

《复杂物质分析》试题 (F1)

姓名_____ 班级_____ 学号_____ 成绩_____

一、是非题 (每题 1 分)

以下各题叙述中,画黑线部分 A、B、C 之一是错误的,请找出错误的部分,打上“×”号。

例:拟定分析方案,选择分析方法应考虑测定的具体要求,被测组分的含量范围和性质,基体的影响,以及实验室的条件,一般可不必考虑生产成本。

A

B

C ×

1. 钙镁络合滴定中,低量的 Mn^{2+} , 微量的 Ni^{2+} , 以及大量的 K^+ 、 Na^+ 均可封闭 K-B 指示剂。

A

B

C

2. 各种 FeO 测定方法目前存在的困难主要包括:某些试样分解不完全,试样中的硫化物使 FeO 结果偏高,有四价锰也可使 FeO 结果偏高。

A

B

C

3. 磷钒钼黄光度法系借生成 $P_2O_5 \cdot V_2O_5 \cdot 22MoO_3 \cdot nH_2O$ 的可溶性黄色络合物测定 P_2O_5 , 此法应注意消除硅酸的干扰和硝酸的干扰。

A

B

C

4. 岩矿样品的加工包括了粉碎、过筛、混匀、缩分四个工序。加工过程中可能使样品玷污的主要来源之一是破碎机械引入的玷污。一般不考虑样品的交叉玷污。

A

B

C

5. 岩矿分析的基本程序是试样的采集和制备,进行发射光谱定量全分析,拟定分析方案和选择分析方法,进行分析操作,结果计算及数据审查,然后提交分析报告。

A

B

C

6. 熔融分解试样的缺点是:不能与分离步骤衔接,引入大量碱金属盐类和坩埚材料,需要高温设备。

A

B

C

7. 复杂物质分析中，试样分解的目的是将试样中的待测组分，大部分
A
转变成适于测定的形态 —通常是液态，也可以是气态和固态。

8. 用偏硼酸锂熔融分解试样的优点是熔矿力强，不引入钾、钠，熔块
B
易于脱塌、溶解。

9. 各种硅酸盐快速分析系统的共同点是：称样次数少，并且尽量减免
C
分离步骤，但测定方法的精确度和选择性较差。

10. 有样品 4kg， $k=0.1$ ，欲将此样品缩分一次，需破碎至 $d_{\text{最大}} \leq 6.32\text{mm}$ ，
A
 $d_{\text{最大}} \leq 6.32\text{cm}$ ，或者能通过 3 网目标标准筛 ($d=6.35\text{mm}$)。

11. 动物胶属亲水性胶体，其等电点的 $\text{pH}=4.7$ ， $\text{pH}<4.7$ 时动物胶带负电
A B C
荷，可用于凝聚硅酸。

12. 氟硅酸、氢氟酸和水能组成恒沸三元体系，其恒沸点为 116°C ，即使
A B
蒸发至干， SiF_4 也不会挥发。

13. EDTA 络合滴定法测定钙镁，常采用 K—B 指示剂，其组成包括酸性
A B
铬兰 K、萘酚绿 B 以及少量硼酸。

14. 用高氯酸分解试样的特点是高氯酸是最强的无机酸，热、浓的高氯
A B
酸具有强氧化性，高氯酸加热时不易挥发损失。

15. 硅酸溶液的浓度愈低，胶团的水化程度愈小，愈易于凝聚。
A B C

16. 用磷钒钼黄光度法测定磷，大量铁的存在能产生近似磷钒钼黄配合
物的明显黄色使结果偏高。为了消除干扰，可采用碱熔样水提取过滤分离，
A

加 H_3PO_4 掩蔽 Fe^{3+} ，萃取分离。
B C

17. 用络合滴定法测定钙镁，目前多采用六次甲基四胺—铜试剂小体积

- A、以碱入酸
B、以酸入碱
C、酸碱中和
D、制成缓冲溶液

15. 硅酸盐经典分析系统中, 为了使钙、镁与 R_2O_3 的沉淀分离完全, 通常选用的 pH 条件为

- A、5~6
B、~4.2
C、7.5~8.5
D、~10

16. 分离 SiO_2 后之滤液, 如用 AAS 法测定铁, 试液中如含有以下哪种成分时, 对测定有干扰:

- A、盐酸 (5% 体积比)
B、高氯酸 (3% 体积比)
C、硫酸 (1% 体积比)
D、磷酸 (>3% 体积比)

17. 用过硫酸铵—银盐光度法测定 MnO 时, $AgNO_3$ 的作用是

- A、氧化剂
B、还原剂
C、稳定剂
D、催化剂

18. 经典硅酸盐分析系统中, 钙和镁的分离是利用在一定条件下

- A、形成 CaC_2O_4 沉淀
B、形成 $[Mg(C_2O_4)_2]^{2-}$ 络离子
C、A 和 B 二者
D、形成 MgC_2O_4 沉淀

18. 熔融分解法的缺点是

- A、B+C+D
B、引入大量碱金属盐类
C、易引入坩埚材料
D、需高温设备

20. 用过氧化钠熔融分解试样通常可选用

- A、镍坩埚
B、铁坩埚
C、A+B
D、聚四氟乙烯坩埚

三、问答题 (每题 10 分)

1. 什么叫分析系统? 硅酸盐岩石的经典分析系统和快速分析系统各有什么特点? 请绘出 NaOH 碱熔快速分析系统的流程图。

2. 剖析下述测铜的操作规程, 回答下述六个问题。

分取试液于 50 毫升带塞比色管中, 加入 10~15 毫升 5%EDTA 溶液, 摇

①作用?

匀, 放置 5 分钟, 加入酚酞指示剂 1 滴, 摇匀, 滴加 1:1 氨水至呈现微红色

②目的?

并过量 2—3 滴, 用水稀至约 25 毫升, 加入 5 毫升 0.2%铜试剂溶液, 摇匀,

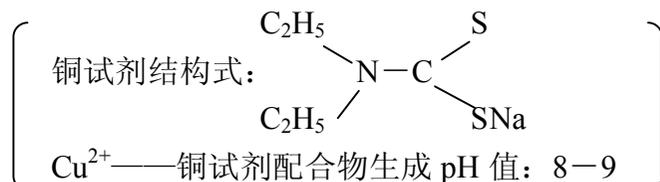
③作用?

放置 15 分钟，加入 10 毫升乙酸乙酯，振摇 1 分钟，静置分层，用干吸管吸

④作用？

取上层溶有棕黄色铜盐的有机层，用 1cm 比色皿，在 435nm 处，以试剂空白作参比，测量吸光度。

⑤说明萃取体系？写出萃合物结构式。已知：



⑥根据操作规程命名。

3. 在不同 pH 条件下，磺基水扬酸与 Fe^{3+} 可分别形成几种络合物？通常选择在什么 pH 条件下进行铁的比色测定？为什么？

4. ICP-AES 有哪些分析特点？用 ICP-AES 进行硅酸盐岩石矿物中主量、次量和痕量组分测定，怎样制备试样溶液？

四、计算题（每题 10 分）

1. 用六次甲基四胺小体积沉淀分离—EDTA 滴定法测定试样中氧化钙，氧化镁：设称样为 0.5000 克，试样分解后定容体积为 250.0ml，吸取 100.0ml 进行沉淀分离后，定容 100.0ml，再平行吸取两份此溶液各 25.00ml。一份调 pH 12.5—13，测 CaO 量，设耗 EDTA 标液 10.10ml，空白耗 0.10ml；另一份调 pH 为 10，测得 CaO、MgO 含量，设耗 EDTA 标液 12.20ml，空白耗 0.20ml。

（已知： $T_{\text{CaO}/\text{EDTA}}=0.5000\text{mg/ml}$ 氧原子量=16 Mg 原子量=24.3 钙原子量=40.08）

(1) 请写出计算式

(2) 计算出 CaO%、MgO%

2. 分析某一单矿物得到下列结果： SiO_2 百分含量为 33.70%、 Al_2O_3 为 38.07%、 K_2O 为 17.70%、CaO 为 10.46%，上述四个组分百分含量总和为 99.93%。求此矿物的化学式（分子量： $M_{\text{SiO}_2}=60.09$ 、 $M_{\text{Al}_2\text{O}_3}=102$ 、 $M_{\text{K}_2\text{O}}=94.2$ 、 $M_{\text{CaO}}=56.08$ ）