

## 第二套 参考试题

### 一、选择题（10分，每小题1分）

- 1903年，经典色谱试验由（ ）完成。  
(A) A. A. Michelson (B) M.S. Tswett  
(C) C. V. Raman (D) A. J. P. Martin
- LOQ一般定义为（ ）。  
(A) 5N (B) 10N (C) 20N (D) 100N
- 在色谱法中，常用于定量的参数是（ ）。  
(A) 保留时间 (B) 半峰宽 (C) 峰面积 (D) 相对保留值
- 为改善分离，缩短分析时间，毛细管气相色谱法采用的一种分离操作模式被称为（ ）。  
(A) 梯度洗脱 (B) 程序升温 (C) 程序升压 (D) 分流
- 采用反相高效液相色谱法分离苯、甲苯、二甲苯，其中二甲苯的保留时间最长是因为（ ）。  
(A) 极性较强 (B) 易溶于水 (C) 在固定相中分配比大 (D) 有同分异构体
- 分析阴离子时，AS 9-HC的淋洗液采用（ ）。  
(A) 9 mmol/L HCl (B) 9 mmol/L NaOH (C) 9 mmol/L Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (D) 9 mmol/L H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>
- 采用CS 12A分析无机阳离子时，各种离子出峰的先后顺序依次是（ ）。  
(A) Li<sup>+</sup>、Na<sup>+</sup>、NH<sub>4</sub><sup>+</sup>、K<sup>+</sup>、Mg<sup>2+</sup>、Ca<sup>2+</sup>、Sr<sup>2+</sup>  
(B) Na<sup>+</sup>、Li<sup>+</sup>、NH<sub>4</sub><sup>+</sup>、K<sup>+</sup>、Mg<sup>2+</sup>、Ca<sup>2+</sup>、Sr<sup>2+</sup>  
(C) Li<sup>+</sup>、Na<sup>+</sup>、K<sup>+</sup>、NH<sub>4</sub><sup>+</sup>、Mg<sup>2+</sup>、Ca<sup>2+</sup>、Sr<sup>2+</sup>  
(D) Li<sup>+</sup>、Na<sup>+</sup>、NH<sub>4</sub><sup>+</sup>、K<sup>+</sup>、Mg<sup>2+</sup>、Sr<sup>2+</sup>、Ca<sup>2+</sup>
- 具有离子阱质量分析器的气相色谱质谱联用仪（ ）。  
(A) LC/MS/MS (B) LC/MS (C) GC/MS/MS (D) GC/MS<sup>n</sup>
- 时间串联质谱仪一般具有（ ）个质量分析器。  
(A) 1 (B) 2 (C) 3 (D) 5
- 芳香族化合物共轭体系数目增多时，其紫外吸收带将发生（ ）变化。  
(A) 红移 (B) 蓝移 (C) 不 (D) 无规律

### 二、填空题（10分，每小题1分）

- 测定分析纯的三聚氰胺含量称为\_\_\_\_分析。
- 色谱分析用的标准曲线低点不可随意\_\_\_\_，只可内插求值。依据回归分析原理，应对获得的进行检验。
- 气相色谱仪常使用的载气有\_\_\_\_、\_\_\_\_、\_\_\_\_。
- “干烧”是指毛细管气相色谱柱在程序升温的终止温度流量不能小于\_\_\_\_。
- 反相高效液相色谱柱有\_\_\_\_、\_\_\_\_。
- 反相高效液相色谱法常用的改性剂有\_\_\_\_、\_\_\_\_、\_\_\_\_。
- 反相高效液相色谱法通用型离子对探针试剂有\_\_\_\_、\_\_\_\_。
- 使用电导检测器时水峰为倒峰，倒峰越高说明自身再生式抑制器的工作效率越\_\_\_\_。
- 有机化合物在EI中的简单裂解有\_\_\_\_、\_\_\_\_、\_\_\_\_。
- 可将中红外吸收光谱图划分为特征区和指纹区，特征区表征化合物的\_\_\_\_，指纹区表征化合物的\_\_\_\_。

### 三、改错题（10分，每小题1分）

- 痕量分析的添加回收率一般应为98~102%。
- 气相色谱仪通过六通阀进样。
- ECD采用普氮为载气。
- 反相高效液相色谱法的固定相载体常用苯乙烯-二乙烯基苯共聚物。
- 自来水中的氟离子含量可以采用拉曼光谱法定量测定。

6. 离子色谱法测定自来水中常见的 4 种阳离子有  $\text{Li}^+$ 、 $\text{NH}_4^+$ 、 $\text{Fe}^{2+}$ 、 $\text{Sr}^{2+}$ 。
7. 可采用质谱法对 3 种纯的二甲苯异构体进行鉴别。
8. ESI 质谱库中的参照谱图通常都是用 70eV 获得的。
9. 增塑剂的特征离子碎片质核比为  $m/z$  127。
10. 赛伯-罗马金公式适用于原子吸收光谱的定量分析。

四、简述题（50 分，每小题 5 分）

1. 简述 CAS 登录号在仪器分析上的意义及三段码的含义。
2. 简述速率理论方程。
3. 简述常用毛细管色谱柱的规格。如何延长其使用寿命？
4. 简述气相色谱法常用固定相的种类，写出 OV-101 的化学结构式。
5. 简述高效液相色谱分析内标物的选择。
6. 简述高效液相色谱分析方法的优化。
7. 简述高效液相色谱法等度、梯度洗脱模式。
8. 简述核磁共振波谱法在定性分析上的特点。
9. 依据下列化合物的化学结构式（图 4-1），简述采用相应分析方法的原理。

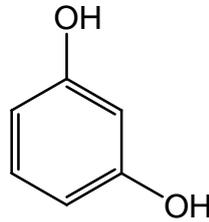


图 4-1

10. 依据《仪器分析实验指导书》，简述采用 GC 测定乙醇等溶剂的溶液配制和结果计算公式。

五、看图解答题（20 分，每小题 5 分）

1. 请写出图 5-1 为何种分析仪器的流程图。包括中文全称、英文名称或缩写，并回答 4、10、11 标示处的名称及作用。

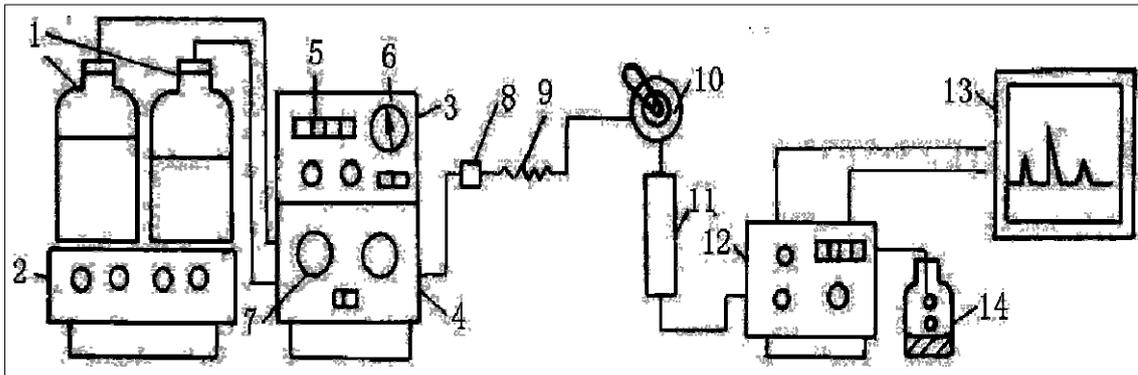


图 5-1

2. 图 5-2 为一张毛细管气相色谱仪对多组分样品分离的色谱图，请给出标示处的术语。写出原因，同一样品溶液为什么两次进样分析获得的峰形明显不同。

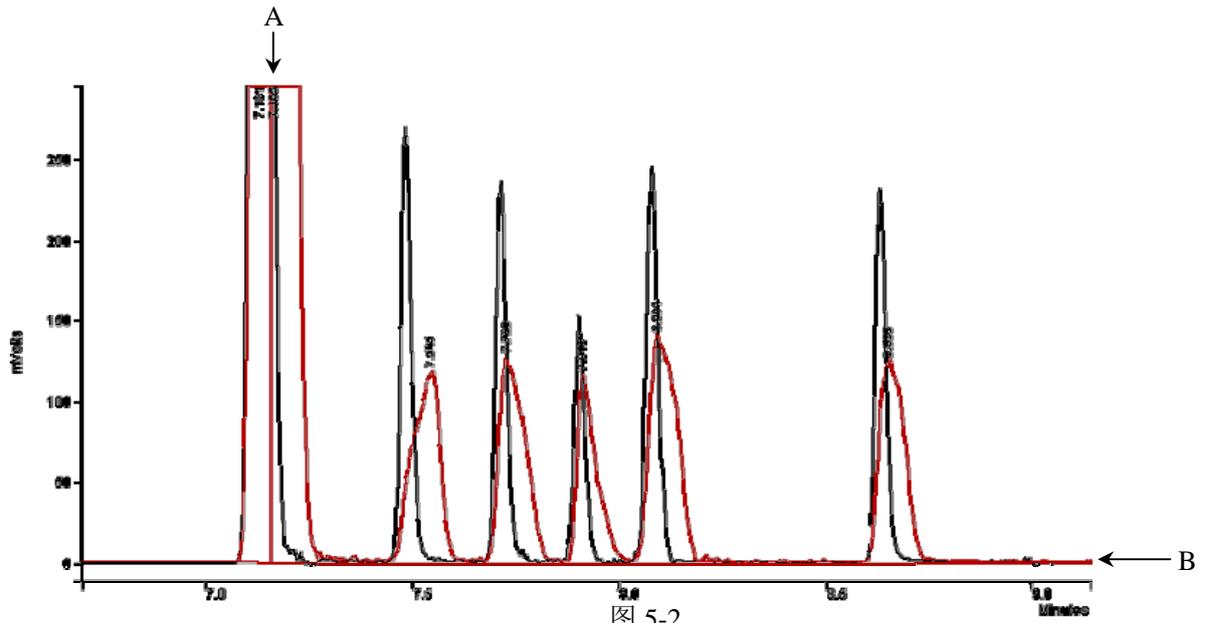


图 5-2

3. 指出图 5-3 是哪种色质联用仪的离子源并阐述其工作原理。

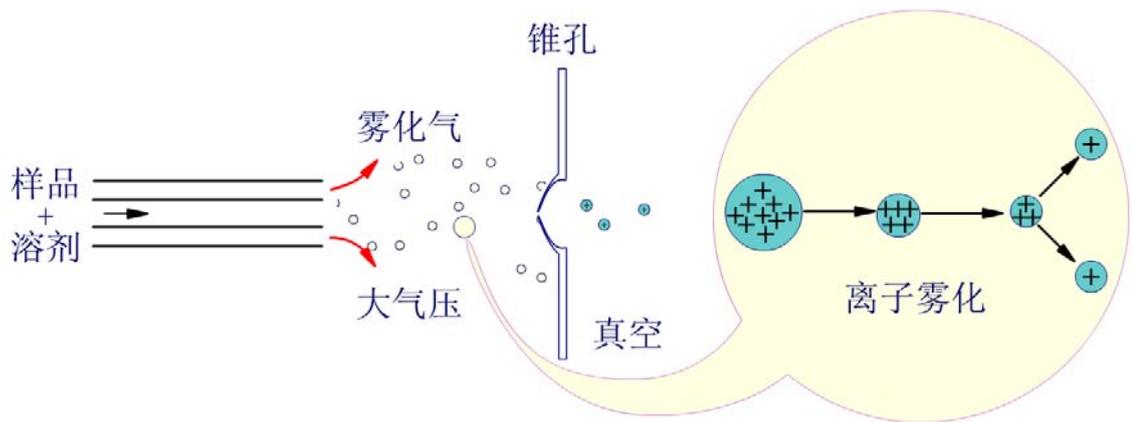


图 5-3

4. 写出图 5-4 的纵横坐标的量纲/量值, 依据谱图 (EI) 写出图中主要离子碎片的名称。请根据其简单的裂解途径, 试推测出这种常用溶剂的分子式并画出该化合物的可能化学结构式。

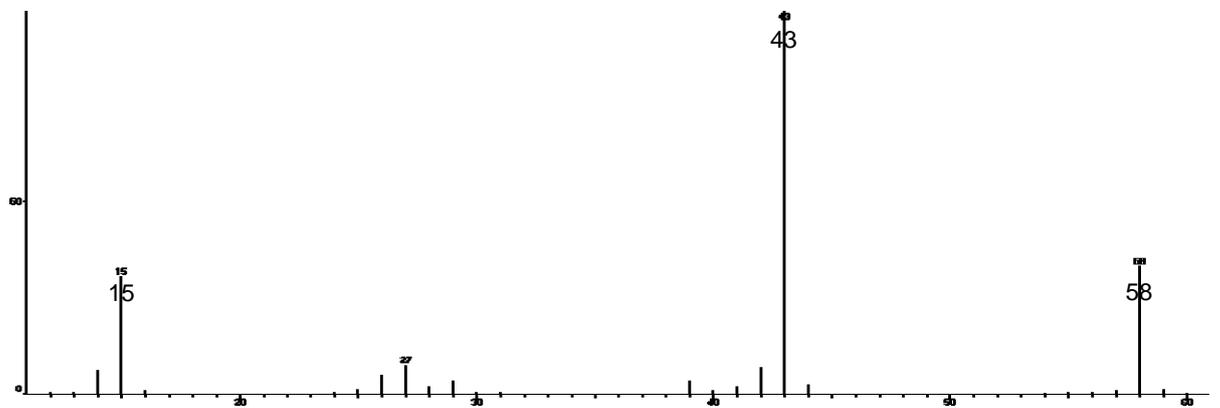


图 5-4