

苏州大学 分析化学(一)(下) 课程

期中试卷

共 6 页

考试形式 闭卷

2017 年 5 月

学院(部) 材化部 年级 15 专业 应化

学号 159401033 姓名 张永 成绩 89

题目	第一题	第二题	第三题	第四题
得分	34	6	20	29

得分 一、选择题(每题 2 分, 40 分)

题号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
答案	3	3	2	4	2	3	4	3	4	2
题号	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
答案	2	4	4	4	3	4	4	1	2	3

1. 某有机物加热分解产生极不稳定的 Cl_2 , Br_2 等物质, 最宜采用测定其量的方法是 (3)
 (1) 直接电位法 (2) 电位滴定法 (3) 微库仑分析 (4) 电导分析法
2. 控制电位电解过程中, 为了保持工作电极电位恒定, 必须保持 (3)
 (1) 不断改变外加电压 (2) 外加电压不变
 (3) 辅助电极电位不变 (4) 电解电流恒定
3. 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 (2)
 (1) 更正 (2) 更负 (3) 两者相等 (4) 无规律
4. 极谱波形成的根本原因为 (24)
 (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
5. 影响经典极谱分析灵敏度的主要因素为 (2)
 (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
6. 试指出下述说法中, 哪一种是错误的? (3)
 (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

7. 下列几个检测器中哪一个作为高效液相色谱中的通用型的浓度检测器 (4)

- (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？ (3)

- (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 (4)

- (1) Cu (2) $2\lambda d_p$ (3) B/u (4) 0

10. 在气相色谱中，实验室之间最能通用的定性参数是 (2)

- (1) 保留指数 (2) 调整保留体积
(3) 保留体积 (4) 相对保留值

11. 电子能级间隔越小，跃迁时吸收光子的 (4)

- (1) 能量越大 (2) 波长越长 (3) 波数越大 (4) 频率越高

12. 光栅摄谱仪的色散率，在一定波长范围内 (4)

- (1) 随波长增加，色散率下降 (2) 随波长增加，色散率增大
(3) 不随波长而变 (4) 随分辨率增大而增大

13. 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 (4)

- (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

14. 原子发射光谱是由下列哪种跃迁产生的？ (4)

- (1) 辐射能使气态原子外层电子激发 (2) 辐射能使气态原子内层电子激发
(3) 电热能使气态原子内层电子激发 (4) 电热能使气态原子外层电子激发

15. 发射光谱定量分析选用的“分析线对”应是这样的一对线 (3)

- (1) 波长不一定接近，但激发电位要相近 (2) 波长要接近，激发电位可以不接近
(3) 波长和激发电位都应接近 (4) 波长和激发电位都不一定接近

16. 下列说法错误的是 (4)

- (1) 原子荧光法中，共振荧光发射的波长与光源的激发波长相同
(2) 原子荧光法中，荧光光谱简单，不需要高分辨率的分光计
(3) 原子荧光强度在低浓度范围内与荧光物质浓度成正比
(4) 原子荧光法使用的光源一定需要锐线光源

17. 原子吸收光谱是 (4)

- (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

18. 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

19. 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. 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

得分 二、填空题 (每题 2 分，共 10 分)

得分

1. 极化是电化学中常见的现象，在电解分析中需 电化学波差 极化，为此采用 搅拌 等措施。 2

不断搅拌溶液 和 加入大量电解质以消除电极 等措施。

2. 在极谱分析中，定性分析的依据是 保留值，而 2

定量分析的依据是 峰面积。

3. 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 毛细管柱 和 填充柱 两种。

4. 在进行光谱定性全分析时，狭缝宽度宜 小，目的是保证有一定的 光强， 2

而进行定量分析时，狭缝宽度宜 宽，目的是保证有一定的 进光量。

5. 当弧焰中心的激发态原子发射的光通过弧焰边缘时，被同类基态原子吸收导致谱线中心强度减弱的现象称为 自吸。

得分 三、计算题 (共 3 题，20 分)

20

1. (10分)

在一色谱柱上分离 A 和 B，其保留时间为 14.6 min 和 14.8 min，该柱柱效对 A、B 来说都视作 4100 块理论塔板。(1) 在此柱上 A、B 的分离度为多少？

(2) 假定二者的保留时间仍保持不变，要求达到完全分离时，需要多少理论塔板数？

$$\begin{aligned} \text{解: } (1) \quad n_A &= \frac{t_{RA}}{W_{bA}}^2 \quad W_{bB} = \frac{4t_{RB}}{\sqrt{nB}} \\ \therefore W_{bA} &= \frac{4t_{RA}}{\sqrt{nA}} \quad = \frac{4 \times 14.6}{\sqrt{4100}} \\ &= \frac{4 \times 14.6}{\sqrt{4100}} \quad = 0.92 \text{ cm} \\ &= 0.91 \text{ cm} \quad R_s = \frac{t_{RB} - t_{RA}}{\frac{1}{2}(W_{bA} + W_{bB})} \\ &\quad = \frac{14.8 - 14.6}{\frac{1}{2}(0.91 + 0.92)} \\ &= 0.22 \quad \text{分离度} \\ (2) \quad R_s &= \frac{t_{RB} - t_{RA}}{\frac{1}{2}(W_{bA} + W_{bB})} \\ &= \frac{14.8 - 14.6}{\frac{1}{2} \cdot \frac{1}{2}(0.91 + 0.92)} \\ &= \frac{14.8 - 14.6}{0.915} \quad \text{理论塔板数} \\ &\Rightarrow \frac{1}{2} \cdot \frac{14.8 - 14.6}{14.8 + 14.6} \cdot \sqrt{n} \geq 1.5 \\ &\Rightarrow \frac{1}{2} \cdot \frac{14.8 - 14.6}{29.4} \cdot \sqrt{n} \geq 1.5 \\ &\Rightarrow n \geq 1744.81 \end{aligned}$$

2. (5 分)

用电解方法分离浓度均为 $8.00 \times 10^{-2} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ Zn^{2+} 和 Ni^{2+} 的混合试液，试问：

(1) 哪一离子先析出？阴极电位应维持在什么范围内，才能使这两个金属离子分离 (vs.SHE)？

(2) 要达到定量分离，阴极电位应维持在什么范围 (vs.SHE)？

(已知 $\varphi^\theta_{\text{Zn}^{2+}/\text{Zn}} = -0.763V$, $\varphi^\theta_{\text{Ni}^{2+}/\text{Ni}} = -0.250V$)

$$\begin{aligned} \text{解: } (1) \quad \varphi_{\text{Zn}^{2+}, \text{Zn}} &= \varphi_{\text{Zn}^{2+}, \text{Zn}}^\theta + \frac{0.059}{2} \lg [\text{Zn}^{2+}] \quad \text{阴极电位} \in (-0.763, -0.250) \\ &= -0.763 + \frac{0.059}{2} \lg (8 \times 10^{-2}) \quad (2) \text{ 定量分离} \\ &= -0.795V \quad \varphi_{\text{Ni}^{2+}, \text{Ni}} = \varphi_{\text{Ni}^{2+}, \text{Ni}}^\theta + \frac{0.059}{2} \lg [\text{Ni}^{2+}] \\ \varphi_{\text{Ni}^{2+}, \text{Ni}} &= \varphi_{\text{Ni}^{2+}, \text{Ni}}^\theta + \frac{0.059}{2} \lg [\text{Ni}^{2+}] \\ &= -0.250 + \frac{0.059}{2} \lg [8 \times 10^{-2}] \quad = -0.250 + \frac{0.059}{2} \lg (8 \times 10^{-6}) \\ &= -0.400V \quad = -0.400V \\ &= -0.282V \quad \therefore \text{阴极电位} \in (-0.400, -0.795V). \end{aligned}$$

用原子吸收法测定样品中的铜，其吸收线的波长为 324.8nm，配制两份同样浓度的未知溶液，在其中一份未知溶液中每毫升加入 10μg 的铜(忽略体积变化)，经过背景校正后，测得吸光度值分别为 20 和 100，试计算未知溶液中铜的含量。

$$\text{解: } \left\{ \begin{array}{l} Ax = k \cdot Cx \\ A = k(Cx + Cs) \end{array} \right.$$

$$\Rightarrow 20 = k \cdot Cx$$

$$100 = k(Cx + 10)$$

$$Cx = 2.5 \mu\text{g/mL}$$

得分

四、问答题(共4题, 30分)

96

1. (5分)

某极谱测定项目以下成分组成：除被测离子外，还有：

- (1) NH₄-NH₄Cl (2) Na₂SO₄ (3) 动物胶，简要说明加入各成分的作用是什么？

答：(1) 除去迁移电流

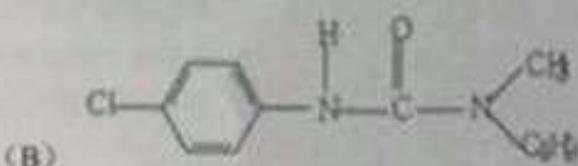
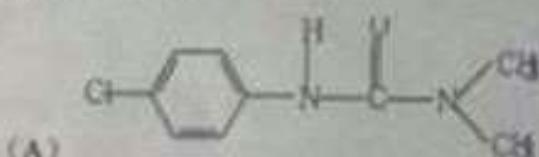
(2) 除去氯化物

(3) 除去胶体

2. (5分)

现分离一含A和B的试样。固定相有十八烷基硅胶和氨基硅胶可供选择。流动相有25%甲醇-水和20%四氢呋喃-己烷可供选择。为了测定B中微量A。

(1) 应选何种固定液和流动相 (2) 说明如此选择的原因 (3) 解释出峰的次序。A和B的结构式分别为



答：流动相：25%甲醇-水

固定液：十八烷基硅胶

(1) 应该使用反相键合色谱法，流动相的极性要大于固定相的极性。
A是微量的，且极性比B大，会随着极性大的流动相先流出来。

(2) A先流出，极性大，会随着极性大的流动相先流出来

B后流出，极性小，会在极性小的固定相中停留较长时间。

3. (10 分)

原子吸收是如何进行测量的？为什么要使用锐线光源？

答：原子吸收是通过光源将原子从基态跃迁到激发态，检测它的吸收强度进行测量的。锐线光源发射线与吸收线中心频率相同，发射线半宽远小于吸收线半宽及发射线轮廓可以看成一个狭窄的矩形， K 在轮廓内不随频率变化，吸收只限于发射线轮廓内，即：求出 K 就能知道 C 。

— X - 4

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。

答：原理：相同：都是原子光谱，都是使原子跃迁，测量其光谱。

不同：
| 发射：用热能和电能激发
| 吸收和荧光：用光能激发

仪器：相同：都有光源、单色器和检测器。

不同：原子吸收和原子荧光中有原子化器，而原子发射中没有。
原子吸收中单色器和原子化器必须连在一起。

应用：相同：都能用于测金属元素及其化合物。

不同：原子发射对样品浓度要求不高，而原子吸收和原子荧光只能测低浓度样品。