

电位滴定法测定混酸中硝酸、磷酸含量

1 前言

磷硝酸混酸为无色或近乎无色的透明液体，略有刺激性气味，主要用于电子工业上作为铝模板刻蚀剂。配制时要求试剂为优级纯或电子级，方法为先将磷酸吸入釜内再搅拌，依次加入硝酸、醋酸、纯水后维持搅拌 3h 以上。混酸目前一般参照计算总酸度、混合密度判定样品是否配制合格。本实验通过电位滴定法测定混酸中磷酸、硝酸、醋酸的含量，此方法实现自动滴定，快速反应。

2 仪器与设备

2.1 仪器

T960 电位测定仪，pH 复合电极

2.2 试剂

氢氧化钠溶液（0.4996mol/L），四丁基氢氧化铵溶液（0.0915mol/L），氯化钠固体，无水乙醇

3 实验方法

3.1 实验步骤

硝酸滴定过程：取约 0.5g 混酸溶液于滴定杯中，加入 50mL 无水乙醇稀释，搅拌均匀后，用四丁基氢氧化铵滴定液滴定至终点。

磷酸醋酸滴定过程：取约 0.5g 混酸溶液于滴定杯中，加入 50mL 饱和氯化钠溶液稀释，搅拌均匀后，用氢氧化钠滴定液滴定至终点。

3.2 参数设置

滴定模式：	动态滴定	搅拌速度：	5
电极平衡时间：	4s	预搅拌时间：	6s
电极平衡电位：	1mv	滴定速度：	标准
硝酸最小添加体 积：	0.02mL	硝酸预滴定添加体 积：	0.1mL
磷醋酸最小添加 体积：	0.05mL	磷醋酸预滴定添加 体积：	3mL
结束体积：	30	预滴定搅拌时间：	8s
硝酸电位突跃量	50	磷醋酸电位突跃量	100 ; 300

4 结果与讨论

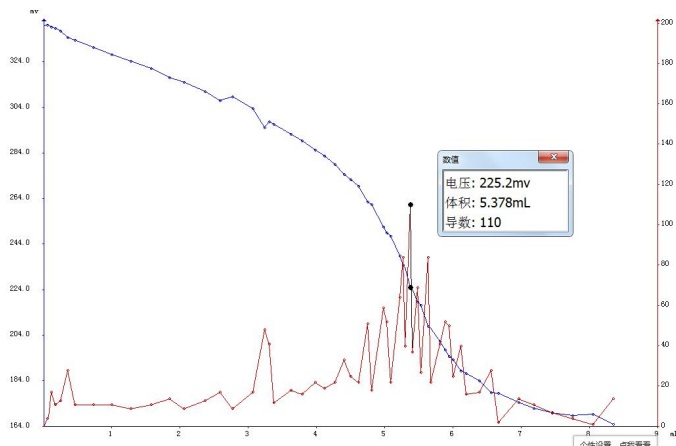
4.1 实验结果

样品名	样品重量 (g)	滴定体积 (mL)	硝酸含量 (%)	平均值 (%)
混酸	0.51246	5.378	6.05	6.08
	0.52933	5.605	6.10	
	0.51471	5.428	6.08	

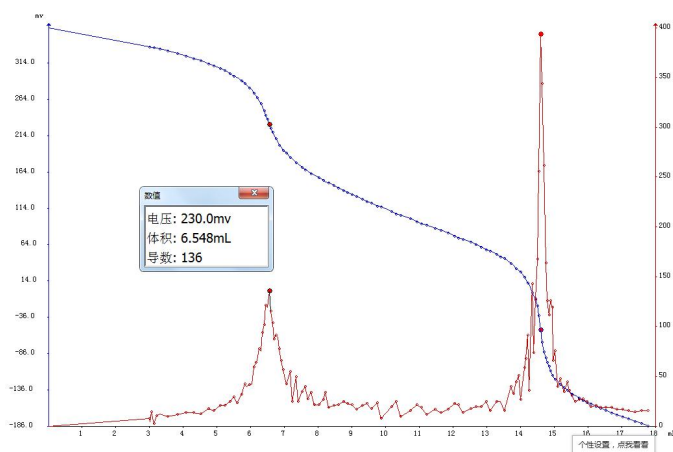
样品名	样品重量 (g)	滴定体积 V ₁ (mL)	滴定体积 V ₂ (mL)	磷酸含量 (%)	平均值 (%)	醋酸含量 (%)	平均值 (%)
混酸	0.51446	6.528	14.666	52.61	52.51	15.17	15.33
	0.50533	6.391	14.390	52.23		15.48	
	0.51526	6.548	14.597	52.72		15.08	
	0.52388	6.583	14.886	52.48		15.58	

4.2 图谱

(1) 硝酸



(2) 磷酸醋酸



4.3 结论

取平行测试结果的算术平均值为测定结果，可以看出电位滴定法测定混酸中硝酸醋酸含量的方法可行，可以满足检测需要。

注意事项

四丁基氢氧化铵溶液标定时由于邻苯二甲酸氢钾微溶于无水乙醇，可用少量水使邻苯二甲酸氢钾溶解，再加入适量乙醇用于其标定。