**6-2 过碳酸钠中活性氧的测定**

1. **实验目的**

1.掌握KMnO4溶液的配制及其以Na2C2O4为基准物的标定方法。

2.掌握KMnO4法测定活性氧含量的原理和方法。

3.通过用KMnO4标准溶液对过碳酸钠的氧化还原定量滴定，确定学生制备产品的活性氧含量。

**二、实验原理**

实验室中KMnO4标准溶液的标定，常用的基准物质有草酸钠、草酸、硫酸亚铁铵以及纯铁等，其中以草酸及草酸盐因没有吸湿性，受热稳定，易于精制等原因，最为常用。

标定反应的方程式为：

2MnO4-+5C2O42-+16H+→2Mn2++10CO2+8H2O

此反应在室温条件下速度很慢，为了加速反应，需将草酸溶液加热至约80℃左右，并在滴定过程中保持溶液的温度不低于60℃。但当温度高于90℃时，草酸（根）会发生分解，导致产生误差。

此反应的溶液要保持适当的酸度条件，以1mol/L为宜。酸度过低，MnO4-会被还原为MnO2。酸度过高，会促使草酸的分解。同时保持溶液酸性的物质应不具有氧化还原性，如HNO3的氧化性及HCl的还原性均不适合。

本反应是一个自催化加速的反应，因此开始滴定时，不能太快，以保证加入的KMnO4与C2O42-充分反应。当有KMnO4没有及时反应时，可发生分解引起误差。由于Mn2+是该反应的催化剂，可在滴定前加入少量的Mn2+离子作为催化剂，以加速反应进行。

在稀H2SO4介质中，过氧化物的过氧键在室温条件下能KMnO4被定量氧化，因此可用KMnO4法测定过氧化物分子中活性氧的含量。其反应式为：

5[O-O]2-+2MnO4-+16H+→2Mn2++5O2↑+8H2O

滴入第一滴KMnO4溶液后，溶液由浅粉色变成无色后再加入第二滴，由于Mn2+不断生成，有自动催化加速作用，加快反应速率。当溶液呈现稳定的浅粉色，且1分钟内不褪时，即达到反应终点。

1. **实验仪器及药品**

**药品：**0.3mol/LKMnO4，草酸钠，3mol/L H2SO4，过碳酸钠样品

**仪器：**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 仪器名称 | 规格 | 数量 | 仪器名称 | 规格 | 数量 |
| 锥形瓶 | 250mL | 3 | 量筒 | 100mL | 1 |
| 棕色试剂瓶 | 500mL | 1 | 容量瓶 | 250ml | 2 |
| 烧杯 | 100mL | 1 | 洗瓶 | 500mL | 1 |
| 烧杯 | 250mL | 1 | 胶头滴管 | 15cm | 1 |
| 烧杯 | 500或400mL | 1 | 玻璃棒 | 15cm | 1 |
| 量筒 | 10mL | 1 |  |  |  |

1. **实验内容**

**1. KMnO4溶液的配制与标定**

(1) KMnO4溶液的配制（约0.003mol/L）

量取40mL 0.03mol/L的KMnO4溶液，稀释至400mL，摇匀。

(2) KMnO4溶液的标定：

准确称取Na2C2O4  0.2-0.3g左右，定容到250mL容量瓶中，移取25.00mL 于250mL烧杯中，加入3mol/L H2SO4 10mL，置于大烧杯中水浴加热，进行滴定，加入第一滴KMnO4，要用玻璃棒轻轻搅动，待红色褪去再加入第二滴，随着溶液中Mn2+的生成，反应速度加快。当溶液出现浅粉色并保持1min不消失时即为滴定终点，记录消耗KMnO4的体积，重复三次，要求极差≤0.05mL。

**2. KMnO4法测定过碳酸钠中的活性氧含量**

（1）准确称取过碳酸钠试样称量范围为0.20-0.30g于小烧杯中，溶解后，转移至250mL的容量瓶中。

（2）采用25毫升移液管准确移取25.00mL过碳酸钠溶液，加入3mol/L H2SO4溶液10mL溶解，用KMnO4标准溶液滴定至浅粉色，且保持1min不消失即为滴定终点，记录消耗 KMnO4溶液的体积。其余两份同样进行滴定。分别计算活性氧含量**。**

1. **注意事项**

1.实验采用热水浴，注意安全，不要被烫到。

2.标定KMnO4溶液时，如果所用玻璃旋塞的酸式滴定管，切勿将热水浴直接放到酸管下，以防酸管中的凡士林受热融化导致酸管漏液或堵塞。

3.注意控制反应条件。

4.基准物称量瓶和样品称量瓶一定不能混用！

1. **数据记录**

**1. KMnO4标准溶液的标定**

表1 KMnO4标准溶液的标定结果

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *m*(Na2C2O4)/g |  | | |
| *V*(KMnO4)/mL | 1 | 2 | 3 |
|  |  |  |
| *c*(KMnO4)/mol⋅L-1 |  |  |  |
| *c*(KMnO4)/mol⋅L-1 |  | | |
| 绝对偏差di |  |  |  |
| 平均偏差d |  | | |

**2. KMnO4法测定过碳酸钠中的活性含氧量**

**表2 测定过碳酸钠中的活性含氧量数据表**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *m*(试样)/g | 1 | 2 | 3 |
|  |  |  |
| *V*(KMnO4)/mL | 1 | 2 | 3 |
|  |  |  |
| [O-O]2-的含量/% |  |  |  |
| [O-O]2-的平均含量/% |  | | |
| 绝对偏差di |  |  |  |
| 平均偏差d |  | | |

1. **思考题**

1.以Na2C2O4为基准物标定KMnO4溶液的浓度时应注意哪些反应条件？

2.用KMnO4溶液滴定Na2C2O4 时，为什么开始滴定褪色很慢，随着滴定的进行而褪色愈来愈快？如果在开始滴定前加入1~2滴MnSO4溶液，会发生什么现象？为什么？

3.KMnO4法测定[O-O]2-的方法、原理是什么？