

实验报告

实验 — KMnO₄法测定COD

姓名 李若昊

班级 计科1803

成绩

学号 520180269

一. 实验目的

- 1) 掌握酸性KMnO₄测定水中COD的原理及方法.
- 2) 了解测定COD的意义

二. 实验原理

强酸条件下 $MnO_4^- + 8H^+ + 5e^- = Mn^{2+} + 4H_2O$, $E^0 = 1.5V$

用草酸钠标定KMnO₄: $2MnO_4^- + 5C_2O_4^{2-} + 16H^+ = 10CO_2\uparrow + 8H_2O + 2Mn^{2+}$

废水有机物与KMnO₄反应: $4KMnO_4 + 6H_2SO_4 + 5C = 2K_2SO_4 + 4MnSO_4 + 6H_2O + 5CO_2\uparrow$

有机物、KMnO₄及还原剂三者定量关系:

$10 C_2O_4^{2-} \sim 4 MnO_4^- \sim 5C \sim 5O_2$

酸度、还原剂、氧化温度及时间影响COD测定结果, 煮沸10'.

三. 实验仪器和试剂

分析天平, 托盘天平, 水浴锅, 电炉, 称量瓶, 烧杯, 锥形瓶(250ml), 表面皿, 微孔玻璃漏斗, 棕色试剂瓶(500ml), 量筒(10ml), 酸式滴定管(25ml), 移液管(25, 50ml), 容量瓶(250ml)

KMnO₄ 称液 (0.05 mol/L), Na₂C₂O₄ 称液 (0.01300 mol/L),

H₂SO₄(aq) (1:3), NaOH(aq) (10%)

四. 实验流程:

1. 废水COD的测定(平行2次)

50 ~ 100mL 水样 V_s $\xrightarrow{+10mL\ 1:3\ H_2SO_4}$ 准确加 10.00 ~ 15.00mL KMnO₄ 标准溶液 V_1 \xrightarrow{n} 煮沸 10mi $\xrightarrow{\text{稍冷}}$ 微红色溶液 V_2

微红色终点 V_2 $\xleftarrow{\text{趁热用 KMnO}_4 \text{ 标准溶液滴定}}$ 无色溶液 $\xleftarrow{\text{准确加入 10.00mL Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 \text{ 标准溶液}}$ 微红色溶液

2. 10.00 ml Na₂C₂O₄ 与 KMnO₄(aq) 的定量测定(平行2次)

100mL 蒸馏水 $\xrightarrow{+10mL\ 1:3\ H_2SO_4}$ 准确加 10.00mL Na₂C₂O₄ 标液 $\xrightarrow{\text{摇匀}}$ 水浴加热 70 ~ 80°C $\xrightarrow{\text{KMnO}_4 \text{ 标准溶液趁热滴定}}$ 微红色终点 V_3

3. 空白实验(平行2次)

100 ml 蒸馏水 $\xrightarrow{+10ml\ (1:3)\ H_2SO_4}$ $\xrightarrow{70 \sim 80^\circ C \text{ 水浴加热}}$ $\xrightarrow{\text{KMnO}_4 \text{ 标准溶液趁热滴定}}$ 粉红色终点

五. 数据记录及处理

实验五 高锰酸钾法测定化学耗氧量

(第4组 学号尾数 4、9)

测定次数	I	II
V_s mL (水样的体积)	50.00	50.00
V_1 mL (水样中加入高锰酸钾溶液的体积)	10.00	10.00
V_0 mL (水样测定时加入草酸钠标准溶液的体积)	10.00	10.00
V_2 mL (水样测定时消耗高锰酸钾溶液的体积)	8.46	8.40
V_3 mL (10.00mL 草酸钠消耗高锰酸钾溶液的体积)	12.02	12.08
V_4 mL (空白实验测定消耗高锰酸钾溶液的体积)	0.24	0.26
COD _{NaO} (mg L ⁻¹)	0.023	0.022
COD _{NaO} (平均值) (mg L ⁻¹)	0.022	
平均相对偏差%	0.0%	

按下式计算化学耗氧量 COD_{NaO}.

$$COD_{NaO} = \frac{[(V_1 + V_2 - V_3) - f - 10.00] \times c(Na_2C_2O_4) \times 16.00 \times 1000}{V_s} \quad (mg \cdot L^{-1})$$

式中: $f = 10.00(V_5 - V_4)$, 即每毫升高锰酸钾标准溶液相当于 f mL 草酸钠标准溶液;

V_s ——水样体积, mL;

16.00——氧的相对原子质量。

$$\frac{(10 + 8.46 - 0.24) \times \frac{10}{12.02 - 0.24} - 10}{50} \times 0.013 \times 16 = 0.0227...$$

$$\frac{(10 + 8.40 - 0.26) \times \frac{10}{12.08 - 0.26} - 10}{50} \times 0.013 \times 16 = 0.0222...$$

$$\frac{0.001}{2} = 1.1 \times 10^{-5}$$

$$0.022$$

$$COD = \frac{[(V_1 + V_2 - V_3) \times f - f_0] \times c_{Na_2C_2O_4} \times 16}{V_s} \times 1000$$

$$f = \frac{10.00}{V_5 - V_4}$$

六. 误差分析.

一般 $KMnO_4$ 法检测的水样中 CO_2 的干扰物质不是非常复杂的有机物, 则原理方面带来的误差可忽视, 其余的我认为与终点判断有较大关系.

滴定法精度很高, 但终点判断是否准确, 与实验人员的经验及熟练程度有关.

若用电位法判断终点, 可使准确度更有保证.