

河北大学 2006 年博士研究生入学考试试题

(套别: A)

学科、专业	研究方向	考试科目及科目代码	考试时间
分析化学		现代仪器分析	

特别声明: 答案一律答在答题纸上, 答在本试卷纸上无效。

第一部分 必答题 (40 分)

- 一、(5 分) 将下列波谱按其波长从短到长的顺序排列, 并逐一简要说明其产生的本质。
- 二、(5 分) 简述影响化学位移的因素。
- 三、(5 分) 一张红外光谱图可提供吸收峰的组数、峰的强度、峰的裂分数目、峰的化学位移、裂分峰的外形或偶合常数。基于这些参数, 就关于有机分子结构可分别做出哪些判断?
- 四、(5 分) 试述现代仪器分析发展趋势。
- 五、(5 分) 2002 年科学家因何贡献获得诺贝尔化学奖?
- 六、(5 分) 依据所研究的电学参数的不同, 电分析化学可以分成哪几类?
如何用循环伏安图来判断电极过程的可逆、准可逆和不可逆性?
- 七、(10 分) 色谱分析方法验证可靠性时一般都要求考查哪些方面?

第二部分 方向题 (60 分) (按报考方向答题)

◆01 痕量分析与生态环境研究方向, 07 分离科学与药物分析鉴定

方向

- 八、(15 分) 为什么 ICP-AES 具有很强的检测能力和宽的线性范围?
- 九、(15 分) 松花江水污染属于重大环境污染事件, 主要污染物为苯、苯胺、硝基苯等有机物。你认为用何种分析方法进行检测为好?
- 十、(15 分) 高效液相色谱较气相色谱有何优点?
- 十一、(15 分) 简述毛细管电泳的分析原理及其特点。

◆02 表面微区分析方向

- 八、(15 分) 在 x 光谱法中, 当采用 LiF($d=2.035\text{\AA}$) 作分光晶体时, 在一级衍射 2θ 角为 45° 处有一谱峰, 此峰波长应为多少?

本试题共 4 页, 此页是第 1 页。

河北大学 2006 年博士研究生入学考试试题

(套别: A)

学科、专业	研究方向	考试科目及科目代码	考试时间
分析化学		现代仪器分析	

九、(20 分) 扫描电镜二次电子像和背散射电子像衬度形成原理。

十、(15 分) 什么是 X 射线微区分析, 所使用的光谱仪有哪几种形式?

十一、(10 分) 什么是图像数字化? 一个 8 位的灰度图像, 可以取的灰度值是什么范围? 一个 24 位的灰度图像, 可以取的灰度值是什么范围?

◆03 色谱与分离科学方向

八、(10 分) 色谱柱拖尾的原因都有什么? 如何解决?

九、(10 分) 在对一未知样品分离时, 应考虑哪些因素?

十、(10 分) 色谱分离过程中, 影响分离的因素有哪些?

十一、(10 分) 高压液相与毛细管电泳有何异同?

十二、(10 分) 影响柱效的因素都有什么?

十三、(10 分) 浅谈一下分离技术目前的研究进展及自己对该领域今后发展方向想法

◆04 高分子材料结构与性能表征方向

八、(15 分) 凝胶色谱是现代研究高分子材料的必不可少的手段, 试介绍它在聚合物研究中都有哪些应用, 并简述其工作原理。

九、(15 分) 示差扫描量热法 (DSC) 的工作原理是什么? 热重分析 (DTG) 和 DSC 研究高分子材料都可以得到哪些参数? 以涤纶树脂为例画出分析谱图?

十、(15 分) 偏光显微镜是研究液晶和结晶聚合物形态的重要手段, 简介偏光显微镜的用于高聚物球晶研究的工作原理。用固体小角激光衍射得到图像与偏光显微镜得到图像有何不同?

十一、(15 分) 简述电子显微镜仪器的工作原理, 它在高聚物研究中有哪些广泛的用途? 分别予以论述。

本试题共 4 页, 此页是第 2 页。

河北大学 2006 年博士研究生入学考试试题

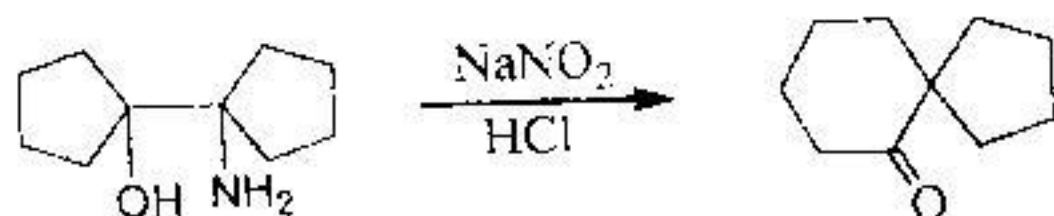
(套别: A)

学科、专业	研究方向	考试科目及科目代码	考试时间
分析化学		现代仪器分析	

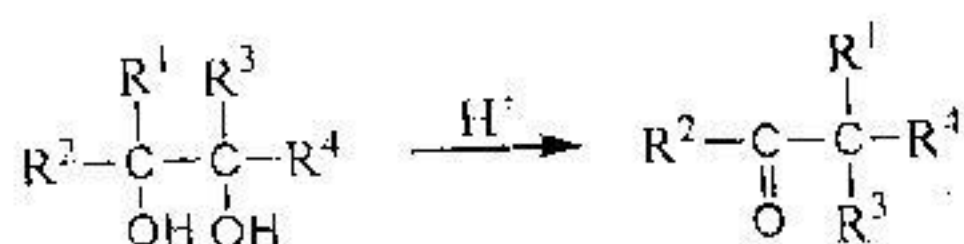
05 有机波谱分析方向

八、(20 分) 反应机理

a)



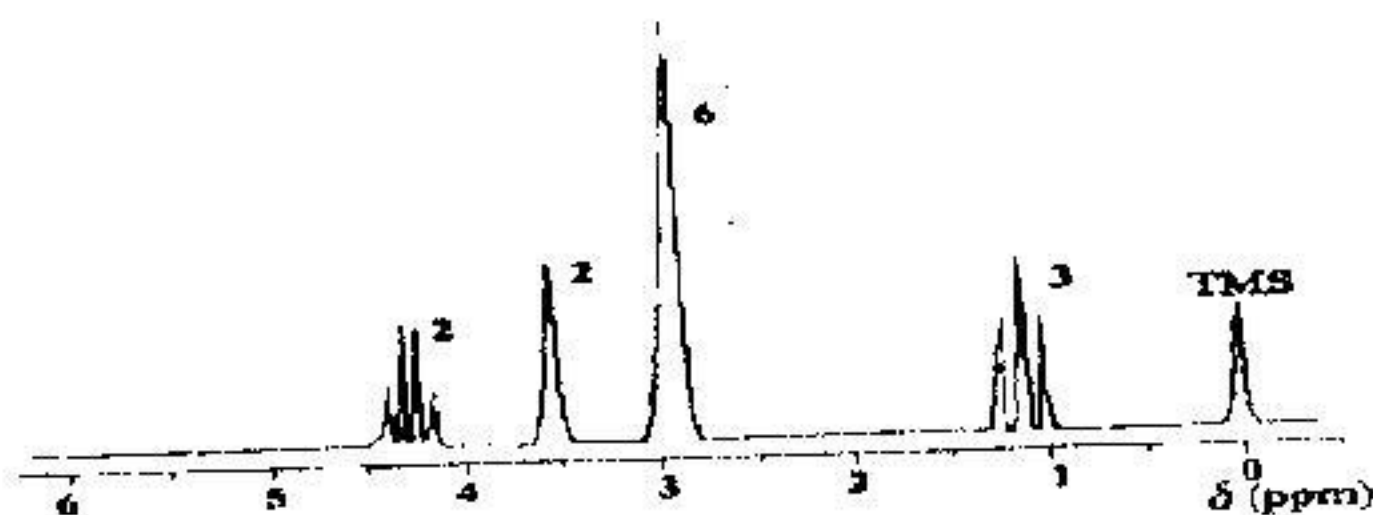
b)



写出上述正碳离子重排反应可能的机理。

九、(25 分) 结构分析

(1) 化合物 A ($C_{10}H_{13}O_2N$) 不溶于稀碱和稀酸, 但可与 NaOH/H₂O 加热反应生成 B ($C_9H_{11}NO$) 和乙酸钠。B 在低温下与 NaNO₂/HCl 反应后与 -萘酚反应产生红色。A 的 IR 谱图在 3300 cm^{-1} 、1600~1400 cm^{-1} (多峰) 及 840 cm^{-1} 有特征吸收。A 的 ¹H NMR 谱图如下, 写出 A、B 的结构。(10 分)



(2) (10 分, 每小题 2 分)

a) 化合物 C: $C_{10}H_{12}O_2$, ¹H NMR δ (ppm): 1.2 (t, 3H), 3.5 (s, 2H), 4.1 (q, 2H), 7.3 (m, 5H); IR ν : 1740 cm^{-1} .

b) 化合物 D: 分子中只含 C、H, MS m/z : 120 (M^+), 105 (base peak), 77; ¹H NMR δ (ppm): 1.29 (d, 6H), 2.95 (septet, 1H), 7.2~7.6 (m, 5H).

c) 化合物 E: C_4H_8O , ¹H NMR δ (ppm): 1.1 (t, 3H), 2.1 (s, 3H), 2.4 (q, 2H); UV λ_{max} : 295 nm; IR ν : 1715 cm^{-1} .

本试题共 4 页, 此页是第 3 页。

河北大学 2006 年博士研究生入学考试试题

(套别: A)

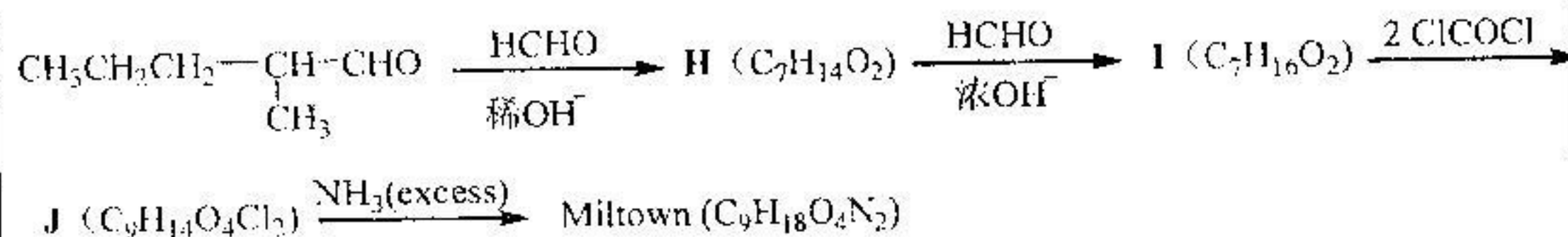
学科、专业	研究方向	考试科目及科目代码	考试时间
分析化学		现代仪器分析	

d) 化合物 **F**: C_7H_8O , 1H NMR δ (ppm): 2.43 (s, 1H), 4.58 (s, 2H), 7.28 (m, 5H); IR ν : 3550~3200 cm^{-1} .

e) 化合物 **G**: $C_3H_5ClO_2$, 1H NMR δ (ppm): 1.7 (d, 3H), 4.5 (q, 1H), 12.2 (s, 1H).

(3) 旋光化合物 **H** ($C_5H_6O_3$) 与乙醇作用生成互为构造异构体的化合物 **I** 和 **J**。I 和 J 的分子式均为 $C_7H_{12}O_4$, I 和 J 均与 $NaHCO_3$ 作用。当用 $SOCl_2$ 分别处理 I 和 J 后, 再与乙醇反应, 得同一化合物 **K** ($C_9H_{16}O_4$), **K** 也有旋光性。写出化合物 **H**、**I**、**J**、**K** 的构型式。(5 分)

十、(15 分) 止痛药 Miltown, 可有下列步骤合成, 试给出中间体 (**H**~**J**) 及 Miltown 的结构。



◆06 分子发光与生化分析方向

八、(15 分) 根据化合物分子选择性吸收紫外--可见光, 产生电子能级跃迁到达激发态及其去激过程, 阐述分子吸收光谱、荧光光谱、磷光光谱产生的基本原理及各自的光谱特性。

九、(20 分) 简述化学发光分析的基本原理; 论述化学发光分析的优缺点。举出两个你认为最重要的化学发光反应体系, 并说明其在生物化学分析中的应用。

十、(10 分) 阐明分子吸收光谱及荧光光谱定量分析的基本原理, 并由此比较吸收光谱分析及荧光光谱分析的灵敏度。从仪器设置上如何能进一步提高荧光分析的灵敏度。

十一、(15 分) 举例说明直接荧光法、荧光衍生法及荧光标记法在分析化学中的应用。

本试题共 4 页, 此页是第 4 页。