

分析化学(3)

一、名词解释 (2分/题, 共20分)

- | | |
|------------|-----------|
| 1. 基准物质; | 6. 振动自由度 |
| 2. 参比电极; | 7. 化学位移 |
| 3. 共存离子效应; | 8. 荧光薄层板 |
| 4. 均匀沉淀法。 | 9. 程序升温 |
| 5. 荧光效率 | 10. 化学键合相 |

二、选择题 (单选题, 2分/题, 共40分)

- 物质的量浓度相同的下列物质的水溶液, 其 pH 值最高的是 ()
 A. NaAc; B. Na_2CO_3 ; C. NH_4Cl ; D. NH_4Ac ; E. NaCl.
- H_3PO_4 的 $\text{pK}_{a1} \sim \text{pK}_{a3}$ 分别为 2.12、7.20、12.4。当溶液 $\text{pH}=7.80$ 时溶液中主要存在形式下列叙述正确的是 ()。
 A. $[\text{H}_2\text{PO}_4^-] > [\text{HPO}_4^{2-}]$; B. $[\text{HPO}_4^{2-}] > [\text{H}_2\text{PO}_4^-]$; C. $[\text{H}_2\text{PO}_4^-] = [\text{HPO}_4^{2-}]$;
 D. $[\text{PO}_4^{3-}] > [\text{HPO}_4^{2-}]$; E. $[\text{H}_2\text{PO}_4^-] > [\text{H}_3\text{PO}_4]$.
- 在配位滴定中用铬黑 T 为指示剂, 溶液的酸度应用 () 来调节。
 A. 硝酸; B. 盐酸;
 C. 醋酸-醋酸钠缓冲溶液; D. 氨-氯化铵缓冲溶液。
- 要区分盐酸、高氯酸、硝酸和硫酸的强度大小, 应选择的溶剂是 ()
 A. 水; B. 吡啶; C. 醋酸; D. 乙醚。
- 间接碘量法中加入淀粉指示剂的适宜时间是 ()。
 A. 滴定开始前; B. 滴定开始后;
 C. 滴定至近终点; D. 滴定至红棕色褪尽至无色时。
- 用洗涤的方法能有效地提高沉淀纯度的是 ()。
 A. 混晶共沉淀; B. 吸附共沉淀;
 C. 包藏共沉淀; D. 后沉淀。
- 测定溶液的 pH 时, 用标准缓冲溶液进行校正的主要目的是消除 ()。

- D. 二元混合溶剂中正己烷的含量越大，其洗脱能力越强
- 16、下列哪种色谱方法的流动相对色谱的选择性无影响 ()。
- A. 液-固吸附色谱 B. 液-液分配色谱
 C. 空间排阻色谱 D. 离子交换色谱
- 17、在下列定量分析中，哪种方法与进样量无关 ()。
- A. 外标一点法 B. 外标标准曲线法
 C. 归一化法 D. 外标两点法
- 18、在气-液色谱中，下列因素：() 对溶质的保留体积几乎没有影响。
- A. 载气流速 B. 固定液用量 C. 柱温
 D. 固定液种类 E. 柱长
- 19、在化学键合相 HPLC 中，Van Deemter 方程是 ()。
- A. $H = A + B/u + Csu$ B. $H = A + B/u + (C_m + C_{sm}) u$
 C. $H = A + (C_m + C_{sm}) u$ D. $H = A + (C_m + C_s) u$
- 20、在范氏方程中，载体的粒度主要影响 ()。
- A. 流速 B. 涡流扩散 C. 分子扩散
 D. 固定相的传质阻力 E. 纵向扩散

三、计算题 (56 分)

1. 称取 0.7000 g 试样 (含有 Na_3PO_4 , Na_2HPO_4 或 NaH_2PO_4 及不与酸作用的杂质) 溶解于水后，以甲基红作为指示剂用 0.5000 mol/L HCl 溶液滴定，耗酸 14.00 mL，用同样质量的试样以酚酞做指示剂，需 0.5000 mol/L HCl 溶液 5.00 mL 滴定至终点。计算试样中杂质的含量。(Na_3PO_4 , Na_2HPO_4 和 NaH_2PO_4 分子量分别为 163.94, 141.96 和 119.98)
2. 用 0.02000 mol/L EDTA 溶液滴定相同浓度的 Cu^{2+} 。(1)若溶液的 pH 为 10.0，游离的氨浓度为 0.20 mol/L，计算化学计量点的 pCu' 和 pCu 。(2)若滴定的是同浓度的 Mg^{2+} ，化学计量点时的 pMg' 又为多少？计算结果说明什么问题？($K_{\text{CuY}}=18.70$, $K_{\text{MgY}}=8.7$, pH10.0 时 $\lg\alpha_{\text{Y}(\text{H})}=0.45$, $\lg\alpha_{\text{Cu}(\text{OH})}=1.7$, 铜氨配合物的 $\lg\beta_1 \sim \lg\beta_4$ 为: 4.31, 7.98, 11.02, 13.32)

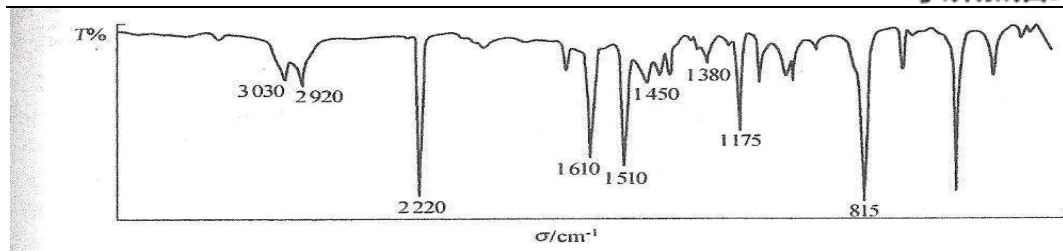
3. 计算 pH2.0 时 CaC_2O_4 的溶解损失量, 设溶液总体积为 500 mL。(已知 $\text{pK}_{\text{sp}}^{\text{CaC}_2\text{O}_4}=8.70$, $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 的 $\text{pK}_{\text{a}_1}=1.23$, $\text{pK}_{\text{a}_2}=4.19$; CaC_2O_4 分子量为 128.10)
4. 按药典方法测定呋喃苯胺酸注射液 (10mg/ml) 的含量: 精密量取本品 2ml, 置 100ml 量瓶中, 用 0.4% 氢氧化钠溶液稀释至刻度, 摇匀; 精密量取 5ml, 置另一 100ml 量瓶中, 用 0.4% 氢氧化钠溶液稀释至刻度, 摇匀, 在 271nm 波长处用 1cm 吸收池测得吸收度 A 为 0.585, 按呋喃苯胺酸 ($\text{C}_{12}\text{H}_{11}\text{ClN}_2\text{O}_5\text{S}$) 的吸收系数 ($E_{1\text{cm}}^{1\%}$) 为 580 计算含量。问:
- (1) 为何要将原制剂进行稀释?
 - (2) 本实验采用“吸收系数法”测定药物含量, 对仪器条件有何要求?
 - (3) 计算供试品中含呋喃苯胺酸为标示量的百分率。
5. 含丁香挥发油制剂分析中, 以正十八烷为内标物, 丁香酚为标准品经色谱分析数据计算, 以质量比 W_i/W_s 为纵坐标, 峰面积比 A_i/A_s 为横坐标, 绘制的标准曲线方程为: $Y=1.40X+0.008$ 。
- 精密称取含丁香酚的试样 300mg, 经处理后, 加入内标物正十八烷溶液 1ml (5mg/ml) 定容 2.5ml, 吸取 $1\mu\text{l}$ 进样, 测得色谱图上丁香酚与正十八烷峰面积比为 0.084, 试计算丁香酚的质量百分数。

四、问答题 (18 分)

- 1、GC 中, 固定液的选择原则是什么? 如何根据被分离组分和固定液间的作用力, 判断组分流出顺序? 请列表说明。
- 2、HPLC 中, 什么叫梯度洗脱? 采用梯度洗脱的优点是什么?

五、图谱解析 (共 16 分)

- 1、某一检品, 由气相色谱分析证明为一纯物质, 分子式为 $\text{C}_8\text{H}_7\text{N}$, 其红外吸收光谱如下图, 试确定其结构。(写出解析步骤和主要峰的归属)



2. 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。

