

実験 1 5 - 2 酸化還元滴定

1. 目的 酸化還元反応を利用して、市販のオキシドール中の H_2O_2 の濃度を求める。

2. 操作 (1) 過マンガン酸カリウム溶液の調製

例えば、 $KMnO_4$ 0.1molを水に溶かして 1l にすれば、0.1mol/lの溶液が得られるはずであるが、実際には $KMnO_4$ は純度の高い試薬が得られないばかりでなく、試薬中に日光で分解した MnO_2 が存在する。

また、使用する水の中に有機化合物などが微量に含まれていると、やはり MnO_2 を生成する。 MnO_2 は $KMnO_4$ を分解する触媒となるので、目的の濃度に近い溶液をつくり、しばらく穏やかに煮沸してから 2 日ほど放置し、ガラスロ過器で口過した後、暗所において保存する。

正確な濃度はしゅう酸ナトリウム標準溶液による滴定によって求める。

(この操作はすでにやってある)

$KMnO_4$ の濃度 mol/l

(2) オキシドールを薄める

空のメスフラスコの質量 w_1 (g)を正確にはかり、約 5ml のオキシドールをいれて再度質量 w_2 (g)を正確にはかる。純水を加えて正確に 100ml の溶液をつくる。 $w_2 - w_1$ がオキシドールの質量である。

(3) 滴定

① 薄めたオキシドールをホールピペットで正確に 10ml コニカルビーカーにとる。

② 約 10 倍程度に薄めた 3mol/l の H_2SO_4 を 10ml ほど ① に追加する。

③ ピュレットに入れた $KMnO_4$ 溶液で滴定する。

※注：滴定のはじめは、1滴だけ加えてこの色が消えるまで待つ。

その後は生成した Mn^{2+} が触媒となって反応が円滑に進む。

当量点は、ごくわずか過剰になった MnO_4^- の色がビーカー全体に広がって淡紅色になったところである。

ピュレットの目盛は、液の色が濃く、メニスカスの底が読めないため、メニスカスの上部で読み取る。2 ~ 3 回滴定を繰り返してみよ。

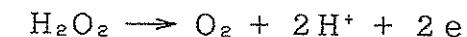
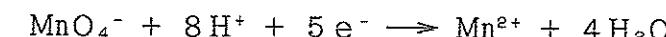
3. 結果 (1) オキシドールの質量 _____ g

(2) 滴定に要した $KMnO_4$ の量

| | 1回目 | 2回目 | 3回目 | |
|--------|-----|-----|-----|-----|
| 初めの目盛 | ml | ml | ml | |
| 当量点の目盛 | ml | ml | ml | 平均値 |
| 加えた体積 | ml | ml | ml | ml |

4. 結果からの計算

過マンガン酸カリウムの硫酸酸性溶液と過酸化水素水との反応は、それぞれを半反応式で示すと次のようになる。



(1) ピュレットから加えた MnO_4^- は何 mol か。また、この MnO_4^- が奪うことのできる電子 e^- は何 mol か。

(2) コニカルビーカーに取った薄めたオキシドール 10.00ml 中には何 mol の H_2O_2 が含まれていたか。

(MnO_4^- が奪った e^- の mol 数と、 H_2O_2 が奪われた e^- の mol 数とは等しい)

(3) はじめにメスフラスコにはかり取ったオキシドールの 1/10 がコニカルビーカーに入っていたことになるので、オキシドール中の H_2O_2 の重量 % 濃度はいくらか。

※. 日本薬局方註解(1951年)によると、「オキシドール」という商品名をつけるためには H_2O_2 を 2.5 ~ 3.5 % 含まねばならないとある。