

# 中山大学

## 二〇一二年攻读硕士学位研究生入学考试试题

科目代码: 655

科目名称: 药分综合

考试时间: 1月8日 上午

### 考生须知

全部答案一律写在答题纸上, 答在试题纸上的不计分! 请用蓝、黑色墨水笔或圆珠笔作答。答题要写清题号, 不必抄题。

## 第一部分 (药物分析)

一、简答题 (第 1、2、3 题每题 20 分, 第 4、5 题, 每题 15 分, 共 90 分)

1. 在进行药物分析时, 一般情况下均需对药品进行提取分离, 常用的提取分离方法有哪些? 定性分析与定量分析提取分离过程有哪些异同点? 请简要说明。

2. 目前, 在药品尤其是中成药的含量测定中, HPLC 法是最常用的方法, 如待测物质与其他干扰物质的分离度达不到要求, 有干扰时, 想达到更好的分离, 有哪些方法。简要说明并说明原理。

3. 在分析中药成分或建立质量标准时, 薄层色谱法 (TLC) 是比较常用的鉴别方法, 根据介质的不同, 简要说明常用的薄层色谱有哪几种, 以常用的一种说明在进行 TLC 试验时需注意的事项。

4. 简要说明药物分析中的绝对误差、相对误差、偶然误差、系统误差。减小误差的方法有哪些?

5. 简要说明《中国药典》中所说的“精密称定、称定、精密量取、量取”。

二、问答题 (30 分)

谈谈你所了解的药品质量控制新方法和新技术。

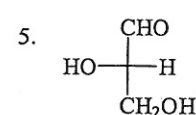
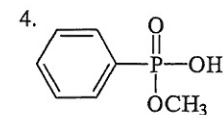
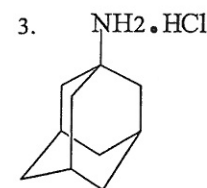
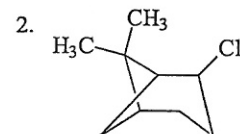
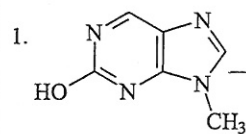
三、设计题 (30 分)

下面是“维 C 银翘片”的处方, 请为该药品设计质量标准, 并简要说明设计原理。

山银花 180g 连翘 180g 荆芥 72g 淡豆豉 90g 淡竹叶 72g 牛蒡子 108g  
芦根 108g 桔梗 108g 甘草 90g 马来酸氯苯那敏 1.05g 对乙酰氨基酚 105g  
维生素 C 49.5g 薄荷素油 1.08ml 制成 1000 片

## 第二部分 (有机化学)

四、根据结构式命名 (包括构型标记) 或按名称写出结构式 (10 分):



6. D-苏式-(-)-N-[α-(羟基甲基)-β-羟基-对硝基苯乙基]-2,2-二氯乙酰胺

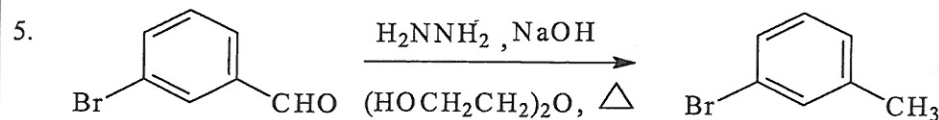
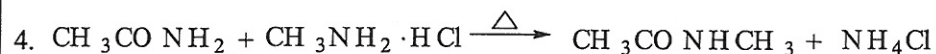
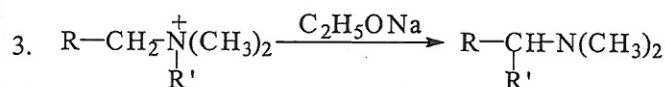
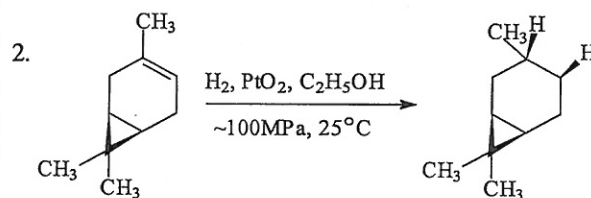
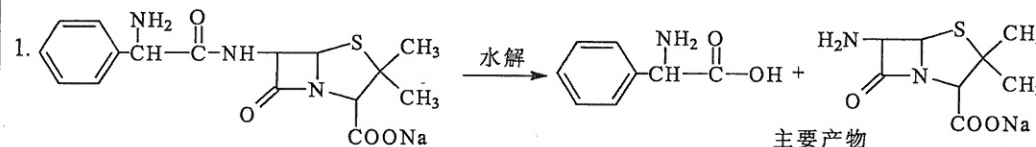
7. 胆甾醇

8. 对-N-甲基氨基亚磺酰基苯甲酰胺

9. L-2-氨基-3(β-吡啶)丙酸

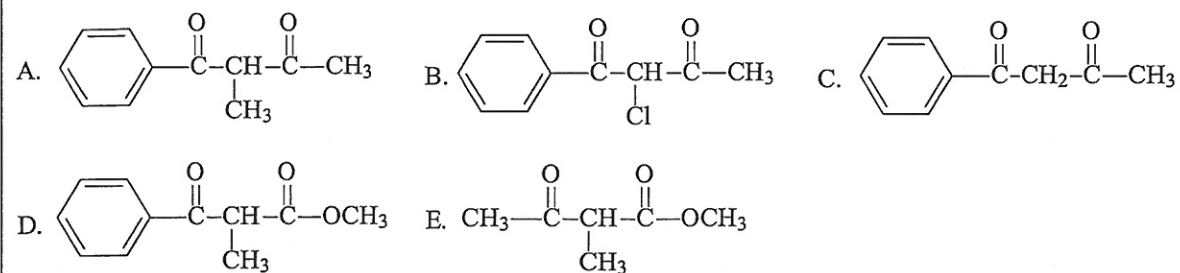
10. 吗啡

五、下列反应是否有错误, 请说明原因 (10 分):

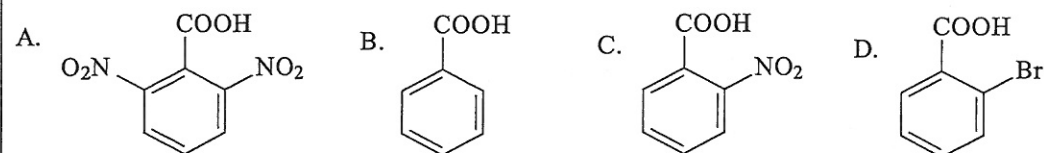


### 六、选择填空 (24 分):

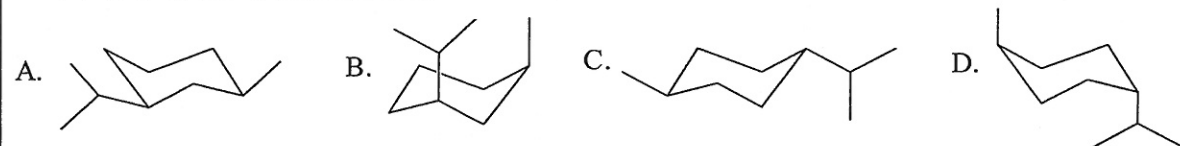
1. 下列化合物中烯醇化趋势最大的是 ( ), 最小的是 ( )。



2. 下列化合物发生脱羧反应最快的是 ( ), 最慢的是 ( )。



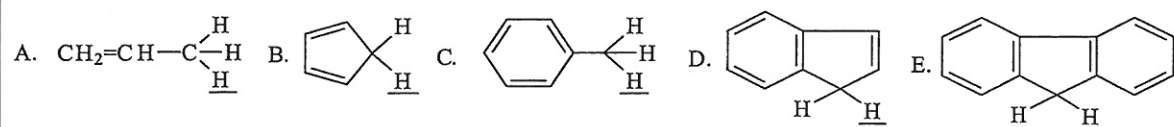
3. 下列椅式构象中占优势的是 ( ) 和 ( )。



4. 下列化合物熔点最高的是 ( ), 最低的是 ( )。

A. 乙酸 B. 丙酸 C. 丙二酸 D. 丁二酸

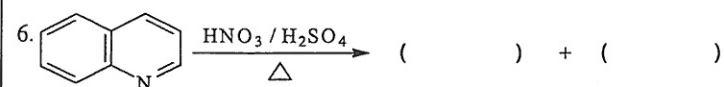
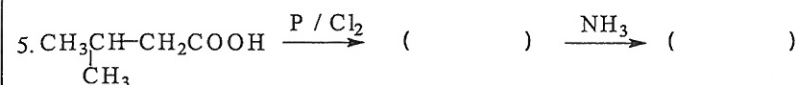
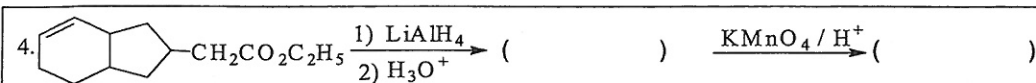
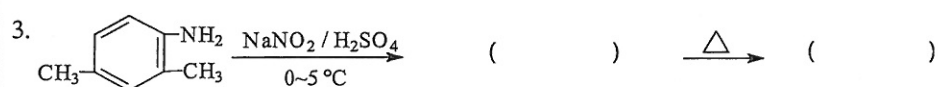
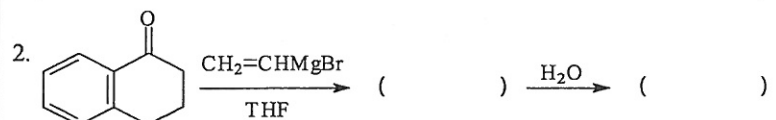
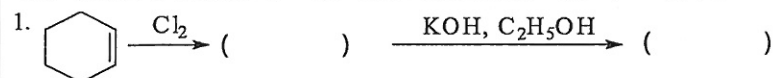
5. 下列化合物中带下划线的氢其 pKa 值最大的是 ( ), 最小的是 ( )。



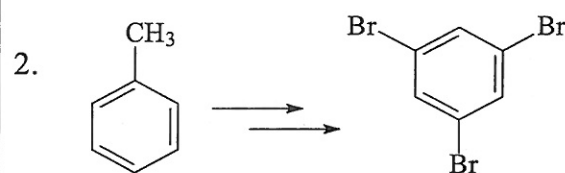
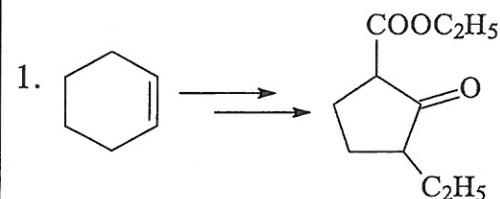
6. 下列化合物中碱性最强的是 ( ), 最小的是 ( )。

A. 六氢吡啶 B. 吡啶 C. 嘧啶 D. 吡咯

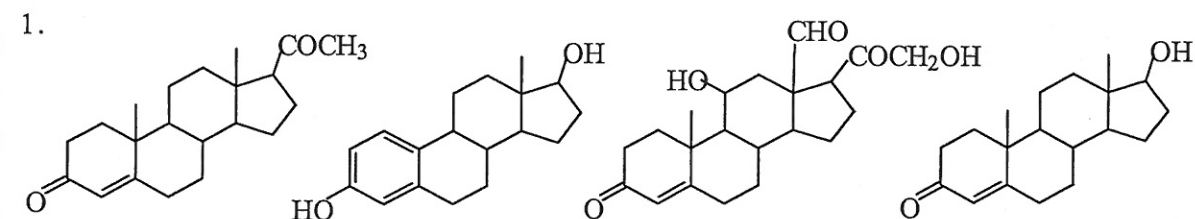
### 七、完成下列反应, 写出反应的主要产物 (24 分)。



### 八、由指定的原料合成下列化合物, 三个碳原子的有机试剂和无机试剂任选 (10 分)



### 九、用简单的化学方法鉴别下列各组化合物 (10 分)



2. 苯胺, 苄胺, 苄溴, 苄醇

### 十、推断题 (12 分)

1. 某含氰基糖苷 A ( $C_{20}H_{27}NO_{11}$ ), 在  $\beta$ -糖苷酶作用下完全水解, 但与  $\alpha$ -糖苷酶无作用。A 经硫酸二甲酯处理后, 再与盐酸溶液加热得到 2, 3, 4-三-O-甲基-D-吡喃葡萄糖和等量的 2, 3, 4, 6-四-O-甲基-D-吡喃葡萄糖以及化合物 B ( $C_8H_6O_3$ )。B 不能使溴水褪色, 溶于  $NaHCO_3$  溶液并放出气体, B 经加热后得到化合物 C ( $C_{16}H_{12}O_4$ )。试推导化合物 A、B、C 的结构。

2. 某芳香化合物 A ( $C_8H_{10}O$ ), 与金属钠反应产生氢气, 但不与三氯化铁作用, A 经高锰酸钾氧化得到酸性化合物 B ( $C_8H_6O_4$ ), B 经硝化反应后得到唯一产物 C。试推导化合物 A、B、C 的结构。

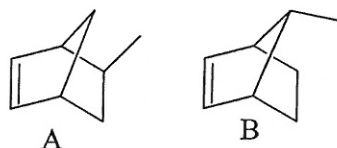
# 十一、光谱题 (25 分)

## 1. 选择题 (8 分)

- (1) 红外光谱面外变形振动  $\delta_{\text{CH(苯环)}}$  为  $860\sim 800\text{cm}^{-1}$ , 苯环上邻接氢的最可能是 ( ) 个。  
A、5 B、4 C、3 D、2
- (2)  $^{13}\text{C}$  NMR 谱中下列化合物羰基碳  $\delta_c$  值最大的是 ( )。  
A、水杨酸 B、苯甲酸酯 C、邻羟基苯乙酮 D、苯乙酮
- (3) 质谱上分子离子峰很小, 或者根本找不到, 而  $M+1$  的峰却相当大的化合物最可能是 ( )。  
A、醇 B、胺 C、醛 D、酸
- (4) 根据计算  $\alpha, \beta$ -不饱和醛酮  $\lambda_{\text{max}}$  的 Woodward-Fisher 规则, 每个环外双键增值 ( ) nm。  
A、5 B、6 C、10 D、12

## 2. 简答题 (12)

- (1) 可以用紫外光谱区分顺式肉桂酸和反式肉桂酸吗? 请说明理由。
- (2) 可以用红外光谱区分富马酸和马来酸吗? 请说明理由。
- (3) 可以用质谱区分下列同分异构体 A 和 B 吗? 请说明理由。



- (4) 核磁共振氢谱中的手征性位移试剂有何作用?

## 3. 综合解析 5 分

某化合物 ( $\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}$ ), 在甲醇中的 UV 吸收带为  $\lambda_{\text{max}}242\text{nm} (\epsilon 1 \times 10^4)$  和  $\lambda_{\text{max}}203\text{nm} (\epsilon 2 \times 10^4)$ ; 在  $0.1\text{mol/L HCl}$  甲醇溶液中的 UV 吸收带为  $\lambda_{\text{max}}232\text{nm} (\epsilon 2 \times 10^4)$ ; 在  $0.1\text{mol/L NaOH}$  甲醇溶液中的 UV 吸收带为  $\lambda_{\text{max}}249\text{nm} (\epsilon 1 \times 10^4)$ 。IR 吸收峰 ( $\text{cm}^{-1}$ ) 主要有  $3129\sim 3027, 2922, 2565, 1806, 1600, 1520, 1496, 1456, 1388, 1344, 1197, 1152, 1028, 752, 693$ 。EIMS 谱中最高质量数为  $m/z174$  (100%), 主要碎片离子有  $m/z145, m/z132, m/z105, m/z91, m/z77, m/z64, m/z51, m/z39$ 。 $^1\text{H}$  NMR (溶剂  $\text{CDCl}_3$ ) 有 5 组质子, 分别为  $\delta 2.21(3\text{H}, \text{s}), \delta 3.45(2\text{H}, \text{s}), \delta 7.19(1\text{H}, \text{brt}, J=7.8), \delta 7.19(1\text{H}, \text{brt}, J=7.8), \delta 7.86(2\text{H}, \text{brd}, J=7.8)$ 。 $^{13}\text{C}$  NMR (溶剂  $\text{CDCl}_3$ ) 出现 8 个 C 信号,  $\delta 170.6, \delta 156.2, \delta 138.1, \delta 128.8$  (2C),  $\delta 125.1, \delta 118.9$  (2C),  $\delta 43.1, \delta 17.1$ 。试推导出化合物该的结构。

# 十二、实验题 (25)

## 1. 简答题 (12 分)

- (1) 试举出干燥结晶的三种主要方法。
- (2) 试举出液相色谱拆分手性化合物的三种主要方法。
- (3) 何时使用蒸馏?何时使用分馏? 什么叫做液泛?
- (4) 什么叫做萃取?什么叫做洗涤? 萃取和洗涤有何异同?

## 2. 仪器及操作 (13 分)

- (1) 由邻苯二甲酸酐与正丁醇在硫酸催化下制备邻苯二甲酸二丁醇, 欲得到较高的产率, 通常采取什么措施? 并清画出反应装置图。
- (2) 柱前衍生反相高效液相色谱法测定常见氨基酸时, 常将 OPA(邻苯二甲醛)-巯基化合物和 FMOC(9-芴甲基氯甲酸酯) 两种衍生试剂联用, 生成的衍生物经色谱柱分离后采用紫外检测器在  $338\text{ nm}$  和  $262\text{ nm}$  双波长检测。请写出常见氨基酸的柱前衍生化反应各步骤和方程式。

