

电位滴定法测定工业药水中过氧化氢含量

一、前言

过氧化氢在半导体行业起到非常关键的作用，常常作为硅片清洁剂，印刷电路板刻蚀剂以及处理金属杂质。本次实验采用 T960 全自动电位滴定仪依据 GB/T 1616-2014 工业过氧化氢测定，测定某半导体上游厂家的工业药水中过氧化氢的含量，用以验证电位滴定法检测工业药水中的过氧化氢方法是否可行。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

T960 全自动电位滴定仪，复合铂电极，容量瓶，分析天平等

2.2、试剂

$c=0.1\text{mol/L}$ 的 KMnO_4 标准滴定液，硫酸溶液（20%），去离子水

三、实验方法

3.1、实验过程

用减量称量法准确称取 1g 试样（精确至 0.0001g）于滴定杯中，加入 50mL 去离子水，再加入 10mL20% 的硫酸溶液，放置于滴定台上，启动事先编辑好的方法，用高锰酸钾滴定液进行滴定，同时做空白实验。

3.2、仪器参数如表所示：

表 1 过氧化氢测定滴定仪参数设置

滴定类型：	动态滴定	方法名：	高锰酸钾滴定过氧化氢
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

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：	6mv
每次添加体积：	0.02mL	结束体积：	20mL
电位突跃量：	3500	相关系数：	1.701
滴定剂名称：	高锰酸钾	理论浓度：	0.1

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：

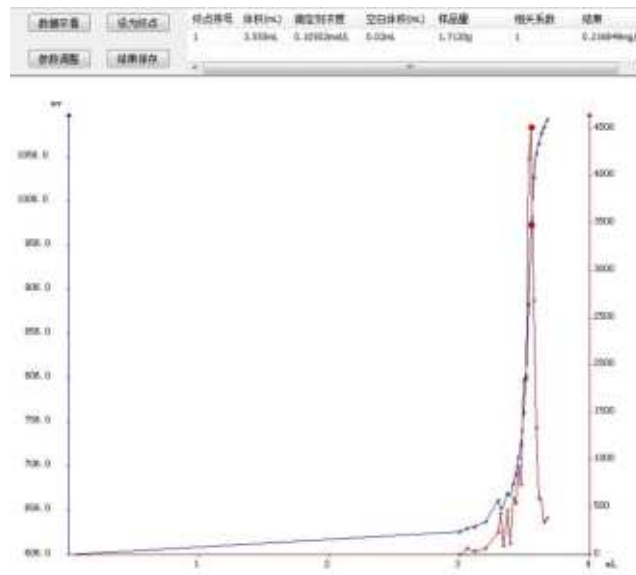
表 2 过氧化氢含量测定

样品名称	取样量 (g)	c(KMnO ₄)/ mol/L	滴定样品 体积 V ₁ /mL	滴定空白体 积 V ₂ /mL	过氧化氢 含量 (%)	平均值 (%)	RSD(%)
0	1.7027	0.10502	3.550	0.02	0.3704	0.3696	0.2035
	1.5564		3.240		0.3696		
	1.7120		3.555		0.3689		
40	1.25508		2.610		0.3686	0.3642	1.069
	1.22858		2.505		0.3613		
	1.2633		2.584		0.3626		
98	1.07280		3.298		0.5458	0.5497	0.6222
	1.05984		3.295		0.5520		
	1.17048		3.633		0.5514		
100	1.05133		3.326		0.5617	0.5621	1.025

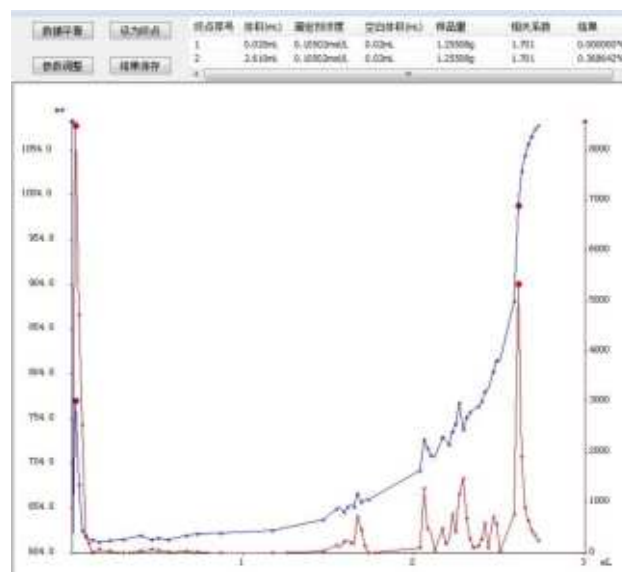
150	1.09510		3.432		0.5566		
	1.06760		3.415		0.5681		
	1.16444		4.170		0.6367		
	1.16517		4.225		0.6447		
	1.23868		4.503		0.6465	0.6426	0.8119

4.2、滴定图谱

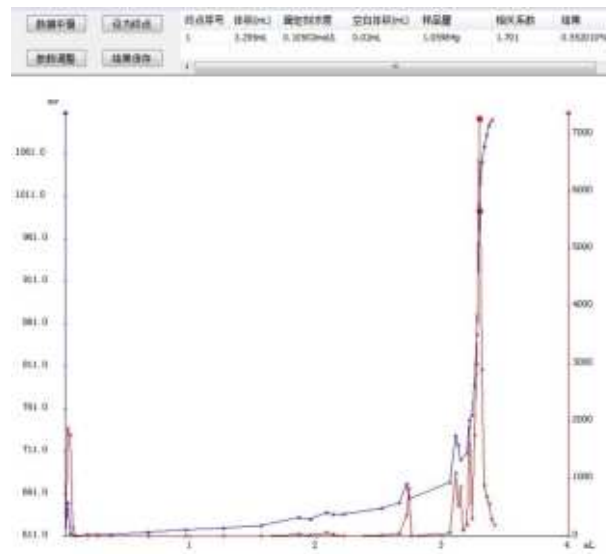
1) 样品 0 滴定图谱:



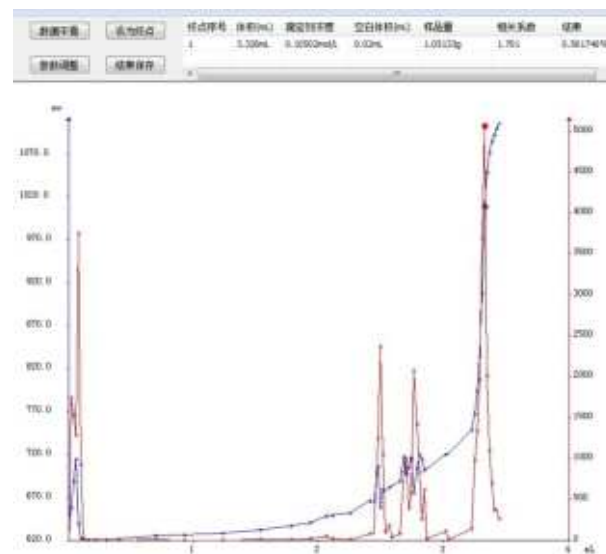
2) 样品 40 滴定图谱:



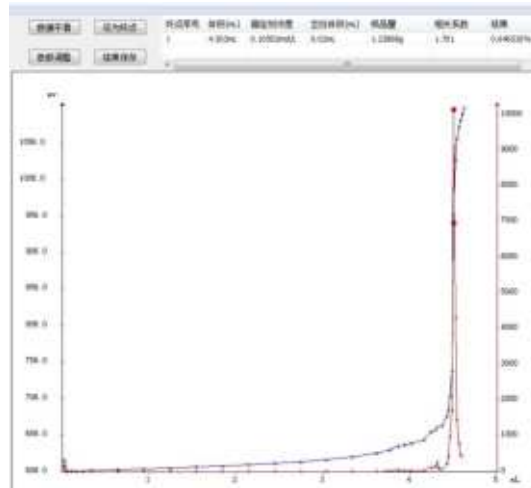
3)样品 98 滴定图谱:



4)样品 100 滴定图谱:



5)样品 150 滴定图谱:



4.3、结论

本次测试通过 T960 电位滴定仪测定工业水中过氧化氢含量，数据重复性好，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。并且可以一机多用，大大节省了人力物力，因此电位滴定法是该类样品的不错选择。