

苏州大学 分析化学（一下） 期中考试 试卷 共 5 页

学院 材料与化学化工 专业 化学类及师范专业 成绩

年级 20 学号 姓名 日期 2022 年 4 月

一、选择题 (20 题，共 40 分)

1. 2 分

影响经典极谱分析灵敏度的主要因素为

()

- (1) 迁移电流的存在 (2) 充电电流的存在
(3) 氧波的出现 (4) 极大现象的出现

2. 2 分

要使某一物质在阴极上析出，电极反应能持续进行，阴极电位应

()

- (1) 保持恒定 (2) 正于阴极析出电位
(3) 负于阴极析出电位 (4) 等于阴极析出电位

3. 2 分

极谱波形成的根本原因为

()

- (1) 滴汞表面的不断更新 (2) 溶液中的被测物质向电极表面扩散
(3) 电化学极化的存在 (4) 电极表面附近产生浓差极化

4. 2 分

试指出下述说法中，哪一种是错误的？

()

- (1) 根据色谱峰的保留时间可以进行定性分析
(2) 根据色谱峰的面积可以进行定量分析
(3) 色谱图上峰的个数一定等于试样中的组分数
(4) 色谱峰的区域宽度体现了组分在柱中的运动情况

5. 2 分

在气-液色谱中，若用热导池检测器检测时，宜用下述哪种物质测定死时间？()

- (1) 空气
(2) 甲烷
(3) 苯
(4) 庚烷

6. 2 分

在 GC 法中，组分与载体间发生相互作用，结果常会导致

()

- (1) 峰变窄
(2) 涡流扩散作用增大
(3) 产生拖尾峰
(4) 检测器灵敏度降低

7. 2 分

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

8. 2 分

用离子交换色谱分析阳离子时, 保留时间的顺序为 ()

- (1) $\text{Na}^+ > \text{Ca}^{2+} > \text{Ce}^{3+} > \text{Th}^{4+}$
- (2) $\text{Th}^{4+} > \text{Ce}^{3+} > \text{Ca}^{2+} > \text{Na}^+$
- (3) $\text{Th}^{4+} > \text{Ca}^{2+} > \text{Ce}^{3+} > \text{Na}^+$
- (4) $\text{Ce}^{3+} > \text{Ca}^{2+} > \text{Na}^+ > \text{Th}^{4+}$

9. 2 分

分析甜菜萃取液中痕量的含氯农药宜采用 ()

- (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) 火焰离子化检测器

10. 2 分

下列色散元件中, 色散均匀, 波长范围广且色散率大的是 ()

- (1) 滤光片
- (2) 玻璃棱镜
- (3) 光栅
- (4) 石英棱镜

11. 2 分

在下列激发光源中, 何种光源要求试样制成溶液? ()

- (1) 火焰
- (2) 交流电弧
- (3) 激光微探针
- (4) 辉光放电

12. 2 分

在原子吸收分析的理论中, 用峰值吸收代替积分吸收的基本条件之一是()

- (1) 光源发射线的半宽度要比吸收线的半宽度小得多
- (2) 光源发射线的半宽度要与吸收线的半宽度相当
- (3) 吸收线的半宽度要比光源发射线的半宽度小得多
- (4) 单色器能分辨出发射谱线, 即单色器必须有很高的分辨率

13. 2 分

在进行发射光谱定性分析时, 要说明有某元素存在, 必须 ()

- (1) 它的所有谱线均要出现
- (2) 只要找到 2—3 条谱线
- (3) 只要找到 2—3 条灵敏线
- (4) 只要找到 1 条灵敏线

14. 2 分

发射光谱分析中, 具有低干扰、高精度、高灵敏度和宽线性范围的激发光源是 ()

- (1) 直流电弧
- (2) 低压交流电弧
- (3) 电火花
- (4) 高频电感耦合等离子体

15. 2 分

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)

16. 2 分

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

17. 2 分

在电热原子吸收分析中, 多利用氘灯或塞曼效应进行背景扣除, 扣除的背景主要是 ()

- (1) 原子化器中分子对共振线的吸收
- (2) 原子化器中干扰原子对共振线的吸收
- (3) 空心阴极灯发出的非吸收线的辐射
- (4) 火焰发射干扰

18. 2 分

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

19. 2 分

三种原子光谱(发射、吸收与荧光)分析法在应用方面的主要共同点为 ()

- (1)精密度高,检出限低 (2)用于测定无机元素
(3)线性范围宽 (4)多元素同时测定

20. 2 分

原子发射光谱定量分析常采用内标法,其目的是为了 ()

- (1)提高灵敏度 (2)提高准确度
(3)减少化学干扰 (4)减小背景

二、填空题 (每题 2 分, 共 10 分)

- 通常,实现电解的两种方式有 控制电位 和 控制电流。
- 当样品中所有组分经色谱分离后均能产生可以测量的色谱峰时,可以使用的定量方法为 归一化法
- 高效液相色谱中,类似气相色谱的程序升温作用的装置是 梯度洗脱装置
- 原子在高温下被激发而发射某一波长的辐射,但周围温度较低的同种原子(包括低能级原子或基态原子)会吸收这一波长的辐射,这种现象称为 自吸。
- 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。

三、计算题 (3 题, 共 20 分)

1. 5 分

用库伦滴定法测定水中钙的含量,在 50.00 ml 氨性试液中加入过量的 $\text{HgNH}_3\text{Y}^{2-}$,使其电解产生的 Y^{4-} 来滴定 Ca^{2+} 若电流强度为 0.0180A,则到达终点需 3.5 min,计算每毫升水中碳酸钙的毫克数为多少? (已知: $F=96487\text{C/mol}$, $M_{\text{CaCO}_3}=100.8$)

2. 5 分

原子吸收法测定某试液中某离子浓度时,测得试液的吸光度为 0.218,取 1.00mL 浓度为 $10.0\mu\text{g/mL}$ 的该离子的标准溶液加入到 9.00mL 试液中,在相同条件下测得吸光度为 0.418,求该试液中该离子的质量浓度 (以 mg/L 表示)。

3. 10 分

物质 A 和 B 在长 2m 的柱上分离后, A 的保留时间为 16.40min, B 的保留时间为 17.63min, 空气峰保留时间为 1.30min, A 的峰底宽为 1.2min, B 的峰底宽为 1.40min。试计算:

- 分离度(R)
- 容量因子 (分配比): k_A 、 k_B
- 相对保留值 $r_{B,A}$

(4) 要使 A、B 两组分的色谱峰完全分离 ($R=1.5$), 柱长需增加到多少米?

四、问答题 (4 题, 共 30 分)

1. (5 分) 请填写出下列英文缩写所对应的中文名称

HPLC: 高效液相色谱

SFC: 超临界流体色谱

AAS: 原子吸收光谱

AES: 原子发射光谱

AFS: 原子荧光光谱

2. (5 分) 何为锐线光源? 为什么原子吸收光谱要使用锐线光源?

发射线半宽度远小于吸收线
半宽度光源, 且 ν_0 相同.

优点: 辐射强度大, 稳定性高, 锐线性强, 发射线中心频率与吸收线一致, 背景小, 灯易更换等。

3. (10 分) 已知以下一些溶剂的性质:

溶 剂	: 正己烷	苯	氯仿	水	甲醇	丙醇	甲苯
(UV)截止波长/nm:	195	280	245	195	205	330	285

若采用低压汞灯作紫外吸收检测器的光源, 其工作波长为 254nm,

问 (1) 有哪几种可以作为流动相? 正己烷, 甲醇, 水

(2) 在正相色谱中以何者为最好? 正己烷

(3) 在反相色谱中以何者为最好? 为什么? 甲醇, 水

4. (10 分) 试从原理、仪器和应用等方面比较原子发射光谱、原子吸收光谱和原子荧光光谱的异同点。

原理：相同点：都是原子光谱，涉及到价电子跃迁过程。

不同点：AES属发射光谱，但AES是电、热能激发源，而AFS是光致发光；AAS是吸收光谱

仪器：相同点：都有原子化器、单色器和检测器；AAS与AFS有相近的仪器结构和操作方式；

不同点：AES的原子化器是ICP或电弧而AFS和AAS的原子化器是火焰或石墨炉；AES不需要光源，而AAS和AFS都需要在原子化器前加一光源，AAS的光源与检测器成一直线，采用锐线光源；而AFS光源与检测器成90°角，且AFS要用强光源，锐线光源或连续光源均可。

应用：相同点：都可以用于金属元素（或无机元素）的分析；

不同点：AAS主要用于定量分析，依据吸光度与基态原子浓度成正比；ICP-AES以及AFS既可定量也可定性，可多元素同时分析；AFS测量的原子荧光强度与基态原子浓度成正比。AAS准确度高，AFS灵敏度高。