

电位滴定法检测氢氟酸溶液的氟含量

1 前言

氢氟酸是氟化氢气体的水溶液,是清澈,无色、发烟的腐蚀性液体,有剧烈刺激性气味。用于雕刻玻璃、清洗铸件上的残砂、控制发酵、电抛光和清洗腐蚀半导体硅片。测定氢氟酸含量常用的方法是酸碱滴定法,但是如果溶液中混有其他的氢离子,测定的结果会偏高。本文用电位滴定仪配合复合氟电极来检测氢氟酸溶液中氟的含量,操作步骤简单、结果准确。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

Hanon T960 全自动电位滴定仪

复合氟电极, 10mL 滴定管单元



2.2 试剂

硝酸镧标准溶液 (0.1mol/L), 六次甲基四胺缓冲溶液, 纯化水

硝酸镧标准溶液配制方法:准确称取 8.123g 水合硝酸镧于 250mL 容量瓶中,加 10mL 硝酸溶液 (0.001mol/L) 溶解,加水定容至刻度。

六次甲基四胺缓冲溶液配置方法:称取 35g 六次甲基四胺于约 200mL 水中,用稀释过的高氯酸调节 pH 至 6.5 ± 0.2 ,用纯化水稀释并定容至 250mL。

3 实验方法

3.1 实验步骤

准确称取 0.1g 的氢氟酸溶液，加入 10mL 六次甲基四胺缓冲溶液，再加 60mL 水，用 0.1mol/L 的硝酸镧标准溶液滴定至终点，同时做空白实验。

3.2 仪器参数

滴定模式：	动态滴定	搅拌速度：	6
电极平衡时间：	4s	预搅拌时间：	8s
电极平衡电位：	1mV	预滴定添加体积：	3mL
最小添加体积：	0.02mL	预滴定后搅拌时间：	6s
滴定速度：	慢	结束体积：	10mL
电位突跃量：	160	相关系数：	6.0018

3.3 计算公式

$$X = \frac{(V - V_0) \times C \times 20.006 \times 3}{m \times 10}$$

式中：

X --为样品的氟离子含量（质量分数），单位%；

V --样品试样消耗硝酸镧标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V₀ --空白消耗硝酸镧标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c --硝酸镧标准溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

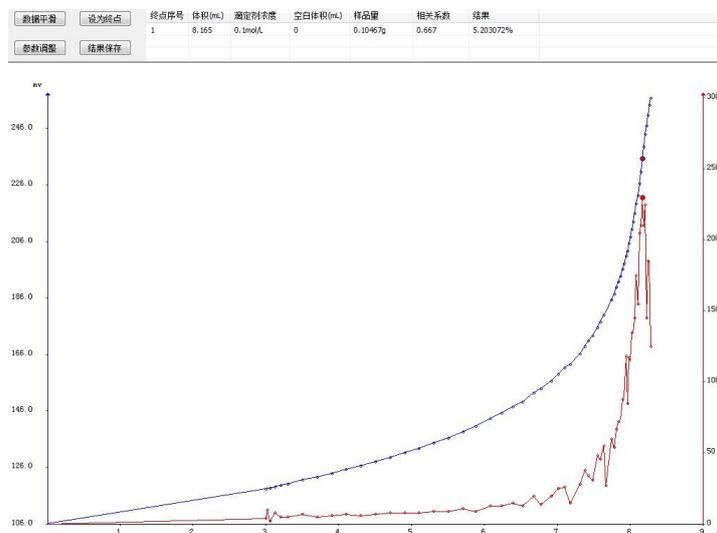
20.006 --氢氟酸的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）。

4 结果与讨论

4.1 实验结果

滴定液浓度 (mol/L)	取样量 (g)	滴定体积 (mL)	含量 (%)	平均值 (%)	RDS (%)
0.100	0.11137	8.638	46.53	46.52	0.47
	0.10467	8.165	46.80		
	0.12239	9.433	46.26		
	0.10026	7.768	46.50		

4.2 滴定图谱



4.3 结论

用此种测定方法可以直接测定样品溶液中的氟离子含量，避免了酸碱滴定方法由于溶液中混有其他氢离子而造成测定结果偏高的现象；操作步骤简单，重复性良好。

参考文献

[1]杨艳,张穗忠.电位滴定法测定萤石中的氟含量[J].冶金标准化与质量,2007(05):11-13.

注意事项

氢氟酸腐蚀性强，取样时注意做好防护措施；氢氟酸挥发性强，称量样品时要快速；称量和滴定所用的滴定杯建议不用玻璃杯。