

测试条件对高锰酸盐指数测定结果的影响

Influence of Test Condition to Determining Result of KMnO_4

卡 林 朱伊君 王 芹 (淮阴市环境监测中心站 淮阴 223011)

摘要 本文对高锰酸盐指数测定时的条件因子进行了探讨,为提高其分析结果的准确性对标液浓度、加热时间、温度、滴定时间提出了具体要求。

关键词: 高锰酸盐指数 测试条件 准确度 分析方法

Abstract The paper discusses the condition factors of determining KMnO_4 , and puts forward requirements of standard solution concentration, heating up time, temperature and titration time to increase the veracity of analyzing result.

Key words: KMnO_4 Test condition Veracity Analyzing method

高锰酸盐指数是一个相对的条件性指标,在分析过程中发现酸性法测定水中的高锰酸盐指数受到许多因素的影响。其中高锰酸钾标准溶液浓度、加热时间、温度、滴定速度和滴定时间对其测定值的影响较大。只有严格控制其测定条件,才能使其结果具有较高的精密度与准确度。

1 材料与方法

1.1 材料

采用国家环保局标样所的高锰酸盐指数标样(标样保证值 $5.05 \pm 0.28 \text{mg/L}$)。

1.2 方法

方法按文献^[1]。

2 实验结果与分析

2.1 高锰酸钾标准溶液浓度对测定结果的影响

高锰酸钾标准溶液浓度的高低对空白值及样品值的影响较大。理论上应尽量准确调节至 0.0100mol/L 。在实践中,当高锰酸钾标准溶液

浓度偏高时,空白实验所消耗的高锰酸钾的体积偏低,样品实验所消耗的高锰酸钾的体积也偏低,样品测定值偏低。当高锰酸钾标准溶液浓度偏低时,滴定用量增大,样品温度下降幅度大,反应速度减慢,从而使样品测定值偏高,结果见表 1。

从以上测定结果可以看出,当 K 值在 1.000 左右时,样品测定的相对误差较低。随着 K 值的增大或减小,相对误差都增大。因此,高锰酸钾标准溶液浓度的校正系数需准确调在 0.9800~1.010 之间,空白值保证在 0.40~0.50 之间,这样对样品测定的影响较小,测定的准确度较高。

2.2 加热时间对测定结果的影响

对样品进行加热时,一定要在水浴锅完全沸腾后将样品放入,等水浴再次沸腾时立即计时,并严格控制反应时间为 30min。若加热时间过长,样品测定值偏高。反之,则偏低,结果见图 1。

2.3 温度对测定结果的影响

在滴定时,温度对测试结果的影响很大。当

表1 高锰酸钾标准溶液浓度对高锰酸盐指数测定值的影响

K值	空白值 (mL)	KMnO ₄ 用量 (mL)					平均值 (mL)	标样测定值 (mg/L)				平均值 (mg/L)	相对误 差(%)	温度下降 幅度(%)
0.9434	0.85	4.29	4.32	4.36	4.39	4.34	4.34	5.20	5.25	5.31	5.35	5.28	4.6	25.3
0.9881	0.50	3.70	3.68	3.74	3.72	3.71	3.71	5.07	5.04	5.13	5.10	5.09	0.8	14.4
1.0000	0.45	3.60	3.59	3.62	3.60	3.60	3.60	5.05	5.04	5.09	5.05	5.06	0.2	13.6
1.0110	0.40	3.45	3.48	3.46	3.44	3.46	3.46	4.95	5.00	4.97	4.93	4.96	1.8	12.4
1.0220	0.20	3.16	3.06	3.24	3.15	3.15	3.15	4.85	4.69	4.98	4.84	4.84	4.2	12.1

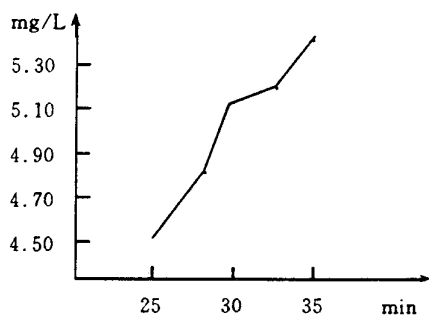
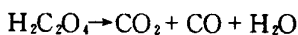


图1 加热时间对高锰酸盐指数测定值的影响

将样品取下加 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 时, 温度不能高于 90°C 。否则部分 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 会分解:



这样会使测定结果偏低。在滴定的全过程中, 温度需保持在 $70\sim 80^\circ\text{C}$ 范围内。这样, 测定结果的准确度更高, 结果见图 2。

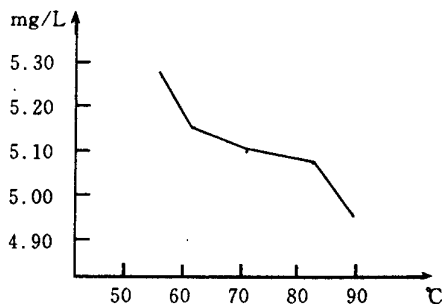


图2 滴定温度对测定结果的影响

2.4 滴定速度对测定结果的影响

在对样品进行滴定时, 开始速度不宜太快, 否则 KMnO_4 溶液会分解为 MnO , 影响结果的准确度。在整个滴定过程中, 溶液应成珠串状往

下滴, 而不宜成直线状。样品应在 2min 内滴完, 时间不宜过长。否则, 样品温度下降, 测定结果偏高。滴定终点应保持微粉红色, 并在 0.5~1min 内不褪色, 且具有一致性, 结果见表 2。

表2 滴定速度对测定结果的影响

滴定时间	标样测定值(mg/L)				平均值 (mg/L)	相对误 差(%)
2min以内	5.05	5.06	5.08	5.05	5.06	0.20
2~4min	5.09	5.12	5.14	5.10	5.11	1.20
4~6min	5.28	5.24	5.30	5.32	5.29	4.80

3 结论

经过以上 4 方面实验条件的分析, 可得出以下结论:

(1) 高锰酸钾标准溶液的浓度一定要调在 $0.0098\sim 0.0101\text{mol/L}$ 范围内使用。

(2) 加热时间应从水浴重新沸腾时计时, 并严格控制 30min。

(3) 滴定样品时, 起滴温度应控制在 87°C 左右, 滴定结束时, 温度不宜低于 70°C 。

(4) 滴定时间控制在 2min 内。

(5) 所有样品的终点颜色应保持一致性。

参考文献

- 1 国家环保局水和废水监测分析方法编委会. 水和废水监测分析方法(第 3 版). 北京: 中国环境科学出版社. 1989. 359~361

(收稿日期: 2001-02-15)

测试条件对高锰酸盐指数测定结果的影响

作者: [卡林](#), [朱伊君](#), [王芹](#)
作者单位: [淮阴市环境监测中心站, 淮阴, 223011](#)
刊名: [黑龙江环境通报](#)
英文刊名: [HEILONGJIANG ENVIRONMENTAL JOURNAL](#)
年, 卷(期): 2001, 25(3)
被引用次数: 4次

参考文献(1条)

1. 国家环保总局《水和废水监测分析方法》编委会 [水和废水监测分析方法](#) 1989

相似文献(1条)

1. 期刊论文 [顾祥](#), [杭庆丰](#) 提高高锰酸盐指数盲样测定准确度的探讨 -[治淮](#)2010(3)
对高锰酸盐指数项目盲样测定过程中空白试验、选择稳定热源、测试条件的掌握及比对试验进行详细分析, 总结出提高高锰酸盐指数盲样测定准确度的几点做法.

引证文献(4条)

1. [潘佰其](#), [潘颖瑜](#) K301型高锰酸盐指数在线自动监测仪在环境分析中的应用[期刊论文]-[广东化工](#) 2010(5)
2. [王秀英](#) 浅析影响高锰酸盐指数测定的若干因素[期刊论文]-[福建分析测试](#) 2009(2)
3. [余晓鹏](#), [张付宝](#) 高锰酸盐指数测定的影响因素研究[期刊论文]-[内蒙古环境科学](#) 2008(3)
4. [古昕玲](#) 测定高锰酸盐指数影响因素的探讨[期刊论文]-[水利科技与经济](#) 2007(5)

本文链接: http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_hljhjt200103028.aspx

授权使用: 浙江大学(wfzjdx), 授权号: a4091a66-57bc-4d44-84a8-9e6b01684f3f

下载时间: 2011年1月14日