

# 苏州大学 分析化学（一下）期中考试 试卷

学院 材料与化学化工 专业 化学及应化专业 成绩           

年级 18 学号            姓名            日期 2020 年 4 月

## 第一部分

### 一、选择题 (每题 1 分，共 20 分)

1. 用两片铂片作电极，电解含有  $\text{H}_2\text{SO}_4$  的  $\text{CuSO}_4$  溶液，在阳极上发生的反应是 ( )  
(1)  $\text{H}_2\text{O}$  中  $\text{OH}^-$  失去电子                      (2)  $\text{Cu}^{2+}$  得到电子  
(3)  $\text{SO}_4^{2-}$  失去电子                                  (4)  $\text{H}^+$  得到电子
2. 微库仑分析与库仑滴定相比，前者主要特点是 ( )  
(1) 利用电生滴定剂来滴定被测物质  
(2) 利用电生滴定剂来滴定被测物质，而且在恒流情况下工作  
(3) 利用电生滴定剂来滴定被测物质，不同之处是电流不是恒定的  
(4) 利用电生滴定剂来滴定被测物质，具有一对工作电极和一对指示电极
3. 某有机物加热分解产生极不稳定的  $\text{Cl}_2$ ， $\text{Br}_2$  等物质，最宜采用测定其量的方法是 ( )  
(1) 直接电位法                                      (2) 电位滴定法  
(3) 微库仑分析                                      (4) 电导分析法
4. 下面哪一种说法是正确的？ ( )  
(1) 极谱半波电位相同的，是同一物质  
(2) 同一物质，具有相同的半波电位  
(3) 当溶液组成一定时，某一离子有固定的半波电位  
(4) 极谱的半波电位随被测离子浓度的变化而变化
5. 极谱分析中在溶液中加入支持电解质是为了消除 ( )  
(1) 极谱极大电流                                  (2) 迁移电流  
(3) 残余电流    (4) 充电电流
6. 在极谱分析中，在底液中加入配合剂后，金属离子则以配合物形式存在，随着配合剂

- 浓度增加,半波电位变化的方式为 ( )
- (1) 向更正的方向移动 (2) 向更负的方向移动  
(3) 不改变 (4) 移动方向决定于配合剂的性质
7. 下列几个检测器中那一个是作为高效液相色谱中的通用型的浓度检测器 ( )
- (1) 紫外可见光度检测器 (2) 热导池检测器  
(3) 荧光检测器 (4) 示差折光检测器
8. 对聚苯乙烯相对分子质量进行分级分析,应采用下述哪一种色谱方法? ( )
- (1) 离子交换色谱法 (2) 液-固色谱法  
(3) 空间排阻色谱法 (4) 液-液色谱法
9. 空心毛细管柱的涡流扩散项等于 ( )
- (1)  $Cu$  (2)  $2\lambda d_p$  (3)  $B/u$  (4) 0
10. 用极性色谱柱分离非极性组分时,分子间作用力主要是 ( )
- (1) 诱导力 (2) 色散力 (3) 氢键力 (4) 定向力
11. 为测定某组分的保留指数,气相色谱法一般采取的基准物是 ( )
- (1) 苯 (2) 正庚烷 (3) 正构烷烃 (4) 正丁烷和丁二烯
12. 色谱柱柱长增加,其他条件不变时,发生变化的参数有 ( )
- (1) 保留时间 (2) 分配系数 (3) 分配比 (4) 相比
13. 在液相色谱中,以下提高柱效最有效的途径是 ( )
- (1) 适当升高柱温 (2) 降低流动相的流速  
(3) 降低流动相的粘度 (4) 减小填料粒度
14. 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
15. 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
16. 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

17. 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)
18. 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
19. 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
20. 非火焰原子吸收法的主要缺点是 ( )
- (1) 检测限高 (2) 不能检测难挥发元素  
(3) 重现性差 (4) 不能直接分析粘度大的试样

## 二、填空题 ( 每空格 1 分, 共 15 分 )

1. 库伦分析也是电解, 但它与普通电解不同, 测量的是电解过程中消耗的\_\_\_\_\_, 因此, 它要求\_\_\_\_\_为先决条件。
2. 电极的极化现象发生在有电流通过电极时, 根据产生的原因不同, 它可以分为\_\_\_\_\_和\_\_\_\_\_。
3. 随着电解的进行, 阴极电位将不断变\_\_\_\_\_, 阳极电位将不断变\_\_\_\_\_。
4. 在极谱分析中, 电流完全由\_\_\_\_\_所控制的极谱波称为可逆波, 电流受\_\_\_\_\_控制的极谱波称不可逆波。
5. 超临界流体色谱法是以\_\_\_\_\_为流动相的色谱法, 其流动相的性质是\_\_\_\_\_。
6. 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\_\_\_\_\_。
7. 请填写出下列英文缩写所对应的中文名称
- HPLC \_\_\_\_\_
- SFC \_\_\_\_\_

AAS\_\_\_\_\_

AES\_\_\_\_\_

## 苏州大学 分析化学（一下）期中考试 试卷

学院 材料与化学化工 专业 化学及应化专业 成绩 \_\_\_\_\_

年级 18 学号 \_\_\_\_\_ 姓名 \_\_\_\_\_ 日期 2020 年 4 月

### 第二部分

#### 三、计算题（共 3 题，25 分）

1. （10 分）

从含  $0.200\text{mol/L Ni}$  和  $0.400\text{mol/L HClO}_4$  的  $100\text{mL}$  溶液中，将镍沉积在 Pt 阴极上，Pt 阳极上放出  $\text{O}_2$ 。 $\text{O}_2$  在 Pt 电极上的过电位为  $1.30\text{V}$ 。若通过电解池的电流维持在  $0.450\text{A}$ ，

电解池内阻为  $2.00\Omega$ ，已知  $\varphi^\circ_{\text{Ni}^{2+}/\text{Ni}} = -0.250\text{V}$ ， $\varphi^\theta_{\text{O}_2} = 1.23\text{V}$

试求：

- （1）理论分解电压；
- （2） $i_r$  降；
- （3）开始电解所需的外加电压。

2. （10 分）

一色谱柱的效率相当于  $4.5 \times 10^3$  个理论塔板数，对于十八烷和 2-甲基十七烷的保留时间分别是  $14.02$  和  $13.82\text{min}$ 。求

- （1）该柱能将这个化合物分离到什么程度？
- （2）若保留时间不变，分离度要达到  $1.0$ ，需要理论塔板数多少？
- （3）在分离度  $1.0$  时，若塔板高度为  $0.10\text{mm}$ ，应采用多少柱长？

3. （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  $1.00\text{mL}$  浓度为  $10.0\mu\text{g/mL}$  的该离子的标准溶液加入到  $9.00\text{mL}$  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  $\text{mg/L}$  表示）。

#### 四、问答题（共 4 题，40 分）

1. （10 分）

库仑分析和极谱分析都是以物质的电解为基础，试从极化现象角度讨论对它们的影响有什么不同？在技术上各自采用了什么措施？

2. (10 分)

现分离一含 A 和 B 的试样，键合相有十八烷基硅胶和氰基硅胶可供选择，流动相有 60% 甲醇—水和 1% 二氧杂环己烷—己烷可供选择。



- (1) 何谓正相色谱和反相色谱？
- (2) 若采用正相色谱法，应选用何种固定相和流动相？A、B 两物质出峰次序如何？为什么？
- (3) 若采用反相色谱法，应选用何种固定相和流动相？A、B 两物质出峰次序有否变化？

3. (10 分)

请从原理和应用两方面比较原子发射光谱和原子吸收光谱的异同点；并分别画出这两种方法的仪器框架图。

4. (10 分)

原子吸收法测量时，为什么要求使用锐线光源？如何得到锐线光源？

四、问答题 ( 共 4 题，40 分 )

1. (10 分)

库仑分析和极谱分析都是以物质的电解为基础，试从极化现象角度讨论对它们的影响有什么不同？在技术上各自采用了什么措施？

答：

库仑分析是要减少浓差极化现象，因此要求工作电极面积大，电流密度要小，而且电解时溶液进行搅拌。极谱分析是要利用浓差极化，因此要创造条件实现浓差极化，它要求指示(工作)电极面积小，电流小但电流密度大，被测物浓度低，且溶液必须静止不能搅拌。

2. (10 分)

现分离一含 A 和 B 的试样，键合相有十八烷基硅胶和氰基硅胶可供选择，流动相有 60% 甲醇—水和 1% 二氧杂环己烷—己烷可供选择。



- (1) 何谓正相色谱和反相色谱？
- (2) 若采用正相色谱法，应选用何种固定相和流动相？A、B 两物质出峰次序如何？为什么？

(2) 正相色谱法应选硅基硅胶作固定相, 1% 二氯苯环己烷—己烷作流动相。B 先于 A 出峰, 因为 B 的极性比 A 弱。

(3) 反相色谱法因此应选十八烷基硅胶作固定相, 60% 甲醇—水作流动相。A 先于 B 出峰。

3. (10 分)

请从原理和应用两方面比较原子发射光谱和原子吸收光谱的异同点, 并分别画出这两种方法的仪器框架图。

答: 原理:

相同点: 都是原子光谱, 都涉及到价电子跃迁过程。

不同点: AES 属发射光谱, AAS 是吸收光谱。

应用:

相同点: 都可以用于金属元素的分析。

不同点: AAS 主要用于定量分析; ICP-AES 以及 AFS 既可定量也可定性, 可多元素同时分析。

仪器框架图:

AES: 光源(样品) → 分光系统 → 检测及显示系统。

AAS: 空心光源 → 原子化系统 → 单色器(分光系统) → 检测及显示系统。

4. (10 分)

原子吸收法测量时, 为什么要求使用锐线光源? 如何得到锐线光源?