

Method of Test for Bromide in Water (Colorimetric Method)

1. 適用範圍：本標準適用於水中溴離子之檢驗，可檢出之最大濃度為 $100\mu\text{g}/\ell$ (PPb)，水樣中其他鹵素離子不干擾本法之檢驗。
2. 方法概要：本法是依據水樣內碘分子以高錳酸鉀——硫酸溶液氧化成爲碘酸根之過程中依水樣中微量溴離子之催化效應來檢驗溴離子之含量，在已控制之pH值，溫度及反應物之濃度及反應時間之狀況下，未反應之碘之濃度反比於溴離子之濃度。經適宜之反應時間後於水樣中加入四氯化碳以萃取未反應之碘以終止此反應，然後在 515nm 波長下，測定萃取液顏色之強度，以決定溴離子之濃度。
3. 干擾物：
 - 3.1 任何能氧化碘或還原碘酸根及高錳酸根之物質皆會引起干擾。由於水樣中之游離氯亦會引起干擾故須將水樣煮沸或以空氣沖洗水樣以除去此項干擾，此外當亞硝酸根離子濃度為 $1.0\text{mg}/\ell$ 或更高時，由於會使碘酸根還原之故，將導至溴離子回收量降低亦引起干擾。
 - 3.2 $3\text{mg}/\ell$ 錳離子， $1.0\text{mg}/\ell$ 之硫代硫酸根離子、鐵離子、鋅離子、銀離子、鈷離子、或鎳離子，會造成輕微之正誤差，鐵離子濃度在 $0.5\text{mg}/\ell$ 時不會干擾本法之檢驗，通常天然水中所含此等物質之濃度不會造成嚴重的誤差，但如有必要可在分析前將水樣稀釋以降低此物質之濃度，以防止分析時產生誤差。
4. 儀器：
 - 4.1 光度計：使用分光長度計或濾鏡光度計，具有 10mm 之光徑長，所使用之波長為 515nm。
 - 4.2 碼錶。
 - 4.3 冰浴裝置：溫度維持在 $0.0\sim 0.2^\circ\text{C}$ 。
 - 4.4 分液漏斗：125ml，硼矽玻璃製，並附有四氯乙烯製之栓塞。
5. 試藥：
 - 5.1 四氯化碳。
 - 5.2 溴化鉀儲備溶液 ($100\mu\text{g}$ 溴離子 /ml)：在 150°C 溫度下將 2g 之溴化鉀結晶乾燥 6 小時，在乾燥前須先將較大塊之結晶壓碎，但不可在研鉢中研磨太久。將此乾燥磨細之溴化鉀，取 0.149g 溶於水中，並在量瓶內稀釋至 1ℓ。
 - 5.3 溴化鉀標準溶液 ($0.1\mu\text{g}$ 溴離子/ml)：取 5.0ml 溴化鉀儲備溶液於量瓶中以水稀釋至 500ml，再取此稀釋液 10ml 於量瓶中以水再稀釋至 100ml，此稀釋液中溴離子之濃度應為 $0.1\mu\text{g}/\text{ml}$ 。
 - 5.4 碘化鉀硫酸溶液 (1.0mg 碘離子/ml)：溶 1.31g 之碘化鉀於 600ml 之水中，在攪拌下緩緩加入 350ml 之濃硫酸，冷卻後，以水稀釋至 1ℓ。若溶液中仍存有碘之結晶時，則須重新製備此溶液。
 - 5.5 高錳酸鉀溶液 (0.04M)：溶 6.32g 之高錳酸鉀於水中，並稀釋至 1ℓ，貯於深色瓶內待用。
6. 校正：
 - 6.1 量取 10ml 之水 (對照水樣用) 置於 125ml 分液漏斗中，再量取 2.5 5.0 7.5 及 10ml 之 5.3 節之溴化鉀標準溶液並分別置於 125ml 之分液漏斗中，並以水稀釋至 10ml。
 - 6.2 依 7.2 節~7.5 節步驟行之。
 - 6.3 以 A_s/A_c 對溴離子之 μg 數於半對數紙上繪出分析曲線，其中 A_s 爲標準溶液之吸光度， A_c 爲對照組之吸光度。
 - 6.4 雖然 A_s/A_c (標準溶液之吸光分率) 在數個星期內之改變很少，但是每次做水樣分析時，仍維以一、二個標準溶液之吸光度來檢驗此吸光分率，以免造成誤差。
7. 步驟：
 - 7.1 從每一水樣中量取至多 10ml 之水樣，且水樣內溴離子之含量應低於 $1.0\mu\text{g}$ ，將此水樣分別置於分液漏斗中，並以水稀釋至 10ml。
 - 7.2 於每一分液漏斗中分別加入 1.0ml 之碘化鉀—硫酸溶液後，將這些分液漏斗置於冰浴 ($0.0\sim 0.2^\circ\text{C}$) 中 30~45 分鐘。
 - 7.3 在未反應時，於每一水樣中加入 1.0ml 0.04M 之高錳酸鉀冷溶液，($0.0\sim 0.2^\circ\text{C}$) 並轉動此分液漏斗使之均勻混合後隨即放回冰浴中。每次加入試劑後，分液漏斗離開冰浴搖動的時間不能超過 10

(共 2 頁)