

机密★启用前

2021年4月高等教育自学考试全国统一考试

## 仪器分析（一）

（课程代码 02056）



注意事项：

1. 本试卷分为两部分，第一部分为选择题，第二部分为非选择题。
2. 应考者必须按试题顺序在答题卡（纸）指定位置上作答，答在试卷上无效。
3. 涂写部分、画图部分必须使用2B铅笔，书写部分必须使用黑色字迹签字笔。

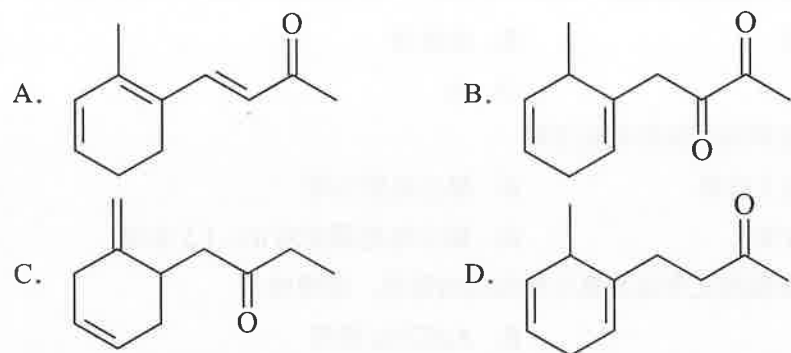
### 第一部分 选择题

一、单项选择题：本大题共20小题，每小题1分，共20分。在每小题列出的备选项中只有一项是最符合题目要求的，请将其选出。

1. 在气相色谱分离过程中，要减小组分色谱峰的宽度，可以改变的因素有  
A. 增大塔板数  $n$  值                      B. 流动相流速达到极大值  
C. 流动相流速为零                      D. 使用短的色谱柱
2. 色谱分析中，在确保所有组分完全分离情况下，对组分进行定性分析的指标是  
A. 信号强度                      B. 保留时间相同  
C. 死时间相同                      D. 灵敏度相同
3. 在气固色谱中，固定液的选择一般要求是  
A. 固定液的分子量大  
B. 固定液与被分离组分极性的近似  
C. 固定液与被分离组分极性的差异尽量大  
D. 与极性无关随机选择
4. 高效液相色谱仪的基本组成为  
A. 储液瓶和高压泵、梯度洗提装置、进样器、色谱柱、检测器、数据处理系统  
B. 储液瓶和高压泵、梯度洗提装置、汽化室、色谱柱、检测器、数据处理系统  
C. 高压氮气瓶、梯度洗提装置、汽化室、色谱柱、检测器、数据处理系统  
D. 高压氮气瓶、汽化室、色谱柱、检测器、数据处理系统

5. 高效液相色谱中的固定相包括  
A. 键合固定相                      B. 硫酸镁  
C. 乙醇                      D. 水
6. 电位分析法测定两电极间的电位差时  
A. 输出电流为1安培                      B. 输出电流为零  
C. 电流为任意值                      D. 输出电流强度为0.1~1.5安培
7. 银离子选择性电极测定银盐和氰化钠组成的溶液，测得的是  
A.  $\text{Ag}^{2+}$  活度                      B.  $\text{Ag}(\text{CN})_2$  活度  
C.  $\text{AgOH}$  活度                      D.  $\text{Ag}_2\text{S}$  活度
8. 法拉第电解定律主要内容是  
A. 在电极上发生反应的物质的质量与通过电解体系的电流无关  
B. 在电极上发生反应的物质的质量与通过该体系的电荷量无关  
C. 在电极上发生反应的物质的质量与通过该体系的电荷量成正比  
D. 电解过程与浓度无关
9. 原子发射光谱定性分析中，判断元素存在的条件是  
A. 检出离子峰                      B. 待测元素谱线宽度为1cm  
C. 检出一条最后线                      D. 检出该元素两条以上的最后线
10. 原子发射光谱不能分析的样品有  
A. 水                      B. 金属盐  
C. 金属氧化物                      D. 金属
11. 在原子吸收分光光度分析中，采用的光源是  
A. X射线发光源                      B.  $\beta$ 射线发射源  
C. 锐线光源                      D. 汞灯
12. 在原子吸收光谱分析中，光源所起的作用为  
A. 提供试样蒸发和激发所需要的能量  
B. 产生荧光  
C. 辐射待测元素的特征谱线  
D. 产生具有一定波长范围的连续无线电波
13. 下列化合物中在220nm波长紫外光照射下，有强吸收的化合物是  
A.                       B.   
C.  $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}=\text{CH}-\text{CH}=\text{CH}_2$                       D.  $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$

14. 下列化合物中, 紫外吸收光谱  $\lambda_{\max}$  值最大的是



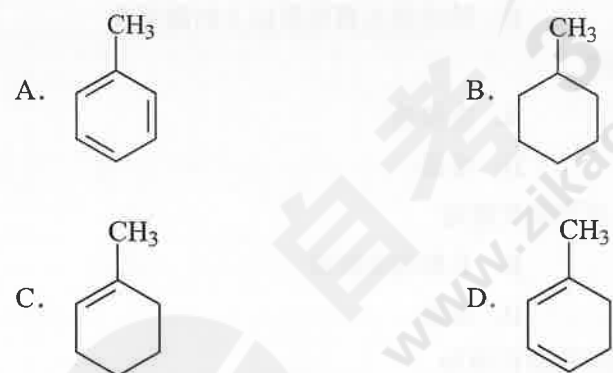
15. 电磁波中能量最高的是

- A. 红外光                      B. 微波  
C. 无线电波                    D. 紫外光

16. 红外光谱的产生条件之一是

- A. 分子受红外光照射引起价电子跃迁      B. 分子受红外光照射并发生振动  
C. 分子受红外光照射发生振动能级的跃迁    D. 分子受红外光照射发生平动

17. 一个化合物的红外光谱图中,  $3000\text{cm}^{-1}$  以上区域没有吸收峰, 该化合物的可能结构是



18. 吸电子效应导致振动频率变大。下列化合物中  $\text{C}=\text{O}$  伸缩振动频率最大的是



19. 可以直接用原子吸收光谱法测定的是

- A. 硫                              B. 金属离子  
C. 氯离子                        D. 固体样品

20. 理想的选择性电极应该是

- A. 只对一种特定的离子产生电位信号  
B. 只对氢、钾和钠离子产生电位信号  
C. 只对阴离子产生电位信号  
D. 只对阳离子产生电位信号

二、多项选择题: 本大题共 5 小题, 每小题 2 分, 共 10 分。在每小题列出的备选项中至少有两项是符合题目要求的, 请将其选出, 错选、多选或少选均无分。

21. 根据色谱分离基本方程, 使分离度  $R$  增大的因素有

- A. 增加理论塔板数                      B. 进样量增加  
C. 柱长变小                              D. 增加测定次数  
E. 加大两组分的保留时间差值

22. 离子选择性电极测量电动势时, 导致误差的因素有

- A. 干扰离子                              B. 溶液 pH 值  
C. 响应时间                              D. 被测离子浓度  
E. 电极的电阻值

23. 原子发射光谱仪的光源包括

- A. 氘灯                                      B. 电感耦合高频等离子体  
C. 激光                                      D. 交流电弧  
E. 直流电弧

24. 原子吸收光谱分析中, 存在的干扰包括

- A. 化学干扰                              B. 物理干扰  
C. 光谱干扰                              D. 光源干扰  
E. 人为干扰

25. 导致发生红外光谱吸收的振动包括

- A. 键长变化的伸缩振动                      B. 键角变化的弯曲振动  
C. 分子平动                                D. 分子转动  
E. 分子中核外电子跃迁

三、判断题: 本大题共 10 小题, 每小题 1 分, 共 10 分。判断下列各题正误, 正确的在答题卡相应位置涂“**A**”, 错误的涂“**B**”。

26. 组分的分配系数趋于无限大时其色谱保留时间也趋于无限大。

27. 气相色谱中使用最佳载气流速可以达到最佳柱效。
28. 气相色谱中热导检测器可以检测所有与流动相不同的挥发组分。
29. 高效液相色谱进行梯度洗脱时可以使用紫外检测器。
30. 工作电池的电动势与温度无关。
31. 原子吸收光谱法只能检测金属元素。
32. 原子发射光谱可以检测硫酸铜中铜离子和硫酸根。
33. 原子吸收光谱法在一次分析过程中只能检测一种金属离子。
34. 溶剂性质会影响某些基团的紫外吸收波长。
35. 红外光谱产生的条件之一是分子偶极矩的变化。

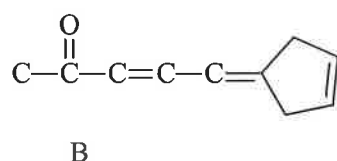
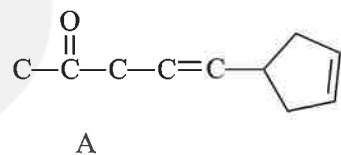
## 第二部分 非选择题

四、名词解释题：本大题共 4 小题，每小题 4 分，共 16 分。

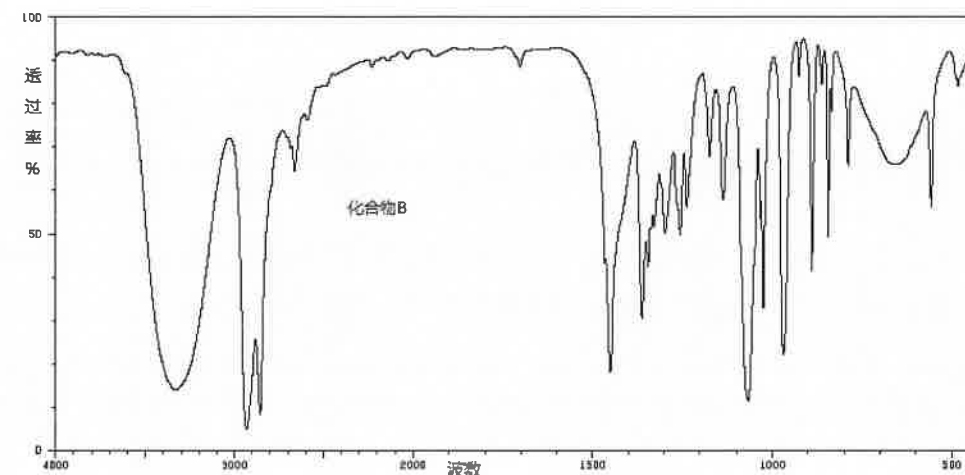
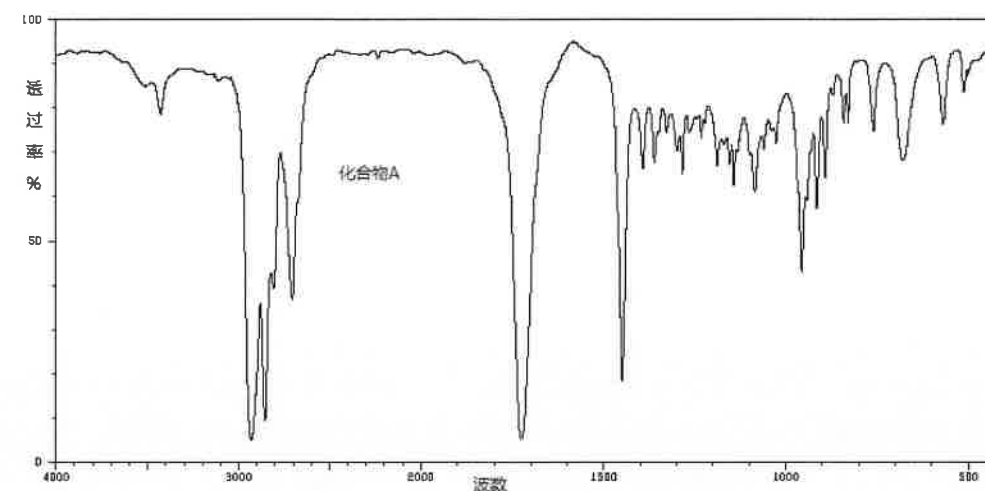
36. (色谱) 分配过程
37. 反相液相色谱
38. (红外光谱) 指纹区
39. (原子吸收光谱) 锐线光源

五、简答题：本大题共 4 小题，每小题 5 分，共 20 分。

40. 简述在原子发射光谱分析中元素标准光谱图所起的作用。
41. 简述离子选择性电极的类型及一般作用原理。
42. 化合物可能是下列 AB 两种结构中的一种。化合物的紫外吸收光谱分析中发现有一个吸收带  $\kappa_{\max}=2.15 \times 10^4 \text{ (L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1})$  ( $\lambda_{\max}=245\text{nm}$ )。根据紫外分析结果确定化合物的结构，并解释。



43. 化合物 A 和 B 可能是环己醇  $\text{C}_6\text{H}_{11}\text{OH}$  或环己基甲醛  $\text{C}_6\text{H}_{11}\text{CHO}$ 。根据它们的红外光谱图鉴别和确定化合物 A 和 B 结构，并解释。



六、计算题：本大题共 2 小题，每小题 12 分，共 24 分。

44. 色谱法分析煤干馏分样品中间二甲苯、对二甲苯、邻二甲苯含量，样品中尚存在其它不需定量杂质。现选取甲苯作内标，分析时甲苯与样品的重量比为 1:7，面积与校正因子见表所示。用内标法计算这三个组分的百分含量。

组分峰面积及校正因子：

组分	间二甲苯	对二甲苯	邻二甲苯	甲苯
面积校正因子	0.97	0.96	1.00	0.89
峰面积 (mV·min)	3.5	4.0	2.8	2.0

45. 用标准加入法测定  $25^\circ\text{C}$  条件下的离子浓度。在 100 毫升的铜盐溶液 A 中加入 0.5 毫升  $0.1\text{mol/L}$  的氯化铜溶液后，溶液的电动势增加了  $3\text{mV}$ ，求原来溶液 A 中铜的总浓度。(摩尔气体常数  $R=8.31441 \text{ J}(\text{mol/K})^{-1}$ ，法拉第常数  $F=96486.70 \text{ C/mol}$ )