

考试科目：分析化学（医学）

科目代码：814 #

适用专业：药剂学、生药学、药物分析学、麻醉学

（试题共 5 页）

（答案必须写在答卷纸上，写在试题上不给分）

### 一. 翻译并解释下列名词（20分，2分/题）

1. titer    2. confidence level    3. conditional potential    4. indirect iodometry  
5. leveling effect    6. chemical shift    7. magnetic equivalence  
8. vibration relaxation    9. constant weight    10. metastable ion

### 二. 选择题（48分，3分/题，一个以上答案者须全对才给分）

#### 1. 下列表述中错误的有（      ）

- A. 酸效应系数越大，配位滴定曲线的 pM 突跃范围越大  
B. 置信水平越高，置信区间越宽  
C. 用 Mohr 法测定 NaCl 含量应在中性或弱酸性介质中进行  
D. 晶型沉淀宜在热溶液中进行沉淀并趁热过滤

#### 2. 用分析天平称取某药物片剂的质量为 0.2100g，其实际质量应是（      ）

- A.  $0.2100\text{g} \pm 0.01\text{g}$                       B.  $0.2100\text{g} \pm 0.001\text{g}$   
C.  $0.2100\text{g} \pm 0.0001\text{g}$                   D.  $0.2100\text{g} \pm 0.00001\text{g}$

#### 3. 化学原料药含量测定一般采用（      ）

- A. 准确度高的方法    B. 专属性强的方法    C. 滴定分析法  
D. 紫外分光光度法    E. 高效液相色谱法

#### 4. 用氢氧化钠滴定液测定十一烯酸，应选用的指示剂为（      ）

- A. 甲基橙    B. 甲基红    C. 酚酞    D. 溴甲酚绿

#### 5. 下列药物中不能采用亚硝酸钠滴定法测定含量者有（      ）

- A. 乙酰水杨酸    B. 对氨基水杨酸钠    C. 对乙酰氨基酚    D. 普鲁卡因

#### 6. 标定高氯酸滴定液采用的指示剂及基准物质是（      ）

- A. 百里酚蓝、 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$     B. 酚酞、 $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$

C. 结晶紫、 $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$

D. 偶氮紫、 $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$

7. 用非水滴定法测定盐酸吗啡含量时, 应使用的试剂有 ( )

A. 5% 醋酸汞冰醋酸液

B. 液氨

C. 冰醋酸

D. 高氯酸

E. 二甲基甲酰胺

8. 当 HCl 溶于液氨时, 溶液中最强的酸是 ( )

A. HCl

B.  $\text{H}_3\text{O}^+$

C.  $\text{NH}_4^+$

D.  $\text{NH}_3$

9. 药物中微量元素的测定, 可采用的测定方法是 ( )

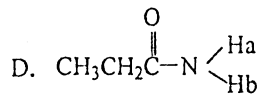
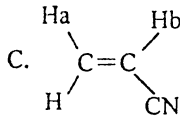
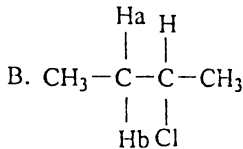
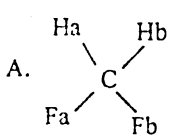
A. 紫外分光光度法

B. 荧光分析法

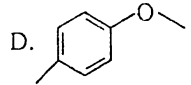
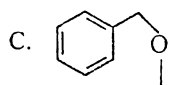
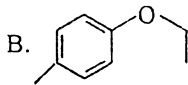
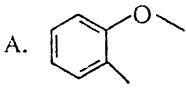
C. 原子吸收分光光度法

D. 红外光谱法

10. 下列化合物中的 Ha 和 Hb 为磁等价质子的有 ( )



11. 下列各化合物中, 预期能产生  $m/z$  108 离子的是 ( )



12. 选择 GC 程序升温方法进行分离的样品主要是 ( )

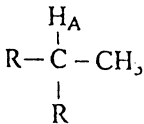
A. 同分异构体

B. 同系物

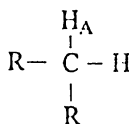
C. 沸点差异大的混合物

D. 极性差异大的混合物

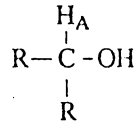
13. 在下列三个结构式中,  $\text{H}_A$  的屏蔽常数大小顺序为 ( )



( I )



( II )



( III )

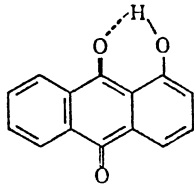
A.  $\text{I} > \text{II} > \text{III}$

B.  $\text{II} > \text{I} > \text{III}$

C.  $\text{III} > \text{I} > \text{II}$

D.  $\text{III} > \text{II} > \text{I}$

14. 某化合物 (结构如下) 形成分子内氢键的  $\nu_{\text{C=O}}$  为  $1622\text{cm}^{-1}$ ,  $\nu_{\text{O-H}}$  为  $2842\text{cm}^{-1}$ , 若浓度增加, 则  $\nu_{\text{C=O}}$  及  $\nu_{\text{O-H}}$  ( )

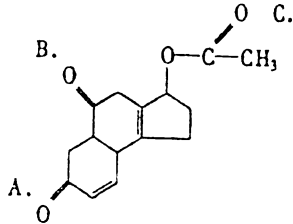
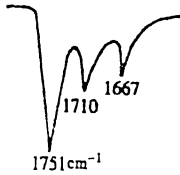


A. 向低波数移动

B. 向高波数移动

C. 波数不改变

15. 某物质的 IR 光谱中,  $\nu_{C-O}$  如下图所示。试分析  $\nu_{C-O} 1667\text{cm}^{-1}$  所对应的是结构中的 ( )



16. 在 HPLC 中属于选择性检测器的有 ( )

A. 紫外检测器

B. 荧光检测器

C. 示差折光检测器

D. 电化学检测器

E. 蒸发光散射检测器

### 三、填空题 (44 分, 1 分/空)

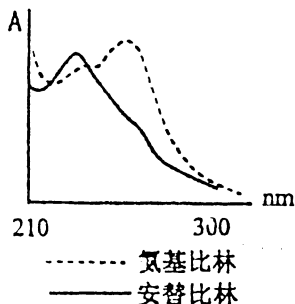
- $F$  检验是通过比较两组数据的 \_\_\_\_\_, 以确定它们的 \_\_\_\_\_ 是否存在显著性差异; 检验两个分析结果间是否存在显著性差异时, 用 \_\_\_\_\_ 检验, 若检验某分析结果是否明显高于 (或低于) 某值, 则用 \_\_\_\_\_ 检验。
- 配位滴定法准确滴定的条件是 \_\_\_\_\_; 在  $N$  离子存在时, 选择滴定  $M$  离子的滴定条件是 \_\_\_\_\_; 金属指示剂必须具备的条件是: \_\_\_\_\_ 和 \_\_\_\_\_。
- 影响吸附 TLC 法组分比移值的主要因素有 3 个: ① 组分极性: 其极性较强, 组分  $R_f$  值较 \_\_\_\_\_; ② 吸附剂活性: 其活性越强, 组分  $R_f$  值较 \_\_\_\_\_; ③ 展开剂极性: 其极性越强, 组分  $R_f$  值较 \_\_\_\_\_; 组分  $R_f$  值的最佳范围是 \_\_\_\_\_。
- 在 MS 谱中, 重排开裂一般要脱去一个 \_\_\_\_\_, 即失去 \_\_\_\_\_ 个电子。所以重排离子具有 \_\_\_\_\_ 与 \_\_\_\_\_ 的特征, 据此可判断开裂类型。

5. 中国药典规定色谱系统适用性试验的检验参数应包括：①\_\_\_\_\_；  
②\_\_\_\_\_；③\_\_\_\_\_；④\_\_\_\_\_。
6. 原电池正极的电位较\_\_\_\_\_，产生\_\_\_\_\_反应；其负极的电位较\_\_\_\_\_，  
产生\_\_\_\_\_反应。
7.  $^1\text{H-NMR}$  谱中的一级图谱应具有的主要特征是：①\_\_\_\_\_；  
②\_\_\_\_\_；③\_\_\_\_\_；④\_\_\_\_\_。
8. GC 检测器分为\_\_\_\_\_型和\_\_\_\_\_型两大类，如\_\_\_\_\_属前  
者，\_\_\_\_\_属后者；用峰面积定量时须保持载气流速恒定的检测器属  
于\_\_\_\_\_型检测器。
9. 分子离子峰一般位于质谱图中质荷比最高端，但有时最高质荷比峰不一定是  
分子离子峰，其原因主要是：①\_\_\_\_\_；②\_\_\_\_\_；③\_\_\_\_\_。
10. 以 ODS 为填料的 HPLC 法，常用的流动相是以\_\_\_\_\_为底剂并加入  
适量\_\_\_\_\_组成的二元或多元溶剂系统；后流出色谱柱的是极性较  
\_\_\_\_\_的组分，流动相中\_\_\_\_\_的比例越高，组分的保留时间越短。
11. 在  $^1\text{H-NMR}$  谱中，磁等价核是指分子中\_\_\_\_\_相同的一组氢核，且其  
对组外任何一个原子核的\_\_\_\_\_也相同；影响氢核化学位移的主要  
因素有\_\_\_\_\_和\_\_\_\_\_。

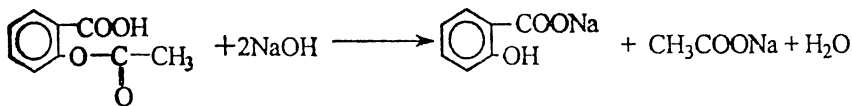
四. 分析与计算题 (30 分；第 1、2 题各 9 分，第 3 题 12 分)

1. The following cell was found to have a potential ( $E$ ) of 0.4455V (25°C):  
(-) Ag | AgCl |  $\text{Cl}^-$  (0.0796 mol/L) ||  $\text{Ag}^+$  (0.072 mol/L) | Ag (+)  
Calculate the solubility product of AgCl ( $K_{\text{SP AgCl}}$ ). ( $\phi^\circ_{\text{Ag}^+/\text{Ag}} = 0.7995\text{V}$ )

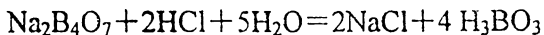
2. 欲采用紫外 - 可见分光光度法中双波长法测定氨基比林与安替比林混合物中  
安替比林含量 (仅提供安替比林对照品)，二者的紫外吸收光谱如下图所示，  
请用相关表达式简述其测定原理。



3. 称取乙酰水杨酸 ( $M = 180.16$ ) 样品 0.5490g, 加入 50.00ml 0.1660mol/L NaOH, 加热煮沸, 反应为:



过量的碱用 27.14ml HCl 回滴。已知 1.00ml HCl 相当于 0.03814g  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  ( $M = 381.37$ ), 硼砂与盐酸的反应为:



(水杨酸的  $\text{pK}_{\text{a}1} = 3.00$ ,  $\text{pK}_{\text{a}2} = 13.40$ ; HAc 的  $K_{\text{a}} = 1.80 \times 10^{-5}$ )。

- (1) 计算 HCl 溶液的摩尔浓度;
- (2) 计算样品中乙酰水杨酸的百分含量;
- (3) 计算终点时溶液的 pH 值, 并由此选用合适的指示剂。

### 五、图谱解析题 (8 分)

某化合物的分子式为  $\text{C}_8\text{H}_{18}\text{O}$ , 其 MS 如下图所示。IR 谱显示在  $3200 \sim 3500\text{cm}^{-1}$  处无吸收。试由 MS 图推测该化合物可能的结构式, 并写出 MS 谱中标出  $m/z$  离子峰的裂解过程。

