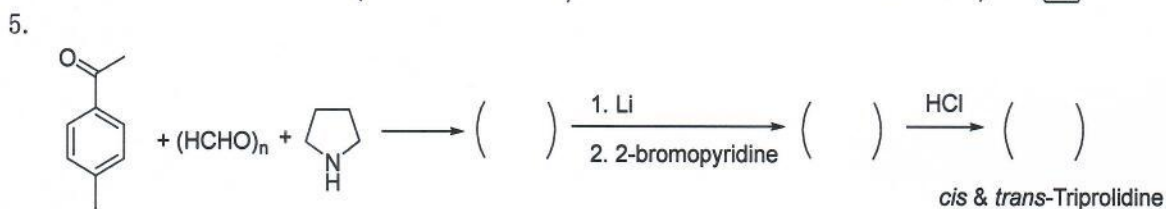
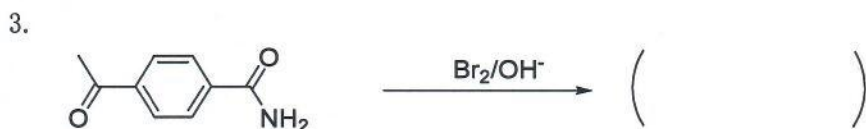
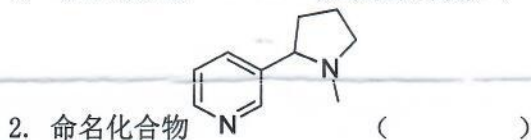
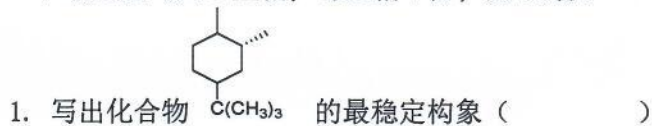
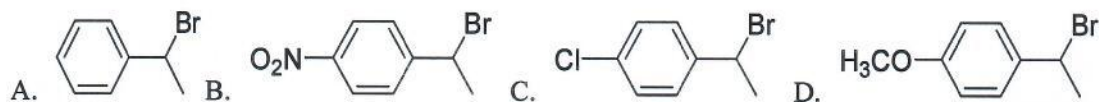
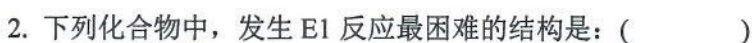
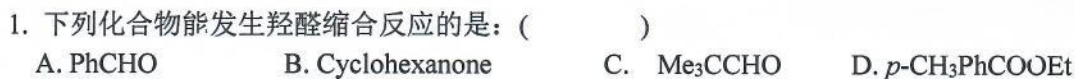


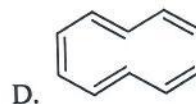
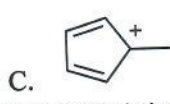
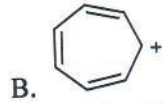
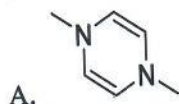
一、填空题 (共 9 空格, 每空格 4 分, 共 36 分)



二、选择题 (只有一个正确答案, 共 20 小题, 每小题 4 分, 共 80 分)



3. 下列化合物中有芳香性的是：()



4. 在对消旋混合物进行拆分时, 要求拆分剂的光学纯度尽可能高。若某一拆分剂的光学纯度是 95%, 则最理想的拆分所获得的对映光学纯度为：()

A. 50%

B. 90%

C. 95%

D. 100%

5. 在有机合成反应中, 常用于保护醛基的反应是：()

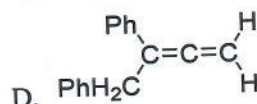
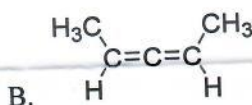
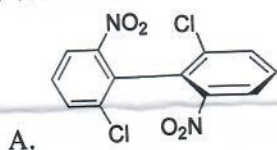
A. 还原反应

B. 氧化反应

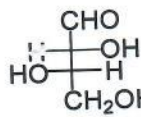
C. 醇醛缩合

D. 缩醛生成

6. 下列化合物没有旋光性的化合物是：()



7. 化合物



其构型正确命名是：()

A. 2S, 3S

B. 2R, 3R

C. 2S, 3R

D. 2R, 3S

8. 分子式 C_5H_{10} , 而且具有三元环的所有异构体 (包括顺、反、对映异构体) 共有多少种：()

A. 7 种

B. 6 种

C. 5 种

D. 4 种

9. 三元环张力很大, 甲基环丙烷加入 5% $KMnO_4$ 水溶液或 Br_2/CCl_4 , 其现象是：()

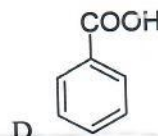
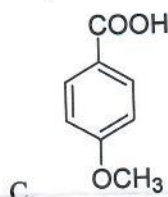
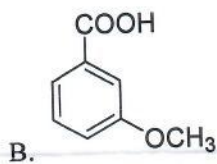
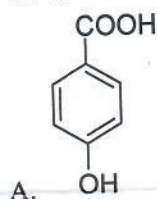
A. $KMnO_4$ 和 Br_2 都褪色;

B. $KMnO_4$ 褪色, Br_2 不褪色;

C. $KMnO_4$ 和 Br_2 都不褪色;

D. $KMnO_4$ 不褪色, Br_2 褪色

10. 下列化合物中, 酸性最强的化合物是：()



11. 做对照试验的目的是 ()

A. 提高分析方法的精密度

B. 使标准偏差减小

C. 检查分析方法的系统误差

D. 清楚随机误差

12. 下列哪种情况采用置换法进行滴定 ()

A. 用 $AgNO_3$ 标准溶液测定 $NaCl$ 试样含量

B. 用 HCl 标准溶液测定 Na_2CO_3 试样含量

C. 用 $EDTA$ 标准溶液测定 Al^{3+} 试样含量

D. 用 $Na_2S_2O_3$ 标准溶液测定 $K_2Cr_2O_7$ 试样含量

13. 已知混合碱可能是 NaOH , Na_2CO_3 , NaHCO_3 中任何两种物质, 用 HCl 标准溶液滴定。先加酚酞指示剂, 后加入甲基橙指示剂, 若 $V_{\text{酚}} < V_{\text{甲}}$, 则此碱液是 ()

- A. Na_2CO_3 和 NaOH 混合物 B. NaOH
C. NaHCO_3 D. Na_2CO_3 和 NaHCO_3 混合物

14. 用条件电极电位的大小不能判别 ()

- A. 氧化还原反应的速率 B. 氧化还原反应的方向
C. 氧化还原的能力大小 D. 氧化还原的完全程度

15. 下列不属于沉淀重量法对沉淀形式要求的是 ()

- A. 沉淀溶解度小 B. 沉淀纯净 C. 沉淀颗粒易于过滤和洗涤 D. 沉淀的摩尔质量大

16. 某物质的吸光系数 ϵ 与下列哪个因素有关 ()

- A. 溶液浓度 B. 测定波长 C. 仪器型号 D. 吸收池厚度

17. 红外光谱测定中, 三种振动 $\nu_{\text{C=O}}$, $\nu_{\text{C=N}}$, $\nu_{\text{C=C}}$ 的频率大小次序为 () (电负性: $\text{C}2.6, \text{N}3.0, \text{O}3.5$)

- A. $\nu_{\text{C=O}} > \nu_{\text{C=N}} > \nu_{\text{C=C}}$ B. $\nu_{\text{C=C}} > \nu_{\text{C=N}} > \nu_{\text{C=O}}$ C. $\nu_{\text{C=N}} > \nu_{\text{C=C}} > \nu_{\text{C=O}}$ D. $\nu_{\text{C=N}} > \nu_{\text{C=O}} > \nu_{\text{C=C}}$

18. 核磁共振分析时, 影响偶合常数的主要因素是 ()

- A. 物质浓度 B. 键角 C. 仪器磁场强度 D. 温度

19. 含有 C、H、O 的有机化合物的分子离子峰的质荷比 ()

- A. 为奇数 m/z B. 为偶数 m/z C. 有时为奇数, 有时为偶数 D. 仪器质量分析器决定

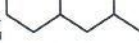
20. 水在 () 中洗脱能力最弱 (作为底剂)

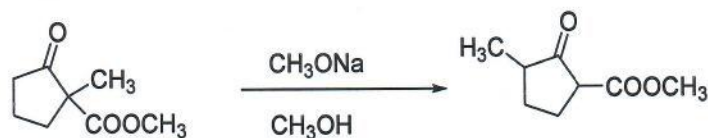
- A. 正相色谱 B. 反相色谱 C. 吸附色谱 D. 聚酰胺色谱

三、是非题, (对的打√, 错的打×, 每题4分, 共计40分)

- 对两个样本进行平均值 t 检验, 若 $t_{\text{计算}} < t_{\alpha, f}$, 说明二者间的差异是由系统误差引起的。()
- 用基准 Na_2CO_3 标定 HCl 溶液时, 若使用的 Na_2CO_3 中含有少量的 NaHCO_3 时, 对 HCl 浓度产生的影响是使标定的 HCl 浓度偏高。()
- 溶液的 pH 越高, EDTA 的酸效应越严重, EDTA 与 M 的配合物越不稳定。()
- 氧化还原滴定中, 条件平衡常数 $\lg K \geq 3(n_1+n_2)$ 的氧化还原反应才能符合滴定分析中反应完全的要求。()
- 重量分析法中, 由于同离子效应, 沉淀剂过量越多, 沉淀溶解度越小。()
- 在分光光度分析法中, 溶液浓度越大, 吸光度越大, 测量结果越准确。()
- 在物质红外光谱分析中, 基团 O=C-H 的 $\nu_{\text{C-H}}$ 出现在 2820cm^{-1} 、 2720cm^{-1} 。()
- 核磁共振分析时, 质子周围电子云密度越大, 局部屏蔽作用越强, 共振频率越高。()
- 在高效液相分析时, 流动相流速越大, 传质阻力越大, 柱效能越低。()
- 在进行实际气相色谱分析时, 常采用比最佳载气流速稍大的流速操作, 这是为了降低传质阻力而提高色谱柱效能。()

四、简答题 (按要求回答, 共6小题, 共90分)

- 以 1,3-丁二烯和不多于三个碳的有机物为主要原料, 其他试剂任选, 合成 。(15分)
- 推测反应机理, 用箭头表示电子转移。(15分)



3. 萃取某些碱性物质时,常会产生乳化现象,导致两相不能很好地分层,很难将它们完全分离。出现这种情况时,请提出三种方法来破乳。(10分)

4. 在以对苯二酚和叔丁醇为主要原料,二甲苯为溶剂,在催化剂作用下制备邻叔丁基对苯二酚(TBHQ)的实验中,请回答以下问题。(每小题5分,共20分)

(1) 本实验以二甲苯作溶剂,有何益处?

(2) 试举例该类反应的常用催化剂4个;简便判断该反应结束的方法。

(3) 试以反应式写出反应的中间体及主要副产物。

(4) 试画出实验室简易反应装置图;实验过程是叔丁醇滴加入含有对苯二酚的反应体系还是对苯二酚滴加入含有叔丁醇的反应体系,为什么?

5. 在气相色谱分析中,下列色谱操作条件中如果改变其中一个条件,色谱峰保留时间和峰形将发生怎样改变?(1)柱长增加1倍;(2)固定相颗粒变粗;(3)载气流速增加;(4)柱温降低;(5)进样体积增加一倍。(15分)

6. 简述色谱分析面积归一化法的优点,并说明哪些情况下不能使用面积归一化法。(15分)

五、推测化合物的结构(14分)

一个中性化合物,分子式为 $C_7H_{13}O_2Br$,不能形成脎或苯腙衍生物,其IR谱在 $2850\sim 2950\text{ cm}^{-1}$ 有吸收,但 3000 cm^{-1} 以上没有吸收峰,另一强吸收峰为 1740 cm^{-1} 。 δ_H : 1.0(t, 3H), 1.3(d, 6H), 2.1(m, 2H), 4.2(t, 1H), 4.6(m, 1H), 试推断该化合物的结构式,并标出谱图各峰的归属。

六、计算题(共2小题,第1题18分,第2题22分,共40分)

1. 用内标对比法测定复方乙酰水杨酸片剂(APC片)中阿司匹林、非那西汀及咖啡因三组分的含量。色谱条件:色谱柱 $0.4\times 50\text{ cm}$,流动相:含1/500三乙醇胺的甲醇,1mL/min,UV 273nm检测。

标准溶液的配制:分别精密称取阿司匹林(A)、非那西汀(P)、咖啡因(C)及内标物扑热息痛(S)的对照品0.2200g、0.1500g、0.0350g、及0.0350g,置100mL容量瓶中,用乙醇-氯仿(1:1)溶解,稀释至刻度备用。(注:复方乙酰水杨酸片剂说明书规格:0.5g/片,含阿司匹林0.220g、非那西汀0.150g、咖啡因0.035g)

供试品溶液的配制:取复方乙酰水杨酸片10片研成细粉,取约一片量,精密称量为0.5005g,用上述溶剂多次萃取,转移至100mL容量瓶中,加入内标物扑热息痛的对照品0.0350g,用乙醇-氯仿(1:1)溶解,稀释至刻度备用。

测定过程及结果:精密吸取对照品溶液及供试品溶液各2 μL ,注入高效液相色谱仪,进样各3次,对照品溶液测定结果:A、S、P和C的峰面积平均值分别为154856、171222、692272和372221面积单位,供试品溶液测定结果:A、S、P和C的峰面积平均值分别为178024、202694、820968和407792面积单位。

试用内标对比法求A、P和C的标识量%及三者每片中的实际质量。

2. 甲乙两组分在硅胶薄层板上用环己烷作流动相展开10cm,移动距离分别为1.25cm和1.00cm,计算此二组分的 R_f 值。(2)如果用此硅胶装成一长10cm的色谱柱,流动相仍为环己烷,流速1mL/min,测得死时间为1min,试推算甲乙两组分的混合物在此条件下的保留时间各为多少?(3)假设此色谱柱的理论塔板数恰好为5540片/m,计算此二组分的半峰宽及分离度。(4)若使此二组分分离度达到1.5,其他实验条件不变,计算色谱柱至少应为多长?