

电位滴定法测定镨铁合金中铁的含量

一、前言

镨铁合金是一种金属合金，是含有稀土元素镨和铁的合金，其主要用于钕铁硼永磁材料，制造超磁致伸缩合金，光磁记录材料，核燃料稀释剂等方面。其价格不仅受供求关系的影响，也和其品质息息相关。本次实验测定某厂家生产的镨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，复合铂电极，移液管等

2.2、试剂

250g/L 钨酸钠溶液，磷硫混酸，100g/L 磺基水杨酸，市售三氯化钛溶液，0.003mol/L 的重铬酸钾， $c(1/6K_2Cr_2O_7)=0.01mol/L$ 的重铬酸钾，去离子水

三、实验方法

3.1、实验过程：

用 5mL 移液管准确移取 5mL 溶解好的镨铁合金试样置于滴定杯中，用量筒移取 40mL 去离子水放于滴定杯中，加入 10mL 磷硫混酸，1mL 钨酸钠溶液，加入几滴三氯化钛溶液至出现蓝色再过量 1-2 滴，用 0.003mol/L 的重铬酸钾溶液调至淡蓝色，不计读数。

再加入 10mL 磷硫混酸，置于滴定台上，启动编辑好的方法，用标定好的 0.01mol/L 的重铬酸钾滴定至电位突跃终点，结束滴定。

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：	动态滴定	方法名：	锗铁合金铁含量测定
滴定管体积：	10mL	样品计量单位：	g
工作电极：	复合铂电极	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
预添加体积：	20mL	预滴定搅拌时间：	15s
最小添加体积：	0.02mL	结束体积：	20mL
电位突跃量：	200	预控 mv 值：	无
相关系数：	16.755	结果单位：	%
滴定剂名称：	重铬酸钾	理论浓度：	0.01(标定的浓度)

四、结果与讨论

4.1、实验结果

样品经测试，得到实验结果如表 2 所示：

表 2 锗铁合金铁含量含量测试结果

样品名称	称样量/g	取样量/mL	$c(1/6K_2Cr_2O_7)/mol/L$	空白体积 V_1/mL	滴定体积 V_2/mL	铁含量/%	平均值 (%)	RSD(%)
镉铁	20.0006	5	0.01035	0.019	34.143	19.736	19.8163	0.3897
					34.409	19.890		
					34.295	19.823		

4.2、滴定图谱



4.3、结论

本次测试通过电位滴定方法测试镉铁合金的含量在 19.82%，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。

五、注意事项

1.重铬酸钾的浓度在配置和标定的时候要区分是 $c(1/6K_2Cr_2O_7)/(mol/L)$ 还是 $c(K_2Cr_2O_7)/(mol/L)$ =0.01mol/L, 否则会导致结果存在问题。

六、参考文献

[1] GB/T 26416.4-2010 镉铁合金 铁量的测定.