

电位滴定法测定饮用水中高锰酸钾

1 前言

高锰酸钾指数，是指在一定条件下，以高锰酸钾为氧化剂，处理水样所消耗的量。水中的亚硝酸盐、亚铁盐、硫化物等可被氧化的有机物被氧化时均需要高锰酸钾，因此，高锰酸钾指数常作为地表水体受有机污染物和无机还原性污染物污染程度的综合指标，对水体污染程度研究有重要意义。本方法根据 GB/T 5750.7-2006 中酸性高锰酸钾滴定法，用电位滴定仪代替手工滴定，能够更加方便快速的测定饮用水中高锰酸钾指数，实验结果准确、重复性好、滴定迅速，减少操作过程中可能带来的系统误差。

2 仪器与设备

2.1 仪器

T960 电位滴定仪，铂复合电极，电热板、恒温水浴锅。

2.2 试剂

硫酸溶液（1+3）：1 体积硫酸加入 3 体积纯水中，加热煮沸，用高锰酸钾滴定至保持微红色；草酸钠溶液： $[c(1/2Na_2C_2O_4)=0.0100mol/L]$ ；高锰酸钾溶液： $[c(1/5KMnO_4)=0.0100mol/L]$ ；

3 实验方法

3.1 实验步骤

3.1.1 滴定杯的预处理

向滴定杯中加入 1mL 硫酸（1+3）及少量高锰酸钾溶液，加热煮沸数分钟，用草酸钠滴定至溶液为微红色，将溶液弃去。

3.1.2 实验操作

吸取 100mL 充分混匀的水样，置于处理过的滴定杯中，加入 5mL 硫酸（1+3），加入 10mL 高锰酸钾后封口。

将滴定杯放入沸腾的水浴中，准确放置 30min，如加热过程中红色明显减退，须将水样稀释重做。

取下滴定杯，趁热加入 10mL 草酸钠溶液，磁力搅拌，使颜色褪尽，用高锰酸钾滴定至溶液微红，记下高锰酸钾体积。

另取纯水 100mL 做全序空白，记下体积。

3.2 仪器参数

保存方法

运行方法

提交方法

滴定类型

动态滴定

滴定管体积

10mL

样品计量单位

mL

搅拌速度

3

预搅拌时间

10

s

滴定速度

极慢

滴定前平衡电位

6

mv

预滴定

预滴定添加体积

0

mL

预滴定后搅拌时间

1

s

主滴定剂

试剂名称

高锰酸钾

理论浓度

0.01

mol/L

方法名

高锰酸钾滴定饮用水中的耗氧量

工作电极

铂复合电极

参比电极

无

滴定显示单位

mv

补液速度

6

电极平衡时间

10

s

电极平衡电位

1

mv

最小添加体积

0.05

mL

结束体积

20

mL

滴定终点

电位突跃量	预控mv值	相关系数	结果单位	计算公式
150		1	%	$C \approx V1/m \cdot a$

添加

修改

删除

辅助试剂

滴定管	试剂名称	试剂浓度	单位	添加体积	添加速度	添加时间

添加

修改

删除

4 结果与讨论

4.1 实验结果

样品名	高锰酸钾浓度 (mol/L)	样品称量 (mL)	滴定体积 (mL)	高锰酸钾指数 (mg/L)
饮用水	0.00988	100	2.281	4.74
		100	2.277	4.74

计算公式：

$$\rho(O_2) = \frac{\{[(10 + V_1)K - 10] - [(10 + V_0)K - 10]R\} \times C \times 8 \times 1000}{V_2}$$

式中：

R -- 稀释水样时纯水在 100mL 体积所占的比例值；

ρ -- 耗氧量的浓度，单位为 (mg/L) ；

C -- 高锰酸钾溶液的浓度，单位为摩尔每升 (mol/L) ；

8 -- 与 1mL 高锰酸钾相当的以毫克表示氧的质量；

V_0 -- 如水样用纯水稀释，取另外 100mL 纯水做全序空白，用高锰酸钾滴定，记下消耗体积 V_0 , 单位毫升 (mL) ；

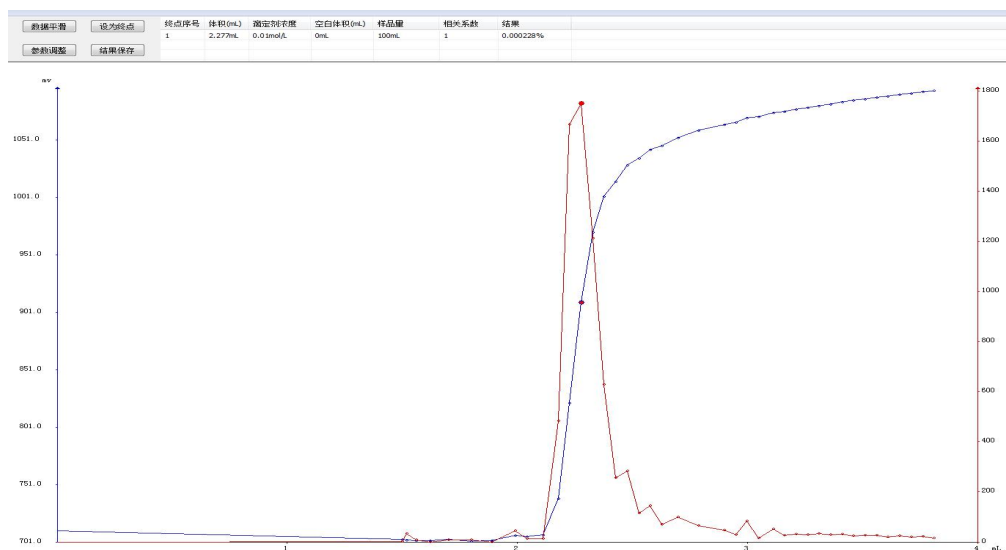
V_1 -- 滴定消耗高锰酸钾的体积，单位为毫升 (mL) ；

K -- 1mL 高锰酸钾相对于 1mL 草酸钠的矫正系数；本次测定 K=1.303

$$K = \frac{\text{高锰酸钾体积}}{\text{实际滴定草酸钠体积}}$$

V_2 -- 水样的体积，单位为毫升 (mL) 。

4.2 图谱



4.3 结论和讨论

从测定结果可以看出，用电位滴定法测定饮用水中高锰酸钾指数，数据重复性良好，滴定的突跃曲线明显，能满足饮用水中高锰酸钾指数的测定需求。

参考文献

[1] GB/T5750.7-2006 生活饮用水标准检验方法 有机物综合指数.[S]

注意事项

- 1) 要严格控制加热的时间，若时间过长实验结果会过大，反之，则会偏小；
- 2) 滴定的温度要控制在 60~80℃，否则会反应不完全，导致电位突跃曲线混乱；
- 3) 溶液体系的酸度也要控制好，不然会影响实验的重复性，导致产生偏差较大的结果。