

水中硼檢測方法—薑黃素比色法

中華民國 97 年 5 月 28 日環署檢字第 0970039223E 號公告
自中華民國 97 年 8 月 15 日起實施
NIEA W404.53A

一、方法概要

水樣酸化後加入薑黃素 (Curcumin) 蒸乾，生成紅色物質 rosocyanine，利用乙醇溶解 rosocyanine 後，在波長 540 nm 下，以分光光度計測定其吸光度，並定量硼濃度。

二、適用範圍

本方法適用於地面水體 (不含海水)、放流水及廢 (污) 水中硼之檢驗。

三、干擾

- (一) 硝酸鹽氮含量超過 20 mg/L 時產生干擾。
- (二) 硬度含量超過 100 mg/L (以碳酸鈣表示) 時產生干擾，可使水樣通過陽離子交換樹脂降低硬度。

四、設備及材料

- (一) 蒸發皿：容量 100~150 mL，蒸發皿、白金或其他不含硼適當材質製。
- (二) 水浴：能設定溫度 55 ± 2 °C 者。
- (三) 分光光度計：使用波長 540 nm。

五、試劑

- (一) 試劑水：不含待測元素等干擾物質之試劑水。
- (二) 薑黃素試劑：在 100 mL 量瓶內，溶解 0.04 g 磨細之薑黃素及 5.0 g 草酸 ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 於 80 mL 95 % 乙醇，加入 4.2 mL 濃鹽酸，以 95 % 乙醇稀釋至刻度 (如溶液混濁，過濾之)；貯存於聚乙烯瓶或不含硼之容器，冷藏於冰箱可穩定數天。

- (三) 乙醇 (C₂H₅OH)，95 %。
- (四) 硼儲備溶液：在 1,000 mL 量瓶內，溶解 0.5716 g 無水硼酸 (H₃BO₃，因硼酸於 105 °C 乾燥時會損失重量，故使用 ACS 級硼酸，並將瓶蓋緊以免吸收水氣。) 於試劑水，稀釋至刻度；1.0 mL 相當於 0.1 mg B。
- (五) 硼標準溶液：在 1,000 mL 量瓶內，以試劑水稀釋 10.0 mL 硼儲備溶液至刻度；1.0 mL 相當於 0.001 mg B。
- (六) 濃鹽酸：試藥級，比重為 1.19。

六、採樣及保存

採集至少 100 mL 之水樣於塑膠瓶內，於 4°C 暗處冷藏，保存期限為 7 天。

七、步驟

(一) 水樣處理及測定

1. 精取 1.0 mL 水樣或經適當稀釋之水樣 1.0 mL 置於相同材質、形狀與大小之蒸發皿。
2. 加入 4.0 mL 薑黃素試劑，混合均勻，置於 55 ± 2 °C 之水浴中蒸發至乾 (約 80 分鐘)。
3. 取出冷卻至室溫，加入約 10 mL 95 % 乙醇，用塑膠棒攪拌使溶解。
4. 將溶液移入 25 mL 量瓶，以 95 % 乙醇稀釋至刻度 (若溶液混濁，過濾之)；在水樣蒸乾後一小時內以分光光度計讀取吸光度，由檢量線求得硼濃度 (mg/L)。

(二) 檢量線製備

1. 配製一個空白和至少五種不同濃度的檢量線標準溶液，其濃度範圍如 0 至 1.0 mg/L，或其他適當濃度範圍。
2. 依步驟七、(一) 操作並讀取吸光度，以標準溶液濃度 (mg/L) 為 X 軸，吸光度為 Y 軸，繪製一吸光度與硼濃度 (mg/L) 之檢量線。

八、結果處理

由樣品溶液測得之吸光度，代入檢量線可求得溶液中硼濃度 (mg/L)，再依下式計算樣品中硼濃度。

$$A = A' \times F$$

A：樣品中硼之濃度 (mg/L)。

A'：由檢量線求得樣品溶液中硼之濃度 (mg/L)。

F：稀釋倍數。

九、品質管制

- (一) 檢量線：每次樣品分析前應重新製作檢量線，其線性相關係數 (r 值) 應大於或等於 0.995。檢量線製作完成應即以第二來源標準品配製接近檢量線中點濃度之標準品確認，其相對誤差值應在 ± 15% 以內。
- (二) 檢量線查核：每 10 個樣品及每批次分析結束時，執行一次檢量線查核，以檢量線中間濃度附近的標準溶液進行，其相對誤差值應在 ± 15% 以內。
- (三) 空白樣品分析：每批次或每 10 個樣品至少執行一次空白樣品分析，空白分析值應小於二倍方法偵測極限。
- (四) 重複樣品分析：每批次或每 10 個樣品至少執行一次重複樣品分析，其相對差異百分比應在 20% 以內。
- (五) 查核樣品分析：每批次或每 10 個樣品至少執行一次查核樣品分析，回收率應在 80~120% 範圍內。
- (六) 添加樣品分析：每批次或每 10 個樣品至少執行一次添加樣品分析，其回收率應在 75~125 範圍內。

十、精密度及準確度

國內某實驗室進行以 0.50 mg/L 品管樣品進行九次分析，得到其平均回收率為 100 %，其標準偏差為 0.023 mg/L，詳如表一。

十一、參考文獻

- (一) American Public Health Association, American Water Works

Association & Water Environment Federation. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 21st ed. Method 4500-B B. Curcumin Method, pp.4-23~24, APHA, Washington, DC, USA, 2005.

(二) 中華民國國家標準 CNS 5576 K9035 (1980)。

註 1：試劑之濃度、用量及蒸發之溫度、時間等均需小心控制，以確保檢驗之正確度。

註 2：廢液分類處理原則，依一般無機廢液處理。

表一 含硼水樣之精密度及準確度測試結果

配製值 mg/L	分析值 mg/L	平均值 mg/L	平均回收率 (%)	標準偏差 mg/L	精密度 (RSD)%	準確度 (X)%
0.50	0.51	0.50	100	0.023	4.60	95.4~104.6
	0.46					
	0.47					
	0.48					
	0.52					
	0.49					
	0.49					
	0.52					
	0.52					