{PbIn} = 18.04$

pH	4.0	4.1	4.2	4.3	4.4	4.5	4.6	4.7	4.8	4.9	5.0
$\lg \alpha_{Y(H)}$	8.44	8.24	8.04	7.84	7.64	7.44	7.24	7.04	6.84	6.65	6.45

4. (本题 12 分) 用碘量法测定某铜合金中铜的质量分数  $w(\text{Cu})/\%$ , 6 次测定结果如下: 60.60, 60.64, 60.58, 60.65, 60.57 和 60.32。(1) 用格鲁布斯法检验有无应舍弃的异常值 (显著水平 0.05); (2) 估计铜的质量分数范围 ( $p=95\%$ ); (3) 如果铜的质量分数标准值为 60.58%, 试问测定有无系统误差 (显著水平 0.05)?

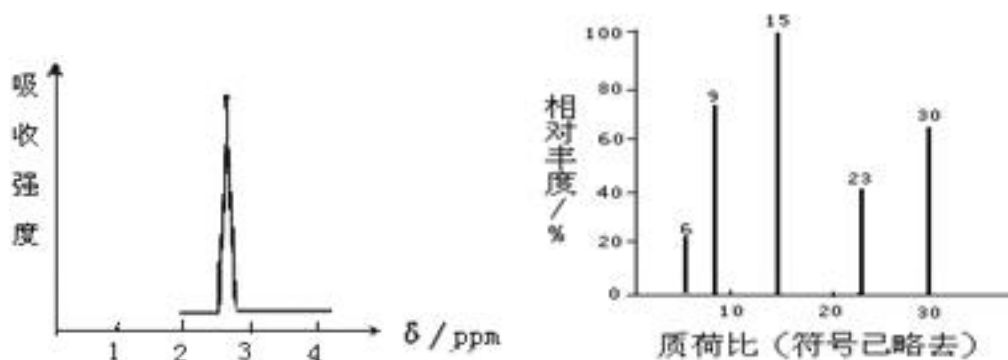
$n$	4	5	6
$T_{0.05}$	1.463	1.672	1.832
$f$	4	5	6
$t_{0.05}$	2.776	2.571	2.447

#### 四、问答题: (共 3 小题, 共 40 分)

1. (本题 15 分) 以下是滴定法测定全铁含量的实验方案: 准确称取铁矿石粉 1~1.5g 于 250mL 烧杯中, 用少量水润湿后, 加 20mL 浓 HCl, 盖上表面皿, 在通风柜中低温完全分解试样, 用少量水吹洗表面皿及烧杯内壁, 冷却后将溶液转移到 250mL 容量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀。移取样品溶液 25.00mL 于 250mL 锥形瓶中, 加 8mL 浓 HCl, 加热至接近沸腾, 加入 6 滴甲基橙, 趁热边摇动锥形瓶边慢慢滴加 100g·L<sup>-1</sup> SnCl<sub>2</sub> 溶液还原 Fe<sup>3+</sup>, 溶液由橙红色变为红色, 再慢慢滴加 50g·L<sup>-1</sup> SnCl<sub>2</sub> 至溶液变为淡粉色, 若摇动后粉色褪去, 说明 SnCl<sub>2</sub> 已过量, 可补加 1 滴甲基橙, 以除去稍微过量的 SnCl<sub>2</sub>。然后, 迅速用流水冷却, 加蒸馏水 50mL, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 混酸 20mL, 二苯胺磺酸钠 4 滴, 并立即用 K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> 标准溶液滴定至出现稳定的紫红色为终点, 平行测定三次。

请回答: (1) 用反应式表示加入 SnCl<sub>2</sub> 的作用, SnCl<sub>2</sub> 为何不能过量太多? (2) 说明加入甲基橙的作用。(3) 为何要加入 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 混合酸? 加后为何要立即滴定? (4) 二苯胺磺酸钠的氧化形与还原形分别是何种颜色? (5) 写出  $w(\text{Fe})$  的计算式及铁的含量。

2. (本题 15 分) 质谱、红外光谱、核磁共振等物理方法已成为研究有机物的的重要组成部分。试推测以下图谱对应化合物的结构, 并简单写出推导过程。



- (1) 下列物质中，其核磁共振氢谱中给出的峰值只有一个的是\_\_\_\_\_
- A.  $\text{CH}_3\text{CH}_3$     B.  $\text{CH}_3\text{COOH}$     C.  $\text{CH}_3\text{COOCH}_3$     D.  $\text{CH}_3\text{OCH}_3$
- (2) 化合物 A 和 B 的分子式都是  $\text{C}_2\text{H}_4\text{Br}_2$ , A 的核磁共振氢谱图如左图所示，则 A 的结构简式为\_\_\_\_\_，B 的结构简式为\_\_\_\_\_，请预测 B 的核磁共振氢谱上应该有\_\_\_\_\_个峰（信号）。
- (3) 化合物 C 中各原子数目比为： $\text{N}(\text{C}) : \text{N}(\text{H}) : \text{N}(\text{O}) = 1 : 2 : 1$ ，对化合物 C 进行质谱分析可得到右图所示的质谱图，可得出其分子式为\_\_\_\_\_。若对其进行红外光谱分析，可得出其官能团为\_\_\_\_\_（写名称）。确定化合物 C 的官能团时，你认为\_\_\_\_\_（填“有”或“没有”）必要进行红外光谱分析。写出化合物 C 与足量新制氢氧化铜反应的化学方程式：\_\_\_\_\_。
3. (本题 10 分) 什么是光谱分析法，它包括哪些主要方法？这些方法的异同点是什么？