

中華民國國家標準	深層海水檢驗法－溶氧量之測定	總號	15091-6
CNS		類號	N7001-6

Method of test for deep sea water – Determination of dissolved oxygen

1. 適用範圍：本標準規定於深層海水及天然海水溶氧量之檢驗。
2. 檢驗方法：使用含碘化鈉之鹼性錳溶液試劑將海水中的溶解氧氣醱存形成黃色的 $\text{Mn}(\text{OH})_3$ 沉澱物，然後再以硫酸將沉澱物溶解成金黃色的 iodine，最後以分光光度計在 456 nm 波長下測定。
3. 器材及儀器
 - 3.1 天平：可精稱至 0.0001 g。
 - 3.2 溶氧瓶：體積約 60 mL 左右。
 - 3.3 自動吸管(autopipet)：0.05、0.1、0.2、0.3、0.4 mL 各 1 支。
 - 3.4 自動分注器(dispenser)：0.5 mL 共 3 支。
 - 3.5 試劑水：蒸餾水或 去離子水。
 - 3.6 分光光度計：可解析至 0.001A 之分光光度計 1 台(單光束或雙光束均可)。
 - 3.7 流動吸光槽：光徑長 1 cm，窗孔尺寸 11×6.5 mm，容積 750 μL 。
4. 試劑配製
 - 4.1 反應試劑 1，氯化錳($\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)試劑：溶解 600 g 的氯化錳並以試劑水定容至 1000 mL。該試劑裝在棕色玻璃瓶並放置於冷藏冰箱中可保存 2 個月以上。
 - 4.2 反應試劑 2，鹼性碘混合試劑
 - 4.2.1 溶解 320 g 的 NaOH 於約 300 mL 的試劑水中。
 - 4.2.2 溶解 600 g 的 NaI 於約 300 mL 的試劑水中。
 - 4.2.3 將上述兩種溶液充分混合後，再以試劑水定容至 1000 mL。該試劑裝在棕色玻璃瓶並放置於冷藏冰箱中可保存 2 個月以上。
 - 4.3 反應試劑 3，硫酸溶液：將 280 mL 的 97 %硫酸緩緩倒入 770 mL 的試劑水中，等冷卻後最後之體積為 1000 mL。該試劑裝在棕色玻璃瓶並放置於冷藏冰箱中可保存 2 個月以上。
5. 濃度 33333 μM 之 I_3^- 標準儲備溶液(S)：取含 1/60 mol/L KIO_3 之 Titrisol 標準溶液，以試劑水定容成 500 mL。
6. 檢量線製作與測定
 - 6.1 空白：將溶氧瓶裝滿試劑水至溢出，接著塞上瓶塞將多餘的水排出拭乾，再拔出瓶塞放入攪拌子，然後將溶氧瓶放置於攪拌器上緩緩攪拌，之後以自動分注器依序由溶氧瓶口上方加入各 0.5 mL 的反應試劑 3、反應試劑 2、反應試劑 1，混合均勻後，將此空白樣本送入流動吸光槽中量測其在 456 nm 波長下之吸光值。

(共 3 頁)

公 布 日 期 96 年 6 月 26 日	經 濟 部 標 準 檢 驗 局 印 行	修 訂 公 布 日 期 年 月 日
--------------------------	---------------------	----------------------

6.2 標準溶液之配製：重覆步驟第 6.1 節依序加入各反應試劑並混合均勻後，再由上方以微量自動吸管分別注入 0.05、0.1、0.2、0.3 及 0.4 mL(V_1)的標準儲備溶液 S，混合均勻後，製成 WS_1 、 WS_2 、 WS_3 、 WS_4 、 WS_5 標準溶液，再將此標準液送入流動吸光槽中，於 456 nm 波長下測其吸光值。

7. 溶氧濃度轉換常數(F)之計算：經量測到檢量線各標準溶液之吸光值(Abs)扣除空白吸光值(bk)後，可依公式(1)進行無截距之線性迴歸獲得斜率值(k)，然後再公式(2)計算出溶氧濃度轉換常數 F，線性迴歸之 R^2 需 ≥ 0.99 。

$$Y = k \times X \quad (1)$$

$$Y = [Abs - bk]_{ws}$$

$$X = 3 \times S \times \frac{V_1}{V_b + 1.5 + V_1}$$

$$F = \frac{1}{2 \times k} \times 1.0258 \quad (\mu M) \quad (2)$$

$[Abs - bk]_{ws}$ ：扣除試劑空白吸光值(bk)後，實測檢量線各標準溶液之吸光值

k：使用無截距之線性迴歸後得到之斜率值

X：檢量線各標準溶液相當於溶氧量之濃度

V_1 ：各檢量線所注入之標準儲備溶液 S 的體積量(0.05~0.4 mL)

V_b ：溶氧瓶定容的體積

F：實驗所得之溶氧濃度轉換係數

8. 溶氧量樣本的採樣方式

8.1 現場醃氧步驟：採水瓶的出水口以矽膠管連接，然後將矽膠管緊貼溶氧瓶底部緩緩注入樣水，過程中不宜有氣泡進入，等樣水溢出後再緩緩將溶氧瓶移開。然後依序以自動分注器由溶氧瓶底部分別加入反應試劑 1 與反應試劑 2。隨即將瓶塞塞入溶氧瓶並轉緊，左右搖晃約 1 分鐘後即完成醃氧的動作。將樣本放置於陰涼黑暗處保存。

8.2 測定步驟：輕輕打開溶氧瓶塞，隨即以自動分注器加入 0.5 mL 的反應試劑 3，緩緩放入攪拌子後放置於攪拌器中緩緩攪拌，待沉澱物完全溶解後，隨即樣本液送入流動吸光槽中量測出樣本在 456 nm 波長下之吸光值。

9. 樣本濃度計算方式：樣本經於分光光度計在 456 nm 波長下測得吸光值 $[(Abs)_{samp}]$ 後，可依下列公式計算出溶氧濃度。

$$[O_2](\mu M) = [(Abs)_{samp} - 0.003] \times F - 0.5$$

10. 品質管制：以檢量線經驗常數計算自行製作之飽和溶氧量樣本，如與溶氧理論飽和值相對的相對誤差百分比在 $\pm 5\%$ 以內，即可進行未知濃度樣本之測定，如果未能達到上述標準，則需重新檢視整個實驗過程。相對誤差百分比可依下列公式計算。

$$E = \frac{[O_2]_{meas} - [O_2]_{sat}}{[O_2]_{sat}} \times 100\%$$

$[O_2]_{meas}$ ：自製飽和樣本實測之溶氧濃度

$[O_2]_{sat}$ ：自製飽和樣本之理論飽和溶氧濃度

10.1 方法偵測極限：0.5 μM

備考：深層海水泛指位於海平面 200 公尺以下之海水，海水裡的溶解氧氣量主要是由海面上方大氣溶解進入以及高緯度表層海水沉降所帶來，但由於經由大氣溶解進來之氧氣可以穿透進入海洋的深度有限，另外加上水中有機顆粒在分解過程中氧氣的消耗，因此造成海洋中溶的氧氣濃度在離開有光層後會回隨著深度急速降低。圖 1 為在台灣東部深水海域使用以本方法實測之海水溶氧量濃度隨深度之變化情形。

圖 1 台灣東岸台東知本深層海水溶氧量(O_2)隨深度變化之檢驗實例(現場採樣日期、位置與海底深度：2006 年 10 月 12 日、121.0633°E；22.6437°N、650 m)

