

电位滴定法测定镨钕合金中稀土总量

一、前言

镨钕，金属 Pr-Nd，该金属中钕含量 75%左右、镨含量 25%左右，故稀土总量为 99%以上。镨钕合金是生产高性能钕铁硼永磁材料的主要原料，其在钕铁硼永磁材料成本中占比约为 27%，镨钕氧化物也用于深加工和玻璃、陶瓷、磁性材料等方面，近年来其价格不断走高，因此对其品质有着严格要求。本次实验测定某厂家生产的钕铁合金中的铁含量是否达标，采用 T960 全自动电位滴定仪测按照其电位突跃点确定终点，测定其含量。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

T960 全自动电位滴定仪，复合铅离子选择电极，移液管等

2.2、试剂

氨水溶液 (1+1)，盐酸溶液 (1+1)，磺基水杨酸(100g/L)，六亚甲基四胺缓冲液 (PH=5.5)，0.1mol/L EDTA 滴定液，抗坏血酸，去离子水

三、实验方法

3.1、实验过程

用 10mL 移液管准确移取 10mL 溶解好的氧化镨钕试样置于滴定杯中，用量筒移取 40mL 去离子水放于滴定杯中，加入 0.2g 抗坏血酸，使用氨水 (1+1) 滴定至 PH=4.4-4.7 左右，用移液枪加入 5mL 配置好的六亚甲基四胺缓冲溶液，启动编辑好的方法，用 0.1mol/L 的 EDTA 滴定液滴定至电位突跃点，记录滴定体积。同时做空白实验。

3.2、仪器参数

T960 全自动滴定仪参数设置如表 1 所示：

表 1 滴定仪参数设置

滴定类型：	等量滴定	方法名：	氧化镨钕稀土总量测定测定
滴定管体积：	10mL	样品计量单位：	g

工作电极:	铅离子选择电极	参比电极:	无
显示单位:	mV	补液速度:	5
搅拌速度:	7	预搅拌时间:	5s
电极平衡时间:	4s	电极平衡电位:	1mv
滴定速度:	标准	滴定前平衡电位:	10mv
最小添加体积:	0.02mL	结束体积:	20mL
电位突跃量:	10	预控 mv 值:	无
相关系数:	1	结果单位:	%
滴定剂名称:	EDTA	理论浓度:	0.1(标定的浓度)

四、结果与讨论

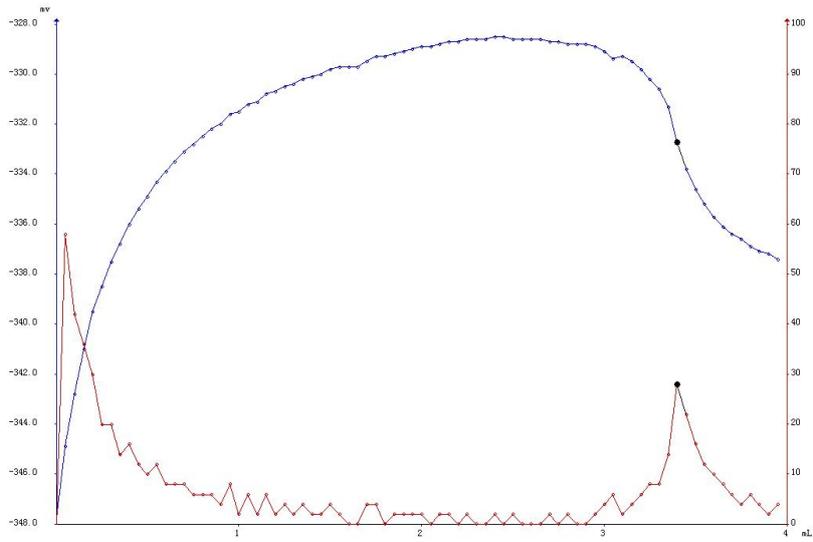
4.1、实验结果

表 2 稀土总量测试结果

样品名称	c(EDTA) mol/L	空白体积 V ₁ mL	滴定体积 V ₂ mL	稀土总量 %	稀土总量 %	RSD %
氧化镨钕	0.1045	0.02	3.400	99.25	100.23	0.8468
			3.450	100.72		
			3.450	100.72		

4.2、滴定图谱

数据平滑	设为终点	终点序号	体积(mL)	滴定剂浓度	空白体积(mL)	样品量	相关系数	结果
		1	3.400	0.1045mol/L	0.02	6.0003mL	1	0.058865mg/L
参数调整	结果保存							



4.3、结论

本次测试通过电位滴定方法测试锆铪合金中稀土总量的含量在 99-101%之间，符合生产要求。而且使用仪器判断减少了人工误差，大大提高了实验的精度。电位滴定法是检测该类样品的不错选择。

参考文献

[1] GB/T 14635-2008 稀土总量的测定[S].