

2017 年全国职业院校工业分析检验技能竞赛（高职组） 化学分析操作方案

氧化还原法测定过氧化氢试样中过氧化氢的含量

一、高锰酸钾标准滴定溶液的标定

1.操作步骤

用减量法准确称取 2.0g，精确至 0.0002g，于 105~110℃烘至恒重的基准草酸钠（不得用去皮的方法，否则称量为零分）于 100mL 小烧杯中，用 50mL 硫酸溶液（1+9）溶解，定量转移至 250mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

用移液管准确量取 25.00mL 上述溶液放入锥形瓶中，加 75mL 硫酸溶液（1+9），用配制好的高锰酸钾滴定，近终点时加热至 65℃左右，继续滴定到溶液呈浅粉色保持 30s。

平行测定 4 次，同时作空白试验。

2.计算公式

$$c\left(\frac{1}{5}KMnO_4\right) = \frac{m(Na_2C_2O_4) \times \frac{25.00}{250.0} \times 1000}{[V(KMnO_4) - V_0] \times M\left(\frac{1}{2}Na_2C_2O_4\right)}$$

式中：

$c\left(\frac{1}{5}KMnO_4\right)$ — $\frac{1}{5}KMnO_4$ 标准滴定溶液的浓度，mol/L；

$V(KMnO_4)$ — 滴定时消耗 $KMnO_4$ 标准滴定溶液的体积，mL；

V_0 — 空白试验滴定时消耗 $KMnO_4$ 标准滴定溶液的体积，mL；

$m(Na_2C_2O_4)$ — 基准物 $Na_2C_2O_4$ 的质量，g；

$M\left(\frac{1}{2}Na_2C_2O_4\right)$ — $\frac{1}{2}Na_2C_2O_4$ 摩尔质量，67.00g/mol。

二、过氧化氢含量的测定

1.操作步骤

用减量法准确称取 1.5 g 过氧化氢试样，精确至 0.0002g，置于已加有 100 mL 硫酸溶液（1+15）的锥形瓶中，用 $KMnO_4$ 标准滴定溶液 [$c\left(\frac{1}{5}KMnO_4\right) = 0.1mol/L$] 滴定至溶液呈浅粉色，保持 30s 不褪即为终点。

平行测定 3 次，同时作空白试验。

2017 年全国职业院校工业分析检验技能竞赛（高职组）

化学分析操作方案

2. 计算公式

$$w(\text{H}_2\text{O}_2) = \frac{c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4) \times [V(\text{KMnO}_4) - V_0] \times M(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}_2) \times 1000}{m(\text{样品}) \times 1000}$$

式中：

$w(\text{H}_2\text{O}_2)$ — 过氧化氢的质量分数，g/kg；

$c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4)$ — $\frac{1}{5}\text{KMnO}_4$ 标准滴定溶液的浓度，mol/L；

$V(\text{KMnO}_4)$ — 滴定时消耗 KMnO_4 标准滴定溶液的体积，mL；

V_0 — 空白试验滴定时消耗 KMnO_4 标准滴定溶液的体积，mL；

$m(\text{样品})$ — H_2O_2 试样的质量，g；

$M(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}_2)$ — $\frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}_2$ 的摩尔质量，17.01g/mol。

注：1. 所有原始数据必须请裁判复查确认后才有效，否则考核成绩为零分。

2. 所有容量瓶稀释至刻度后必须请裁判复查确认后才可进行摇匀。

3. 记录原始数据时，不允许在报告单上计算，待所有的操作完毕后才允许计算。

4. 滴定消耗溶液体积若 > 50mL，以 50mL 计算。