

# 一种黄色三苯甲烷类染料的 合成及光谱性能研究<sup>①</sup>

马广文 刘巧玲 宋胜梅 双少敏 董川<sup>②</sup>

(山西大学环境科学与工程研究中心 太原市坞城路 92 号 030006)

**摘要** 以碱性品红为原料合成了一种黄色的三苯甲烷类染料 FB-A, 用 IR、<sup>1</sup>HNMR 表征其结构。研究了溶剂和 pH 对其吸收光谱和荧光光谱的影响, 在酸性条件下, 有蓝色荧光。在中性及碱性条件, 荧光猝灭而且吸光度明显降低; 随着溶剂极性增加, 吸光度和荧光相对强度都减小。

**关键词** 荧光光谱; pH 效应; 碱性品红

中图分类号: O657.32; 657.33

文献标识码: A

文章编号: 1004-8138(2009)03-0571-03

## 1 前言

三苯甲烷染料通常为红色、紫色、蓝色、绿色, 具有高的着色力和鲜艳的颜色, 可以用于塑料、纤维、醋纤、丝绸、聚合物材料的染色及印花, 因此在工业上有着广泛的应用<sup>[1-3]</sup>。此外, 这类染料往往还有一些特殊的应用, 如不仅能用于金属离子和非金属离子的测定<sup>[4]</sup>, 还能用于蛋白质及核酸的测定<sup>[5, 6]</sup>。合成一种黄色的三苯甲烷类染料, 对于弥补这类染料颜色不足有着重要的意义。此外, 研究其光谱性质也有着重要的价值。

## 2 实验部分

### 2.1 试剂与仪器

FT-IR 傅里叶变换红外分光光度(日本岛津公司): DLX 300 超导核磁仪(美国 Bruker 公司); TU-1901 双光束紫外可见分光光度计(北京普析通用仪器有限公司); F-4500 型荧光分光光度计(日本日立公司); 碱性品红为生物染色剂; 苯甲酰氯为化学纯; 其他试剂为分析纯。

### 2.2 实验方法

#### 2.2.1 碱性品红的纯化

称取 2g 碱性品红, 溶于 50mL(0.1mol/L)的盐酸溶液中, 搅拌均匀后过滤, 用旋转蒸发器旋去大部分滤液、冷却、抽滤, 在 50℃下干燥 10h, 称重 1.56g。

#### 2.2.2 染料合成

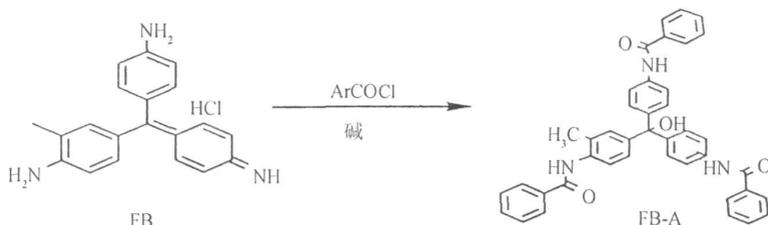
FB-A 合成路线:

① 国家自然科学基金(20875059)

② 联系人, 电话: (0351) 7018613; E-mail: dc@sxu.edu.cn

作者简介: 马广文(1982—), 男, 山西省朔州市人, 硕士, 主要从事染料合成及其性能研究工作。

收稿日期: 2008-11-10; 接受日期: 2009-02-26



在装有磁力搅拌、回流冷凝管及尾气吸收装置的 100mL 三口瓶中,依次加入 1g 纯化碱性品红、20mL 无水 DMF 以及催化量的三乙胺搅拌均匀后,用恒压滴液漏斗将 3mL 苯甲酰氯在冰水浴中滴入,5h 后停止反应。用乙醚萃取,取下面萃取液,倒入饱和碳酸钠溶液中搅拌 3min,过滤,重结晶,干燥后称重产物 FB-A 为 0.6g,产率 32%。熔点: 123.5—125.8℃ IR: (KBr,  $\text{cm}^{-1}$ ) 3423, 3265, 2918, 1635, 1597, 1369, 1097, 821, 709;  $^1\text{H}$ NMR (300MHz, DM SO): 7.4 (m, 9H, Ar-H), 7.3 (d, 6H, Ar-H), 7.1 (d, 7H, Ar-H), 6.8 (d, 4H, Ar-H), 6.6 (s, 3H, NH), 1.7 (s, 3H,  $\text{CH}_3$ )。

### 2.2.3 流体中的光谱测定方法

移取一定量的 FB-A 储备液于 10mL 的比色管中,加入适量缓冲溶液或者溶剂并稀释到刻度,配成一定浓度或一定 pH 值的溶液,将待测液倒入 1cm 石英比色皿中,置于 F-4500 型荧光分光光度计或 TU-1901 型分光光度计上,于所选激发和发射波长处,扫描光谱,或测定光谱强度。荧光测量固定仪器的激发和发射狭缝均为 5nm。

## 3 结果与讨论

### 3.1 吸收光谱研究

#### 3.1.1 FB-A 在几种极性不同溶剂中的吸收光谱

图 1 为染料在几种极性不同的溶剂的吸收光谱。

由图 1 可知,溶剂影响着物质的吸收光谱。随着溶剂的极性增加,吸光度由  $\lambda_{\text{max}} = 274\text{nm}$  时的 0.44(环己烷)增加到  $\lambda_{\text{max}} = 279\text{nm}$  时的 0.60(DMF),而且最大吸收波长红移了 4nm,可能是受到了强极性溶剂正的极化效应影响。在甲醇溶剂中,可能由于形成氢键而使其吸光度明显减小。

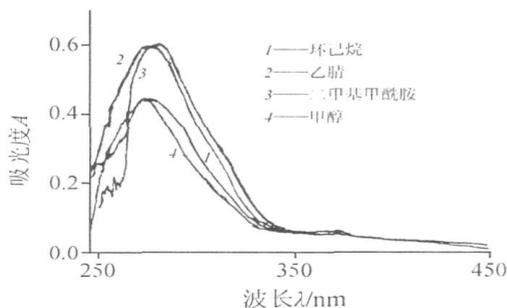


图 1 FB-A 在不同溶剂中的吸收光谱

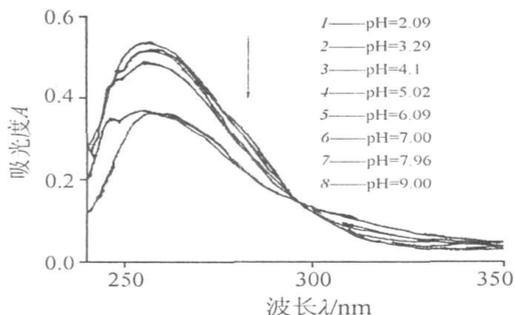


图 2 FB-A 在不同 pH 中的吸收光谱

#### 3.1.2 不同 pH 下的 FB-A 吸收光谱

图 2 表示的是在酸、碱及中性条件下染料的紫外吸收光谱图。随着 pH 增加,吸光度逐渐降低,尤其是在中性和碱性水溶液中吸光度明显下降,最大吸收波长几乎没有变化;在酸或碱条件下,分子共轭体系即价电子没有遭到破坏,最大吸收波长没有明显的变化;吸光度在酸性条件下增大是由于氢键对其共轭体系的影响。

## 3.2 荧光光谱研究

### 3.2.1 溶剂对 FB-A 荧光光谱的影响

图 3 是 FB-A 在不同溶剂下的荧光光谱图( $\lambda_{\text{ex}} = 280\text{nm}$ )。随着溶剂极性的增大, 荧光发射光谱  $\lambda_{\text{max}}$  有红移趋势而强度相对逐渐减弱, 可能是溶剂的极化效应使其中心碳原子易极化使荧光猝灭。

### 3.2.2 pH 对 FB-A 荧光光谱的影响

图 4 是在酸性、中性以及碱性介质条件下 FB-A 的荧光光谱图( $\lambda_{\text{ex}} = 260\text{nm}$ )。由图可见, 在酸性水溶液中, 随着溶液 pH 增大, 荧光发射由  $\lambda_{\text{max}} = 465\text{nm}$  红移到  $\lambda_{\text{max}} = 472\text{nm}$  且强度几乎没有变化; 中性及碱性水溶液中, 产生了荧光猝灭。这可能是化合物在碱性条件下酰胺键的共轭振动平衡被破坏, 导致了共轭体系发生变化使其在碱性条件下荧光猝灭。

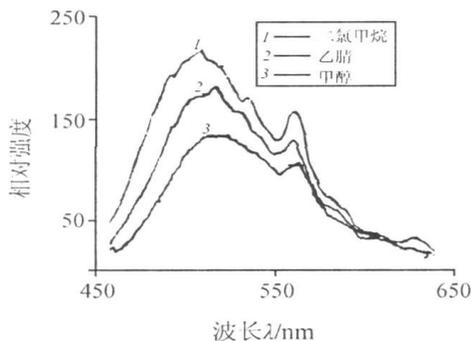


图 3 FB-A 在不同溶剂中的荧光光谱

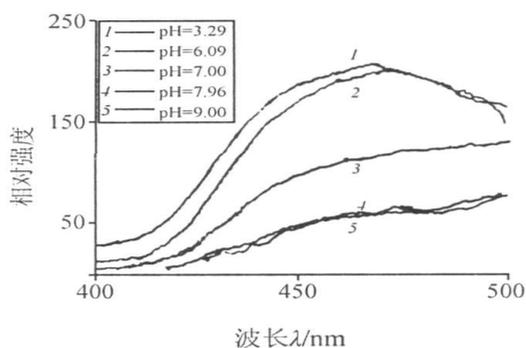


图 4 FB-A 在不同 pH 介质中的荧光光谱

## 参考文献

- [1] Amer W. Organic Pigment and Printing Inks[J]. *Ink Makers*, 1986, **64**(12): 20.
- [2] 施楣梧. 我国真丝绸染色的现状和研究动态[J]. *精细石油化工*, 1996, (6): 3.
- [3] 章杰. 我国阳离子染料市场现状和发展趋势[J]. *纺织导报*, 2006, (5): 66.
- [4] 冯尚彩, 杨秀英. 三苯甲烷染料在我国光度分析和电化学分析中的应用进展[J]. *冶金分析*, 2002, **22**(1): 24.
- [5] 陈宁生, 毕红萍. 氧化碱性品红动力学光度法测定微量碘[J]. *分析实验室*, 2002, **21**(3): 83.
- [6] 俞英, 吴霖, 谭丽贤. 碱性品红荧光法测定脱氧核糖核酸及其机理的研究[J]. *分析化学*, 2004, **32**(5): 628.

## Synthesis and Spectroscopic Properties of Yellow Triphenylmethane Dye

MA Guang-Wen LIU Qiao-Ling SONG Sheng-Mei SHUANG Shao-Min DONG Chuan

(Research Center of Environmental Science and Engineering, Shanxi University, Taiyuan 030006, P. R. China)

**Abstract** A kind of yellow triphenylmethane dye FB-A was prepared by FB. Their structures were established by IR,  $^1\text{H NMR}$ . The absorption and emission spectra of dye as well as the influences of pH and solvent upon the spectra were investigated. In neutral or in basic media, the fluorescence was completely quenched and the absorption strength was obviously reduced. In strong polarity solvent, the absorption and emission contrast strength was reduced.

**Key words** Fluorescence Spectrum; pH Effect; FB