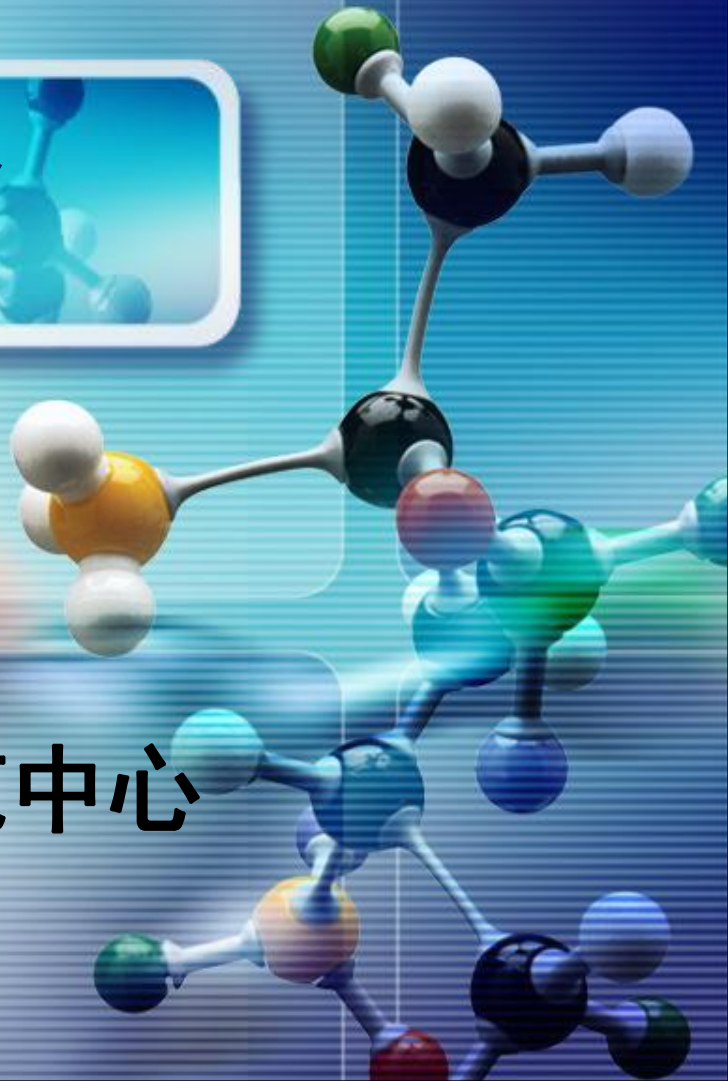
青岛科技大学
Qingdao University of Science & Technology

# 基础化学实验

基础化学实验中心

山东省省级实验教学示范中心



# 分析化学实验

## 高锰酸钾标准溶液的配制和标定及过氧化氢含量的测定

# 一、实验目的

1. 了解高锰酸钾标准溶液的配制方法和保存条件。

2. 掌握用$Na_2C_2O_4$作基准物标定高锰酸钾溶液的原理、方法及滴定条件。

3. 了解自动催化反应的特点。

4. 掌握应用高锰酸钾法测定双氧水中$H_2O_2$含量的原理和方法。

# 二、实验原理

## 1.高锰酸钾溶液的配制——间接法

市售的高锰酸钾常含有少量杂质

$KMnO_4$氧化力强，易和水、空气中的还原性物质作用

$KMnO_4$能自行分解

## 2. 高锰酸钾溶液的保存

1. 中性介质
2. 不含$MnO_2$等杂质
3. 保存于暗处
4. 如长期使用，仍应定期标定

# 二、实验原理

## 3. 高锰酸钾溶液的标定

最常用的基准物质：$Na_2C_2O_4$、$H_2C_2O_4\cdot 2H_2O$、纯Fe丝、$FeSO_4\cdot(NH_4)_2SO_4\cdot 6H_2O$及$As_2O_3$等

优点：不含结晶水，性质稳定，容易提纯。

标定反应：

$$5C_2O_4^{2-}+2MnO_4^{-}+16H^{+}=10CO_2+2Mn^{2+}+8H_2O$$

# 高锰酸钾溶液的标定——滴定条件

温度过高，在酸性溶液中部分$H_2C_2O_4$发生分解

$H_2C_2O_4 = CO_2\uparrow + CO\uparrow + H_2O$

温度：75~85℃

酸度低时，易生成$MnO_2$沉淀

酸度过高，加速$H_2C_2O_4$分解。

酸度：

$H_2SO_4$的浓度约为0.5~1 mol·L$^{-1}$

**三度一点**

滴定速度：慢→快→慢

自动催化反应

待第一滴$KMnO_4$红色褪去后，再滴入第二滴。否则加入的$KMnO_4$溶液来不及与反应，在热的酸性溶液中发生分解：

$4MnO_4^- + 12H^+ = 4Mn^{2+} + 5O_2\uparrow + 6H_2O$

滴定终点：无色→粉红色，

30 s不褪色即为终点。

由于空气中的还原性气体及尘埃等杂质落入溶液中能使$KMnO_4$缓慢分解，而使粉红色消失，所以经过30 s不褪色即为终点。

# 二、实验原理

## 4. 市售双氧水中过氧化氢含量的测定

**滴定反应：**

$$5H_2O_2 + 2MnO_4^- + 6H^+ = 2Mn^{2+} + 8H_2O + 5O_2$$

**滴定条件：**

| 温度： | 酸度： | 滴定速度： | 滴定终点： |
| --- | --- | --- | --- |
| 室温 | $H_2SO_4$的浓度约为0.5~1 $mol \cdot L^{-1}$ | 慢→快→慢<br>(自动催化反应）<br>待第一滴$KMnO_4$红色褪去后，再滴入第二滴 | 无色→粉红色，30 s不褪色即为终点 |

# 三、实验步骤

## 1. 0.02 mol·L$^{-1}$ $KMnO_4$溶液的配制

称取1.6 g左右$KMnO_4$（*M*r = 158.0）完全溶解于500 mL去离子水中，加热煮沸20~30 min(随时加水以补充因蒸发而损失的水)。冷却后在暗处放置2~3天，然后用玻璃砂芯漏斗过滤除去$MnO_2$等杂质。滤液贮于洁净的玻璃塞棕色瓶中，放置暗处保存。如果溶液经煮沸并在水浴上保温1 h，则不必长期放置，冷却后过滤，就可以标定其浓度。

注意事项：①用玻璃砂芯漏斗过滤
②滤液贮于棕色瓶中，暗处保存。
③摇匀

# 三、实验步骤

## 2. $KMnO_4$溶液浓度的标定

$KMnO_4$溶液浓度的标定：准确称取0.13~0.20 g基准$Na_2C_2O_4$于250 mL锥形瓶中，加入30~40 mL去离子水使之溶解，再加10 mL 3.0 $mol \cdot L^{-1}$ $H_2SO_4$溶液，并加热至75~85℃，立即用待标定的$KMnO_4$溶液滴定(不能沿瓶壁滴入)至呈粉红色，30 s内不褪色即为终点。平行测定3次，实验数据填入表，计算$KMnO_4$溶液的浓度。

注意事项：三度一点

# 三、实验步骤

## 3. $H_2O_2$含量的测定：

准确移取市售$H_2O_2$样品5.00 mL于250 mL容量瓶中，定容摇匀。移取10.00 mL此溶液，置于250 mL锥形瓶中，加入10~20 mL去离子水和10 mL 3.0 mol·L-1 $H_2SO_4$溶液，再用0.02 mol·L-1 $KMnO_4$标准溶液滴定至溶液呈粉红色，30 s内不褪色，即为终点。

注意事项：①双氧水有腐蚀性，使用需戴手套
②配制的试液应摇匀
③反应温度：室温
④终点颜色变化

# 四、数据记录与处理

表1 0.02 mol·L$^{-1}$ $KMnO_4$溶液的标定

| 编号 | I | II | III |
|---|---|---|---|
| $m(Na_2C_2O_4)$ /g | | | |
| $KMnO_4$终读数/mL | | | |
| $KMnO_4$初读数/ mL | | | |
| $V(KMnO_4)$ / mL | | | |
| $c(KMnO_4)$//mol·L$^{-1}$ | | | |
| $\bar{c}(KMnO_4)$//mol·L$^{-1}$ | | | |
| 个别测定绝对偏差 | | | |
| 相对平均偏差 /% | | | |

$$c_{KMnO_4}=\frac{\frac{2}{5}m_{Na_2C_2O_4}}{M_{Na_2C_2O_4}\times V_{KMnO_4}\times 10^{-3}}(\mathrm{mol\cdot L^{-1}})$$

# 四、数据记录与处理

表2 $H_2O_2$含量的测定

| 实验编号 | I | II |
|---|---|---|
| $V(H_2O_2)$/mL | | |
| $c\ (KMnO_4)$/mol·L$^{-1}$ | | |
| $KMnO_4$溶液终读数/mL | | |
| $KMnO_4$溶液初读数/mL | | |
| $V(KMnO_4)$/mL | | |
| $c(H_2O_2)$/g·mL$^{-1}$ | | |
| $\bar{c}(H_2O_2)$/g·mL$^{-1}$ | | |

$$H_2O_2\text{含量} = \frac{\frac{5}{2} \times c_{KMnO_4} \times V_{KMnO_4} \times 10^{-3} \times M_{H_2O_2} \times \frac{250}{5}}{5.00}\ g \cdot mL^{-1}$$

# 五、思考题

- 高锰酸钾溶液配制后，能否立即用于标定？

- 在标定高锰酸钾溶液时，为什么须加热到75~85 °C，温度过高或过低有何影响？

- 高锰酸钾法为什么一般都采用在酸性溶液中进行？为什么需加$H_2SO_4$而不加$HNO_3$或HCl？

# 五、思考题

- 为什么不直接移取0.2 mL 30% 双氧水进行测定，而将样品稀释50倍后再移取10.00 mL测定?
- 用$KMnO_4$法测定$H_2O_2$含量时，为什么要在$H_2SO_4$酸性介质中进行，能否用HCl来代替?
- 为什么含乙酰苯胺等有机物作稳定剂的$H_2O_2$试样不能用高锰酸钾法而能用碘量法或铈量法准确测定?

# 谢谢！