

电位滴定法测定铁镍合金的镍含量

一、前言

坡莫合金，即铁镍合金，其含镍量的范围很广，在 35%—90%之间。坡莫合金按成分可分为 35%~40%Ni-Fe 合金、45%~50%Ni-Fe 合金、50%~65%Ni-Fe 合金和 70%~81%Ni-Fe 合金四大类。每一类都可做成具有圆形磁滞回线、矩形磁滞回线或扁平磁滞回线材料。

本方法采用电位滴定法测定其中镍含量，利用氨水屏蔽铁离子的影响，测出其中镍的含量。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

T960 全自动滴定仪，铜离子选择电极，分析天平等

2.2、试剂

氨水，EDTA 标准溶液（0.1mol/L），蚀刻液（主要成分盐酸、三氯化铁、氯化亚铁）。

三、实验方法

3.1、分析步骤

准确称取 0.15g 样品，放入小烧杯中，加入蚀刻液 20ml，磁力搅拌 3 小时左右，待样品完全溶解，转入 250ml 容量瓶中，加水定容至刻度，放置 10min 备用。

准确移取 20ml 备用样品放于小烧杯中，加入一级水使其体积为 50ml 左右，之后加入氨水，并不断搅拌，直至不在生成更多沉淀，然后将溶液用滤纸过滤，去除其中沉淀，收集滤液，加入少量氨水检测是否还有沉淀生成，若没有，则收集滤液定容于 250ml 容量瓶中，若有则继续重复之前的操作，直到无更多沉淀生成。

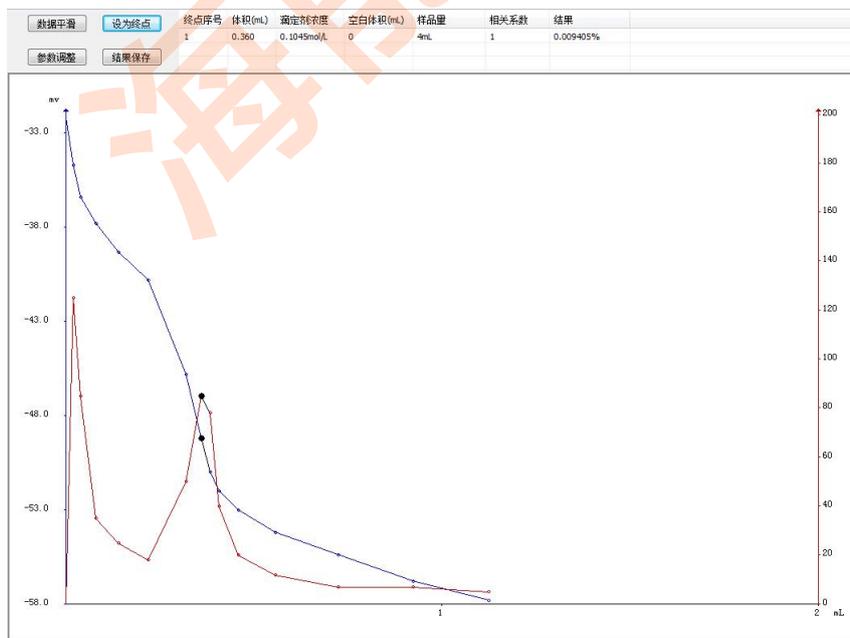
移取定容好的溶液 20ml 于滴定杯中, 加水 30ml, 将其放于滴定台上, 用 EDTA 标准滴定液 (0.1mol/L) 滴定至电位突越终点, 同时进行全程序空白实验。

设定滴定仪参数如表 1 所示:

表 1 滴定参数设置

滴定模式:	动态滴定	最小添加体积	0.01mL
电极平衡时间:	4s	预添加体积:	0mL
电极平衡电位:	1mv	滴定速度:	标准
结束体积:	10mL	相关系数:	58.69
电位突跃量:	150	补液速度:	5
搅拌速度:	7	滴定前平衡电位:	10mv

3、测试图谱示例



四、结果与讨论

4.1、实验结果

实验结果如表 2 所示：

表 2 测试结果

样品	样品序号	样品质量 /g	滴定液浓度 (EDTA) /(mol/L)	滴定体 积/mL	镍含量 (g)	理论含量 (g) (以提 供的镍含量	镍含量 (%)	平均值
1#	空白	/	0.1023	0.16	/	0.0910	/	53.88
	1	0.14		0.37	0.0805		56.57	
	2			0.36	0.0767		53.88	
	3			0.35	0.0728		51.19	

4.2、结论

通过检测，此铁镍合金中镍的含量为 53.88%，唯一不足是由于滴定液浓度相对较高，导致不太良好的重复性，建议可以降低滴定液浓度，或减少取样量。