



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103604792 A

(43) 申请公布日 2014. 02. 26

(21) 申请号 201310619818. 7

(22) 申请日 2013. 11. 29

(71) 申请人 广西师范大学

地址 541004 广西壮族自治区桂林市七星区
育才路 15 号

(72) 发明人 蒋治良 叶玲玲 梁爱惠

(74) 专利代理机构 桂林市华杰专利商标事务所
有限责任公司 45112

代理人 王俭

(51) Int. Cl.

G01N 21/64 (2006. 01)

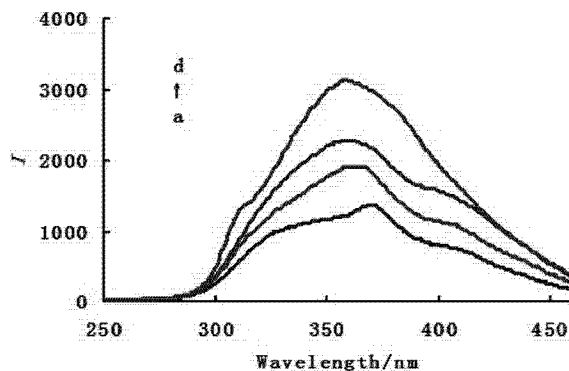
权利要求书1页 说明书2页 附图1页

(54) 发明名称

一种测定溴离子的共振瑞利散射方法

(57) 摘要

本发明公开了一种测定 Br^- 的共振瑞利散射光谱法, 包括如下步骤: (1) 制备 Br^- 标准溶液体系; (2) 制备空白对照溶液体系; (3) 分别测定 Br^- 标准溶液体系和空白对照溶液体系的共振瑞利散射峰强度值 $I_{\text{标准}}$ 及 $I_{\text{空白}}$, 计算 $\Delta I = I_{\text{标准}} - I_{\text{空白}}$; (4) 以 ΔI 对 Br^- 的浓度关系做工作曲线; (5) 被测物样品的测定, 计算 $\Delta I_{\text{样}} = I_{\text{样}} - I_{\text{空白}}$; (6) 根据样品测得的 $\Delta I_{\text{样}}$, 查步骤(4)的工作曲线, 计算出被测物中 Br^- 的含量。本测定方法的仪器简单, 操作快速, 灵敏度高、选择性好。



1. 一种测定 Br^- 的共振瑞利散射光谱法,包括如下步骤:

(1)制备 Br^- 标准溶液体系:取 5 mL 刻度试管,依次移取 1、10、20、50、100 μL 1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ Br^- 标准溶液,75 μL 1.0×10^{-5} mol/L 荧光素,混合均匀,加入 150 μL 0.160 mol/L H_2O_2 ,再加入 200 μL 3.0 mol/L HCl ,用二次蒸馏水定容至 2.0 mL,混匀,静置 40 min 后,加入 500 μL 500 g/L NH_4AC ,静置 5min;

(2)制备空白对照溶液体系:用步骤(1)的方法不加 Br^- 标准液制备空白对照溶液体系;

(3)分别取按步骤(1)、(2)制备的 Br^- 标准溶液体系及空白对照溶液体系适量,置于比色皿中,在荧光分光光度计上,同步扫描激发波长和发射波长,获得体系的共振瑞利散射光谱,测定体系最大波长 360 nm 处 Br^- 标准溶液体系的共振瑞利散射峰强度值 I ,以及测定空白对照溶液体系的共振瑞利散射峰强度值 I_b ,计算 $\Delta I = I - I_b$;

(4)以 ΔI 对 Br^- 的浓度关系做工作曲线;

(5)被测物样品测定:取含有 Br^- 的被测物,然后移取一定量替换 Br^- 标准溶液,按步骤(1)~(3)操作,算出被测物的 $\Delta I_{\text{样}} = I_{\text{样}} - I_b$;

(6)根据样品测得的 $\Delta I_{\text{样}}$,查步骤(4)的工作曲线,计算出被测物中 Br^- 的浓度。

一种测定溴离子的共振瑞利散射方法

技术领域

[0001] 本发明涉及分析化学领域,具体是测定溴离子的共振瑞利散射光谱法。

背景技术

[0002] 溴是自然界中广泛存在并为人必需的一种微量元素。据报道,溴离子的缺乏会减缓动物的生长,同时引起皮疹、溴中毒、中枢神经系统衰竭、智力退化和产生痤疮等疾病,如精神病患者体内溴离子(Br^-)浓度往往偏低;溴离子还在污水处理、寻找油田等方面有重要作用。但溴离子的分析一直是一个较为薄弱的研究课题,特别是对低含量溴的测定研究得更少。近年来,随着环境生态意识的增强, Br^- 的环境作用和营养机能愈来愈受到关注。此外,随着瓶装饮用水的大量使用,水中的溴化物经消毒后产生的副产物溴酸盐具有潜在的致癌性,过量食用会损害人的血液、中枢神经和肾脏。因此,建立一种高灵敏度、高选择性、低成本的检测 Br^- 的方法,对于环境保护和人类的健康有着重要的意义。

[0003] 目前测定 Br^- 的方法主要有:分光光度法,电感耦合等离子体质谱法,循环伏安法,荧光法及离子色谱法。中子活化法被认为是灵敏度最高的方法,也是国内外常用的测定岩矿中溴含量的方法,但成本高,不易普遍开展;分光光度法方法流程长,引入试剂的种类多,检出限不高;感耦合等离子体质谱法的选择性好但实验过程复杂,仪器昂贵。样品制备复杂;循环伏安法的干扰较大,且线性范围小;X射线荧光法可以同时检查几种卤素,但是方法比较复杂,灵敏度较低。因此,建立一种简便、灵敏测定 Br^- 的方法十分必要。据我们所知,用共振瑞利散射光谱法检测溴离子的方法未见报道。

发明内容

[0004] 本发明的目的是为了提供一种简单快速测定 Br^- 的共振瑞利散射光谱法。

[0005] 一种测定 Br^- 的共振瑞利散射光谱法,包括如下步骤:

(1)制备 Br^- 标准溶液体系:取 5 mL 刻度试管,依次移取 1 ~ 100 μL 1.0 $\mu\text{g/mL}$ Br^- 标准溶液,50 ~ 100 μL 1.0×10^{-5} mol/L 荧光素,混合均匀,加入 100 ~ 180 μL 0.160 mol/L H_2O_2 ,再加入 150 ~ 250 μL 3.0 mol/L HCl ,用二次蒸馏水定容至 2.0 mL,混匀,静置 40 min 后,加入 400 ~ 600 μL 500 g/L NH_4AC ,静置 5min;

(2)制备空白对照溶液体系:用步骤(1)的方法不加 Br^- 标准液制备空白对照溶液体系;

(3)分别取按步骤(1)、(2)制备的 Br^- 标准溶液体系及空白对照溶液体系适量,置于比色皿中,在荧光分光光度计上,同步扫描激发波长和发射波长,获得体系的共振瑞利散射光谱,测定体系最大波长 360 nm 处 Br^- 标准溶液体系的共振瑞利散射峰强度值 I ,以及测定空白对照溶液体系的共振瑞利散射峰强度值 I_b ,计算 $\Delta I = I - I_b$;

(4)以 ΔI 对 Br^- 的浓度关系做工作曲线;

(5)被测物样品测定:取含有 Br^- 的被测物,然后移取一定量替换 Br^- 标准溶液,按步骤(1)~(3)操作。算出被测物的 $\Delta I_{\text{样}} = I_{\text{样}} - I_b$;

(6) 根据样品测得的 $\Delta I_{\text{样}}$, 查步骤(4)的工作曲线, 计算出被测物中 Br^- 的浓度。

[0006] 实现本发明的原理是: 在酸性条件下, H_2O_2 将 Br^- 氧化成 Br_2 , Br_2 与荧光素反应生成曙红并进一步聚集形成较大颗粒, 在 360 nm 处产生一个共振瑞利散射峰, 且共振瑞利散射峰强度与 Br^- 浓度呈线性增加, 从而可用共振瑞利散射光谱法测定 Br^- 含量。

[0007] 本发明的优点是: 与已有的方法相比, 本测定方法操作简便, 灵敏度高、选择性好。

附图说明

[0008] 图 1 为本发明实施例测定 Br^- 的部分共振瑞利散射光谱图。

[0009] 图中: a: 3×10^{-7} mol/L 荧光素 - 1.89×10^{-2} mol/L H_2O_2 - 0.36 mol/L HCl - 80 g/L NH_4AC ; b: a + 10 ng/mL Br^- ; c: a + 25 ng/mL Br^- ; d: a + 50 ng/mL Br^- 。

具体实施方式

[0010] 实施例:

应用共振瑞利散射光谱法测定 Br^- , 包括如下步骤:

(1) 制备 Br^- 标准溶液体系: 取 5 mL 刻度试管, 依次移取 1、10、20、50、100 μL 1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ Br^- 标准溶液, 75 μL 1.0×10^{-5} mol/L 荧光素, 混合均匀, 加入 150 μL 0.160 mol/L H_2O_2 , 再加入 200 μL 3.0 mol/L HCl, 用二次蒸馏水定容至 2.0 mL, 混匀, 静置 40 min 后, 加入 500 μL 500 g/L NH_4AC , 静置 5 min;

(2) 制备空白对照溶液体系: 用步骤(1)的方法不加 Br^- 标准液制备空白对照溶液体系;

(3) 分别取按步骤(1)、(2)制备的 Br^- 标准溶液体系及空白对照溶液体系适量, 置于比色皿中, 在荧光分光光度计上, 同步扫描激发波长和发射波长, 获得体系的共振瑞利散射光谱, 测定体系最大波长 360 nm 处 Br^- 标准溶液体系的共振瑞利散射峰强度值 I , 以及测定空白对照溶液体系的共振瑞利散射峰强度值 I_b , 计算 $\Delta I = I - I_b$;

(4) 以 ΔI 对 Br^- 的浓度关系做工作曲线;

(5) 被测物样品测定: 取河水、井水样品, 用滤纸过滤杂质, 然后取滤液适量替换 Br^- 标准溶液, 按步骤(1)~(3)操作。算出被测物的 $\Delta I_{\text{样}} = I_{\text{样}} - I_b$;

(6) 根据样品测得的 $\Delta I_{\text{样}}$, 查步骤(4)的工作曲线计算出被测样品中的 Br^- 含量为 856 ng/mL, 324 ng/mL。

[0011] 本发明检测方法的验证:

取步骤(5)的水样按参考文献: 唐仕明, 于剑峰, 袁存光. 双波长分光光度法测定卤水中溴离子. 盐业与化工, 2012, 7(7): 16-18 的方法测定水中 Br^- 含量, 计算得到水中 Br^- 的含量为 852 ng/mL, 319 ng/mL。测定结果与本发明的方法相一致。

[0012] 本发明实施例测定 Br^- 含量范围为 0.5 ~ 50 ng/mL, 回归方程为 $\Delta I = 35.5C + 149.5$ 。

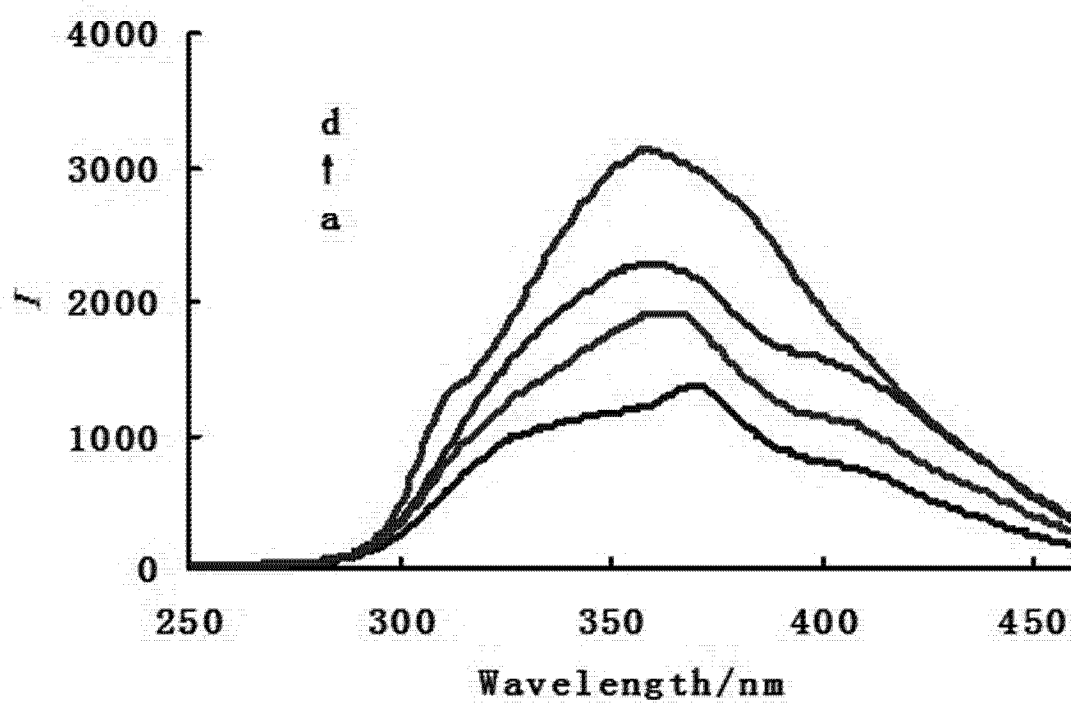


图 1