

实验八

过氧化氢含量的测定

(高锰酸钾法)



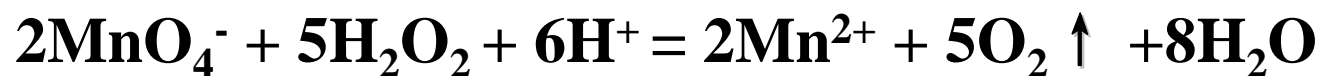
一、实验目的

- 掌握应用高锰酸钾法测定过氧化氢含量的原理和方法
- **难点：**滴定时**温度、速度**的控制；**深色溶液在滴定管中的读数。**



二、实验原理

过氧化氢含量的测定原理



双氧水中 H_2O_2 含量的计算

$$\rho(\text{H}_2\text{O}_2) / \text{g} \cdot \text{mL}^{-1} = \frac{\frac{5}{2} c(\text{KMnO}_4) \cdot V(\text{KMnO}_4) \cdot M(\text{H}_2\text{O}_2)}{25.00 \times 10.00} \times 250$$



滴定注意事项

- 1、**温度** 该反应可在室温下进行，因过氧化氢易分解，所以无需加热。
- 2、**酸度** 该反应需在酸性介质中进行，以 H_2SO_4 调节酸度，不能用盐酸和硝酸，否则会干扰实验。
- 3、**滴定速度** 该反应为自催化反应，必须等 Mn^{2+} 生成后反应才可继续进行，因此滴定开始时速度不宜太快。
- 4、**滴定终点** KMnO_4 溶液本身为指示剂，滴定到溶液由无色变为微红色且半分钟不退色即为终点。



三、仪器与试剂

- 仪器

- 分析天平
- 50 mL 酸式滴定管
- 10 mL、25 mL 移液管
- 250 mL 容量瓶
- 常用玻璃仪器若干

- 试剂

- KMnO_4 标准溶液（实验十一中已标定）
- H_2O_2 商品液（3%）
- H_2SO_4 （ $3.0 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ）



四、实验内容

已经完成

1. KMnO_4 标准溶液的标定

递减法称取0.15 ~ 0.20 g $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 放入250 mL的锥形瓶中

加入20~30 ml去离子水溶解

加入10~15 ml $3.0 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1} \text{H}_2\text{SO}_4$, 摇匀

加热至75~80 °C

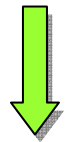
趁热用 KMnO_4 标准溶液滴定到溶液由无色变为微红色且半分钟不退色即为终点, 记录消耗 KMnO_4 标准溶液的体积, 平行三次。

根据 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 基准物质的质量、消耗的 KMnO_4 标准溶液的体积, 计算 KMnO_4 标准溶液的浓度。



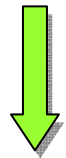
2. H_2O_2 含量的测定

用10mL移液管移取3%的双氧水于250 mL容量瓶中



加入去离子水至刻度，摇匀。

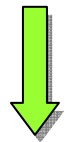
再用25mL移液管移取稀释液于250 mL锥形瓶中



加入20~30 mL去离子水

加入15~20 mL $3.0 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1} \text{ H}_2\text{SO}_4$ ，摇匀

用 KMnO_4 标准溶液滴定到溶液由无色变为微红色且半分钟不退色即为终点，记录消耗 KMnO_4 标准溶液的体积，平行三次。



根据 KMnO_4 标准溶液的浓度和消耗的体积，计算双氧水中 H_2O_2 的含量。



注意

- **酸度** 该反应需在酸性介质中进行，并以 H_2SO_4 调节酸度，不能用 HCl 或 HNO_3 调节，因 Cl^- 有还原性，能与 MnO_4^- 反应； HNO_3 有氧化性，能与被滴定的还原性物质反应。为使反应定量进行，溶液酸度一般控制在 $0.5 \sim 1.0 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 范围内。
- **滴定速度** 该反应为自动催化反应，反应中生成的 Mn^{2+} 离子具有催化作用。因此滴定开始时的速度不宜太快，应逐滴加入，待到第一滴 KMnO_4 溶液颜色褪去后，再加入第二滴。否则酸性热溶液中 MnO_4^- 来不及与 $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 而分解，导致结果偏低。
- **滴定终点** KMnO_4 溶液自身也为指示剂。当反应到达化学计量点附近时，滴加一滴 KMnO_4 溶液后，锥形瓶中溶液呈稳定的微红色且半分钟不褪色即为终点。若在空气中放置一段时间后，溶液颜色消失，不必再加入 KMnO_4 溶液，这是因为 KMnO_4 溶液与空气中还原性物质反应造成的。

