

高等仪器分析复习题 (一)

一、选择题

- 1、光量子的能量正比于光的 ()
A 频率 B 波长 C 传播速度 D 周期
- 2、确定化学电池“阴、阳”电极的根据是 ()
A 电极电位的高低 B 电极反应的性质 C 离子的浓度 D 温度
- 3、原子吸收的定量分析方法——标准加入法，能消除下列那种干扰 ()
A 分子吸收 B 背景吸收 C 光散射 D 基体干扰
- 4、在测量分子荧光强度时，要在与入射光成直角的方向上测量，这是由于 ()
A 荧光是向各个方向发射的，为了减少透射光的影响 B 荧光强度比透射光强度大
C 荧光强度比透射光强度小 D 荧光波长比入射光波长长
- 5、色谱柱的柱效率可以用下列何者表示 ()
A 分配系数 B 保留值 C 载气流量 D 理论塔板数
- 6、色谱分析时，当样品中各组分不能全部出峰或在多组分中只需要定量其中某几个组分时，可选用 ()
A 归一化法 B 外标法 C 内标法 D 标准加入法
- 7、在液相色谱中，通用型的检测器是 ()
A 紫外光度检测器 B 荧光检测器 C 热导检测器 D 示差折光检测器
- 8、在色谱分析中，定量的参数是 ()
A 保留时间 B 相对保留值 C 半峰宽 D 峰面积
- 9、荧光素有强烈荧光，而酚酞的荧光很弱，荧光素比酚酞强的主要原因是结构 ()
A Π 电子共轭 B 刚性共平面 C 取代基 D $n \rightarrow \Pi$ 共轭
- 10、荧光光谱分析中主要光谱干扰是 ()
A 激发光 B 磷光 C 溶剂产生的拉曼散射光 D 激光
- 11、在分光光度法测定中，如果显色剂有色，应选用下列那一种作为参比溶液 ()
A 溶液空白 B 试剂空白 C 试样空白 D 不显色空白
- 12、原子吸收光谱线的热展宽是由下述那种原因产生的 ()
A 外部电场对原子的影响 B 原子的热运动 C 原子与其它粒子的碰撞 D 原子与同类原子的碰撞

二、填充题

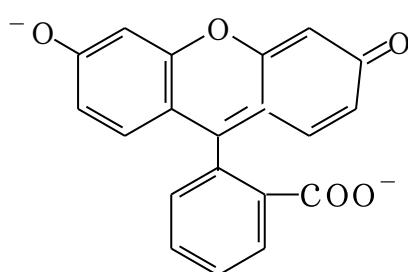
- 1、某种溶液在 254 纳米处的透光率 $T=20\%$ ，则其吸光度为_____。
- 2、运用朗伯-比尔定律的条件是_____、_____。
- 3、在原子吸收分析中，原子化系统的作用是将样品中_____。原子化的方法有_____和_____。
- 4、一种物质能否产生荧光必须具备两个条件。一是_____，二是_____。
- 5、最早使用的离子选择性电极是_____，离子选择性电极测定的是离子的____，而不是离子的____。

- 6、色谱分析中，混合物之能否分离，取决于仪器的_____部分，分离后的组分之能否准确检测出来取决于_____部分。
- 7、气相色谱检测器根据检测原理不同可分为二大类型，即_____和_____. 常用的检测器有_____、_____、_____、_____四种。
- 8、写出范·第姆特方程_____ 根据范氏方程影响色谱柱效的因素主要有三项，它们是_____、_____、_____。
- 9、请写出分子荧光法的定量关系公式_____ 及公式的前提条件是_____。
- 10、原子吸收光谱中对锐线光源的要求是：_____、_____。
- 11、在紫外可见分光光计中，光源有_____、_____. 紫外可见分光光度计由_____、_____、_____、_____、_____五大部分构成。

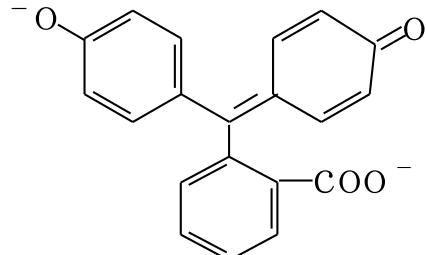
三、简答题

1、为什么氟苯、氯苯、溴苯和碘苯的 ϕ_f 分别为：0.16, 0.05, 0.01 和零？

2、为什么荧光素是强荧光物质而酚酞为非荧光物质？



荧光素



酚酞

3、什么是物质的激发光谱和荧光光谱？它们之间有什么关系？

4、气相色谱中对载体和固定液的要求分别是什么？

5、何谓催化光度分析法中的指示反应和指示物质？指示反应具有哪些特点？

四、计算题

1、 每升含有双硫腙 2.0 毫克的氯仿溶液，盛于 2 厘米吸收池中，在波长 610 纳米处测得透光率为 14%，求此溶液的摩尔吸光系数。（双硫腙摩尔质量为 256）

2、 高锰酸钾在 520 纳米时的摩尔吸光系数为 2235，在此波长下用 2 厘米吸收池测量浓度为 0.01mg/ml 的 $KMnO_4$ 溶液，它的吸光度为多少？透光率为多少？（ $KMnO_4$ 的摩尔质量为 158.03）

高等仪器分析复习题 (二)

一、选择题

- 1、波长为 500 纳米的绿色光，其能量 ()
A 比紫外光小 B 比红外光小 C 比微波小 D 比无线电波小 E 比 X 射线大
- 2、原子吸收分析中光源的作用是 ()
A 提供试样蒸发和激发所需的能量 B 在广泛的光谱区域内发射连续光谱
C 发射待测元素基态原子所吸收的特征共振辐射 D 产生紫外光 E 产生具有足够强度的散射光
- 3、确定化学电池“阴、阳”电极的依据是 ()
A 电极电位的高低 B 电极反应的性质 C 电极反应的时间 D 离子浓度 E 温度
- 4、在原子吸收光谱法中，当吸收为 1% 时，其吸光度应为 ()
A -2 B 2 C 0.047 D 0.01 E 0.0044
- 5、pH 玻璃电极膜电位的产生是由于 ()
A H^+ 离子透过玻璃膜 B 电子的得失 C H^+ 离子得到电子 D Na^+ 离子得到电子
E 溶液中 H^+ 离子和玻璃膜水层中 H^+ 离子的交换作用
- 6、在气相色谱法中，定量的参数是 ()
A 保留时间 B 相对保留值 C 半峰宽 D 峰面积 E 死时间
- 7、固定液的选择性可用下列哪个来衡量 ()
A 保留值 B 分离度 C 分配系数 D 相对保留值 E 理论塔板数
- 8、在液相色谱中，在整个传质过程中，起主要作用的是 ()
A 移动流动相传质阻力 B 固定相传质阻力 C 气相传质阻力 D 滞留流动相传质阻力 E 以上都不是
- 9、原子吸收的定量分析方法——标准加入法，能消除下列那种干扰 ()
A 分子吸收 B 背景吸收 C 光散射 D 基体干扰
- 10、在分光光度法测定中，如果显色剂有色，应选用下列那一种作为参比溶液 ()
A 溶液空白 B 试剂空白 C 试样空白 D 不显色空白
- 所谓真空紫外区，所指的波长范围是 ()
(A) 200—400nm (B) 400—800nm
(C) 1000nm (D) 10—200nm
- 11、为了消除火焰原子化器中待测元素的发光干扰，应采取的措施是 ()
(A) 直流放大 (B) 交流放大
(C) 扣除背景 (D) 数字显示
- 12、在 310nm 时，如果溶液的百分透光率是 90%，在这一波长时的吸收值是()
(A) 1 (B) 0.1 (C) 0.9 (D) 0.05

二、填充题

- 1、某种溶液在 254 纳米处的透光率 $T=30\%$ ，则其吸光度为_____。
- 2、运用朗伯-比尔定律的条件是_____、_____。
- 3、在原子吸收分析中，原子化系统的作用是将样品中_____。原子化方法有和_____。
- 4、空心阴极灯的作用是_____。
- 5、在气相色谱分析中，被测组分分子与固定液分子之间的作用力有_____，_____，_____和_____等四种。
- 6、一种物质能否产生荧光必须具备两个条件。一是_____，二是_____。
- 7、最早使用的离子选择性电极是_____，离子选择性电极测定的是离子的_____，而不是离子的_____。
- 8、色谱分析中，混合物之能否分离，取决于仪器的_____部分，分离后的组分之能否准确检测出来取决于_____部。
- 9、气相色谱检测器根据检测原理不同可分为二大类型，即_____和_____。常用的检测器有_____、_____、_____、_____四种。
- 10、写出范·第姆特方程_____。根据范氏方程，影响色谱柱效的因素主要有三项，它们是_____、_____、_____。
- 11、在聚丙烯酰胺凝胶电泳中，是通过_____、_____、和_____等三种效应进行分离的。
- 12、用氯离子选择电极测定时，加入总离子强度缓冲剂的作用是_____、_____、_____。

三、计算题

- 1、在某一柱上分离一样品，得以下数据。组分 A、B 及非滞留组分 C 的保留时间分别为 2、5 和 1min。
问：(1) B 停留在固定相中的时间是 A 的几倍?
(2) B 的分配系数是 A 的几倍?
(3) 当柱长增加一倍，峰宽增加多少倍?
- 2、25℃时，下列电池中，用 pH=6.86 的标准缓冲溶液，测得电池电动势为 0.378 伏特，用待测 pH 溶液代替缓冲溶液，又测得电池电动势为 0.434 伏特，求待测的溶液 pH 值。

3、测定水试样中 Mg 的含量，移取水样 20.00mL 置于 50mL 容量瓶中，加入 HCl 酸化后，冲至刻度，选择原子吸收光谱法最佳条件测得其吸光度为 0.200。若另取 20.00mL 水样于 50mL 容量瓶中，再加入含 Mg^{2+} 为 $2.00\mu g/mL$ 的标准溶液 1.00mL，并用 HCl 酸化后，冲至刻度，在同样条件下，测得吸光度为 0.225，试求水样中含镁量 (mg/L)。

四、问答题

1、何谓动力学分析法？何谓平衡法？它们之间的主要区别及其特点是什么？？

2、何谓助色团与生色团？试举例说明。

3、简述双波长分光光度法的原理及特点。

4、气相色谱仪由几个主要部分组成？其工作过程如何？

5、何谓正相分配色谱？何谓反相分配色谱？它们各适于分离何种化合物？

高等仪器分析复习题（三）

一、选择题

- 1、在测量分子荧光强度时，要在与入射光成直角的方向上测量，这是由于（ ）
A 荧光是向各个方向发射的，为了减少透射光的影响 B 荧光强度比透射光强度大
C 荧光强度比透射光强度小 D 荧光波长比入射光波长长 E 为了测量方便
- 2、色谱柱的柱效率可以用下列何者表示 ()
A 分配系数 B 保留值 C 载气流量 D 理论塔板数 E 峰面积
- 3、色谱分析时，当样品中各组分不能全部出峰或在多组分中只需要定量其中某几个组分时，可选用（ ）
A 归一化法 B 外标法 C 内标法 D 标准加入法 E 标准曲线法
- 4、在液相色谱中，通用型的检测器是 ()
A 紫外光度检测器 B 荧光检测器 C 热导检测器 D 示差折光检测器 E 电化学检测器
- 5、在色谱分析中，定性的参数是 ()
A 保留时间 B 相对保留值 C 半峰宽 D 峰面积 E 塔板数
- 6、所谓荧光，即某些物质经入射光（通常是紫外光）照射后，吸收了入射光的能量，从而辐射出比入射光（ ）
A 波长长的光线 B 波长短的光线 C 能量小的光线 D 频率低的光线 E 频率高的光线
- 7、吸光系数的值越大，表明有色溶液对光 ()
A 吸收越少 B 越容易吸收 C 测定的灵敏度越低 D 测定的灵敏度越高 E 完全不吸收
- 8、液相色谱法中使用的流动相必须符合下列条件 ()
A 纯度要高 B 与样品及固定相不发生化学反应
C 能溶解固定相 D 能溶解样品中各组分 E 粘度小，容易流动，缩短分析时间
- 9、在气相色谱中，定性方法有 ()
A 归一化法 B 与纯物质对比 C 内标法 D 加入纯物质增加峰高 E 外标法
- 10、玻璃电极需预先用蒸馏水浸泡的主要目的主要是 ()
A 形成性质比较稳定的水化层 B 降低不对称电位，使之恒定 C 使电极对氢离子有稳定的响应
D 防止玻璃膜损坏 E 便于电极的更换
- 11、波长为 500 纳米的绿色光，其能量 ()
A 比紫外光小 B 比红外光小 C 比微波小 D 比无线电波小
- 12、原子吸收分析中光源的作用是 ()
A 提供试样蒸发和激发所需的能量 B 在广泛的光谱区域内发射连续光谱
C 发射待测元素基态原子所吸收的特征共振辐射 D 产生紫外光
- 13、用实验方法测定某金属络合物的摩尔吸收系数 ϵ ，测定值的大小决定于（ ）

- (A) 络合物的浓度 (B) 络合物的性质
(C) 比色皿的厚度 (D) 入射光强度
- 14、在紫外-可见光度分析中极性溶剂会使被测物吸收峰----- ()
- 15、(A) 精细结构消失 (B) 精细结构更明显 (C) 位移 (D) 分裂

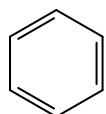
二、填充题

- 1、某种溶液在 354 纳米处的透光率 $T=20\%$ ，则其吸光度为_____。
- 2、在分光光度计中，常因波长范围不同而选用不同的检测器，下列两种检测器各适用于哪个光区？红敏光电管_____，蓝敏光电管_____。
- 3、在原子吸收分析中，原子化系统的作用是将样品中_____。原子化的方法有和_____。
- 4 (本题 2 分) _____ 和 _____ 辐射可使原子外层电子发生跃迁。
5. (本题 2 分) pH 玻璃电极在使用前必须用_____ 浸泡。
6. 火焰原子吸收法中，特征浓度的计算公式是-_____ 单位是_____。
7. 紫外吸收法的光源采用_____，荧光分析法的光源采用_____。
5. 荧光发射光谱与荧光激发光谱呈_____ 关系。
8. 荧光分光光度计采用_____ 和 _____ 两个单色器。
- 9、一种物质能否产生荧光必须具备两个条件。一是_____，二是_____。
- 10、电位法测定溶液 pH 值的理论根是_____，测量时，pH 玻璃电极作为电池的____极，饱和甘汞电极作为电池的____极。
- 11、色谱分析中，混合物之能否分离，取决于仪器的____部分，分离后的组分之能否准确检测出来取决于_____部分。
- 12、气相色谱检测器根据检测原理不同可分为二大类型，即____ 和____。常用的检测器有____、____、____、____四种。
- 13、用氯离子选择电极测定时，加入总离子强度缓冲剂的作用是____、____、____。
- 14、原子吸收光谱法对光源的要求是_____、_____。

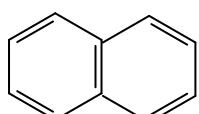
三、简答题

- 1、为什么苯胺和苯酚的荧光比苯强 50 倍？

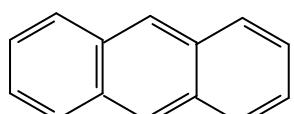
2、为什么苯、萘、蒽（菲）的荧光量子效率分别为 0.11、0.29 和 0.46？



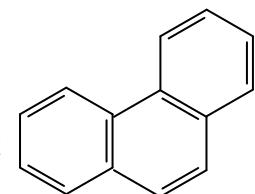
苯



萘



蒽



菲

3、一个化学反应要成为化学发光反应必须满足哪些基本要求？

4、简要阐述三波长分光光度法原理及测定方法。

5、请将本课程学过的各种仪器分析法按所测量的物理化学性质的不同进行分类，并说明仪器分析法较化学分析法具有哪些特点？

四、计算题

1、某钢样含镍约 0.12%，用丁二酮肟分光光度法（摩尔吸光系数为 2235）测定。若试样溶解后转入 100 毫升容量瓶中，加水稀至刻度，在波长 407 纳米处用 1 厘米吸收池测量，希望此时测量误差最小，应称取试样多少克？（镍摩尔质量为 58.69）

3、某一色谱柱长为 2m，测得空气峰的保留时间为 30s，某组分的保留时间性 $t_R=270s$ ，测得该组分的峰宽 $w=8mm$ ，已知记录纸走纸速度为 20mm/min，求理论塔板高度（H）及有效塔板数（ n_{eff} ）。

高等仪器分析复习题(四)

一、选择题

- i. 电子能级间隔越小，跃迁时吸收光子的———()
(1) 能量越大 (2) 波长越长 (3) 波数越大 (4) 频率越高
2. 原子吸收分析对光源进行调制，主要是为了消除———()
(1) 光源透射光的干扰 (2) 原子化器火焰的干扰
(3) 背景干扰 (4) 物理干扰
3. 在原子吸收分析中，过大的灯电流除了产生光谱干扰外，还使发射共振线的谱线轮廓变宽。这种变宽属于———()
(1) 自然变宽 (2) 压力变宽 (3) 场致变宽 (4) 多普勒变宽(热变宽)
4. 甲烷分子振动自由度是———()
(1) 5 (2) 6 (3) 9 (4) 10
5. 试比较同一周期内下列情况的伸缩振动(不考虑费米共振与生成氢键)产生的红外吸收峰强度最大的是———()
(1) C—H (2) N—H (3) O—H (4) F—H
6. 氟化镧单晶膜氟离子选择电极的膜电位的产生是由于———()
(1) 氟离子在晶体膜表面氧化而传递电子
(2) 氟离子进入晶体膜表面的晶格缺陷而形成双电层结构
(3) 氟离子穿透晶体膜而使膜内外氟离子产生浓度差而形成双电层结构
(4) 氟离子在晶体膜表面进行离子交换和扩散而形成双电层结构
7. 一般气相色谱法适用于———()
(1) 任何气体的测定 (2) 任何有机和无机化合物的分离、测定
(3) 无腐蚀性气体与在气化温度下可以气化的液体的分离与测定
(4) 任何无腐蚀性气体与易挥发的液体、固体的分离与鉴定
8. 气相色谱中，用静电力、诱导力、色散力、氢键作用力四种力来说明———()
(1) 被测分子间的作用力
(2) 被测分子与流动相分子间的作用力
(3) 被测分子与固定液分子间的作用力
(4) 流动相分子与固定液分子间的作用力
9. 应用 GC 法来检测啤酒中微量硫化物的含量，宜选用那种检测器———()
(1) 热导池检测器 (2) 氢火焰离子化检测器
(3) 电子捕获检测器 (4) 火焰光度检测器

10. 利用气相色谱来测定某有机混合物，已知各组分在色谱条件下均可出峰，那么定量分析各组分含量时应采用----- ()
- (1) 外标法 (2) 内标法 (3) 归一化法 (4) 工作曲线法
11. 在液相色谱中，某组分的保留值大小实际反映了哪些部分的分子间作用力--- ()
- (1) 组分与流动相 (2) 组分与固定相 (3) 组分与流动相和固定相 (4) 组分与组分
- 12 在原子吸收分析中，如灯中有连续背景发射，宜采用----- ()
- (1) 减小狭缝
(2) 用纯度较高的单元素灯
(3) 另选测定波长
(4) 用化学方法分离
13. 某化合物的摩尔浓度为 1.0×10^{-5} mol/L，在 $\lambda_{\max} = 380$ nm 时，有 50% 的透光率，用 1.0 cm 吸收池，则在该波长处的摩尔吸光系数 ϵ_{\max} 为 ()
- (1) 5.0×10^4
(2) 2.5×10^4
(3) 1.5×10^4
(4) 3.0×10^4
14. (本题 2 分)
原子吸收线的劳伦茨变宽是基于----- ()
- (1) 原子的热运动 (2) 原子与其它种类气体粒子的碰撞
(3) 原子与同类气体粒子的碰撞 (4) 外部电场对原子的影响
15. (本题 2 分)
指出下列哪种因素对朗伯—比耳定律不产生偏差----()
- (1) 溶质的离解作用 (2) 杂散光进入检测器
(3) 溶液的折射指数增加 (4) 改变吸收光程长度
16. (本题 2 分)
苯分子的振动自由度为----- ()
- (1) 18 (2) 12 (3) 30 (4) 31
17. (本题 2 分)
离子选择电极的电位选择性系数可用于----- ()
- (1) 估计电极的检测限 (2) 估计共存离子的干扰程度
(3) 校正方法误差 (4) 计算电极的响应斜率
18. 在下面四个电磁辐射区域中，能量最大者是----- ()
- (1) X 射线区 (2) 红外区 (3) 无线电波区 (4) 可见光区

19. 在原子吸收分光光度计中，目前常用的光源是-----（ ）
(1) 火焰 (2) 空心阴极灯 (3) 氖灯 (4) 交流电弧
20. 采用调制的空心阴极灯主要是为了-----（ ）
(1) 延长灯寿命 (2) 克服火焰中的干扰谱线
(3) 防止光源谱线变宽 (4) 扣除背景吸收
21. 原子化器的主要作用是-----（ ）
(1) 将样品中待测元素转化为基态原子 (2) 将样品中待测元素转化为激发态原子
(3) 将样品中待测元素转化为中性分子 (4) 将样品中待测元素转化为离子
22. 以下四种气体不吸收红外光的是-----（ ）
(1) H₂O (2) CO₂ (3) HCl (4) N₂
23. 试比较同一周期内下列情况的伸缩振动（不考虑费米共振与生成氢键）产生的红外吸收峰强度最大的是-----（ ）
(1) C—H (2) N—H (3) O—H (4) F—H
24. 双光束分光光度计与单光束分光光度计相比，其突出优点是---()
(1) 可以扩大波长的应用范围 (2) 可以采用快速响应的检测系统
(3) 可以抵消吸收池所带来的误差 (4) 可以抵消因光源的变化而产生的误差
25. 某物质能吸收红外光波，产生红外吸收谱图，那么其分子结构必然是- ()
(1) 具有不饱和键 (2) 具有共轭体系
(3) 发生偶极矩的净变化 (4) 具有对称性
26. 红外光谱法，样品状态可以是-----（ ）
(1) 气体状态 (2) 固体状态 (3) 固体、液体状态 (4) 气体、液体、固体状态都可以
27. 玻璃膜钠离子选择电极对钾离子的电位选择性系数为 0.002，这意味着电极对钠离子的敏感为钾离子的倍数是-----（ ）
(1) 0.002 倍 (2) 500 倍 (3) 2000 倍 (4) 5000 倍
28. 由原子无规则的热运动所产生的谱线变宽称为-----（ ）
(1) 自然变宽 (2) 斯塔克变宽 (3) 劳伦茨变宽 (4) 多普勒变宽
29. 原子吸收光谱是-----（ ）
(1) 分子的振动、转动能级跃迁时对光的选择吸收产生的
(2) 基态原子吸收了特征辐射跃迁到激发态后又回到基态时所产生的
(3) 分子的电子吸收特征辐射后跃迁到激发态所产生的
(4) 基态原子吸收特征辐射后跃迁到激发态所产生的
30. 红外光谱仪光源使用-----（ ）
(1) 空心阴极灯 (2) 能斯特灯 (3) 氖灯 (4) 碘钨灯

31. 对于具有宽沸程组分的样品，为了保证分离度和缩短分析时间，色谱柱柱温的升温速度应采用()
(1) 快速升温 (2) 慢速升温 (3) 程序升温 (4) 控制在某一固定温度
32. 测定有机溶剂中的微量水，下列四种检测器宜采用----- ()
(1) 热导检测器 (2) 氢火焰离子化检测器
(3) 电子捕获检测器 (4) 碱火焰离子化检测器
33. 塔板理论不能用于----- ()
(1) 塔板数计算 (2) 塔板高度计算 (3) 解释色谱流出曲线的形状
(4) 解释色谱流出曲线的宽度与哪些因素有关
34. 对于含 N 个原子的非线性分子，其红外谱----- ()
(1) 有 $3N-6$ 个基频峰 (2) 有 $3N-6$ 个吸收峰
(3) 有少于或等于 $3N-6$ 个基频峰 (4) 有少于或等于 $3N-6$ 个吸收峰
35. pH 玻璃电极产生的不对称电位来源于----- ()
(1) 内外玻璃膜表面特性不同 (2) 内外溶液中 H^+ 浓度不同
(3) 内外溶液的 H^+ 活度系数不同 (4) 内外参比电极不一样
36. 在气相色谱分析中，用于定性分析的参数是----- ()
(1) 保留值 (2) 峰面积 (3) 分离度 (4) 半峰宽
37. 气相色谱分析影响组分之间分离程度的最大因素是----- ()
(1) 进样量 (2) 柱温 (3) 载体粒度 (4) 气化室温度
38. 在色谱流出曲线上，两峰间距离决定于相应两组分在两相间的----- ()
(1) 保留值 (2) 分配系数 (3) 扩散速度 (4) 传质速率
39. 在液相色谱中，范氏方程中的哪一项对柱效能的影响可以忽略不计? ----- ()
(1) 涡流扩散项 (2) 分子扩散项 (3) 固定相传质阻力项 (4) 流动相中的传质阻力
40. 空心阴极灯中对发射线半宽度影响最大的因素是----- ()
(1) 阴极材料 (2) 阳极材料 (3) 内充气体 (4) 灯电流
41. 频率 $\nu = 10^{15} \text{ Hz}$ 属于下列哪一种光谱区----- ()
(已知：光速 $c = 3.0 \times 10^{10} \text{ cm/s}$)
(1) 红外区 (2) 可见区 (3) 紫外区 (4) 微波区
42. 红外吸收光谱的产生是由于----- ()
(1) 分子外层电子、振动、转动能级的跃迁
(2) 原子外层电子、振动、转动能级的跃迁
(3) 分子振动—转动能级的跃迁
(4) 分子外层电子的能级跃迁
43. 分析挥发性宽沸程样品时，采用下列哪种方法----- ()

- (1) 离子交换色谱法 (2) 空间排阻色谱法
(3) 梯度洗脱液相色谱法 (4) 程序升温气相色谱法
44. 在气—液色谱法中，首先流出色谱柱的组分是----- ()
(1) 吸附能力小 (2) 吸附能力大 (3) 溶解能力大 (4) 溶解能力小
45. 在气相色谱分析中，色谱流出曲线的宽度与色谱过程的哪些因素无关?----- ()
(1) 热力学因素 (2) 色谱柱长度 (3) 动力学因素 (4) 热力学和动力学因素
46. 在原子吸收分析中，采用标准加入法可以消除----- ()
(1) 基体效应的影响 (2) 光谱背景的影响
(3) 其它谱线的干扰 (4) 电离效应
47. 在紫外—可见光度分析中极性溶剂会使被测物吸收峰----- ()
(1) 消失 (2) 精细结构更明显 (3) 位移 (4) 分裂
48. 在原子吸收光谱分析中，若组分较复杂且被测组分含量较低时，为了简便准确地进行分析，最好选择何种方法进行分析？----- ()
(1) 工作曲线法 (2) 内标法 (3) 标准加入法 (4) 间接加入法
49. 利用选择性系数可以估计干扰离子带来的误差，若 $K_{ij} = 0.05$ ，干扰离子的浓度为 0.1 mol/L ，被测离子的浓度为 0.2 mol/L ，其百分误差为 (i, j 均为一价离子) ----- ()
(1) 2.5 (2) 5 (3) 10 (4) 20
- ## 二、填充题
- 在石墨炉原子化器中，试液首先在其中低温干燥，然后升温分解（灰化），最后生成原子蒸气。
 - 朗伯—比尔定律的正确表述是当一束单色光通过含有吸光物质的溶液后，溶液的吸光度与吸光物质浓度及吸收层厚度成正比。
 - 红外光谱图上吸收峰数目有时比计算出的基本振动数目多，原因是可能存在倍频，和频和差频吸收峰，所以可能出现某些附加的弱峰，使实际吸收峰数目增多。
 - 符合朗伯—比尔定律的一有色溶液，浓度 c 为 mol/L ，其吸光度 A 的数学表达式应为 $A = \varepsilon bc$ 浓度 c 为 g/L ，则其吸光度 A 的数学表达式应为 $A = abc$ 。
 - 当一定频率的红外光照射分子时，应满足的条件是红外辐射应具有刚好满足分子跃迁时所需的能量 和 分子的振动方式能产生偶极矩的变化 才能产生分子的红外吸收峰。
 - 气相色谱仪的分离系统是色谱柱。它是色谱仪的心脏，目前常用的色谱柱有填充柱和空心毛细管柱（开管柱）两种。
 - 第一共振线是发射光谱的最灵敏线，它是由第一激发态跃迁至基态时产生的辐射。

4. 符合朗伯-比尔定律的一有色溶液，当浓度改变时，其最大吸收波长 (λ_{max}) 不变，摩尔吸光系数不变（均回答变或不变）。
5. 红外光谱法的固体样品的制备常采用 糊状法、压片法和薄膜法 等法。
6. 有色溶液的光吸收曲线（吸收光谱曲线）是以 波长 (nm) 为横坐标，以 吸光度 为纵坐标绘制的。
7. 多组分光光度法可用解联立方程的方法求得各组分的含量，这是基于 各组分在同一波长下吸光度有加和性。
8. 仪器分析主要分为三大类，它们是 电化学分析法、色谱分析法 和 光谱分析法。
9. 紫外-可见光分光光度计所用的光源是 氢灯(氘灯) 和 (卤)钨灯 两种。
10. 水为非线性分子，应有 $3 \times 3 - 6 = 3$ 个振动形式。
11. pH 玻璃电极的膜电位的产生是由于 氢离子在膜上的交换 作用。
12. 气相色谱仪虽然它的形状、结构有多种多样，但它的组成基本都包括 气路系统、进样气化系统、分离系统、记录显示系统 和 控温系统 等五部分。
13. 第一共振线是发射光谱的最灵敏线，它是由 第一激发态 跃迁至 基态 时产生的辐射。
14. 在分光光度法中，以 吸光度 为纵坐标，以 波长 为横坐标作图，可得光吸收曲线。浓度不同的同种溶液，在该种曲线中其最大吸收波长 不变 相应的吸光度大小则 变（填变或不变）。
15. 在分光光度计中，常因波长范围不同而选用不同的检测器，下面两种检测器，各适用的光区为：
 (1) 光电倍增管用于 紫外-可见光区； (2) 热电偶用于 红外光区。
16. 吸光光度法进行定量分析的依据是 朗伯-比尔定律，用公式表示为 $A = \epsilon b c$ ，式中各项符号各表示：A 为吸光度，b 为吸收介质厚度， ϵ 为摩尔吸光系数
5. 分子对红外辐射产生吸收要满足的条件是
 (1) 选择吸收能量 (量子化能级能量差)
 (2) 分子中相邻两原子具有不同的电子云密度 (能产生偶极矩变化)

三、简答题

1. (本题 5 分)

请将下列化合物的紫外吸收波长 λ_{max} 值按由长波到短波排列，并解释原因。

- (1) $\text{CH}_2=\text{CHCH}_2\text{CH}=\text{CHNH}_2$ (2) $\text{CH}_3\text{CH}=\text{CHCH}=\text{CHNH}_2$
 (3) $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$

答： $\text{CH}_3\text{CH}=\text{CHCH}=\text{CHNH}_2 > \text{CH}_2=\text{CHCH}_2\text{CH}=\text{CHNH}_2 > \text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$ 并解释原因。

2. (本题 5 分)

在 HPLC 法中，对流动相有哪些基本要求？

答：一般考虑有以下几方面：

1. 与色谱柱不发生不可逆的化学作用

2. 能溶解被测组分
3. 粘度尽可能小
4. 与采用检测器性能相匹配
5. 毒性小，易纯化且价廉

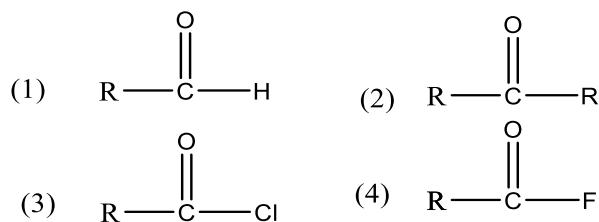
3. (本题 5 分)

在用氟离子选择电极测量水中的氟离子的浓度时，加入缓冲溶液的作用有哪几方面？

答：加入缓冲溶液控制溶液 pH 在 4~5，目的一是防止溶液 OH⁻ 浓度太大，干扰氟离子电极的测定；二是防止 H⁺ 浓度太大生成 HF 而影响测定。

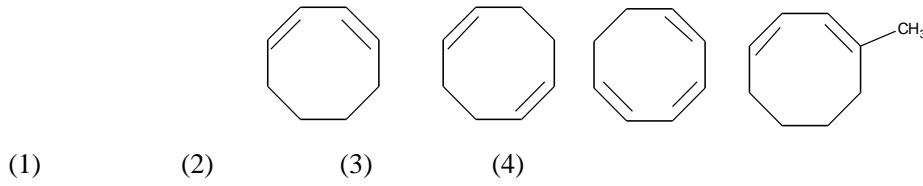
4. (本题 5 分)

下列化合物中，C=O 伸缩振动吸收强度最大的化合物为哪一个，为什么？



答：选择并解释原因。

5. 指出下列化合物的紫外吸收波长，按由长波到短波吸收波长排列。



答：(3) > (4) > (1) > (2) 并解释原因。

6. 何谓助色团与生色团？试举例说明。

能使吸收峰波长向长波长方向移动的杂原子基团称为助色团，如-NH₂，-NR₂，-OH，-OR，-SR，-Cl，-Br，-I 等。

若在饱和碳氢化合物中引入含有 π 键的不饱和基团，将使这一化合物的最大吸收峰波长移至紫外及可见区范围内且有比较大的紫外-可见吸收，这种基团称为生色团，如-C=C-，-C=O-，-C=N-，-N=N-，-C=S，-N=O 等。

7. 气相色谱仪有哪几部分组成？简述各部分的作用。

答：由五大系统组成：气路系统，进样系统，分离系统，温控系统和记录系统

作用：气路系统：供给连续稳定的载气。

进样系统：将液体或固体试样，在进入色谱柱前瞬间气化，然后快速定量地转入到色谱柱中。

分离系统：用于混合物各组分的分离

温控系统：设定，控制，测量色谱柱炉，气化室，检测器三处的温度。

记录系统：将载气里被分离组分的量转变为易于测量的信号。

8. 原子吸收分光光度计和紫外可见分子吸收分光光度计在仪器装置上有哪些异同点?为什么?

答：两种分光光度计均有光源，单色器，吸收池（或原子化器），检测器和记录仪组成。但在设计位置上是不同的。

前者 光源 → 原子化器 → 单色器 → 检测 → 记录

后者 光源 → 单色器 → 吸收池 → 检测 → 记录

9. 如何区别紫外吸收光谱曲线中的 $n \rightarrow \pi^*$ 和 $\pi \rightarrow \pi^*$ 跃迁?

答：它们的摩尔吸收系数差异很大，故可用摩尔吸收系数不同加以区别；也可在不同极性溶剂中测定最大吸收波长，观察红移和紫移，以区别这两种跃迁类型： $n \rightarrow \pi^*$ 跃迁发生紫移， $\pi \rightarrow \pi^*$ 跃迁发生红移。

10. 电极可分为哪几类? 离子选择电极又可以分为哪几类?

答：电极分成两大类，即：金属基电极和离子选择电极（膜电极）

离子选择性电极分两大类：原电极（包括晶体膜电极和非晶体膜电极）及敏化电极。

原电极：晶体（膜）电极（又分为均相膜电极和非均相膜电极）

非晶体（膜）电极（又分为刚性基质电极和流动载体电极）

敏化电极：气敏电极和酶（底物）电极

11. 从一张色谱流出曲线上，你能获得哪些信息?

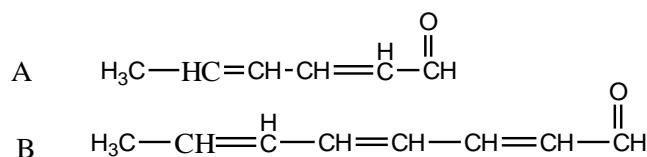
答：组分数，定性，定量，柱效，柱选择性等。

12. 何谓梯度淋洗，适用于哪些样品的分析？与程序升温有什么不同？

答：梯度淋洗就是在分离过程中，让流动相的组成、极性、pH值等按一定程序连续变化，使样品中各组分能在最佳的 k 下出峰。适合于样品中组分的 k 值范围很宽的复杂样品的分析。

不同点：程序升温是通过程序改变柱温，而梯度淋洗是通过改变流动相的组成、极性、PH值来达到改变 k 的目的。

13. 化合物 A 和 B 的结构如下：在同一跃迁类型中，一个化合物 $\lambda_{max} = 303 \text{ nm}$ ，另一个化合物 $\lambda_{max} = 263 \text{ nm}$ ，指出观测到的吸收反应是哪种类型的跃迁? 哪一个化合物具有 $\lambda_{max} = 303 \text{ nm}$?



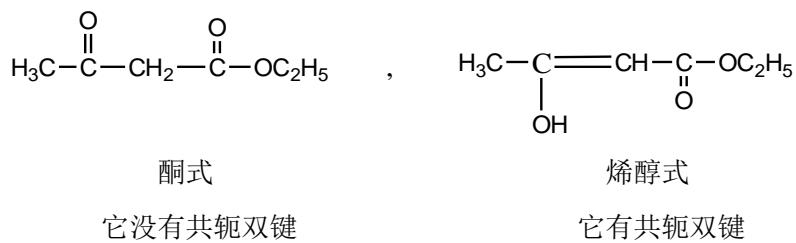
[答]：观察到的吸收带是 $\pi \rightarrow \pi^*$ 类型跃迁

化合物 B 具有 $\lambda_{max} = 303 \text{ nm}$ 。较长的共轭系统吸收较长波长的光。

14. 试简述气相色谱法的原理及特点。

答：气相色谱分析的分离原理是基于不同物质在两相间具有不同的分配系数。当两相作相对运动时，试样中的各组分就在两相中进行反复多次的分配，使得原来分配系数只有微小差异的各组分产生很大的分离效果，从而各组分彼此分离开来。

15. 乙酰乙酸乙酯有酮式和烯醇式互变异构体，某实验室的一瓶乙酰乙酸乙酯用紫外光谱测得仅末端有一弱吸收，试问可能是哪种构形。



答：故仅在末端 204 nm 有一弱吸收 故在 245 nm 处有强 K 吸收带

据此可知该实验室的一瓶乙酰乙酸乙酯为酮式结构。

16. (本题 5 分)

指出下述情况下，色谱出峰的大致规律：

编号	试样性质	固定相性质
1	非极性	非极性
2	极性	极性
3	极性、非极性混合物	极性
4	形成氢键型	极性、氢键型

答：当试样为非极性、固定相为非极性时，试样中各组分按沸点次序先后流出色谱柱，沸点低的先出峰，沸点高的后出峰。

当试样为极性、固定相为极性时，试样中各组分主要按极性顺序出峰，极性小的先出峰，极性大的后出峰。

当试样为极性、非极性混合物，固定相为极性时，非极性组分先出峰，极性组分（或易被极化的组分）后出峰。

当试样为形成氢键型，固定相为极性、氢键型时，按与固定相形成形成氢键能力大小先后出峰，不易形成氢键的最先出峰，形成氢键能力大的后出峰。

17 共轭二烯在己烷溶剂中 $\lambda_{\max} = 219 \text{ nm}$ 。如果溶剂改用己醇时， λ_{\max} 比 219 nm 大还是小？并解释。

[答]： λ_{\max} 比 219 nm 大。

因为己醇比己烷的极性更大，而大多数 $\pi \rightarrow \pi^*$ 跃迁中，激发态比基态有更大的极性，因此在己醇中 π^* 态比 π 态（基态）更稳定，从而 $\pi \rightarrow \pi^*$ 跃迁吸收将向长波方向移动。

四、计算题

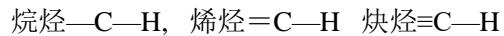
1. 某亚铁螯合物的摩尔吸光系数为 12000，若采用 1.00cm 的吸收池，欲把透光度读数限制在 0.200 至 0.650 之间，分析的浓度范围是多少？

2. 根柱长为 1m 的色谱柱分离含有 A, B, C, D 四个组分的混合物，它们的保留时间分别为 6.4 min, 14.4 min, 15.4 min, 20.7 min，其峰底宽 Y 分别为 0.45 min, 1.07 min, 1.16 min, 1.45 min。试计算：

- (1) 各谱峰的理论塔板数；
- (2) 它们的平均塔板数；
- (3) 平均塔板高度。

3. 1.0×10^{-3} mol/L 的 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液在波长 450 nm 和 530 nm 处的吸光度 A 分别为 0.200 和 0.050。 1.0×10^{-4} mol/L 的 KMnO_4 溶液在 450 nm 处无吸收，在 530 nm 处吸光度为 0.420。今测得某 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 和 KMnO_4 的混合液在 450 nm 和 530 nm 处吸光度分别为 0.380 和 0.710。试计算该混合溶液中 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 和 KMnO_4 浓度。假设吸收池长为 10 mm。

4. 烃类化合物中 C—H 的伸缩振动



键力常数 (N / cm) 4.7 5.1 5.9

求烷、烯、炔烃中 C—H 伸缩振动吸收峰的近似波数。

5. 由 AgCl-Ag₂S 混晶膜制成的氯离子选择电极，已知其选择性系数 K_{ij} 分别为：

$$K_{Cl^-, NO_3^-} = 1 \times 10^{-5} \quad K_{Cl^-, SO_4^{2-}} = 5 \times 10^{-5} \quad K_{Cl^-, Br^-} = 3 \times 10^2 \quad K_{Cl^-, I^-} = 2 \times 10^6$$

试回答在测定 $[Cl^-] = 1 \times 10^{-4}$ mol/L 时，如果允许误差为 5%，若共存 KNO_3 或 K_2SO_4 时，物质的最大容许浓度是多少？

6. 浓度为 0.080mg/50mL 的 Pb^{2+} 溶液，用双硫腙光度法测定。用 2.0cm 的比色皿，在波长 520nm 处测得透光度 $T=53\%$ ，求吸光系数和摩尔吸光系数各为多少？($\epsilon(Pb)=207.2$)

7. 组分 A 和 B 的分配系数之比为 0.909，若使两者达到基线分离($R=1.5$)，当有效理论塔板高度为 0.8mm 时，色谱柱至少该多长？

8. 在 1.00 cm 吸收池中， 1.28×10^{-4} mol / L 的高锰酸钾溶液在 525nm 的透光度为 0.500。试计算：

(1) 此溶液的吸光度为多少？

(2) 若将此溶液的浓度增加一倍，则同样条件下，吸光度和透光度各为多少？

(3) 在同样条件下，此种溶液在该吸收池中的透光度为 0.750 时，浓度为多少？

9. 有色物质 X 的最大吸收在 400nm 处，用 2cm 吸收池，测得 0.200mg / L 的溶液的吸光度为 0.840，X 的化学式量为 150，问

(1) X 在 400nm 处的吸光系数

- (2) X 在 400nm 处的摩尔吸光系数
- (3) 若用 1.00cm 吸收池, 测得 400nm 处 X 溶液吸光度为 0.250, 哪么 25.00mL 溶液中含有多少 mg 的 X?