

模块一：水样中金属镍含量的测定

一、健康和安全

请描述本模块涉及的健康和安全问题及预防措施。

二、环保

请描述本模块可能产生的环保隐患和所需采取的预防措施。

三、基本原理

在碱性条件下，以紫脲酸铵为指示剂，用 EDTA 标准滴定溶液对样品中的镍进行定量测定。

四、目标

- 1.标定 EDTA 标准滴定溶液
- 2.测定样品中的镍含量
- 3.完成实验报告

完成工作的总时间是 **240** 分钟。

五、仪器设备、试剂和解决方案

1.仪器设备、试剂清单

主要设备	电子分析天平，精度 0.0001g
	电子天平，精度 0.01g
玻璃器皿	容量瓶，250mL，4 个
	滴定管，50mL，聚四氟乙烯塞
	单标线吸量管 25mL，1 支
	锥形瓶，250mL 或 300mL，8 个
	量筒（5mL、10mL、25mL、100mL）各 1 个
	烧杯（100mL），7 个
	烧杯（1000mL），4 个
试剂和溶液	基准试剂氧化锌
	盐酸（1+1）
	氨水溶液，10%
	EDTA 标准滴定溶液，0.05mol/L
	氨-氯化铵缓冲溶液，pH≈10

	铬黑 T 指示剂 (5g/L)
	镍样品溶液, 约 12g/Kg
	紫脲酸铵指示剂
	去离子水

2. 镍试样称样量的计算

设 EDTA 标准溶液的浓度为 0.05mol/L, EDTA 的消耗量为 26mL, 计算应该称取镍试样的质量 (保留小数点后一位)。

3. 实验

(1) 用锌标准溶液标定 EDTA 溶液

用减量法准确称取 1.5g 基准试剂氧化锌, 并用少量蒸馏水润湿, 加入 20mL 盐酸溶液, 搅拌, 直到氧化锌完全溶解, 然后定量转移至 250mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

准确移取 25mL 上述溶液于锥形瓶中, 加入 75mL 去离子水, 用氨水溶液将溶液 pH 值调至 7~8, 加入 10mL 氨-氯化铵缓冲溶液及 3~4 滴铬黑 T 指示剂(5g/L), 用待标定的 EDTA 溶液滴定至溶液由紫色变为纯蓝色。

平行测定 4 次, 同时做空白试验。

使用以下公式计算 EDTA 标准滴定溶液的浓度 $C_{(EDTA)}$, 单位 mol/L。取 4 次测定结果的算术平均值作为最终结果, 结果保留 4 位有效数字。

$$C_{(EDTA)} = \frac{m \times \left(\frac{V_1}{V}\right) \times 1000}{(V_2 - V_3) \times M}$$

式中: m ——氧化锌质量, 单位为克 (g);

V ——氧化锌定容后的体积, 单位为毫升 (mL);

V_1 ——移取的氧化锌溶液体积, 单位为毫升 (mL);

V_2 ——氧化锌消耗的 EDTA 溶液体积, 单位为毫升 (mL);

V_3 ——空白试验消耗的 EDTA 溶液体积, 单位为毫升 (mL);

M ——氧化锌的摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{ZnO})=81.38$]。

(2) 样品分析

根据提供的样品近似浓度, 按照赛题镍试样称样量的计算值, 准确称取 (精确至 0.0001g), 加入适量蒸馏水, 加入 10mL 氨-氯化铵缓冲溶液及 0.2g 紫脲

酸铵指示剂，然后用 EDTA 标准滴定溶液滴定，滴定至溶液呈蓝紫色为终点，平行测定 3 次。

4. 结果处理

(1) 镍含量计算

按下式计算出溶液样品中镍的含量，计算质量分数 ω ，数值以 g/Kg 表示。
取 3 次测定结果的算术平均值作为最终结果，结果保留 4 位有效数字。

$$\omega = \frac{c \times V \times M}{m \times 1000} \times 1000$$

式中： c ——EDTA 标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔/升 (mol/L)；

V ——EDTA 标准滴定溶液浓度体积的数值，单位为毫升 (mL)；

m ——称取的样品质量，单位为克 (g)；

M ——镍的原子质量，单位为克/摩尔 (g/mol) [$M(\text{Ni}) = 58.69 \text{ g/mol}$]。

(2) 精密度分析

对结果的精密度进行分析，以相对极差 A (%) 表示，计算公式如下：

$$A = \frac{(X_1 - X_2)}{\bar{X}} \times 100$$

式中： X_1 ——平行测定的最大值；

X_2 ——平行测定的最小值；

\bar{X} ——平行测定的平均值。

5. 报告撰写

(1) 请填写完成一份报告，包括：实验过程中必须做好的健康、安全、环保措施；实验中的物料计算和过程记录、数据处理、结果的评价和问题分析。

(2) 思考题：①简述 EDTA 与金属离子的配位特点？② EDTA 标准溶液标定时，加入氨-氯化铵缓冲溶液的作用是什么？