

文章编号: 1000- 2243 (1999) S0- 0184- 02

# 流动注射荧光分光光度法测定水中痕量氨

谢增鸿<sup>1</sup>, 柯子厚<sup>1</sup>, 郭良洽<sup>1</sup>, 陈国南<sup>1</sup>, 陈曦<sup>2</sup>, 王小如<sup>2</sup>

(1. 福州大学化学系, 福建 福州 350002; 2. 厦门大学化学系, 福建 厦门 361005)

摘要: 研究了在碱性介质中, 基于氨(铵离子)与邻苯二甲醛及 2- 巯基乙醇反应生成强荧光性咪唑取代衍生物的体系测定微量氨(铵离子)的流动注射荧光分析法. 非离子表面活性剂曲拉通 X- 100 (Triton X- 100) 对该体系具有良好的增稳作用. 研究了该体系测定氨(铵离子)的最佳实验条件. 测定氨(铵离子)的线性范围 0~ 0.7mg/L, 相对标准偏差为 1.3% ( $C_{\text{NH}_3} = 0.2\text{mg/L}$ ,  $n = 11$ ), 检测限为 0.0012mg/L.

关键词: 荧光分光光度法; 氨; 非离子表面活性剂; 流动注射分析

中图分类号: O657.39

文献标识码: A

## 1 实验方法

在 25mL 容量瓶中, 加入 2.5mL 0.01mol/L 邻苯二甲醛溶液、6.25mL 0.2mol/L 硼酸- 氯化钾溶液、3.35mL 0.2mol/L 氢氧化钠标准溶液、1.25mL 0.02mol/L 巯基乙醇溶液、1.25mL 0.238mol/L 抗坏血酸和 1.0mL 10% (V/V) Triton X- 100 溶液. 混匀, 放置 1h. 加入一定量的  $\text{NH}_4^+$  标准溶液, 稀释到刻度, 混匀, 放置 15~ 35min 后选择  $\lambda_{\text{ex}} = 415\text{nm}$ 、 $\lambda_{\text{em}} = 486\text{nm}$  同时测定试液及空白的荧光强度. 两者之差  $\Delta \text{INT} = \text{INT}_1 - \text{INT}_2$  即为衍生物的荧光强度. 按相同的方法制作标准工作曲线.

## 2 结果与讨论

### 2.1 激发波长和发射波长的测定

实验表明, 体系的激发波长  $\lambda_{\text{ex}} = 415\text{nm}$ 、发射波长  $\lambda_{\text{em}} = 486\text{nm}$ .

### 2.2 体系衍生化时间的测定

实验表明, 当体系中有表面活性剂 Triton X- 100 存在时, 其荧光强度比不加表面活性剂 Triton X- 100 的体系来得稳定. 非离子表面活性剂 Triton X- 100 在本体系中起到增稳作用.

### 2.3 酸度(pH 值)对荧光强度的影响

实验表明, 当 0.2mol/L 氢氧化钠标准溶液的加入量为 3.35mL (即体系的 pH 值为 9.2) 时, 体系的荧光强度最大, 故本法选此加入量.

### 2.4 非离子表面活性剂(Triton X- 100)对荧光强度的影响

实验表明, 当 10% Triton X- 100 溶液的加入量为 1.0mL (即体系中含量为 0.4%) 时,

收稿日期: 1999- 06- 15

作者简介: 谢增鸿 (1960-), 男, 教授.

基金项目: 国家 863 计划资助项目 (818- 0- 09)

体系的荧光强度最大, 故本法选此加入量。

### 2.5 工作曲线及精密度的测定

按实验方法制作工作曲线, 回归方程为:  $\Delta INT = 1188 C_{NH_3} (mg/L)$ ,  $r = 0.9998$ , 线性范围为  $0 \sim 0.7 mg/L$ 。平行测定 11 次, 计算  $\Delta INT$  的相对标准偏差为  $1.3\%$  ( $C_{NH_3} = 0.5 mg/L$ )。空白标准偏差  $\sigma = 0.47\%$ , 工作曲线的斜率  $k = 1188 L/mg$ , 按照  $3\sigma/k$  计算本法的检测限  $C_L = 0.0012 mg/L$ 。

### 2.6 共存离子的影响

对于  $1 mg/L NH_3$ , 允许误差  $\pm 5\%$ 。  $6.0 \times 10^5$  倍量的  $K^+$ ,  $6.0 \times 10^3$  倍量的  $Br^-$ ,  $8.0 \times 10^5$  倍量的  $SO_4^{2-}$ ,  $1.0 \times 10^3$  倍量  $NO_3^-$ , 200 倍量的  $I^-$  不干扰测定。

## Determination of Trace Ammonia in Water by Fluorescence Spectrophotometry Combining with Flow- Injection Analysis

XIE Zeng-hong<sup>1</sup>, KE Zi-hou<sup>1</sup>, GUO Liang-qia<sup>1</sup>, CHEN Guo-nan<sup>1</sup>, CHEN Xi<sup>2</sup>, WANG Xiao-ru<sup>2</sup>

(1. Department of Chemistry, Fuzhou University, Fujian Fuzhou 350002, China; 2. Department of Chemistry, Xiamen University, Fujian Xiamen 361005, China)

**Abstract:** A method is described for determination of trace ammonia by fluorescence spectrophotometer combining with flow-injection Analysis. The method is based on the system: in base media, ammonia reacts with o-phthalaldehyde (OPA) and 2-mercaptoethanol (ME) producing derivative of indol which has intensive fluorescence. Nonionic surfactant Triton X-100 enhances stability in the system. The optimum reaction condition is investigated. A linear relationship between ammonia concentration and fluorescent intensity is observed over the range  $0.1 \sim 0.7 mg/L$  with a relative standard deviation (RSD) of  $1.3\%$  at ammonia concentration of  $0.2 mg/L$  ( $n = 11$ ). The limit of determination is  $0.0012 mg/L$ .

**Keywords:** fluorescence spectrophotometry; nonionic surfactant; ammonia; flow injection analysis