

# 《复杂物质分析》试题 (F4)

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. 半熔烧结分解试样的优点是:减免了对器皿的浸蚀,减免了对试样的玷污,适用范围甚广。  
A B C

2. 选择试样分解方法必须考虑的因素包括:使试样有效地或完全地分解;待测组分不应有损失;所有元素的价态都应保持不变……等。  
A B C

3. 硅酸盐经典分析系统是建立在沉淀分离和重量法的基础上,辅以滴定法、比色法,以及原子吸收法。  
A B C

4. 动物胶凝聚重量法测定  $\text{SiO}_2$  时,一般选择用动物胶凝聚硅酸的最佳条件包括:动物胶用量 25—100mg,盐酸酸度  $>8\text{mol/L}$ ,温度 100—110°C 等。  
A B C

5. 在拟定分析方案选择分析方法时,应考虑实验室的条件和经济效益,欲测组分的性质和含量范围,一般不必考虑基体组分的影响。  
A B C

6. 过滤洗涤聚沉的硅酸时,如  $\text{Cl}^-$  未被洗净,则  $\text{NaCl}$  夹于  $\text{SiO}_2$  沉淀中,可带来负误差。  
A B C

7. EDTA 络合滴定法测定钙镁时,常用的掩蔽剂有三乙醇胺、酒石酸  
A

钾和盐酸羟胺以及环己烷二胺四乙酸。

8. 硅酸溶液的酸度愈大，加热煮沸时间愈短，放置时间愈长，则硅酸的聚合现象愈严重。

9. 用氢氟酸分解试样时，试样中可与  $F^-$  形成络合物的元素有 Si、B；

Fe、Al；P、S。

10. 氢氟酸挥发重量法测定二氧化硅，是将试样在聚四氟乙烯坩埚中灼烧至恒重后，再用  $HF-H_2SO_4$  处理，使  $SiO_2 \rightarrow SiF_4$  逸出，再灼烧至恒重，由 HF 处理前后重量之差计算  $SiO_2$  含量。

11. 用热解法分离氟，是将试样置于管式电炉中，在高温灼烧的情况下，通入空气，使氟化物发生水解反应，以 HF 形式逸出。

12. 原子吸收分光光度法测定钙镁，可简便地解决钙、镁的相互影响和减少其它元素的干扰，但该法专属性较差。

13. 目前，测定硅酸盐中 FeO 的诸种方法有如下共同点：(1) 单独称样，(2) 在测定前的分析程序中不加入任何试剂，(3) 试样分解时应隔绝空气。

14. 用氧化还原滴定法测定钛时，通常先将  $Ti^{4+}$  还原成  $Ti^{3+}$ ，采用的还原剂有金属锌、金属铝以及  $H_2O_2$ 。

15. 对于钾钠的测定，原子吸收法比火焰光度法，有较高的精密度，更高的灵敏度，同时所受干扰因素少。

16. 用燃烧法分解含硫试样时，试样中各种形态的硫均以  $SO_2$  形式逸出，若用含过氧化氢水溶液吸收，则生成  $H_2SO_3$ ，用碱标准溶液滴定，可求得试样中的含硫量。







4.  $\text{H}_2\text{O}_2$  比色法测  $\text{TiO}_2$  的操作规程如下：

吸取  $\text{SiO}_2$  滤液 25.0 毫升，置于 100 毫升烧杯中，加入  $1:1\text{H}_2\text{SO}_4$  6 毫

(1) 作用

升，于电热板上加热蒸发至冒白烟约 2 分钟，取下冷却，用水冲洗杯壁并稀

(2) 目的？为什么？

释至 20 毫升，加热溶解盐类。加入  $1:1\text{H}_3\text{PO}_4$  2 毫升， $3\%\text{H}_2\text{O}_2$  3 毫升，用

(3) 作用

(4) 作用

水定容于 50 毫升容量瓶中摇匀，用 3cm 比色皿，试剂空白作参比测定吸光度。

(5) 在正常操作条件下，若标液不显色，是由于什么原因所致？为什么？  
回答上述五个问题。

#### 四、计算题（每题 10 分）

1. 某种物料，如各个采样单元间标准偏差的估计值为 0.61%，容许的误差为 0.48%，测定 8 次，如果置信水平选定为 90%，从 t 表中查到  $t=1.895$ 。请计算出采样单元数。

2. 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%