

苏州大学 分析化学(一)下 课程
期末试卷 (A) 卷 答卷 共 5 页

考试形式 线上限时考试 2020 年 6 月

学院(部) 材化部 年级 2018 专业 化学、应化

学号 _____ 姓名 _____ 成绩 _____

题目	第一题	第二题	第三题	第四题	
得分					

得分

一、选择题 (每题 2 分, 40 分)

- 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
- 某有机物加热分解产生极不稳定的 Cl₂, Br₂ 等物质, 最宜采用测定其量的方法 (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
- 下面哪一种说法是正确的? (3)
(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
- 在气相色谱分析中, 为了测定农作物中含硫农药的残留量, 应选用下述哪种检测器? (4)
(1) 热导池 (2) 氢火焰离子化
(3) 电子捕获 (4) 火焰光度
- 在气相色谱法中, 调整保留值实际上反映了下列那种物质的分子间的相互作用? (2)
(1) 组分与载气 (2) 组分与固定相
(3) 组分与组分 (4) 载气与固定相
- 试指出下述哪个条件的改变会引起分配系数的变化? (2)

- (1) 缩短柱长 (2) 改变固定相
 (3) 加大载气流速 (4) 加大液膜厚度
7. 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
8. 在原子吸收分析中,通常分析线是共振线,因为一般共振线灵敏度高,如 Hg 的共振线 185.0 nm 比 Hg 的共振线 253.7 nm 的灵敏度大 50 倍,但实际在测汞时总是使用 253.7nm 作分析线,其原因是 (3)
 (1) 汞蒸气有毒不能使用 185.0nm
 (2) 汞蒸气浓度太大不必使用灵敏度高的共振线
 (3) Hg 185.0 nm 线被大气和火焰气体强烈吸收
 (4) 汞空心阴极灯发射的 185.0 nm 线的强度太弱
9. 可以说明原子荧光光谱与原子发射光谱在产生原理上具有共同点的是 (3)
 (1) 辐射能使气态基态原子外层电子产生跃迁
 (2) 辐射能使原子内层电子产生跃迁
 (3) 能量使气态原子外层电子产生发射光谱
 (4) 电、热能使气态原子外层电子产生发射光谱
10. 在原子吸收分析中,如怀疑存在化学干扰,例如采取下列一些补救措施,指出哪种措施是不适当的 (4)
 (1) 加入释放剂 (2) 加入保护剂
 (3) 提高火焰温度 (4) 改变光谱通带
11. 指出下列哪种因素对朗伯-比尔定律不产生偏差? (4)
 (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
12. 在分子 $\text{CH}_2=\text{CHCH}_2\ddot{\text{O}}\text{CH}_3$ 的电子能级跃迁中,下列哪种电子能级跃迁类型在该分子中不发生 (4)
 (1) $\sigma \rightarrow \pi^*$ (2) $\pi \rightarrow \sigma^*$ (3) $n \rightarrow \sigma^*$ (4) $n \rightarrow \pi^*$
13. 在分子荧光分析法中,以下说法正确的是 ()
 (1) 分子中 π 电子共轭程度越大,荧光越易发生,且向短波方向移动
 (2) 分子中 π 电子共轭程度越大,荧光越易发生,且向长波方向移动
 (3) 只要物质具有与激发光相同的频率的吸收结构,就会产生荧光
 (4) 非刚性分子的荧光强于刚性分子
14. 分子荧光分析法比紫外-可见分光光度法灵敏度高,检测限低 2~4 数量级,其主要原

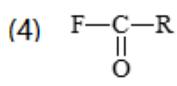
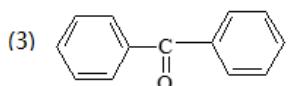
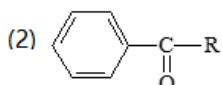
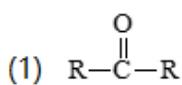
因有两方面，即： ()

- (1) 荧光发射的量子产率高；荧光物质的摩尔吸光系数大；
- (2) 荧光发射的量子产率高；荧光信号是在暗背景下测量的；
- (3) 荧光物质的摩尔吸光系数大；提高激发光的强度可以提高荧光的强度；
- (4) 荧光信号是在暗背景下测量的；提高激发光的强度可以提高荧光的强度。

15. 水分子有几个红外谱带？波数最高的谱带对应于何种振动？ ()

- (1) 2 个，不对称伸缩 (2) 4 个，弯曲
- (3) 3 个，不对称伸缩 (4) 2 个，对称伸缩

16. 请回答下列哪个化合物中羰基吸收峰的频率最高？ ()



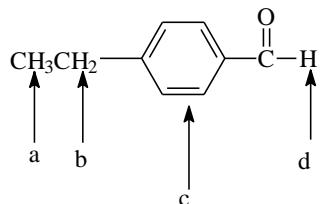
17. 下列化合物的 ^1H NMR 谱，各组峰全是单峰的是 ()

- (1) $\text{CH}_3\text{-OOC-CH}_2\text{CH}_3$ (2) $\text{CH}_3\text{-OOC-CH}_2\text{-COO-CH}_3$
- (3) $(\text{CH}_3)_2\text{CH-O-CH}(\text{CH}_3)_2$ (4) $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{-OOC-CH}_2\text{CH}_2\text{-COO-CH}_2\text{CH}_3$

18. 化合物 $(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)_2$ 在 ^1H NMR 谱图上，从高场至低场峰面积之比为 ()

- (1) 6:1:2:1:6 (2) 2:6:2 (3) 6:1:1 (4) 6:6:2:2

19. 在下列化合物中，用字母标出的 4 种质子的化学位移值(δ) 从大到小的顺序是 ()



- (1) d c b a (2) a b c d
- (3) d b c a (4) a d b c

20. 今要测定 ^{14}N 和 ^{15}N 的天然强度，宜采用下述哪一种仪器分析方法？ ()

- (1) 原子发射光谱 (2) 气相色谱
- (3) 质谱 (4) 色谱-质谱联用

得分

二、填空题（每题 2 分，共 10 分）

1. 电解分析的理论基础表现为，外加电压的量由 _____ 方程来决定，产生的量由 _____ 定律来计算。
2. 在原子吸收分析中，为了定量的描述谱线的轮廓，习惯上引入了两个物理量，即 _____ 和 _____ 。
3. 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 _____
 - (2) 热电偶用于 _____
4. 荧光光谱仪的二个特点：(1) _____ ；
(2) _____
5. 除同位素离子峰外，分子离子峰位于质谱图的 _____ 区，其质荷比值是该化合物的 _____ 。

得分

三、计算题（共 3 题，20 分）

1. 5 分

计算甲醛中的 C=O 键 ($k = 12.3 \text{N/cm}$) 和苯中的 C—C 键 ($k = 7.6 \text{N/cm}$) 在红外吸收光谱中所产生吸收峰的近似波数和波长。已知： $Ar(\text{C})=12, Ar(\text{O})=16$

$$\sigma_{C=O} = 1307 \sqrt{\frac{k}{M}} = 1307 \sqrt{\frac{12.3}{12 \times 16}} = 1750 \text{cm}^{-1}$$

$$\lambda_{C=O} = \frac{1}{\sigma_{C=O}} = \frac{1}{1750} = 5.714 \times 10^{-4} \text{cm} = 5714 \text{nm}$$

$$\sigma_{C-C} = 1307 \sqrt{\frac{k}{M}} = 1307 \sqrt{\frac{7.6}{12 \times 12}} = 1471 \text{ cm}^{-1}$$

$$\lambda_{C-C} = \frac{1}{\sigma_{C-C}} = 6.798 \times 10^{-4} \text{ cm} = 6798 \text{ nm}$$

2. 5 分

计算 ^1H 在磁场强度为 1.409 T (特) 和 11.742 T 磁场中的共振吸收频率，并解释磁场强度对核磁共振仪性能的影响。已知： ^1H 的 $\gamma = 2.675 \times 10^8 \text{ T}^{-1}\text{s}^{-1}$

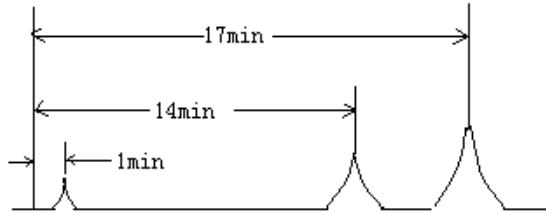
$$\text{解: } \nu_0 = \frac{\gamma B_0}{2\pi}$$

$$\nu_1 = \frac{\gamma B_1}{2\pi} = \frac{2.675 \times 10^8 \times 1.409}{2\pi} = 6.00 \times 10^7 \text{ s}^{-1}$$

$$\nu_2 = \frac{\gamma B_2}{2\pi} = \frac{2.675 \times 10^8 \times 11.742}{2\pi} = 5.00 \times 10^8 \text{ s}^{-1}$$

3. 10 分

在一根 3 m 长的色谱柱上分析某试样时，得如下色谱图及数据（设 $W_b=1 \text{ min}$ ）：



试计算： (1) 调整保留时间 $t'_{R,1}$ 和 $t'_{R,2}$

(2) 该色谱柱的有效塔板数 n

(3) 两个组分的相对保留值 $\alpha_{2,1}$

(4) 如果要使两组分的分离度 $R = 1.5$ ，需要有效塔板数为多少？此时应使用多长的色谱柱？

解：1) $t_{R',1} = 15 - 1 = 14$ (min) ; $t_{R',2} = 17 - 1 = 16$ (min)

2) $t_{R',2}/t_{R',1} = 16/14 = 1.14$

3) $n_1 \text{有效} = 16(t_{R',2}/Wb)2 = 16 \times 162 = 4096;$

4) $n_2 \text{有效} = 16 \times 1.52(1.14/1.14-1)2 = 2387$

5) $L_2 = (n_2 \text{有效}/n_1 \text{有效}) \times L_1 = (2387/4096) \times 3.00 = 1.75$ (m)

该用 1.75 米以上的色谱柱。

得分

四、问答题（共 3 题，30 分）

1. 5 分

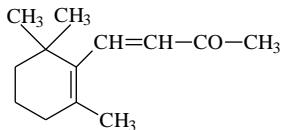
在极谱分析下列二种物质时都漏加了支持电解质，比较何者产生的影响较大，为什么？

(A) 0.001mol/L Cd²⁺ 溶液；(B) 0.001mol/L 硝基苯的乙腈溶液。

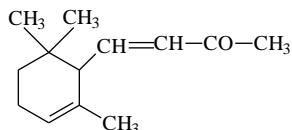
答：在不加支持电解质时对 Cd²⁺ 分析产生的影响比对硝基苯分析产生的影响大。因为阳离子受电场的影响比溶液中的有机分子硝基苯强烈，产生的迁移电流较后者大，故影响大。

2. 5 分

已知：α-异构体在 228nm 处显示峰值 [$\varepsilon=14,000\text{L}/(\text{cm}\cdot\text{mol})$]，而 β-异构体在 296nm 处有一吸收带 [$\varepsilon=11,000\text{L}/(\text{cm}\cdot\text{mol})$]。判断下列两个化合物分别属于什么异构体的结构：



(a)



(b)

答：由于化合物(a)的共轭系统较化合物(b)更长，则(a)的吸收带较(b)出现在长波方向，所以化合物(a)为β-异构体，化合物(b)为α-异构体。

3. 20 分

通过仪器分析方法的学习，我们体会到了随着科学技术的进步，所涉及的分析仪器越来越先进，对分析性能的提升也越来越显著，先进的分析仪器和技术对分析难题的解决有着极其重要的作用。根据本学期所学知识回答下列问题：

(1) (5 分) 光源是光谱分析仪的重要部件，请列举一种方法阐述光源对方法的改进或提升作用，并解释其作用机理。

(2) (10 分) 傅里叶变换是一些现代谱学分析仪的重要技术，请从已学仪器分析方法中列举出哪些方法采用了这一技术？有何作用和意义？选取一种方法阐述其测定原理、仪器组成以及方法特点。

(3) (5 分) 通过分析化学的学习谈谈体会。