

2016 年硕士学位研究生入学考试试题

科目代码: 814

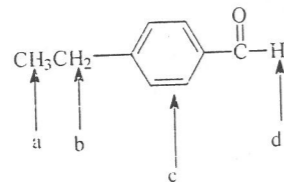
科目名称: 分析化学

满分: 150 分

注意: ①认真阅读答题纸上的注意事项; ②所有答案必须写在答题纸上, 写在本试题纸或草稿纸上均无效; ③本试题纸须随答题纸一起装入试题袋中交回!

一、单项选择题 (每题 2 分, 共 20 分)

- 分光光度法测定中, 如其它试剂对测定无干扰时, 一般常选用最大吸收波长作为测定波长, 这是由于 ( )。  
A、灵敏度最高 B、选择性最好 C、精密度最高 D、操作最方便
- 下列分子中不能产生红外吸收的是 ( )  
A、CO B、H<sub>2</sub>O C、SO<sub>2</sub> D、H<sub>2</sub>
- 某化合物的最大吸收位于 200-400 nm 之间, 对该光谱区应选用的光源为 ( )  
A、氘灯 B、能斯特灯 C、钨灯 D、空心阴极灯
- 一组测定数据中, 离散值的舍弃判断采用 ( )。  
A、F 检验法 B、t 检验法 C、G 检验法 D、直接舍弃
- 关于气相色谱柱温的说法正确的是 ( )  
A、柱温直接影响分离效能和分析速度  
B、柱温与固定液的最高使用温度无关  
C、采用较高柱温有利于提高分离度  
D、柱温应高于混合物的平均沸点
- 用离子选择性电极以标准加入法进行定量分析时, 应要求加入的标准溶液 ( )。  
A、体积要大, 浓度要高 B、体积要小, 浓度要低  
C、体积要大, 浓度要低 D、体积要小, 浓度要高
- 在 EDTA 配位滴定中, 可以不考虑的副反应是 ( )。  
A、EDTA 的酸效应 B、干扰金属离子影响  
C、M 的辅助配位效应 D、MY 的混合配位效应
- 在下列化合物中, 用字母标出的 4 种质子的化学位移值( $\delta$ ) 从大到小的顺序是 ( )



- 是 ( )  
A、dcba B、abcd C、dbca D、adbc
- 气相色谱中不能被氢火焰检测器检测的组分是 ( )。  
A、CO B、烯烃 C、烷烃 D、醇系物
  - 氧化还原反应进行的程度与 ( ) 有关。  
A、温度 B、催化剂 C、电极电位 D、指示剂

二、填空题 (每空 1 分, 共 25 分)

- 当置信度保持不变时, 增加测定次数, 置信区间\_\_\_\_\_。
- 比较 C=C 和 C=O 键的伸缩振动, 谱带强度更大者是\_\_\_\_\_。
- 原子吸收光谱中以峰值吸收代替积分吸收, 前提条件是使用\_\_\_\_\_。
- 65.6451 修约为四位有效数字是\_\_\_\_\_, 下列数据有效数字的位数是:  $3.60 \times 10^{-5}$  \_\_\_\_\_ 位;  $\text{pH}=12.85$  \_\_\_\_\_ 位。
- 在气相色谱中, 为了改善宽沸程样品的分离, 常采用\_\_\_\_\_的方法; 液相色谱中, 为了改善极性范围较宽样品的分离, 常采用\_\_\_\_\_的方法。
- 在一定的测量温度下, 采用非极性固定液的气相色谱法分离有机化合物, \_\_\_\_\_的组分先流出色谱柱; 反相液相色谱中, 先流出色谱柱的是极性\_\_\_\_\_的组分。
- 配位滴定中  $\text{Fe}^{3+}$ 、 $\text{Al}^{3+}$  与铬黑 T 形成的配合物稳定常数很大, 会对铬黑 T 产生\_\_\_\_\_作用, 常用\_\_\_\_\_试剂消除。
- 原子吸收光谱的 Lorentz 变宽是由于\_\_\_\_\_; Doppler 变宽是由于\_\_\_\_\_。
- 吸光度测量条件的选择主要考虑参比溶液、\_\_\_\_\_和\_\_\_\_\_三个方面。
- 某一 NaOH 和  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  的混合溶液, 用 HCl 作滴定剂, “双指示剂法”滴定,  $V_1$  和  $V_2$  的关系是\_\_\_\_\_; 若换成  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  和  $\text{NaHCO}_3$  的混合溶液, 则  $V_1$  和  $V_2$  的关系是\_\_\_\_\_。
- 色谱分析中选择固定液的原则是\_\_\_\_\_。
- 某酸碱指示剂的离解常数  $K_{In}=1.0 \times 10^{-5}$ , 此指示剂的变色范围为\_\_\_\_\_; 用草酸标定 NaOH 是否可以用该指示剂? \_\_\_\_\_
- 只有具有\_\_\_\_\_的原子核才会产生核磁共振效应; 如果不同的质子  $\text{H}_a$ 、 $\text{H}_b$  和  $\text{H}_c$ , 其屏蔽常数大小顺序为  $\sigma_a > \sigma_b > \sigma_c$ , 当这三个质子共振时, 所需外加磁场强度由大到小的顺序是\_\_\_\_\_。
- 液相色谱中, 提高色谱柱效率最有效的途径主要有\_\_\_\_\_和\_\_\_\_\_。

三、简答题 (共 35 分)

- (5 分) 滴定分析中的基准物质必须具备哪些条件?
- (6 分) 傅立叶变换红外光谱仪与色散型红外光谱仪在原理和仪器上的主要区别是什么?
- (6 分) 紫外-可见分光光度法中, 引起偏离 Lambert-Beer 定律的因素主要有哪些?
- (6 分) 写出浓度为 c 的  $\text{Na}_2\text{S}$  溶液的质子条件、物料平衡和电荷平衡。
- (6 分) 在核磁共振波谱中, 影响化学位移的因素主要有哪些?
- (6 分) 在配位滴定中为什么要控制适当的酸度?

四、 计算题 (每题 10 分, 共 50 分)

- 1、 分别计算 EDTA 滴定  $0.01 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  的  $\text{Cu}^{2+}$  和  $0.01 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  的  $\text{Zn}^{2+}$  的最低 pH。  
已知:  $\lg K_{\text{CuY}}=18.7$ ,  $\lg K_{\text{ZnY}}=16.4$ 。

不同 pH 下 EDTA 的  $\lg\alpha_{\text{Y(H)}}$  值

pH	1	2	3	4	5	6	7
$\lg\alpha_{\text{Y(H)}}$	17.13	13.51	10.63	8.44	6.45	4.56	3.32

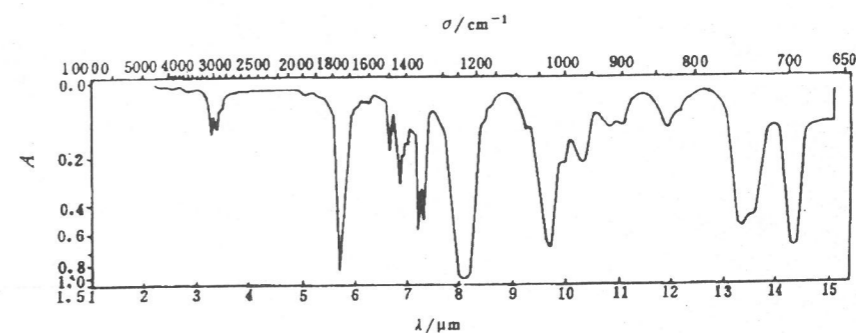
- 2、 称取纯度为 95.5% 的某吸光物质 0.0500g 溶解后定容至 500 mL, 从中移取 2.00 mL 显色后定容至 50 mL, 于最大吸收波长处用 2 cm 吸收池测得透光率为 0.355。(该吸光物质在最大吸收波长处的  $\epsilon=1.50\times 10^4$ )  
求 (1) 该吸光物质的摩尔质量; (2) 若光度计的透光率读数绝对误差  $\Delta T$  为  $\pm 0.005$ , 可能引起的浓度测量相对误差为多少?
- 3、  $25^\circ\text{C}$  时, 下列电池的电动势为 0.672 V (忽略液接电位), 请计算弱酸 HA 的解离常数。饱和甘汞电极 (SCE) 的电极电位为 0.2438 V, 标准氢电极电位为 0.000 V。



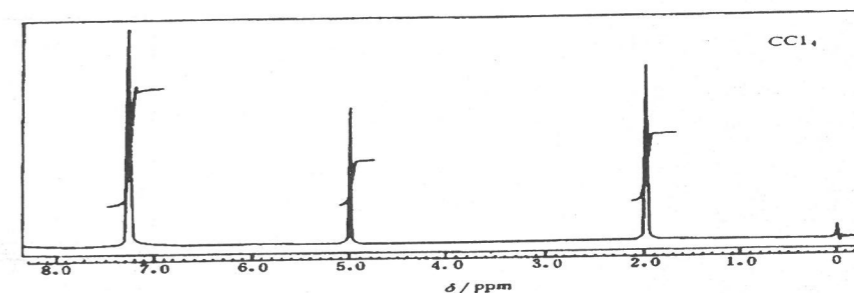
- 4、 用一根 1m 长的色谱柱将组分 A、B 分离, 实验结果如下:  
空气保留时间 1.10 min      A 峰保留时间 5.80 min  
B 峰保留时间 6.60 min      A、B 峰底宽分别为 0.78 min 和 0.82 min  
求: (1) 组分 B 相对于 A 的相对保留值; (2) 该色谱柱对于组分 A 的有效塔板数和有效塔板高度; (3) 两峰的分度度 R; (4) 若将两峰完全分离, 柱长应该是多少?
- 5、 称取未知一元弱酸 HA 试样 1.600g, 溶解稀释至 60.00 mL。用  $0.2500 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  NaOH 作电位滴定, 已知中和一半时, 溶液 pH=5.00; 中和到计量点时, pH=9.00, 求 HA 的质量百分数 (%)。(已知 HA 的分子量 82.00)

五、 谱图解析题 (每题 10 分, 共 20 分)

- 1、 某未知物的分子式为  $\text{C}_9\text{H}_{10}\text{O}_2$ , 红外、核磁如下图所示。  
(1) 计算该化合物的不饱和度;  
(2) 说明红外部分特征峰以及核磁各峰的归属;  
(3) 推断该化合物的结构。



化合物  $\text{C}_9\text{H}_{10}\text{O}_2$  的红外光谱图



化合物  $\text{C}_9\text{H}_{10}\text{O}_2$  的核磁共振谱

- 2、 以下为分子式为  $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}$  化合物的红外和核磁氢谱图。  
(1) 计算该化合物的不饱和度;  
(2) 说明红外  $<3000 \text{ cm}^{-1}$ ,  $1700 \text{ cm}^{-1}$  以及核磁化学位移分别为 1.1 和 2.2 两峰的归属;  
(3) 推断该化合物的结构。

