

罗丹明 B 荧光猝灭法测定微量溴酸根离子^①

王海霞 盛丽^② 韩小茜

(兰州交通大学化工学院 111 信箱 兰州市安宁西路 118 号 730070)

摘 要 在盐酸介质中, 溴酸根对罗丹明 B 的褪色作用, 且褪色的程度与溴酸根的量有关, 从而建立了测定溴酸根的新方法。方法的线性范围为 $0.00\text{--}17.00\mu\text{g}/25\text{mL}$, 检出限为 $9.05\text{ng}/\text{mL}$, 用于化学试剂中微量溴酸根的测定, 结果满意。

关键词 罗丹明 B, 溴酸根, 荧光猝灭法。

中图分类号: O 657.32

文献标识码: A

文章编号: 1004-8138(2007)04-0587-03

1 前言

目前, 测定溴酸根的方法有离子色谱法、DSPCF [1, 5-二(2-羟基-5-磺基苯基)-3-氰基甲(月替)]法、BTAM [2-(2-苯并噻唑偶氮)-间二甲氨基酚]法、XO (二甲酚橙)法、萃取浮选法及褪色光度法^[1-5]。其中荧光光度法^[6]以其操作简单、快速而被广泛应用。实验发现, 在盐酸介质中, 溴酸根能显著氧化罗丹明 B 褪色, 据此建立了测定溴酸根的新方法, 用于测定化学试剂中的微量溴酸根, 结果满意。

2 实验部分

2.1 主要仪器与试剂

LS55 型荧光分光光度计(美国 Perkin Elmer 公司); 970CRT 型荧光分光光度计(上海三科仪器公司); 电子天平(北京赛多利斯仪器有限公司); H. H. S 11-2B 型电热恒温水浴锅(上海医疗器械五厂)。

溴酸根离子标准溶液, $1.00\text{mg}/\text{mL}$, 用时再稀释至 $1.00\mu\text{g}/\text{mL}$ 的工作液; 罗丹明 B 溶液: $1.0 \times 10^{-4}\text{mol/L}$; 盐酸溶液: 0.5mol/L 。实验所用试剂均为分析纯以上, 所用水为二次蒸馏水。

2.2 实验方法

取两支 25 mL 具塞比色管, 在其中一支比色管中加入一定量的溴酸根离子标准溶液, 再依次分别加入 2.00 mL 罗丹明 B 溶液、3.00 mL 盐酸溶液, 稀释至刻度, 摇匀后, 立即在 95°C 水浴中加热 30 min, 取出后流水冷却, 用荧光比色皿在激发波长为 539 nm, 发射波长为 590 nm 的条件下分别测定溶液的荧光强度 F , 其中含溴酸根离子为 F , 空白为 F_0 , 计算 ΔF ($\Delta F = F_0 - F$), 以 ΔF 与溴酸根离子浓度作校准曲线。

① 基金项目: 甘肃省教育厅基金资助项目(0417B-04)

② 联系人, 电话: (0931) 7970067(宅); E-mail: lity@nwnu.edu.cn

作者简介: 王海霞(1981—), 女, 甘肃省民勤县人, 硕士研究生, 研究方向: 分析化学。

收稿日期: 2006-12-25; 接受日期: 2007-03-13

3 结果与讨论

3.1 荧光光谱

罗丹明B 在水溶液中发出很强的玫瑰红色荧光, 荧光光谱见图 1。在盐酸介质中, 溴酸钾氧化罗丹明B 后产物为无色、无荧光的物质, 由图可知, 两份溶液的最大激发波长均为 539nm, 最大发射波长均为 590nm, 即加入溴酸根离子并不对罗丹明B 的激发波长和发射波长产生影响, 仅使荧光强度降低, 且降低程度在一定范围内与溴酸根离子的量呈现良好的线性关系。

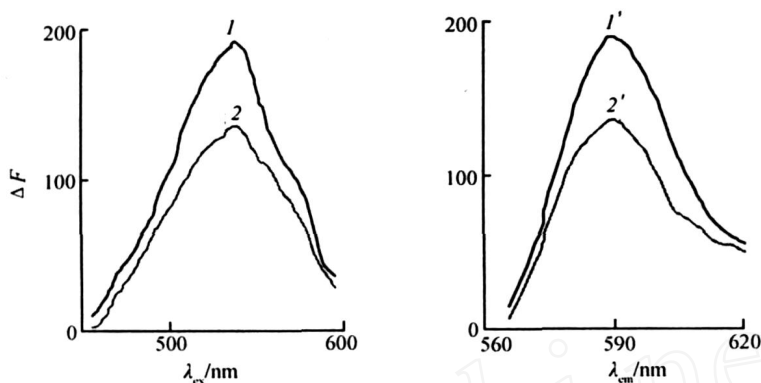


图 1 激发光谱(左)及发射光谱(右)

1, 1' —HCl+ RhB; 2, 2' —HCl+ RhB + BrO_3^- (1.00 μg)

3.2 最佳试验条件的选择

3.2.1 酸度的影响

以盐酸溶液调节体系的酸度。实验结果(见图 2)表明, 加入 0.5 mol/L 盐酸溶液 3.00 mL 时, ΔF 值最大且稳定, 故选用 0.5 mol/L 盐酸溶液 3.00 mL。

3.2.2 罗丹明B 用量的影响

实验发现(见图 3), ΔF 随着罗丹明B 用量先增大后减小, 考虑到反应的灵敏度和线性范围, 选用罗丹明B 用量为 2.00 mL。

3.2.3 反应温度的影响

试验了温度在 20—100°C 之间体系的反应情况, 发现随着温度的提高, ΔF 值缓慢增大, 为提高测定结果精度及准确度, 选用沸水浴加热, 用流水冷却终止反应。

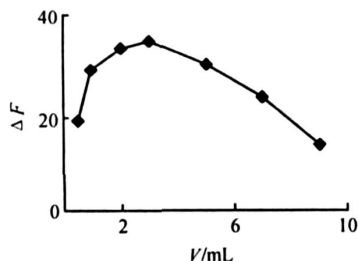


图 2 HCl 的影响

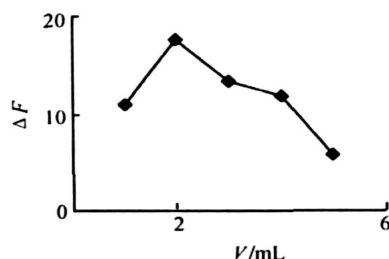


图 3 罗丹明B 用量的影响

3 2 4 反应时间的影响

试验了反应时间对体系 ΔF 的影响, 反应时间在 30min 内时, ΔF 随着时间的延长而不断增大, 故实验选择 30min。

3 3 校准曲线

取不同量的溴酸根标准溶液, 按试验方法测定, 结果表明, 溴酸根浓度在 0—17 $\mu\text{g}/25\text{mL}$ 范围内, 与 ΔF 呈良好的线性关系, 其回归方程为 $\Delta F = 7.6884C_{\text{BrO}_3^-} + 12.263$, 相关系数 $r = 0.9982$ 平行测定 12 次空白溶液的荧光强度, 计算其标准偏差 S_b , 方法的检出限按 $3S_b/K$ ($S_b = 0.58$) 计算为 9.05ng/mL。

3 4 共存离子影响

在选定条件下, 对于测定 40.00 $\mu\text{g}/\text{L}$ 的溴酸根离子, 进行了 20 多种常见离子的干扰试验。实验结果表明, 当允许误差在 $\pm 5\%$ 之内时, 1000 倍量的 Na^+ 、 K^+ 、 NO_3^- 、 Ac^- 、 SO_4^{2-} 、 H_2PO_4^- 、 CO_3^{2-} , 800 倍量的 Ca^{2+} 、 Ba^{2+} 、 Zn^{2+} 、 NH_4^+ , 500 倍量的 Cu^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Mg^{2+} 、 PO_4^{3-} , 300 倍量的 Cr^{3+} 、 Cd^{2+} , 100 倍量的 Pd^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 、 Hg^{2+} 、 Ag^+ , 10 倍量的 Br^- 、 $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, 1 倍量的 SCN^- 、 I^- 不干扰测定。

3 5 样品分析

准确称取化学纯(CP)和分析纯(AR) KBr 3.000g, 溶解后定容到 25mL 容量瓶中, 取适量溶液按试验方法测定, 结果见表 1。

表 1 样品中 BrO_3^- 的测定结果

样品	测定值 (μg)	加标值 (μg)	回收率 (%)	相对标准偏差 (%)
KBr(CP)	2.94	3.00	98	1.9
KBr(AR)	2.97	3.00	99	1.2

参考文献

[1] 朱金珍, 刘广新. 溴酸钾检测方法浅议[J]. 中国食品添加剂分析测试, 2006, (3): 154—157.
[2] 岳银玲, 李淑敏, 应波, 鄂学礼. 超市中瓶装矿泉水溴酸盐含量的调查[J]. 中国卫生检验杂志, 2006, 16(6): 677—678.
[3] 罗道成, 刘俊峰, 宋和付. 酸性品红褪色光度法测定微量溴酸根离子的研究[J]. 化学试剂, 2005, 27(5): 299—300.
[4] 姜华. 褪色光度法测定微量溴酸根离子[J]. 化学试剂, 1999, 21(3): 164.
[5] 祁占林, 赵春娜, 张玉珍, 但启淮. 滴定法检测小麦粉中的溴酸钾含量[J]. 粮食与食品工业, 2005, 12(6): 64—66.
[6] 李少旦, 李德洁, 罗正华. 荧光猝灭法测定面粉中溴酸根离子[J]. 中国卫生检验杂志, 2006, 16(7): 829—847.

Photometry Determination of Microamounts of Bromate Ion
by the Fluorescent Quenching of Rhodamine B

WANG Hai-Xia SHENG Li HAN Xiao-Qian

(School of Chemical and Biological Engineering, Lanzhou Jiaotong University, Lanzhou 730070, P. R. China)

Abstract A new photometric method for the determination of microamounts of bromate was developed based on the Fluorescent quenching of Rhodamine B by bromate in HCl medium. The linear range is 0.00—17.00 $\mu\text{g}/25\text{mL}$, and the detection limit is 9.05ng/mL. The method was applied in the determination of microamounts bromate in chemical reagents with satisfactory results.

Key words Rhodamine B, Bromate, Fluorescent Quenching