

半导体行业混酸的测定

摘要：温度滴定法测定混酸： $\text{HNO}_3 + \text{H}_3\text{PO}_4 + \text{HOAc}$

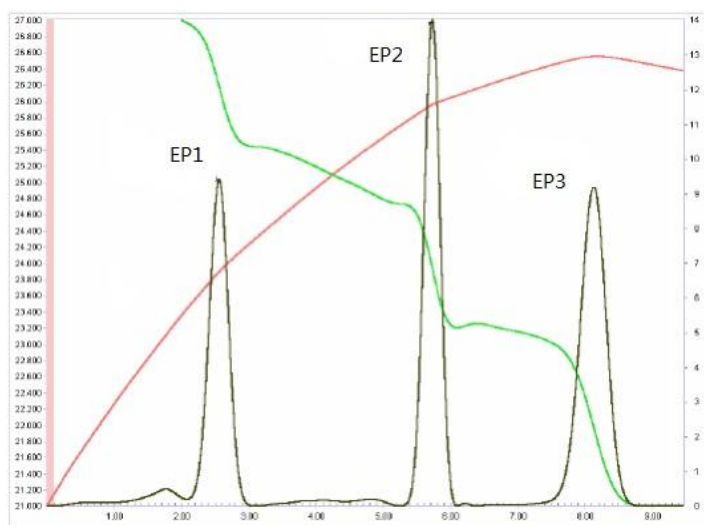
设备：859 温度滴定仪
 温度传感器
 804 搅拌台
 802 螺旋搅拌器
 800 加液驱动器
 10 毫升加液单元

试剂：2 mol/L NaOH
 饱和氯化钠溶液（约 35%）

方法：在滴定杯中加入 10mL 去离子水和 15mL 饱和氯化钠溶液，再加入 0.5mL 混酸样品。用 2 mol/L NaOH 滴定至第三个终点。

终点 1 (EP1)	终点 2 (EP2)	终点 3 (EP3)
HNO_3	HOAc	
H_3PO_4 ($\text{pK}_{a1} = 2.12$)	H_3PO_4 ($\text{pK}_{a2} = 7.21$)	H_3PO_4 ($\text{pK}_{a3} = 12.36$)

谱图：



红色曲线：温度曲线
 绿色曲线：一阶导数曲线
 黑色曲线：二阶导数曲线

计算:

$$\text{H}_3\text{PO}_4\%w/w = \frac{((\text{EP3} - \text{EP2}) \times M \text{NaOH} \times \text{FW H}_3\text{PO}_4 \times 100)}{(\text{sample mass, g} \times 1000)}$$

$$\text{HNO}_3\%w/w = \frac{(((\text{EP1} - \text{Blank}) - (\text{EP3} - \text{EP2})) \times M \text{NaOH} \times \text{FW HNO}_3 \times 100)}{(\text{sample mass, g} \times 1000)}$$

$$\text{HOAc}\%w/w = \frac{(((\text{EP2} - \text{EP1}) - (\text{EP3} - \text{EP2})) \times M \text{NaOH} \times \text{FW HOAc} \times 100)}{(\text{sample mass, g} \times 1000)}$$

结果:

1 滴定剂消耗量 (样品质量 0.5mL 约为 0.7444g)		
终点 1 (EP1)	终点 2 (EP2)	终点 3 (EP3)
2.559 ± 0.006 mL	5.720 ± 0.004 mL	8.115 ± 0.004 mL
2 酸的含量		
%w/w H ₃ PO ₄	%w/w HNO ₃	%w/w HOAc
63.07 ± 0.10	2.44 ± 0.14	12.34 ± 0.08