

## HZ-HJ-SZ-0143

### 水质—硫化物的测定—碘量法

#### 1 范围

本方法适用于含硫化物在 1mg/L 以上的水和废水的测定。

还原性或氧化性物质干扰测定。水中悬浮物或浑浊度高时，对测定可溶态硫化物有干扰，遇此情况应进行适当处理。

#### 2 原理

硫化物在酸性条件下，与过量的碘作用，剩余的碘用硫代硫酸钠溶液滴定。由硫代硫酸钠溶液所消耗的量，间接求出硫化物的含量。

#### 3 试剂

3.1 1 mol/L 乙酸锌溶液：溶解 220g 乙酸锌  $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$  于水中，用水稀释至 1000mL。

3.2 淀粉指示液，10g/L。

3.3 硫酸溶液 (1+5)。

3.4 0.05mol/L 硫代硫酸钠标准溶液：称取 12.4g 硫代硫酸钠  $(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O})$  溶于水中，稀释至 1000mL，加入 0.2g 无水碳酸钠，保存于棕色瓶中。

标定：向 250mL 碘量瓶内，加入 1g 碘化钾及 50mL 水，加入的重铬酸钾标准溶液  $[(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0.05\text{mol/L}]$  10.00mL，加入 1+5 硫酸 5mL，密塞混匀。置暗处静置 5min，用待标定的硫代硫酸钠标准溶液滴定至溶液呈淡黄色时，加入 1mL 淀粉指示液，继续滴定至蓝色刚好消失，记录标准液用量(同时作空白滴定)。硫代硫酸钠标准溶液的浓度按下式计算：

$$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 15.00 \times 0.05 / (V_1 - V_2)$$

式中， $V_1$ ——滴定重铬酸钾标准溶液消耗硫代硫酸钠标准溶液体积(mL)；

$V_2$ ——滴定空白溶液消耗硫代硫酸钠标准溶液体积(mL)；

0.05——重铬酸钾标准溶液的浓度(mol/L)。

其余试剂参见 HZ-HJ-SZ-0098，水质—硫化物的测定—亚甲基蓝分光光度法。

#### 4 仪器

4.1 250mL 碘量瓶。

4.2 中速定量滤纸或玻璃纤维滤膜。

4.3 25mL 或 50mL 滴定管(棕色)。

#### 5 试样制备

由于硫离子很容易氧化，硫化氢易从水样中逸出。因此在采集时应防止曝气，并加入一定量的乙酸锌溶液和适量氢氧化钠溶液，使呈碱性并生成硫化锌沉淀。通常 1L 水样中加入 2mol/L  $[\text{1/2Zn}(\text{Ac})_2]$  的乙酸锌溶液 2mL，硫化物含量高时，可酌情多加直至沉淀完全为止。水样充满瓶后立即密塞保存。

#### 6 操作步骤

将硫化锌沉淀连同滤纸转入 250mL 碘量瓶中，用玻璃棒搅碎，加 50mL 水及 10.0mL 碘标准溶液，5mL 硫酸溶液 (3.3)，密塞混匀。暗处放置 5min，用硫代硫酸钠标准溶液确定至溶液呈淡黄色时，加入 1mL 淀粉指示液，继续滴定至蓝色刚好消失，记录用量。同时作空白试验。

水样若经酸化吹气预处理，则可在盛有吸收液的原碘量瓶中，同上加入试剂进行测定。

#### 7 结果计算

$$c_{\text{硫化物}}(\text{S}^{2-}, \text{mg/L}) = (V_0 - V_1) c_1 \times 16.03 \times 1000 / V$$

式中： $V_0$ ——空白试验中，硫代硫酸钠标准溶液用量(mL)；

$V_1$ ——水样滴定时，硫代硫酸钠标准溶液用量(mL)；

$V$ ——水样体积(mL)；

16.03——硫离子( $1/2S^{2-}$ )摩尔质量(g/mol)；

$c_1$ ——硫代硫酸钠标准溶液浓度(mol/L)。

注意事项：

当加入碘液和硫酸后，溶液为无色，说明硫化物含量较高，应补加适量碘标准溶液，使呈淡黄棕色止。空白试验亦应加入相同量的碘标准溶液。

## 8 参考文献

《水和废水监测分析方法》编委会编，水和废水监测分析方法（第三版），pp. 331~332，中国环境科学出版社，北京，1997。