

分析化学试题 2

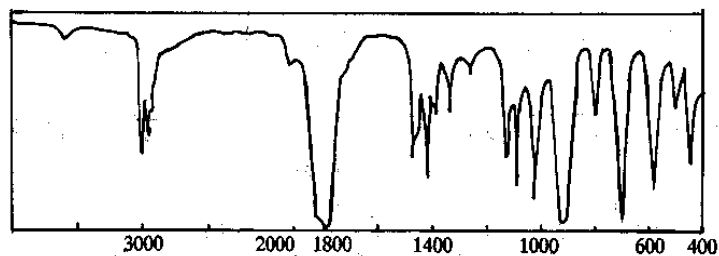
一、名词解释（2 分/题，共 20 分）

- | | |
|-------------------------------|---|
| 1. 不对称电位; | 6. Fermi 共振 |
| 2. 指示剂的封闭现象; | 7. 局部抗磁屏蔽 |
| 3. Titration end point error; | 8. Reversed phase liquid-liquid chromatography; |
| 4. 共沉淀; | 9. 边缘效应; |
| 5. scattering light | 10. 离子抑制色谱法。 |

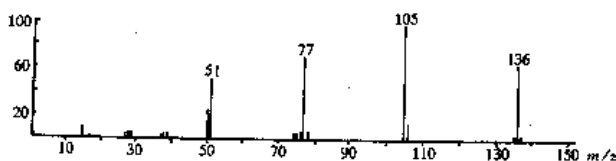
二、选择题（单选题，1.5 分/题，共 30 分）

- 在分析工作中要减小测定的偶然误差可采取（ ）方法：
A. 空白试验; B. 对照试验; C. 回收试验;
D. 校准仪器; E. 多次平行试验。
- 分析数据的处理的步骤应按照（ ）顺序。
A. 可疑数据的取舍→F 检验→t 检验; B. F 检验→Q 检验→t 检验;
C. G 检验→Q 检验→t 检验;
D. 可疑数据的取舍→t 检验→F 检验。
- 在沉淀重量法中，可减小沉淀溶解度的是（ ）：
A. 配位效应; B. 酸效应; C. 盐效应;
D. 同离子效应; E. 温度效应。
- NaOH 标准溶液因保存不当吸收了 CO_2 ，若用它滴定 H_3PO_4 至第二化学计量点，则 H_3PO_4 的分析结果将（ ）。
A. 偏高; B. 偏低; C. 无影响; D. 不能确定。
- 在配位滴定中，下列说法何种正确（ ）：
A. 酸效应使条件稳定常数增加有利于反应完全;
B. 配位效应使条件稳定常数增加不利于反应完全;
C. 所有副反应都不利于滴定反应;
D. 以上说法都不对。
- 盐酸和醋酸的均化性溶剂是（ ）
A. 水; B. 乙醇; C. 液氨; D. 甲酸; E. 丙酸。
- 用 $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$ 滴定 Fe^{2+} 时两个电对的电极电位相等的情况是（ ）。
A. 仅在化学计量点时; B. 在滴定剂加入 50% 时;
C. 在每加一滴滴定剂平衡后; D. 仅在指示剂变色时。
- 下列说法不正确的是（ ）。
A. 电位滴定法是采用两个不同电极在微电流下测定电池电动势变化;

- B. 永停滴定法是采用两个不同电极在微电流下测定电池电动势变化;
C. 永停滴定法是采用两个相同电极在微电压下测定电流变化;
D. 电位分析法必须采用指示电极和参比电极组成化学电池。
9. 不具有 $n \rightarrow \pi^*$ 跃迁的基团是 ():
A $-\text{CHCH}_2$ B $-\text{CS}$ C $-\text{CHO}$ D $-\text{N}=\text{N}-$ E $-\text{CO}$
10. 测定有一定粘度的某化合物溶液的荧光强度时, 若先升高温度后降低(化合物未破坏), 此时荧光强度 ()。
A 一直增高 B 一直降低 C 不变化 D 先降低后升高 E 先升高后降低
11. 苯甲醛红外特征峰出现的波段, 其中有两个是 ()。
A. 3000-2700 和 1900-1650; B. 3300-3000 和 2400-2100;
C. 3300-3000 和 1675-1500; D. 3750-3000 和 1300-1000;
E. 3750-3000 和 1000-650
12. 在下面的红外图谱中, 相应的结构应是 ()。
A $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COCH}_2\text{CH}_3$ B $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COCl}$ C $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CHO}$
D $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ E $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COOH}$



13. 在下面的质谱图中, 相应的结构式应是 ()。
A $\text{C}_6\text{H}_5\text{COOCH}_3$ B $\text{CH}_3\text{COOC}_6\text{H}_5$ C $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_2\text{COOH}$
D $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{COOH}$ E $\text{C}_5\text{H}_5\text{CH}=\text{CHCOOH}$



14. 紫外分光光度计和红外分光光度计仪器部件组成基本相同的是 ()。
A 光源 B 单色器 C 检测器 D 样品池 E B+C
15. 以薄层色谱法在相同的条件下测定两个化合物的 R_f , 下列说法正确的是 ()。

- A. Rf 相同则是同一种化合物; B. Rf 不相同则不是同一种化合物;
C. Rf 不相同则可能是同一种化合物; D. Rf 相同则不是同一种化合物。
16. 在吸附薄层色谱法中, 分离极性物质, 选择吸附剂、展开剂的一般原则是: ()。
- A. 活性大的吸附剂和极性强的展开剂;
B. 活性大的吸附剂和极性弱的展开剂;
C. 活性小的吸附剂和极性弱的展开剂;
D. 活性小的吸附剂和极性强的展开剂。
17. 在高效液相色谱法中, 若用化学键合固定相, 则其范氏方程最简单写法应为: ()。
- A. $H=A+B/u+(C_m+C_s)u$ B. $H=A+(C_m+C_s+C_{sm})u$
C. $H=A+(C_m+C_{sm})u$ D. $H=B/u+(C_m+C_s+C_{sm})u$
18. 为测定某组分的保留指数, 气相色谱法一般采用的基准物是: ()。
- A. 苯; B. 正庚烷;
C. 正构烷烃; D. 正丁烷和丁二烯。
19. 在色谱法中, 调整保留值实际上反映了下列哪种物质间的相互作用: ()。
- A. 组分与流动相; B. 组分与固定相;
C. 组分与组分; D. 流动相与固定相。
20. 分析宽沸程多组分混合物, 多采用: ()。
- A. 气液色谱; B. 气固色谱;
C. 毛细管气相色谱; D. 程序升温气相色谱。

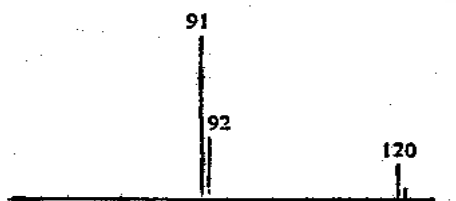
三、计算题 (共 50 分)

1. 0.10 mol/L CCl_3COONa 与 0.12 mol/L 的 HCl 等体积混合, 混合后溶液的 pH 为多少? (要求写出质子平衡式, 其中 CCl_3COOH 的 $K_a=0.23$)
2. 碘量法测定一样品中铜含量, 调节溶液 pH 为 3.00, 并含有 0.10 mol/L KF 。试计算 $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$ 电对的条件电极电位。此时 Fe^{3+} 是否干扰 Cu^{2+} 的测定? (忽略离子强度的影响。 $\varphi_{\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}}^0 = 0.771 \text{ V}$, $\varphi_{\text{I}^{3-}/\text{I}^-}^0 = 0.545 \text{ V}$, HF 的 $\text{p}K_a=3.13$, Fe^{3+} 与 F^- 的配合物 $\lg\beta_1\sim\lg\beta_3$ 为: 5.2, 9.2, 11.9。)
3. 有一如下电池, 在 25°C 测得其电池电动势为 0.321 V, 试求 $\text{Ag}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 的溶度积常数 K_{SP} 。 ($\varphi_{\text{Ag}^+/\text{Ag}}^0 = 0.7995 \text{ V}$, $K_{\text{SP}(\text{AgCl})}=1.56\times 10^{-10}$)
- $\text{Ag} | \text{AgCl}(\text{s}) | \text{KCl}(0.100 \text{ mol/L}) || \text{C}_2\text{O}_4^{2-}(1.58\times 10^{-4} \text{ mol/L}) | \text{Ag}_2\text{C}_2\text{O}_4(\text{s}) | \text{Ag}$

4. 某患者服药 A 适当时间后, 取其尿样测定。取样 10ml, 稀释至 100ml, 用紫外法测定, 在 300nm 处测得吸收度 0.325, 在 370nm 处测得吸收度 0.720, 计算患者尿中药物 A 和代谢物 B 的摩尔浓度。(注: 药物 A 对照品浓度 $1.00 \times 10^{-1} \text{mol/L}$ 时在 300nm 处吸收度为 0.400, 370nm 处为 0.010, 其代谢物 B 对照品浓度 $1.00 \times 10^{-4} \text{mol/L}$ 时在 300nm 处吸收可忽略不计, 370nm 处为 0.460.)
5. 分配系数分别为 100 和 110 的两组分, 在相比 ($\beta = V_m/V_s$) 为 5 的色谱柱上分离。当分离度 $R=1.0$, 需多长色谱柱? 若使分离度 $R=1.5$, 又需多长色谱柱? (设理论塔板高度为 0.65mm)

四、问答题 (共 34 分)

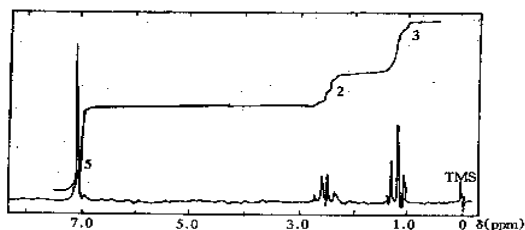
1. 化合物分子式是 C_9H_{12} , 其部分质谱图如下, 推测结构式可能是什么, 并解释理由。



2. 为什么 CO_2 振动自由度数为 4, 但其光谱上只能看到 2349 和 667cm^{-1} 两个基频峰?
3. HPLC 法定量分析的依据是什么? 为什么要引入定量校正因子? 常用的定量方法有几种?
4. 不同化合物在同一根色谱柱上测得的理论塔板数是否相同? 测定色谱柱的理论塔板数有什么实际意义?

五、图谱和综合 (共 16 分)

1. 试根据下面的核磁共振图谱 (化合物的分子式是 C_8H_{10}), 推断相应的结构式 (需写出推断过程)。



2. 现有对氨基苯甲酸乙酯原料药, 用你学过的知识, 试设计定性、定量的方法。要求: 有方法、条件、结果计算公式 (三者均需说明理由, 而且定性要一个化学法、一个仪器法)。