

安徽师范大学

2016 年招收硕士研究生考题

科目名称: 分析化学(含仪器分析) 科目代码: 712

考生请注意: 答案必须写在答题纸上, 写在本考题纸上的无效!

(可使用不带存储功能的科学计算器)

一、选择题(每小题 2 分, 共 40 分)

1. 当对某一试样进行平行测定时, 若分析结果的精密度很好, 但准确度不好, 可能的原因是 ()
A. 操作过程中溶液严重溅失 B. 使用未校正过的容量仪器
C. 称样时某些记录有错误 D. 试样不均匀
2. 下列算式的结果应以几位有效数字报出: $\frac{0.1010(25.00 - 24.80)}{1.0000}$ ()
A. 五位 B. 四位 C. 三位 D. 二位
3. 今欲用 Na_3PO_4 与 HCl 来配制 $\text{pH} = 7.20$ 的缓冲溶液, 则 Na_3PO_4 与 HCl 物质的量之比 $n(\text{Na}_3\text{PO}_4) : n(\text{HCl})$ 应当是 (H_3PO_4 的 $\text{pK}_{\text{a}1} \sim \text{pK}_{\text{a}3}$ 分别是 2.12, 7.20, 12.36) ()
A. 1:1 B. 1:2 C. 2:3 D. 3:2
4. 用 EDTA 滴定 Mg^{2+} , 采用铬黑 T 为指示剂, 少量 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
5. 以某吸附指示剂 ($\text{pK}_{\text{a}} = 4.0$) 作银量法的指示剂, 测定的 pH 应控制在 ()
A. $\text{pH} < 4.0$ B. $\text{pH} > 4.0$ C. $\text{pH} > 10.0$ D. $4.0 < \text{pH} < 10.0$

考生请注意：答案必须写在答题纸上，写在本考题纸上的无效！

15. 电解时，由于超电位存在，要使阳离子在阴极上析出，其阴极电位要比可逆电极电位 ()
A. 更正 B. 更负 C. 两者相等 D. 无规律
16. 仪器分析与化学分析比较，其准确度一般 ()
A. 比化学分析高 B. 比化学分析低 C. 相差不大 D. 不能判断
17. 某离子选择电极对一价的 A 和 B 离子都有响应，但 a_B 100 倍于 a_A 时，B 离子提供的电位与 A 离子提供的相等，则 $K_{A,B}^{pot}$ 的值为 ()
A. 0.1 B. 0.01 C. 10 D. 100
18. 在气相色谱法中，调整保留值实际上反映了哪些部分分子间的相互作用 ()
A. 组分与载气 B. 组分与固定相 C. 组分与组分 D. 载气与固定相
19. 极谱定量测定的溶液浓度大于 10^{-2} mol/L 时，一定要定量稀释后，才能进行测定，是由于 ()
A. 滴汞电极面积较小 B. 浓溶液残余电流大
C. 溶液浓度低时，才能使电极表面浓度易趋于零
D. 浓溶液杂质干扰大
20. 用气相色谱法分析中药中某成分时，可用以下哪个参数作为定性的依据？ ()
A. 峰面积 B. 相对保留值 C. 死时间 D. 峰高

二、填空题（每空 1 分，共 30 分）

1. 请指出下列情况属于系统误差还是偶然误差：天平零点稍有变动_____；蒸馏水中含有微量杂质离子_____。
2. $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{ NH}_4\text{Ac}$ 溶液有关 NH_4^+ 的物料平衡式为_____，有关 Ac^- 的物料平衡式为_____；电荷平衡式为_____；质子平衡式为_____。
3. 在氧化还原滴定中，若用高锰酸钾法测定软锰矿，则一般用_____作为指示剂，可称其为_____指示剂；若采用间接碘量法测铜时，则选用_____作为指示剂，一般在_____时加入该指示剂。

考生请注意：答案必须写在答题纸上，写在本考题纸上的无效！

4. 银量法按所用指示剂的不同可分为_____、_____和法扬司法三种。
5. 在 EDTA 滴定中，溶液的 pH 越低，则 $\alpha_{Y(H)}$ 值越_____， K'_{MY} 值越_____，滴定的 pM' 突跃越_____，化学计量点的 pM' 值越_____。
6. 分子吸收红外辐射的条件为_____和_____。
7. 极谱分析是利用被测离子的_____电流建立的一种分析方法。迁移电流的消除可在底液中加入_____，残余电流可用_____解决，极大现象可加入_____来消除。
8. 电极的极化现象发生在有_____通过电极时，根据产生的原因不同，它可以分为_____和_____。
9. 气相色谱仪由_____、_____、_____、_____和_____五部分构成。

三、简答题（每小题 6 分，共 24 分）

1. 有两位学生使用相同的分析仪器标定某溶液的浓度 ($\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$)，结果如下：
甲：0.20, 0.20, 0.20 (相对平均偏差 0.00%)；
乙：0.2043, 0.2037, 0.2040 (相对平均偏差 0.1%)。
谁的准确度和精密度更高？为什么？
2. 用 NaOH 标准溶液滴定 FeCl_3 溶液中游离的 HCl 时， Fe^{3+} 将如何干扰？加入下列哪一种化合物 (EDTA, 三乙醇胺) 可以消除干扰？
3. 举出两种方法以测定 CaCO_3 试剂纯度。(要求写出试样的溶解，滴定主要条件：酸度、主要试剂、滴定剂、指示剂等。)
4. 荧光分析仪的第一、第二单色器各有何作用？其检测器为什么不放在光源-吸收池的直线上？

考生请注意：答案必须写在答题纸上，写在本考题纸上的无效！

四、计算题（第 1,2,4 小题每小题 12 分，第 3 小题 8 份，共 44 分）

1. 用 0.1000 mol/L HCl 滴定 20.00 mL 0.1000 mol/L NH_3 溶液 ($\text{p}K_b(\text{NH}_3)=4.74$)。

计算：(1) 滴定前溶液的 pH 值；

(2) 化学计量点时溶液的 pH 值；

(3) 滴定 pH 突跃范围；

(4) 选用何种指示剂？终点前后溶液颜色如何变化？

2. 浓度均为 0.0200 mol/L 的 Zn^{2+} 、 Cd^{2+} 混合溶液，加入过量的 KI 用以掩蔽 Cd^{2+} ，终点时 $[\text{I}^-]$ 为 1.0 mol/L，在 pH=5.0 时，以二甲酚橙作指示剂，用等浓度 EDTA 滴定其中的 Zn^{2+} ，计算终点误差？

已知：pH=5.0 时 $\lg\alpha_{\text{Y}(\text{H})}=6.45$ ， $\lg K'_{\text{Zn}(\text{XO})}=5.7$ ， $\lg K_{\text{ZnY}}=\lg K_{\text{CdY}}=16.5$ ，CdI 的 $\lg\beta_1\sim\lg\beta_4$ 分别为 2.10, 3.43, 4.95, 5.41。

3. 用原子吸收分光光度法测定某试样中 Pb^{2+} 的浓度，取 5.00 mL 未知 Pb^{2+} 试液，放入 50 mL 容量瓶中，稀释至刻度，测得吸光度为 0.275，另取 5.00 mL 未知液和 2.00 mL 5.0×10^{-5} mol/L 的 Pb^{2+} 标准溶液，也放入 50 mL 容量瓶中稀释至刻度，测得吸光度为 0.650，未知液中 Pb^{2+} 的浓度是多少？

4. 在一支长 4m 的填充柱上，空气的保留时间为 1 min，苯和环己烷的保留时间分别为 15min 和 18min，环己烷的半峰宽为 0.59min，为了能够实现完全分离 ($R=1.5$)，需要最短柱长是多少？

五、设计题（12 分）

请用提供的清单中的仪器和试剂来设计一实验方案完成如下的要求：

有一混合碱溶液，可能为 Na_2CO_3 、 NaHCO_3 或 NaOH 或者它们的混合物，现采用双指示剂法对其进行测定。请写出可行的实验步骤，并对该混合碱溶液的组成进行判断。（仪器和试剂清单：25.00 mL 移液管、酸式滴定管、锥形瓶、甲基橙指示剂、酚酞指示剂、0.1000 mol/L HCl 标准溶液、混合碱溶液。）