

## 可变角同步荧光法快速同时测定苯酚和苯胺

李耀群\* 蔡丹群 黄贤智 许金钩

(厦门大学化学系,现代分析化学研究所,厦门,361005)

**摘要** 本文建立了苯酚和苯胺的同时可变角同步荧光分析法。对方法的优越性进行了讨论比较。实验是在自制微机化多功能荧光分光计上进行的。方法简便、快速、灵敏。

**关键词** 荧光分析法,可变角同步扫描,苯酚,苯胺。

### 1 引言

苯酚和苯胺均为重要化工原料,且都是环境污染物,常共存于工业废水中。对这两组份的测定已有不少报道<sup>[1~5]</sup>,但通常需经繁杂的预分离步骤。曾有采用分光光度法同时分析的报道<sup>[6,7]</sup>,遗憾的是分光光度法灵敏度不高。

和分光法相比,荧光分析法灵敏度大为提高,但苯酚和苯胺的荧光激发和发射光谱谱带较宽,互相重叠,给混合物中两组份的同时分析带来困难。同步荧光法是解决多组份荧光物质同时测定的良好手段之一。可变角同步荧光法<sup>[8,9]</sup>为同步荧光法的一新分支,和通常所见的固定波长同步荧光法<sup>[10]</sup>相比,具有更大的波长选择灵活性,使分析灵敏度和选择性能得到进一步提高。本文建立了苯酚和苯胺的同时可变角同步荧光分析方法。

### 2 实验部分

#### 2.1 仪器和试剂

自制 MYF 微机化多功能荧光分光计<sup>[11]</sup>。

缓冲溶液:pH=7。由 1/15mol/L 磷酸二氢钾和 1/15 mol/L 磷酸氢二钠以体积比 1:1 混合而成。

苯酚和苯胺贮备液:准确称取 0.125 g 苯酚(AR 级)和 0.125 g 苯胺(CP 级)溶于去离子水分别配制成 250 ml 浓度为 500  $\mu\text{g}/\text{ml}$  的贮备液。避光存放。

#### 2.2 测定方法

试液倒入石英液池,置于仪器样品室。设置仪器扫描参数:激发单色仪起始扫描波长为 260 nm,扫描速度为 60 nm/min;发射单色仪的起始扫描波长为 250 nm,扫描速度为 180 nm/min。记录其可变角同步荧光光谱。以光谱图上的 298 nm 和 340 nm(均以发射波长表示)的峰高分别测定苯酚和苯胺的浓度。

### 3 结果与讨论

#### 3.1 固定波长同步荧光光谱

采用不同的激发与发射波长差( $\Delta\lambda=10, 20, 25, 30, 40, 50, 60$  nm)绘制了一系列固定波长同步荧光光谱。 $\Delta\lambda$  取值较小,有利于苯酚的测定,但因苯胺信号弱不利于苯胺的测定。随着  $\Delta\lambda$

本文系国家自然科学基金和教委博士点基金资助项目。

取值的增大,苯胺的同步荧光信号增强,但苯酚的同步峰和苯胺的同步峰逐渐靠近,前者渐淹没于后者中,如图 1 所示。故  $\Delta\lambda$  取值大时,苯酚和苯胺的分析测定均难以有效实现。

### 3.2 可变角同步荧光光谱

可变角同步荧光分析法系激发和发射单色仪的波长分别以固定的速度扫描,但两者扫描的速度不同。本文经试验<sup>[12]</sup>,确定采用如 2.2 节所列出的扫

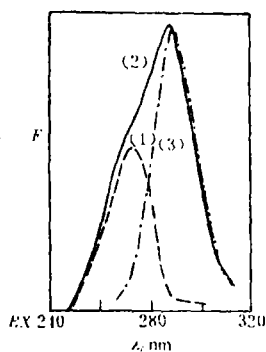


图 1 固定波长同步荧光光谱( $\Delta\lambda=50$  nm)  
(---)苯酚,  $2\mu\text{g/ml}$ ; (-·-·-)苯胺,  $2\mu\text{g/ml}$ ;  
(——)混合物, 组份浓度同上。

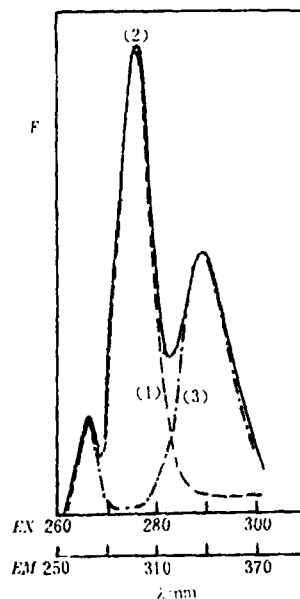


图 2 可变角同步荧光光谱  
图示和组份浓度同图 1。

描参数。图 2 即为可变角同步荧光光谱。光谱左侧的小峰为瑞利峰,对测定体系无甚影响。采用如此的可

变角同步扫描方式,使苯酚和苯胺的信号强度和分辨率均能较为满意。结果表明,可变角同步荧光法有利于苯酚和苯胺的同时鉴别和定量测定;该法有着比文献[12]所指出的简单地合并扫描步骤更为巨大的作用。

### 3.3 工作曲线及检出限

表 1 列出该法所得的工作曲线回归方程、相关系数和检出限,表中还给出了固定波长法( $\Delta\lambda=25$  nm)的结果以资对照。检出限按空白测定(11 次)的标准偏差对应浓度的三倍求得。

表 1 可变角和固定波长同步荧光法的工作曲线比较

		回归方程	相关系数	检出限( $\mu\text{g/ml}$ )
可变角法	苯 酚	$I = 2.86C + 0.51$	0.9993	0.0087
	苯 胺	$I = 2.17C + 0.80$	0.9991	0.030
固定波长法	苯 酚	$I = 2.46C + 1.2$	0.9988	0.023
	苯 胺	$I = 0.479C + 0.24$	0.9949	0.13

### 3.4 人工混合样品的分析

取苯酚和苯胺贮液配制成人工混合样品,测定结果如表 2 所示。苯酚和苯胺的平均误差分别为  $0.6\% \pm 3.5\%$  (SD) 和  $-0.4\% \pm 4.2\%$  (SD)。

表 2 人工混合样品测定结果

No.	苯 酚			苯 胺		
	已知量 ( $\mu\text{g/ml}$ )	测得量 ( $\mu\text{g/ml}$ )	误 差 (%)	已知量 ( $\mu\text{g/ml}$ )	测得量 ( $\mu\text{g/ml}$ )	误 差 (%)
1	1.00	1.04	+4.0	1.00	0.967	-3.3
2	1.50	1.49	-0.7	2.50	2.40	-4.0
3	2.00	2.16	+8.0	2.00	2.05	+2.5
4	4.00	3.87	-3.3	4.00	4.01	+0.3
5	2.00	1.99	-0.5	3.00	3.15	+5.0
6	4.00	4.02	+0.5	2.00	1.94	-3.0
7	1.00	0.991	-0.9	3.00	3.14	+4.6
8	5.00	4.85	-3.0	2.00	1.98	-1.0
9	6.00	5.93	-1.2	2.40	2.47	+2.9
10	3.00	3.10	+3.3	1.00	0.923	-7.7

## 4 参 考 文 献

- 1 Taylor T A, Patterson H H. *Anal. Chem.*, **1987**, 59: 2180
- 2 Krause R T. *J. Chromatogr.*, **1983**, 255: 497
- 3 IUPAC Anal. Chem. Division(UK), *Pure Appl. Chem.*, **1984**, 56(4): 467
- 4 陈树榆, 林淑钦, 刘理奇. *理化检验*, **1986**, 37(5): 293
- 5 Zavorovaskaya N A, Nekhorosheva E V. *Zh. Anal. Khim.*, **1981**, 36(9): 1808
- 6 刘信安, 林爱华, 石乐明, 张懋森. *中国科学技术大学学报*, **1988**, 18(4): 539
- 7 李 萍, 赵杉林, 张 明, 杨玉环. 《全国首届现代光度分析学术会议论文集》, 万国桢主编, 成都: 四川大学出版社, **1991**. 149
- 8 Clark B J, Fell A F, Milne K T, Pattie D M G, Williams M H. *Anal. Chim. Acta*, **1985**, 170(1): 35
- 9 Oms M T, Forteza R, Cerda V, Maspoch S, Coello J, Blanco M. *Anal. Chim. Acta*, **1990**, 233(1): 159
- 10 Lloyd J B F. *Nature*, **1971**, 231: 64
- 11 李耀群, 黄贤智. *厦门大学学报*, **1990**, 29(5): 529
- 12 李耀群, 黄贤智, 许金钩, 陈国珍. *分析化学*, **1991**, 19(5): 538

(收稿日期: 1992年12月14日; 修回日期: 1993年3月29日)

## Variable-angle Synchronous Spectrofluorimetry for Rapid Simultaneous Determination of Phenol and Aniline

Li Yaoqun<sup>\*</sup>, Cai Danqun, Huang Xianzhi, Xu Jingou

(Department of Chemistry, Institute of Analytical Chemistry, Xiamen University, Xiamen 361005)

**Abstract** A new method of variable-angle synchronous spectrofluorimetry has been developed for the simultaneous determination of phenol and aniline. The comparison and discussion of its performance are presented. The experiments were carried on a self-made microcomputer-based versatile spectrofluorimeter. The proposed method is simple, rapid and sensitive.

**Keywords** Spectrofluorimetry, Variable-angle synchronous scanning, Phenol, Aniline.

(Received December 14, 1992; Revised March 29, 1993)