

地下水水质检验方法
溴酚红比色法测定溴化物

DZ/T 0064.46—93

1 主题内容与适用范围

本标准规定了溴酚红分光光度法测定溴的方法。

本标准适用于地下水中溴离子含量的测定。本法最低检测量为 $1.0\mu\text{g}$ 。测定最佳浓度范围 $0.1\sim 2\text{mg/L}$ 。

2 方法提要

在 $\text{pH}4.4\sim 5$ 时,用氯胺 T 作氧化剂,将溴离子氧化为游离溴,再与酚红作用形成四溴酚红。溶液颜色随溴离子浓度不同而呈黄绿色至紫色。借此进行比色测定。

3 仪器

分光光度计。

4 试剂

4.1 乙酸-乙酸钠缓冲溶液 ($\text{pH}4.6$):用乙酸溶液 [$c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 2\text{mol/L}$] 与氢氧化钠溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1\text{mol/L}$] 等体积混合,冷至室温。

4.2 酚红溶液 (0.24g/L) 称取酚红 0.024g 与碳酸钠 0.12g 于同一小烧杯中,加入约 20mL 蒸馏水使其溶解,再稀释至 100mL (若溶液不清亮,需过滤后使用)。

4.3 氯胺 T ($\text{C}_7\text{H}_7\text{SO}_2\text{NCINa}$) 溶液 (2g/L)。

4.4 硫代硫酸钠溶液 (25g/L)。

4.5 溴离子标准贮备溶液称取已在 105°C 烘干过的溴化钾 0.1490g 于小烧杯中,加入蒸馏水溶解,转入 1000mL 容量瓶中定容。此溶液 1mL 含 0.10mg 溴离子。

4.6 溴离子标准溶液吸取溴标准贮备溶液 (4.5) 5.00mL 于 250mL 容量瓶中,用蒸馏水定容。此溶液 1mL 含 $2.0\mu\text{g}$ 溴离子。

5 分析步骤

5.1 样品分析

取水样 10mL 于 25mL 容量瓶中,加入缓冲溶液 (4.1) 0.5mL ,在摇动下用小吸管 (每滴约 0.05mL) 加酚红溶液 (4.2) 3 滴。加氯胺 T 溶液 (4.3) 0.3mL ,摇匀。静置氧化 1min (准确记录时间) 后,立即加入硫代硫酸钠溶液 (4.4) 5 滴,摇匀。用蒸馏水稀释至刻度,摇匀。放置 5min 后,于分光光度计 590nm 波长处,用 5cm 比色杯,以试剂空白作参比,测量吸光度。

5.2 空白试验

取 10mL 蒸馏水代替水样,按 5.1 步骤进行。

5.3 标准曲线的绘制

中华人民共和国地质矿产部 1993-02-27 批准

1993-10-01 实施

取溴离子标准(4.6)0、1.0、2.0、……20.0 μg 于一系列 25mL 容量瓶中,用蒸馏水稀释至 10mL,加酚红溶液(4.2)3 滴,以下步骤同 5.1。以溴离子浓度对吸光度,绘制标准曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算溴离子的质量浓度:

$$\text{Br}^- (\text{mg/L}) = \frac{m}{V}$$

式中: m ——从标准曲线上查得的溴离子量, μg ;

V ——所取水样体积,mL。

7 精密度和准确度

同一实验室用矿化度为 400mg/L,含溴量为 0.047mg/L 的地下水样品批内 12 次测定,相对标准偏差为 15.15%。用矿化度为 90mg/L 不含溴离子的地下水样作基体,加入溴离子标准,使其含溴离子量为 0.2mg/L,其回收率分别为 85%和 107%。

附 录 A
标准的有关说明
(参考件)

- A1 氯胺 T 的加入量和氧化时间的长短是本法成败的关键,均需严格控制一致。
- A2 显色 5min 后,即可进行比色,且溶液的颜色在 40h 内是稳定的。
- A3 氯胺 T 易变质失效。因此,宜保存在低温、干燥、暗处。若发现变为黄色,则不能使用。
- A4 实验证明:地下水中一般的氯、氟、硫酸根、钙、镁、锂、钠、钾等阴阳离子对溴离子的测定均无明显干扰。
-

附加说明:

本标准由地质矿产部提出。

本标准由地质矿产部水文地质工程地质研究所归口。

本标准由地质矿产部广东省中心实验室负责起草。

本标准主要起草人高国华。