

流动注射荧光熄灭法测定痕量磷酸根离子

谢增鸿¹, 林辉¹, 周训胜¹, 郭良洽¹, 陈国南¹, 陈曦², 王小如²

(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: 研究了以铝-桑色素为荧光试剂, 在酸性条件下利用荧光熄灭法, 并结合了流动注射分析测定了水中微量磷酸根离子的方法. 测定 PO_4^{3-} 的线性范围 1~9 mg/L, 检测限为 0.002 mg/L, 1h 可以测定 60 份样品, 相对标准偏差为 1.09%.

关键词: 流动注射; 荧光熄灭; 磷酸根

中图分类号: O657.39

文献标识码: A

1 实验方法

在 50 mL 容量瓶中, 加入 5.0 mL 0.1 mmol/L 铝-桑色素贮备液、5.0 mL 醋酸-醋酸钠缓冲溶液, 用 50% 的乙醇水溶液稀释至刻度, 混匀作为载液. 用 1.0 mg/L 的磷酸溶液, 作为进样试液. 选择激发波长 $\lambda_{\text{ex}} = 430 \text{ nm}$ 、发射波长 $\lambda_{\text{em}} = 515 \text{ nm}$ 测定. 同时记录基线和进样峰的荧光强度, 即得磷酸离子对铝-桑色素的熄灭值 $\Delta \text{INT} = \text{INT}_1 - \text{INT}_2$. 按相同的方法制作工作曲线.

2 结果与讨论

2.1 荧光光谱

实验表明, 铝-桑色素溶液的激发波长 λ_{ex} 为 430 nm, 发射波长 λ_{em} 为 515 nm.

2.2 反应时间的影响

实验表明, 磷酸根离子与铝-桑色素反应进行到 45 min 后, 体系的荧光强度值趋于平稳, 反应基本完全.

2.3 pH 值的影响

实验表明, 当体系 pH = 4.4 时, 磷酸根离子对铝-桑色素的荧光强度有最大熄灭作用.

2.4 醇含量的影响

实验表明, 当乙醇加入量为 5.0 mL 时, 铝-桑色素的荧光强度最大.

2.5 工作曲线及检测限的测定

用实验方法制作工作曲线, 回归方程为: $Y = 21.555 C_{\text{PO}_4^{3-}} + 97.272$, $r = 0.9975$, 线性范围 1~9 mg/L. 平行测定空白溶液 11 次, 标准偏差 $\sigma = 1.09\%$, 工作曲线的斜率 $k = 21.555 \text{ L/mg}$, 按照 $3\sigma/k$ 计算本法的检测限 $C_L = 0.002 \text{ mg/L}$.

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-Q-09)

Determination of Trace PO_4^{3-} by Quenching Fluorescence with Flow Injection Analysis

XIE Zeng - hong¹, LIN Hui¹, ZHOU Xin - sheng¹, GUO Liang - qia¹, CHEN Guo - nan¹, CHEN Xi², WANG Xiao - ru²

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

Abstract: A method is investigated to determinate trace PO_4^{3-} in acid solution based on oxygen quenching aluminium- morin fluorescence intensity combining with flow- injection analysis. The linearship is between 1~ 9mg/L with the limit of detection 0. 002mg/L. 60 samples per hour can determined by this method with RDS 1. 09% .

Keywords: flow - injection analysis; fluorescence quenching; PO_4^{3-}