

中级化学实验 I 预习思考题

实验 1: 红外光谱测定有机化合物的结构

- 1、固体样品有哪些制样方法, 它们分别适用于哪一种情况?
- 2、测试红外光谱时, 样品容器一般常用氯化钠和溴化钾, 它们适用的波数范围各为多少?
- 3、为什么红外光谱是连续的曲线图谱?
- 4、通过样品光谱谱图中的什么指标可判断制备样品是否符合要求?
- 5、红外光谱测试时为何特别需要注意防潮脱水?

实验 2: GC 法分离丁醇异构体及其含量测定

- 1、在 Rtx-1 色谱柱中, 丁醇异构体的出峰顺序如何? 与沸点、汽化焓有什么关系?
- 2、峰面积和相对校正因子在相对误差上有什么差别? 为什么?
- 3、内标法定量有哪些优点? 方法的关键是什么?
- 4、配制混合标准溶液时为什么要准确称量? 测量校正因子时是否要严格控制进样量?
- 5、请说明对于分离不同极性的有机样品, 应采用怎样的毛细管气相色谱柱?

实验 3: 循环伏安法研究乙酰胺基酚的电化学反应机理及其浓度的测定

- 1、如何通过实验方法证实图 24-2 步骤 1 中, APAP 的电化学氧化为失去两个电子和 2 个氢离子的反应?
- 2、实验研究 APAP 的电化学氧化机理时, 为何要改变电极扫描速率?
- 3、测定试样中的 APAP 浓度时采用了标准曲线法, 用该方法测定是否会存在基体效应? 如果存在, 用什么定量方法更好?
- 4、循环伏安法用于电化学反应机理研究和定量分析时, 哪方面更具优势? 为什么?
- 5、如果试样中 APAP 的浓度很低, 用哪种伏安分析法更合适?
- 6、伏安分析法测定试样中的 APAP 时, 有可能会遇到哪些干扰?

实验 4: 对羟基苯甲酸酯同系物的 HPLC 分离鉴定

- 1、根据对羟基苯甲酸甲酯、对羟基苯甲酸丙酯和对羟基苯甲酸丁酯的分子结构, 能否预测这三种化合物在反相色谱中的出峰先后顺序? 依据是什么? 若苯甲酸要在 C18 柱上保留, 流动相应为酸性还是碱性?
- 2、紫外线检测器是否适用于检测所有的有机化合物? 为什么?
- 3、若实验获得的色谱峰面积太小, 应如何改善实验条件?
- 4、为什么液相色谱多在室温下进行分离而气相色谱法则要在较高柱温下操作? 试比较高效液相色谱与气相色谱法在进样和检测方面的主要差别。
- 5、标准曲线法和校正归一法各有什么优缺点。

实验 5: 饮用水中镁含量的原子吸收法测定

- 1、原子吸收分光光度计的四大系统是什么? 请比较与紫外可见分光光度计的异同点。
- 2、在开机和关机时, 开、关空气和乙炔气的顺序如何? 为什么?
- 3、标准加入法和标准曲线法的适用范围各是什么? 在使用时各应注意哪几点?
- 4、原子吸收法中影响测定的干扰因数有哪些? 如何消除?

实验 6: 饮料中防腐剂的紫外光谱测定

- 1、是否可以用苯甲酸的 B 吸收带进行定量分析? 此时标准溶液的浓度范围应是多少?

- 2、萃取过程经常会出现乳化或不易分层的现象，应采取什么方法加以解决？
- 3、如果样品中同时含有苯甲酸和山梨酸两种防腐剂，是否可以不经分离分别测定它们的含量？请设计一个同时测定样品中苯甲酸和山梨酸含量的方法。

实验 7：荧光法测定维生素 B₂ 片剂中核黄素含量

- 1、为什么定量分析时选择 451nm 而不选择 265nm 作为激发波长？
- 2、维生素 B₂ 片剂稀释的倍数如何确定？
- 3、如何设计实验证明“发射光谱的形状与激发波长无关”
- 4、如何设计实验方法区别瑞利散射峰、拉曼散射峰、2 次或 3 次光的波峰

实验 8：原子发射光谱法——摄谱

- 1、拍摄铁谱和碳谱的目的是什么？
- 2、光谱定性分析以何种光源最好？为什么？
- 3、在光谱定性分析中，拍摄铁光谱和试样光谱时，为何在摄谱中采用固定暗盒位置而移动光阑？反过来可以吗？

实验 9：原子发射光谱法——译谱

- 1、元素光谱图由哪些内容所组成，要掌握哪些原则？如何使用。
- 2、光谱定性分析通常有哪几种方法？分别适合于什么情况下使用。
- 3、分析光谱定性是否可同时选用原子谱线和离子谱线？
- 4、译谱如何判断元素间的干扰？

实验 10：电感耦合等离子体原子发射测定环境水样中的微量金属元素

- 1、等离子体炬管的结构和工作原理是什么？
- 2、工作气体和屏蔽气作用是什么？影响测定的主要仪器参数有哪些？
- 3、分析样品中干扰元素的发射波长与被测波长相重合，应采取什么措施避免干扰？为什么每次换样品时，要用滤纸将进样管迅速擦净？
- 4、为什么进样管放进样品中要等待 1~2 分钟？为什么规定做定量实验时，选择的样品浓度由低到高依次更换？如果不这样做有什么影响？

实验 11：库仑滴定测定硫代硫酸钠的浓度

- 1、简述电解分析方法与库仑分析方法的主要区别。
- 2、实验中碘离子不断再生，可否使用 KI 浓度极低的缓冲溶液？
- 3、为什么要把 Pt 阴极隔开？

实验 12：有机分子结构的核磁共振氢谱测定

- 1、用 60 MHz 的 NMR 谱仪测得乙醇的 $-\text{CH}-$ 的 $\Delta\nu$ 为 215Hz，则其化学位移是多少？如用 90 MHz 的 NMR 谱仪测试，则其 $\Delta\nu$ 为多少？
- 2、PT-NMR 相对于 CW-NMR 有哪些优点？
- 3、总结 NMR 谱仪操作时应注意的问题。

实验 13：汽油中 BTX 含量的 GC-MS 法测定

- 1、EI、NCI 电离分别有什么特点？能得到什么样的离子？为什么？
- 2、质谱的质量分析器为什么需要高真空环境？

3、四级杆质量分析器中扫描速度、质量范围分别代表什么？它们之间的关系？