

DOI: 10.3969/j.issn.1003-0972.2010.01.034

罗丹明 6G 分光光度法测定水中亚硝酸根

翟好英*, 饶晓绪, 黄成华

(内江师范学院 化学与生命科学学院, 四川 内江 641112)

摘要:在盐酸介质中,在 KBr 催化作用下,罗丹明 6G 与亚硝酸根发生氧化还原反应而使罗丹明 6G 褪色,且在 527 nm 处的吸光度明显降低.在 0.05 ~ 1.5 mg/L 范围内,体系吸光度变化值 A 与 NaNO_2 浓度之间呈良好线性关系,相关系数 r 为 0.999 3,表观摩尔吸光系数为 $1.09 \times 10^5 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$.此方法直接用于测定实际水样中痕量 NaNO_2 ,回收率为 99.4% ~ 104.2%.

关键词:分光光度法;亚硝酸根;罗丹明 6G

中图分类号:O657.32 **文献标志码:**A **文章编号:**1003-0972(2010)01-0134-03

Spectrophotometric Determination of Trace Nitrite with Rhodamine 6G

ZHA I Hao-ying*, RAO Xiao-xu, HUANG Cheng-hua

(Department of Chemistry and Life Sciences, Neijiang Teachers College, Neijiang 641112, China)

Abstract: The redox reaction between rhodamine 6G and nitrite with KBr as the catalyst discolored rhodamine 6G in the medium of HCl, and the absorbance at 527 nm decreased obviously. There was a good linear relationship between the A value and the concentration of sodium nitrite in the range of 0.05 ~ 1.5 mg/L. The correlation coefficient was 0.999 3 and the apparent molar absorptivity was $1.09 \times 10^5 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$. The recovery was in the range of 99.4% ~ 104.2%. The method has been applied for the determination of trace nitrite in water samples with satisfactory results.

Key words: spectrophotometer; nitrite; rhodamine 6G

0 引言

亚硝酸根广泛存在于水、土壤、蔬菜和肉类制品中,进入人体后可与仲胺或酰胺等反应生成具有致癌作用的亚硝酰胺化合物,亦可以使血中低铁血红蛋白氧化成高铁血红蛋白,失去运氧的功能,致使组织缺氧,出现青紫而中毒.因此,分析测定亚硝酸根含量在环境监测和食品分析中具有重要的实际意义.目前测定亚硝酸根的方法很多,较常见的有:分光光度法^[1-3]、荧光分析法^[4-5]、共振散射法^[6-7]、离子色谱法^[8]和极谱法^[9-10]等.但尚未见有用罗丹明 6G 分光光度法测定痕量亚硝酸根的研究报道.本研究表明,在盐酸介质中,在 KBr 催化作用下,罗丹明 6G 氧化亚硝酸根而使罗丹明 6G 褪色,体系的吸光度降低,且在一定范围内,吸光度变化值 A 与 NaNO_2 浓度之间呈较好的线性关

系.据此,建立了一种直接测定痕量亚硝酸根的新方法.

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

T6 新世纪紫外可见分光光度计(北京普析通用仪器有限责任公司).

亚硝酸钠标准溶液:准确称取在硅胶干燥器干燥 24 h 的亚硝酸钠 0.050 0 g,加水溶解移入 100 mL 棕色容量瓶中,加 0.20 mL 氯仿溶液,加水稀释至刻度,混匀,得到 0.50 g/L 的储备液,在 4 °C 避光贮存.使用时稀释成 5.0 mg/L 的工作液.

0.10 g/L 罗丹明 6G(Rh6G)溶液;6.0 mol/L 盐酸;50 g/L 溴化钾溶液;氯仿溶液.所用试剂均为分析纯,实验用水均为超纯(UP)水.

收稿日期:2009-09-21;修订日期:2009-11-03;*.通讯联系人,E-mail:hszhy@163.com

基金项目:四川省教育厅自然科学基金项目(2006B101)

作者简介:翟好英(1973-),女,河南新郑人,讲师,主要从事光谱学与光谱分析研究.

1.2 实验方法

于 10 mL 比色管中分别加入 0.50 mL 0.10 g/mL Rh6G 溶液, 0.80 mL 50 g/L KBr 溶液, 适量的 NaNO_2 标准溶液和 1.5 mL 盐酸, 定容至 5 mL, 摇匀. 以 UP 水为参比, 于 527 nm 波长处, 用 1 cm 比色皿测定试样溶液的吸光度 A , 并测定试剂空白的吸光度 A_0 , 计算 $A = A_0 - A$.

2 结果与讨论

2.1 吸收光谱

如图 1, 在盐酸和 KBr 溶液中, 罗丹明 6G 在 527 nm 处有 1 个强吸收峰. 随着 NaNO_2 溶液的加入, 由于在 KBr 催化作用下 Rh6G 与 NaNO_2 发生氧化还原反应, 从而使得体系在 527 nm 处的吸收峰下降. 且随着 NaNO_2 浓度的增大, 体系吸光度值随之减小. 故本文选择 527 nm 为测定波长.

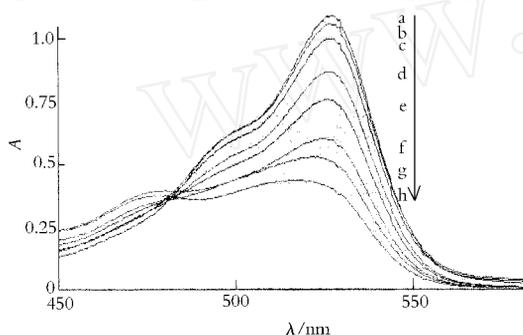


图 1 吸收光谱

Fig 1 Absorption spectra

- a: 0.50 mL Rh6G + 0.80 mL KBr + 1.5 mL HCl;
 b: a + 0.05 mL NO_2^- ; c: a + 0.10 mL NO_2^- ;
 d: a + 0.30 mL NO_2^- ; e: a + 0.60 mL NO_2^- ;
 f: a + 0.90 mL NO_2^- ; g: a + 1.2 mL NO_2^- ;
 h: a + 1.5 mL NO_2^- .

2.2 条件的选择

2.2.1 反应介质及酸度的选择

按照实验方法, 分别研究了盐酸、硫酸、磷酸和 B-R 缓冲液 4 种反应介质对体系线性关系、灵敏度和稳定性的影响. 结果表明, 在硫酸、磷酸和 B-R 缓冲液介质中, 体系的吸光度变化值 A 与 NaNO_2 标准溶液浓度之间的线性关系较差. 以盐酸为反应介质时, 体系最稳定且灵敏度和线性关系均较好, 故本文选用盐酸作为反应介质. 考察了 6.0 mol/L HCl 溶液不同用量的影响. 结果表明, 随着 HCl 溶液用量的增大, A 先增大后减小. 当其用量为 1.5 mL 时, A 最大且最稳定. 因此, 本文选用 6.0 mol/L HCl 溶液的最佳用量为 1.5 mL.

2.2.2 试剂加入顺序的选择

考察了几种试剂不同加入顺序对体系灵敏度和稳定性的影响. 结果表明, 以 “Rh6G + KBr + NaNO_2 + HCl” 的加入顺序体系灵敏度较高且稳定性较好. 因此, 本文采用此加入顺序.

2.2.3 Rh6G 用量的选择

考察了 Rh6G 用量对体系稳定性和灵敏度的影响. 结果表明, 由于 Rh6G 与 NO_2^- 发生氧化还原反应, 随着 Rh6G 用量的增大, A 先随之增大, 当二者反应完全后又随之减小. 当 Rh6G 用量为 0.50 mL 时, 它与 NO_2^- 反应完全, A 最大. 因此, 本文选用 0.10 g/L Rh6G 的最佳用量为 0.50 mL.

2.2.4 KBr 溶液的用量选择

实验表明, 体系中若不加 KBr, 则 Rh6G 与 NaNO_2 反应速度较慢, 且 A 与 NaNO_2 浓度之间线性关系较差. 体系中加入 KBr 后, 反应迅速且体系线性关系较好. 考察了 KBr 溶液不同用量的影响. 结果表明, 随着 KBr 溶液用量的增大, A 随之增大, 继而又随之减小. 当其用量为 0.80 mL 时, A 最大且体系较稳定. 因此, 本文选用 50 g/L KBr 溶液的最佳用量为 0.80 mL.

2.3 体系的稳定性

在优化条件下, 按照实验方法, 考察了反应时间对体系稳定性的影响. 结果表明, 在 20 min 内反应完全, 吸光度基本不变, 且放置 1 h, 体系的吸光度值亦基本不变. 说明该体系较稳定.

2.4 共存离子的影响

在优化条件下, 按照实验方法, 对常见共存离子的影响进行了实验. 结果表明, 当相对误差在 $\pm 5\%$ 范围内, 各种共存离子对测定 0.50 mg/L NaNO_2 基本不干扰, 说明该方法选择性较好, 结果见表 1.

2.5 工作曲线

在优化条件下, 按照实验方法测定 NaNO_2 不同浓度所对应的 A . 以 NaNO_2 的质量浓度为横坐标, 体系 A 为纵坐标, 绘制工作曲线. 结果表明, 在 0.05 ~ 1.5 mg/L 范围内, A 与 NaNO_2 的质量浓度之间呈较好的线性关系. 其线性回归方程为: $A = -1.615 \times 10^{-4} + 0.5114c$ (mg/L), 相关系数 $r = 0.9993$, 摩尔吸光系数为 $\epsilon = 1.09 \times 10^5 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$.

2.6 样品分析

分别将所取得的 3 个不同水样过滤, 分别移取一定体积, 按照实验方法, 测定水样中亚硝酸根的含量, 并进行回收实验, 结果如表 2 所示.

表 1 共存离子的影响

Tab 1 Effect of coexistence ions

| 共存离子 | 允许量 (以倍数计) | 相对误差 /% |
|-------------------------------|------------|---------|
| Ba ²⁺ | 6 576 | - 1. 5 |
| PO ₄ ³⁻ | 6 320 | 4. 5 |
| F ⁻ | 2 500 | - 3. 8 |
| NO ₃ ⁻ | 2 480 | - 2. 9 |
| SO ₄ ²⁻ | 1 920 | 3. 0 |
| Zn ²⁺ | 1 373 | - 2. 1 |
| NH ₄ ⁺ | 540 | 2. 8 |
| Ca ²⁺ | 480 | - 1. 6 |
| Al ³⁺ | 315 | 0. 3 |
| Fe ³⁺ | 168 | 2. 9 |
| Mn ²⁺ | 73 | 1. 7 |
| Cu ²⁺ | 68 | 3. 9 |
| Sr ²⁺ | 66 | 2. 8 |
| Co ²⁺ | 50 | 2. 7 |
| Pb ²⁺ | 2 | 4. 5 |
| Ni ²⁺ | 2 | 2. 3 |
| D ₃ ⁻ | 0. 6 | - 1. 5 |

表 2 水样中 NO₂⁻ 测定结果 (n=5)

Tab 2 Determination results of nitrite in water samples (n=5)

| 样 品 | 测定值 / | 加标值 / | 加标测定值 / | 回收率 | RSD |
|------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-------|-----|
| | (mg·L ⁻¹) | (mg·L ⁻¹) | (mg·L ⁻¹) | /% | /% |
| 自来水 | 0.062 1 | 0.060 0 | 0.062 5 | 104.2 | 4.9 |
| 生活污水 | 0.073 1 | 0.070 0 | 0.069 6 | 99.4 | 4.7 |
| 沱江水 | 0.098 2 | 0.100 0 | 0.103 2 | 103.2 | 3.1 |

3 结论

本文研究了在 HCl 介质中 KB₁ 催化罗丹明 6G 氧化 NaNO₂ 而使溶液褪色,且吸光度明显降低。在一定范围内,吸光度变化值 A 与 NaNO₂ 浓度之间基本符合比尔定律,据此建立了一种测定水中痕量亚硝酸盐的分光光度法。该方法简便快速,灵敏度较高,选择性较好。

参考文献:

- [1] 王治科,刘清玲.天青 i 褪色光度法测定亚硝酸根的研究 [J]. 河南师范大学学报:自然科学版, 2003, 31 (1): 71-73.
- [2] 刘秀萍,张新艳.溴酸钾-溴甲酚绿催化光度法测定痕量亚硝酸根 [J]. 化学试剂, 2008, 30 (6): 431-433.
- [3] 张江,陈王静,叶松,等.催化动力学光度法测定亚硝酸根 [J]. 信阳师范学院学报:自然科学版, 2006, 19 (1): 64-65.
- [4] 邓湘舟,刘振南,邓晴予.荧光熄灭法测定痕量亚硝酸根离子研究 [J]. 化学试剂, 2008, 30 (8): 581-583.
- [5] 唐宁莉.催化荧光法测定痕量亚硝酸根 [J]. 桂林工学院学报, 2005, 25 (4): 552-555.
- [6] 董存智.罗丹明 6G 共振光散射法测定痕量亚硝酸根 [J]. 淮北煤炭师范学院学报:自然科学版, 2007, 28 (4): 35-37.
- [7] 蒋治良,刘庆业,梁爱惠.吡啶橙缔合微粒共振散射光谱法测定痕量 NO₂⁻ [J]. 广西师范大学学报:自然科学版, 2004, 22 (4): 57-60.
- [8] 关翠林,孟双明,郭永.离子色谱法测定水果中亚硝酸盐和硝酸盐 [J]. 理化检验:化学分册, 2008, 44 (8): 765-767.
- [9] 王金中,李艳霞.催化动力学极谱法测定痕量亚硝酸根 [J]. 信阳师范学院学报:自然科学版, 2005, 18 (4): 434-436.
- [10] 杨丽珠,李永,刘炜,等.亚硝酸根的极谱测定 [J]. 分析科学学报, 2006, 22 (2): 239-240.

责任编辑:张建合