

高锰酸钾标定中反应条件的控制

徐吉成, 陆道明

(镇江市高等专科学校 数理化工系, 江苏 镇江 212003)

摘要: 分析用草酸钠标定高锰酸钾标准溶液过程中的反应原理、酸度及温度等因素的影响, 提出改进实验的一些条件。

关键词: 标准溶液; 标定; 草酸钠; 影响因素

中图分类号: O611 **文献标识码:** A **文章编号:** 1008-8148(2006)04-0069-03

0 前言

高锰酸钾法是氧化还原滴定分析中最常见的方法。

KMnO_4 氧化能力强 ($E_{\text{MnO}_4^-/\text{Mn}^{2+}}^\ominus = 1.51 \text{ V}$), 应用广泛, MnO_4^- 本身有颜色, 所以用它滴定无色或浅色溶液时, 一般不需要添加指示剂。但是市场销售的高锰酸钾常含有少量杂质, 其中主要是 MnO_2 , 还有如硫酸盐、氯化物及硝酸盐等, 因此不能用它直接配制准确浓度的标准溶液。可以利用高锰酸钾具有的氧化性, 用具有还原性的物质作为基准物来标定, 这些基准物质有 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, As_2O_3 , 纯铁丝等, 其中最常用的是草酸钠, 因其不含结晶水, 性质稳定, 容易提纯, 在 $105 \sim 110 \text{ }^\circ\text{C}$ 烘 2 小时即可使用^[1]。

高锰酸钾法是以氧化还原反应为基础的滴定分析方法。氧化还原反应是基于电子转移的反应, 反应过程比较复杂, 往往伴有副反应, 反应速度一般较慢, 而且受外界条件的影响很大。因此在氧化还原滴定中, 必须根据实际情况选择恰当的反应和滴定条件。除了从平衡的观点判断反应的可行性外, 还应考虑反应的速度、温度及滴定条件等问题。

文献中对于此实验的酸度和温度都有了一定的规定, 笔者通过具体的实验, 探讨了酸度和温度对反应的影响, 结果发现所用酸的量和温度都比文献上通常规定的低。

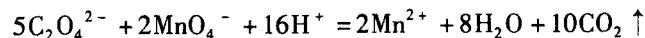
1 实验步骤

1.1 KMnO_4 溶液的配制

为了较配制较稳定的高锰酸钾溶液, 采用以下措施^[2]: 1) 称取稍多于理论量的高锰酸钾在 200 ml 烧杯中进行溶解; 2) 盖上表面皿, 将高锰酸钾溶液加热煮沸并保持约 1 h; 3) 冷却后用玻璃砂芯漏斗进行过滤, 除去 MnO_2 等杂质; 4) 将过滤后的高锰酸钾溶液贮存于棕色试剂瓶中, 放置暗处保存以待标定。

1.2 高锰酸钾溶液的标定

根据氧化还原反应原理可以判断, 在酸性溶液中, MnO_4^- 与 $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 可发生如下反应:



由上述化学反应方程式可知滴定至终点时, 5 mol $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 恰好与 2 mol KMnO_4 完全反应^[3], 即:

$$c(\text{KMnO}_4) = \frac{2m(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)}{5 \times 134.00 \times V(\text{KMnO}_4)}$$

因此, 通过称量 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 的质量, 经滴定, 根据上式即可计算出 KMnO_4 的准确浓度。

2 影响 KMnO_4 浓度标定的条件分析

收稿日期: 2005-09-02

作者简介: 徐吉成(1980-), 男, 江苏镇江人, 助教, 硕士生, 主要从事化学与环境研究。

2.1 酸度

用 10 ml 移液管分别取 10 ml 已知浓度的草酸钠放入 5 个锥形瓶中,再分别加入 1 mol/L 的硫酸溶液 10 ml,在水浴中加热到 80 °C,用待标定的 KMnO_4 溶液滴定,当溶液呈微红色或出现棕色沉淀时,即为终点,平行测定 6 次。

改变硫酸加入量(15 ml、20 ml、25 ml、30 ml、35 ml、40 ml),按同样方法进行滴定,分别记录 KMnO_4 溶液的消耗量,再求出各组 KMnO_4 溶液的消耗量的平均值(见图 1)。

从图 1 中可以看出,随着硫酸溶液用量的增加(从 10 ml 到 25 ml), KMnO_4 溶液的消耗量增加,这是由于反应体系中酸度不足时,未充分作用而生成了棕色的 MnO_2 沉淀;但当硫酸溶液用量从 25 ml 再逐渐增加时, KMnO_4 溶液的消耗量基本保持不变,说明 25 ml 是反应体系所需酸度(文献值为 30 ml),能充分作用生成 Mn^{2+} 。因此加入适量硫酸溶液至反应体系所需酸度即可,无需过量加入。

2.2 温度

在室温下,反应的速度缓慢,根据文献报道溶液温度不应低于 60 °C,也不能高于 90 °C,温度过高会使草酸发生部分分解。

用 10 ml 移液管分别取 10 ml 已知浓度的草酸钠放入 5 个锥形瓶中,再分别加入 1 mol/L 的硫酸溶液 25 ml,加热到 61 °C,以 2 °C 间隔为一组,直到 89 °C,分别用待标定的 KMnO_4 溶液滴定,分别记录 KMnO_4 溶液的消耗量,再求出各组 KMnO_4 溶液的消耗量的平均值(见图 2)。

从图 2 中可以看出,随着反应温度的增加,氧化还原反应的速率加快,在同样的滴定速度下, KMnO_4 溶液的消耗量增加,当加热到温度 73 ~ 80 °C 时, KMnO_4 溶液的消耗量基本保持平稳,此为最佳的反应温度段,比文献报道^[4] 的 75 ~ 85 °C 稍低。但是再增加反应温度, KMnO_4 溶液的消耗量反而降低,这是由于在高温下草酸分解了。

2.3 滴定速度

由于 MnO_4^- 与 $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 的反应是自催化反应,开始滴定时速度要慢,待溶液中产生了 Mn^{2+} 离子起催化作用, KMnO_4 颜色褪色后再滴第二滴,下面滴定速度可加快;否则,加入的 KMnO_4 来不及与 $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 反应,即在热的酸性溶液中发生分解,影响标定的准确度。因此实验时,可以先配置好 MnSO_4 溶液,在滴定开始时加入几滴 MnSO_4 溶液,以提供足够多的催化剂。

2.4 指示剂

因为 KMnO_4 本身具有颜色,而生成的 Mn^{2+} 离子是无色,到终点后,稍微过量的 MnO_4^- 即可显示微红色,所以标定时一般不必另外加指示剂。

2.5 滴定终点

KMnO_4 滴定的终点是不太稳定的,这是由于空气中含有还原性气体及尘埃杂质,能与 MnO_4^- 缓慢作用,而使微红色消失,所以滴定至溶液成微红色,保持 30 s 不褪色,即可认为终点到达。

3 总结

笔者以 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 为基准物标定 KMnO_4 标准溶液的浓度,加入硫酸溶液(1 mol/L)25 ml 就可以达到反应体系所需酸度,反应控温最佳范围为 73 °C ~ 80 °C,无需加入其它指示剂,滴定前应加入 MnSO_4 作催化剂,滴定至溶液呈微红色保持 30 s,即可获得 KMnO_4 标准溶液的准确浓度。

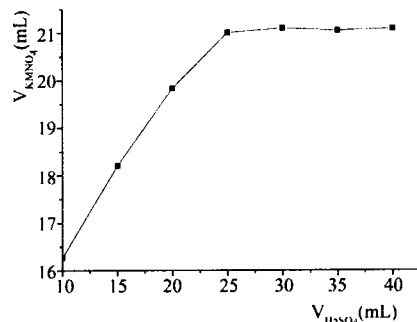


图 1 反应体系中硫酸溶液用量与高锰酸钾消耗量的关系

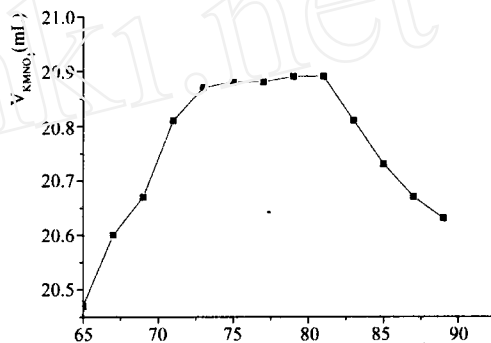


图 2 反应体系加热温度与高锰酸钾消耗量的关系

参考文献:

- [1] 蔡彭骥,严静山.分析化学实验[M].上海:上海交通大学出版社,2001.
- [2] 巴哈尔.高锰酸钾溶液的配制和标定应注意的条件[J].新疆畜牧业,1999,(1):37.
- [3] 王令今.分析化学计量基础[M].北京:化学工业出版社,2002.
- [4] 王家蓉.标定高锰酸钾标准溶液浓度中影响因素的探讨[J].太原科技,2003,3(2):72-73.

[责任编辑:卢蕊]

Determination of reaction conditions for permanganate titration

XU Ji-cheng¹ LU Dao-ming²

(Department of Maths & Physics, Zhenjiang College, Zhenjiang 212003, China)

Abstract: The effects of factors such as reaction mechanism, acidity, temperature on the permanganate titration using sodium oxalate are discussed in this paper, and conditions to improve the experiment are suggested as well.

Key words: standard solution; titration; sodium oxalate; effect of factors

(上接第 64 页)

-1 可以降低峰均比,同时保持良好的自相关性能。

参考文献:

- [1] Timothy M. Schmidl and Donald C. Cox. Robust Frequency and Timing Synchronization for OFDM[J]. IEEE Transaction On Communication,1997,45(12):1613-1621.
- [2] IEEE 802.11, IEEE Standard for Wireless LAN Medium Access Control and Physical Layer Specifications, Nov. 1999[S].
- [3] Bernard Sklar. Digital Communications Fundamentals and Applications[M].北京:电子工业出版社,2002.
- [4] 吴湘淇,肖熙,郝晓莉.信号、系统与信号处理的软硬件实现[M].北京:电子工业出版社,2002.
- [5] 周一青.利用训练帧进行 ofdm 系统同步的新算法[J].通信学报,2001,4(5):13-18.
- [6] 杨广琦. OFDM 系统中同步算法的研究与实现[D].东南大学无线电工程系,2001.

[责任编辑:卢蕊]

Synchronization pilot's design in OFDM system

ZHENG Lei

(Zhenjiang Electronic-mechanical Technical College, Zhenjiang 212000, China)

Abstract: The paper gives a brief introduction of main thought and synchronization technology of OFDM, offers a novel synchronization frame based on the synchronization scheme of Schmidt and Cox and the synchronization scheme of IEEE 802.11a, analyses the self-correlation and Peak-to-Average Power Ratio (PAPR) of the PN array which constructs sync by MATLAB. The results of computer simulation show that synchronization pilot has good self-correlated function, and can bring down PAPR.

Key words: OFDM system; synchronization pilot; self-correlation; PAPR