

硫化物溶液标准物质使用方法指导

硫化物溶液标准物质是以硫化锌为基体的胶体溶液。

本标准溶液的标准值是以室温在 $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 时的测定值为准，在 $5^{\circ}\text{C} \sim 30^{\circ}\text{C}$ 室内避光条件下储存，稳定一年不变。

关于不确定度测定，是利用 Grnbb 和 Lxon 准则，分别对八个实验室的平均值进行一致性检验确定。不确定度为 2.3 %。

1. 标准溶液的分取方法：

根据 $NV = N_1V_1$ 公式计算。

其中：N-----本标准溶液的浓度 V-----本标准溶液的体积

N_1 -----分取后标准溶液的浓度 V_1 -----分取后标准溶液的体积

例如：配置浓度为 $5\mu\text{g}/\text{ml}$ (N_1)，体积 100ml (V_1) 的标准溶液。

用本浓度标准值为 $125\mu\text{g} / \text{ml}$ (N) 的标准溶液，经计算取体积为 4ml (V) 的标准溶液加稀释溶液稀释至 100ml 即可。

2. 稀释溶液的配制方法及结论：

稀释溶液宜采用纯水、乙酸-乙酸钠缓冲溶液、乙酸锌-乙酸钠缓冲溶液等最佳，具体配置方法和特点如下：

a. 纯水：要求水电阻在 1 兆欧姆以上。

用纯水稀释均匀性好，不聚沉，易操作，但稳定性差，只能临用现配（不能超过 0.5 小时）。

b. 乙酸-乙酸钠缓冲溶液：将乙酸钠(NaAc)与乙酸(HAc)混合，加纯水（要求水电阻在 1 兆欧姆以上）制备成 $\text{PH}4.5$ 的缓冲溶液。

用此缓冲溶液稀释有聚沉，但易摇匀，摇匀后聚沉速度慢，易操作，该稀释溶液可稳定二周。

c. 乙酸锌-乙酸钠稀释溶液：称取乙酸锌 $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ 50g、

乙酸钠 $[\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 12.5g 溶于纯水（要求水电阻在 1 兆欧姆以上）中，用纯水稀释至 1000ml 即可。若溶液混浊需要过滤。

用乙酸锌-乙酸钠稀释溶液，易聚沉成絮状，摇匀后聚沉速度仍然很快，所以操作要求严格，每次分取须摇匀，分取速度要迅速，操作速度稍慢会影响结果，该稀释溶液可稳定三周。

3. 碘量法测定硫化物影响测定结果准确性的几点要素：

a. 硫代硫酸钠标准滴定液：建议用北京试剂“粉剂摩尔标准滴定分析用硫代硫酸钠”配制，配制溶液准确。配制浓度适宜在 0.01mol/L ，此浓度下测定硫化物的浓度一滴（ 0.05ml ）误差为 $\pm 0.8\mu\text{g}/\text{ml}$ ，如果配制浓度高于此浓度误差将增大，低于此浓度突跃点不明显。

b. 硫代硫酸钠滴定液不十分稳定，使用前必须用重铬酸钾标准液定值、校正，可谓双保险。

c. 采用碘量法测定硫化物的浓度，还应注意随时做空白校正。