



实验十

KMnO_4 标准溶液浓度的标定



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浓度的方法原理；
3. 掌握滴定条件对氧化还原反应速度的影响。

二、实验原理

市售的高锰酸钾常含有少量杂质，不能用直接法配制标准溶液。 KMnO_4 氧化力强，副反应多，还能自行分解，其分解反应如下：



分解速度随溶液的pH值而改变，在中性时分解慢，但 Mn^{2+} 离子和 MnO_2 能加速 KMnO_4 分解，见光则分解得更快。因此 KMnO_4 溶液的浓度容易改变，必须正确地配制和保存。



正确配制和保存的 KMnO_4 溶液应呈中性，不含 MnO_2 ，这样，浓度就比较稳定。但是如果长期使用，仍应定期标定。

KMnO_4 标准溶液常用还原剂草酸钠 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 作基准物来标定。 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 不含结晶水，容易精制。

反应如下：



滴定时可利用 MnO_4^- 离子本身的颜色指示滴定终点。

计算公式如下：

$$C_{\text{KMnO}_4} = \frac{2W_{\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4} \times 1000}{5V_{\text{KMnO}_4} \times M_{\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}} \quad \text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \quad M_{\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4} = 134.0$$



三、实验步骤

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

称取约 1.3 g KMnO_4 ，溶于 400 mL 的水中，加热煮沸 $20 \sim 30 \text{ min}$ （随时加水以补充因蒸发而损失的水）。冷却后在暗处放置 $7 \sim 10$ 天，然后用玻璃砂芯漏斗或玻璃纤维过滤除去 MnO_2 等杂质，滤液贮于洁净的玻璃棕色瓶中，放置暗处保存。如果溶液经煮沸并在水浴上保温 1 h ，冷却后过滤，则不必长期放置，就可以标定其浓度。



↓
过滤





2. KMnO_4 溶液浓度的标定

准确称取 $0.14 \sim 0.18 \text{ g}$ $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 基准物于 250 mL 锥形瓶中，加水约 30 mL 使之溶解，再加 10 mL 10% H_2SO_4 溶液并水浴加热至 $75 \sim 85^\circ\text{C}$ ，立即用待标定的 KMnO_4 溶液滴定（不能沿瓶壁滴入）至呈粉红色经 30 s 不褪即为终点，记录滴定所消耗的 KMnO_4 溶液体积数。平行测定3次，用公式计算 KMnO_4 溶液的浓度。



水浴状态下滴定



四、注意事项

1. KMnO_4 溶液作氧化剂，通常是在强酸溶液中反应，滴定过程中若发现产生棕色浑浊（是酸度不足引起），应即加入 H_2SO_4 补救，但若已经到达终点，补加 H_2SO_4 已无效，应重做实验。
2. 加热可使反应加快，但不应热至沸腾，否则容易引起部分草酸分解，正确的温度是 $75 \sim 85\text{ }^\circ\text{C}$ ，在滴定至终点时，溶液的温度不应低于 $60\text{ }^\circ\text{C}$ 。
3. KMnO_4 溶液应装在酸式滴定管中，由于 KMnO_4 溶液颜色很深，不易观察凹液面的最低点，因此可以从液面最高边上读数。
4. 实验过程中随时清理水池和地面上 KMnO_4 溶液的红色。



5. Mn^{2+} 对 KMnO_4 氧化 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 的反应起催化作用，所以滴定刚开始时，由于无 Mn^{2+} 存在，反应速度很慢，因此，滴定速度也一定要慢，过快则会使 KMnO_4 来不及反应而发生分解产生 MnO_2 褐色沉淀。正确的做法是：先滴下一滴 KMnO_4 摇晃，待颜色褪去后才能加第2滴，等几滴 KMnO_4 起作用后，滴定的速度可以稍快些，但不能让 KMnO_4 溶液象流水一样地流下去，近终点时更需小心缓慢滴入。

6. KMnO_4 滴定的终点是不大稳定的，这是由于空气中含有还原性气体及尘埃等杂质，落入溶液中能使 KMnO_4 慢慢分解，而使粉红色消失，所以经过30s不褪色，即可认为终点已到。

7. 滴定结束，把滴定管中 KMnO_4 冲洗干净。



注意

- 1、实验结束，化学系的学生将 KMnO_4 溶液瓶子贴上标签--
-姓名+浓度，放实验室规定位置，待提高实验使用。并将
短学期的提高实验安排和分组拍照，实验前做好预习。
- 2、所有同学将桌面收拾干净，所用玻璃仪器洗涤干净，清点缺损的补齐，入柜，锁门，钥匙上交。