

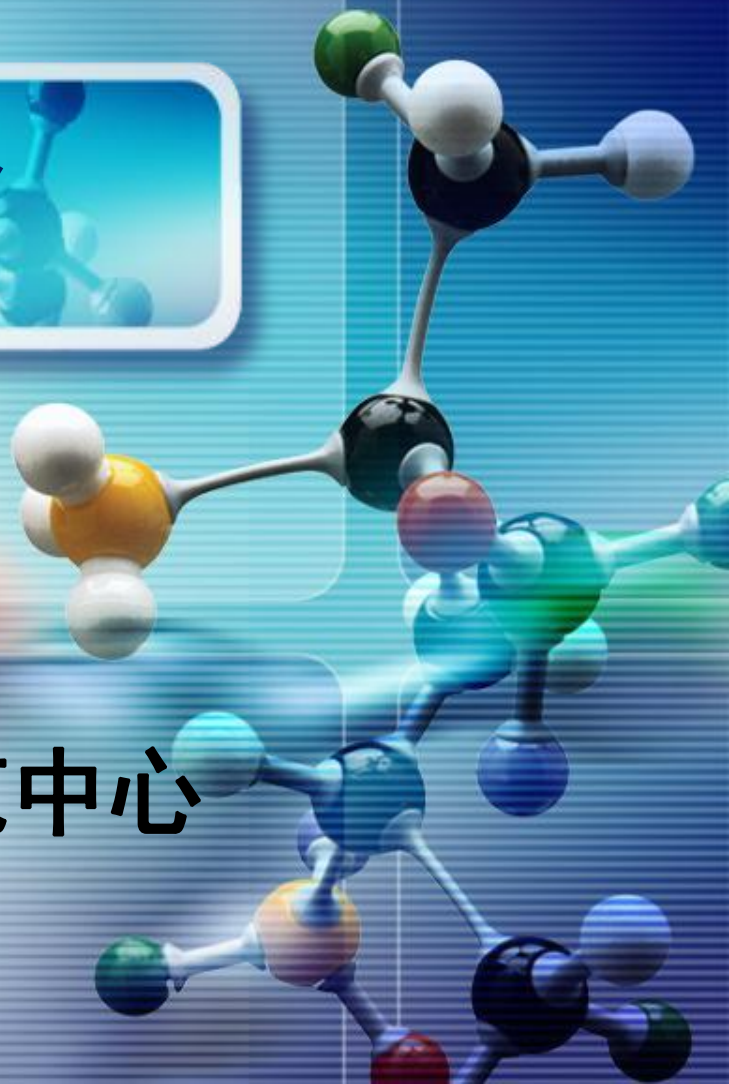


青岛科技大学  
Qingdao University of Science & Technology

# 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 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 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 $\text{H}_2\text{O}_2$ 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

$\text{KMnO}_4$ 氧化力强，  
易和水、空气中的还  
原性物质作用

$\text{KMnO}_4$ 能自行分解

### 2. 高锰酸钾溶液的保存

中性介质

1

不含 $\text{MnO}_2$ 等杂质

2

保存于暗处

3

如长期使用，仍应定期标定

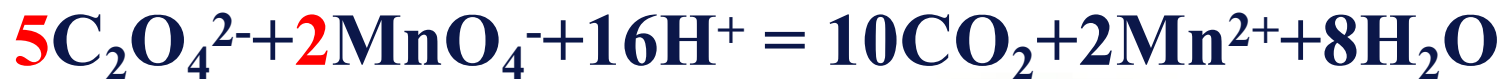
4

### 3. 高锰酸钾溶液的标定

最常用的基准物质： $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 、 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 、纯Fe丝、 $\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 及 $\text{As}_2\text{O}_3$ 等

优点：**不含结晶水，性质稳定，容易提纯。**

标定反应：





# 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  
 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 发生分解



温度：75~85℃

酸度低时，易生成 $\text{MnO}_2$ 沉淀  
酸度过高，加速 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 分解。

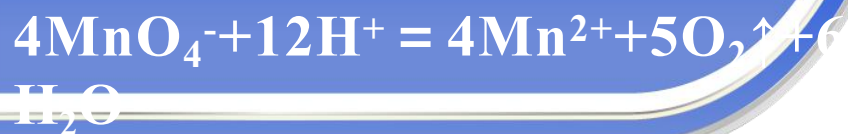
酸度：

$\text{H}_2\text{SO}_4$ 的浓度约为0.5~1 mol·L<sup>-1</sup>

## 三度一点

滴定速度：慢→快→慢  
自动催化反应

待第一滴 $\text{KMnO}_4$ 红色褪去后，  
再滴入第二滴。否则加入的  
 $\text{KMnO}_4$ 溶液来不及与反应，在  
热的酸性溶液中发生分解。



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  
 $\text{KMnO}_4$ 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：



滴定条件：

温度：

室温

酸度：

$\text{H}_2\text{SO}_4$ 的浓度  
约为0.5~1  
 $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$

滴定速度：

慢→快→慢  
(自动催化反应)  
待第一滴 $\text{KMnO}_4$ 红色褪去后，再滴入第二滴

滴定终点：

无色→粉红色，30 s不褪色即为终点

### 三、实验步骤



#### 1. $0.02 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1} \text{ KMnO}_4$ 溶液的配制

称取1.6 g左右 $\text{KMnO}_4$  ( $M_r = 158.0$ ) **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 $\text{MnO}_2$ 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. $\text{KMnO}_4$ 溶液浓度的标定

$\text{KMnO}_4$ 溶液浓度的标定：准确称取**0.13~0.20 g**基准 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 于250 mL锥形瓶中，加入30~40 mL去离子水使之溶解，再加10 mL  $3.0 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$   $\text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液，并加热至75~85°C，立即用待标定的 $\text{KMnO}_4$ 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 $\text{KMnO}_4$ 溶液的浓度。

**注意事项：三度一点**

## 三、实验步骤



### 3. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>含量的测定：

准确移取市售H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>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<sup>-1</sup> H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>溶液，再用0.02 mol·L<sup>-1</sup> KMnO<sub>4</sub>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<sup>-1</sup> KMnO<sub>4</sub>溶液的标定

编号	I	II	III
$m(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) / \text{g}$			
KMnO <sub>4</sub> 终读数/mL			
KMnO <sub>4</sub> 初读数/ mL			
$V(\text{KMnO}_4) / \text{mL}$			
$c(\text{KMnO}_4) // \text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$			
$\bar{c}(\text{KMnO}_4) // \text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$			
个别测定绝对偏差			
相对平均偏差 /%			

$$c_{\text{KMnO}_4} = \frac{\frac{2}{5} m_{\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}}{M_{\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4} \times V_{\text{KMnO}_4} \times 10^{-3}} (\text{mol} \cdot \text{L}^{-1})$$

## 四、数据记录与处理



表2 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>含量的测定

实验编号	I	II
$V(\text{H}_2\text{O}_2)/\text{mL}$		
$c(\text{KMnO}_4)/\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$		
KMnO <sub>4</sub> 溶液终读数/mL		
KMnO <sub>4</sub> 溶液初读数/mL		
$V(\text{KMnO}_4)/\text{mL}$		
$c(\text{H}_2\text{O}_2)/\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$		
$\bar{c}(\text{H}_2\text{O}_2)/\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$		

$$\text{H}_2\text{O}_2\text{含量} = \frac{\frac{5}{2} \times c_{\text{KMnO}_4} \times V_{\text{KMnO}_4} \times 10^{-3} \times M_{\text{H}_2\text{O}_2} \times \frac{250}{5}}{10.00} (\text{g}\cdot\text{mL}^{-1})$$

## 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 $\text{H}_2\text{SO}_4$ 而不加 $\text{HNO}_3$ 或 $\text{HCl}$ ？



## 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 $\text{KMnO}_4$ 法测定 $\text{H}_2\text{O}_2$ 含量时，为什么要在 $\text{H}_2\text{SO}_4$ 酸性介质中进行，能否用 $\text{HCl}$ 来代替？
- 为什么含乙酰苯胺等有机物作稳定剂的 $\text{H}_2\text{O}_2$ 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！**