

学院 材料与化工专业 化学反应工程专业 成绩 86.88

年级 16 学号 160440074 姓名 张梦妍 日期 2018年5月

一、选择题(共20题 40分)

1. 2分 (1934)

- 实际分解电压,包括 _____ (4)
(1) 反电动势 (2) 超电压
(3) 反电动势加超电压 (4) 反电动势、超电压和 IR 降

2. 2分

微库仑分析与库仑滴定相比,前者主要特点是 _____ (3)

- (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. 2分

下面哪一种说法是正确的? _____ (2) ✗

- (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
✗ 极谱的半波电位随被测离子浓度的变化而变化

4. 2分 (1584)

极谱分析中残余电流的主要组成部分是 _____ (2) ✗

- (1) 未排除的微量溶解氧的还原电流 (2) 充电电流
(3) 溶剂及试剂中的微量金属离子的还原电流 (4) 迁移电流

5. 2分 (1550)

控制电位库仑分析的先决条件是 _____ (1)

- (1) 100% 电流效率 (2) 100% 滴定效率
(3) 控制电极电位 (4) 控制电流密度

6. 2分 (1064)

根据范弟姆特方程式,在高流速情况下,影响柱效的因素主要是 _____ (1)

- (1) 传质阻力 (2) 纵向扩散
(3) 涡流扩散 (4) 柱弯曲因子

7. 2 分 (1401)

- 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

8. 2 分 (1411)

- 应用 GC 方法来测定痕量硝基化合物，宜选用的检测器为 ----- ()
~~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

9. 2 分 (1109)

- 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

10. 2 分 (1110)

- 采用气相色谱氢火焰离子化检测器时，与相对校正因子有关的因素是 ----- ()
(1) 固定液的极性 (2) 载气的种类
(3) 载气的流速 (4) 标准物的选用

11. 2 分

- 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

12. 2 分

- 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

13. 2 分 (1368)

- 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

14. 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

15. 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

16. 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 _____ (4)

- (1) 自然变宽
- (2) 压力变宽
- (3) 场致变宽
- (4) 多普勒变宽(热变宽)

17. 2 分 (1337)

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. 2 分

采用调制的空心阴极灯主要是为了 _____ (2)

- (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

19. 2 分

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跃迁
- (4) 电，热能使气态原子外层电子产生发射光谱

20. 2 分

非火焰原子吸收法的主要缺点是 _____ (3)

- (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 (共 6 题 14 分)

1. 2 分 (2075)

电解分析时，由于电极反应引起的浓差极化使阴极电位向 负方向 移动。

2. 2 分 (2099)

衡量色谱柱的柱效能的指标是 有效理论塔板数、塔板高度

3. 2 分 (2817)

超临界流体色谱法是以 超临界流体 为流动相的色谱法，其流动相的性质是 干。

4. 2 分 (2358)

在液相色谱中，为了减少固定液的流失，一般用 键合 固定相。

5. 2 分

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。

6. 4 分

请填写出下列英文缩写所对应的中文名称

HPLC 高效液相色谱分析

SFC 超临界流体

AAS 原子吸收光谱

AES 原子发射光谱

三、计算题 (共 3 题 22 分)

1. 5 分 (3503)

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

解：

$$\begin{cases} R = kC_s \\ R_x = k(C_x + C_s) \end{cases}$$

$$\text{即} \begin{cases} 0.218 = k \times 1 \\ 0.418 = k \times (C_x + 1) \end{cases}$$

$$\text{解得 } C_x = 0.92 \text{ mg/L}$$

2. 8 分 (3633)

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：

(1) 分离度(R)

$$W_{b,A} = 1.2 \text{ min}$$

$$W_{b,B} = 1.4 \text{ min}$$

(2) 容量因子： k_A 、 k_B

(3) 相对保留值 $r_{B,A}$

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

$$\text{解：(1)} R = \frac{t_{R,B} - t_{R,A}}{\frac{1}{2}(W_{b,B} + W_{b,A})} = \frac{17.63 - 16.40}{\frac{1}{2}(1.2 + 1.4)} = 0.9462$$

$$(4) L = nH = 1.6 \times \frac{P_s^2}{(R-1)^2}$$

$$= 1.6 \times \frac{1.5^2}{(1.5-1)^2} \times \left(\frac{1.08}{1.08-1}\right)^2$$
$$= 6.56 \text{ m}$$

$$(2) t'_{R,A} = t_{R,A} - t_0 = 16.40 - 1.30 = 15.1 \text{ min}$$

$$t'_{R,B} = t_{R,B} - t_0 = 17.63 - 1.30 = 16.33 \text{ min}$$

$$k_A = \frac{t'_{R,A}}{t_0} = \frac{15.1}{1.30} = 11.62$$

$$k_B = \frac{t'_{R,B}}{t_0} = \frac{16.33}{1.30} = 12.56$$

需增加 4.56 m

$$(3) \alpha_{B,A} = \frac{k_B}{k_A} = \frac{12.56}{11.62} = 1.08$$

3. 9 分 (3580)

从含 0.200 mol/L Ni 和 $0.400 \text{ mol/L} \text{ HClO}_4$ 的 100mL 溶液中，将镍沉积在 Pt 阴极上，Pt 阳极上放出 O_2 。 O_2 在电极上的过电位为 1.30V 。若通过电解池的电流维持在 0.450A ，电解池内阻为 2.00Ω 。已知： $\varphi^\circ_{\text{Ni}^{2+}/\text{Ni}} = -0.250\text{V}$, $\varphi^\circ_{\text{O}_2} = 1.23\text{V}$

试求：

(1) 理论分解电压；

(2) iR 降：

(3) 开始电解所需的外加电压。

$$\text{解: } (1) \varphi_{\text{Ni}^{2+}/\text{Ni}} = \varphi^\circ_{\text{Ni}^{2+}/\text{Ni}} + \frac{0.0592}{4} \lg [\text{Ni}^{2+}]^4 = -0.250 + \frac{0.0592}{4} \times \lg 0.2 = -0.771\text{V}$$
$$\varphi_{\text{理}} = \varphi_{\text{O}_2} - \varphi_{\text{Ni}^{2+}/\text{Ni}} = 1.23 - (-0.771) = 1.477\text{V}$$
$$\varphi_{\text{正理}} = \varphi_{\text{理}} + iR = 1.477 + 1.30 + 0.450 \times 2 = 3.677\text{V}$$

$$(2) iR = 0.45 \times 2 = 0.9\text{V}$$

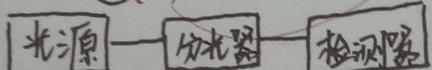
$$(3) \varphi_{\text{外}} = \varphi_{\text{理}} + \eta + iR = 1.477 + 1.30 + 0.9 = 3.677\text{V}$$

四、问答题 (共 3 题 24 分)

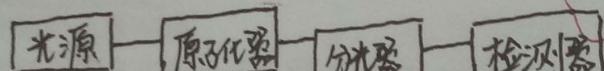
1. (本题 6 分)

试以方框图绘出原子发射、原子吸收、原子荧光光谱仪的结构，并简述其异同处。

答：原子发射



原子吸收



相同：①都是原子光谱，都是使原子致逆测量其光谱
②都有光源、单色器和检测器
③都能用于测金属元素及无机元素。

不同：①发射光谱是用热能和电能激发、吸收、荧光是用光能激发

②原子吸收和荧光的原子化器，而原子发射没有。
原子荧光单色器和原子化器都必须至 1000°C

③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。

2. (本题 8 分)

答：原子吸收法测量时，为什么要求锐线光源？如何得到锐线光源？

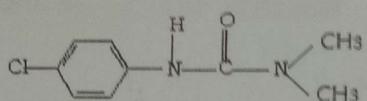
原因 原子吸收是通过空心阴极灯发出的特征谱线进行的。样品原子蒸气后，辐射强度(强度)的减弱来测量试样中待测元素的百分含量。在原子吸收分析法中要使吸光度与原子蒸气中待测元素的基态原子数之间的关系遵循朗伯—比耳定律，必须使发射光强度小于吸收光强度。如果用锐线光源时，引入射光的吸收光强度 ~ 10 倍，则可以近似为单色光了，吸光度与浓度呈线性关系，得合成立式 $A = kC$

如何得到：使用空心阴极灯，当灯的正负极加上 400V 电压时，便开始辉光放电这时电极离开阴极，在飞向阳极的光程中，受到阳极加速，与惰性气体碰撞并使之电离，带正电惰性气体从电场获得动能向阳极表面撞击，克服金属表面的晶格能，产生阳极物质的共振线，从而得到锐线光源。

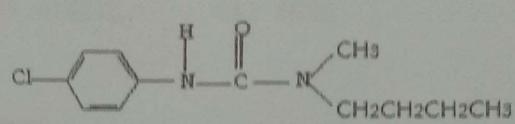
3. 10 分 (4739) 现分离一含 A 和 B 的试样，键合相有十八硅烷基硅胶和氰基硅胶可供选择，流动相有 60% 甲醇—水和 1% 二氯杂环己烷—己烷可供选择。试问：

- (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？出峰次序如何？
- (3) 若采用反相色谱法，应选用何种固定相和流动相？出峰次序有否变化？

A



B



答：(1) 正相色谱：流动相的极性 小于 固定相的极性

(2) 固定相：氰基硅胶

流动相：1% 二氯杂环己烷—己烷
出峰次序：先 A 后 B 出峰，A 后 B 出峰。

(3) 固定相：十八硅烷基硅胶

流动相：60% 甲醇—水 (反相色谱)

出峰次序：B 先出峰，A 后出峰

出峰顺序变化。

A，极性大，会随极性大的流动相先流出来

B，极性小，会在极性小的固定相中停留较长时间