

文章编号:1673-0062(2009)03-0058-03

茜素红褪色分光光度法测定矿泉水中痕量溴酸根

陈云生, 李 成, 杨胜园, 何爱桃

(南华大学 公共卫生学院, 湖南 衡阳 421001)

摘 要:在 0.60 mol/L 的盐酸介质中, BrO_3^- 与溴化钾反应生成单质溴, 单质溴氧化茜素红使其褪色, 褪色程度(ΔA)与 BrO_3^- 浓度成比例. 据此建立了测定矿泉水中痕量溴酸根新方法. 结果表明, 茜素红最大吸收波长为 421 nm, BrO_3^- 的线性范围为 0.4 ~ 1.6 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ($r=0.9988$), 回归方程为 $\Delta A = 50\rho + 0.0024$, 检出限为 0.12 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 样品分析相对标准偏差为 1.37% ~ 1.48%, 加标回收率为 96.2% ~ 103.4%.

关键词:茜素红; 溴酸根; 褪色光度法; 矿泉水

中图分类号: O657.3 **文献标识码:** A

Decoloration Spectrophotometric Determination of Trace Bromate in Mineral Water with Alizarin Red

CHEN Yun-sheng, LI Cheng, YANG Sheng-yuan, HE Ai-tao

(School of Public Health, University of South China, Hengyang, Hunan 421001, China)

Abstract: In the 0.60 mol/L HCl solution, BrO_3^- could react with KBr to form simple substance bromine, Alizarin red was oxidized by the bromine and made it fading, The extent of the fading(ΔA) was in proportion with concentration of BrO_3^- . Based on those, the method was established for the determination of trace of trace BrO_3^- in mineral water. Results: The maximum absorption peak of alizarin red lied at 421 nm. The linear range of BrO_3^- was 0.4 ~ 1.6 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ($r=0.9988$). The regression equation was $\Delta A = 50\rho + 0.0024$. The lowest detection limit was 0.12 $\mu\text{g}/\text{mL}$. The samples analysis of the relative standard deviation were 1.371% ~ 1.48%. The recoveries were 96.2% ~ 103.4%.

Key words: Alizarin red; Bromate; Decoloration spectrophotometry; Mineral water

0 引言

臭氧是常用的矿泉水生产过程中的消毒剂, 用它处理后的水无异味, 颜色也更清澈. 但是, 臭氧可将水中的溴化物氧化成溴酸根, 而溴酸根已被国际癌症研究中心(IARC)确定为 2B 级潜在致

癌物^[1]. 因此, 研究矿泉水中痕量溴酸根离子的测定方法对于矿泉水生产的卫生监督和安全性评价具有重要意义.

目前, 水中溴酸根的测定方法较多, 主要有分光光度法^[2], 荧光猝灭法^[3], 气相色谱法^[4], 高效液相色谱法^[5]等, 而利用茜素红褪色光度法测定

收稿日期: 2009-05-14

作者简介: 陈云生(1961-), 男, 湖南祁东人, 南华大学公共卫生学院副教授. 主要研究方向: 有毒有害物质检验.

矿泉水中溴酸根国内未见报道。

本文研究了在 0.60 mol/L 的盐酸条件下, BrO_3^- 与溴化钾反应生成单质溴, 单质溴氧化茜素红使其褪色, 甲基紫的褪色程度随溴酸根离子加入量的增加而增加, 建立了测定矿泉水中痕量溴酸根新方法. 本法简便、灵敏、选择性好, 用于矿泉水中溴酸根离子的定量检测, 结果满意。

1 材料与方法

1.1 仪器和试剂

723 型分光光度计(北京瑞利分析仪器厂), 恒温水浴箱, UV-8500 紫外可见分光光度计(上海天美科学仪器公司)等。

10 mg/mL 溴酸钾标准储备液: 溴酸钾经干燥, 称取 1.000 g, 用水溶解定容至 100 mL, 然后配制成 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 溴酸钾标准使用液(临用时配制). 5.0 g/L 溴化钾溶液; 6.00 mol/L 的盐酸溶液; 0.1 mg/mL 茜素红溶液。

试剂均为分析纯, 试验用水为二次蒸馏水。

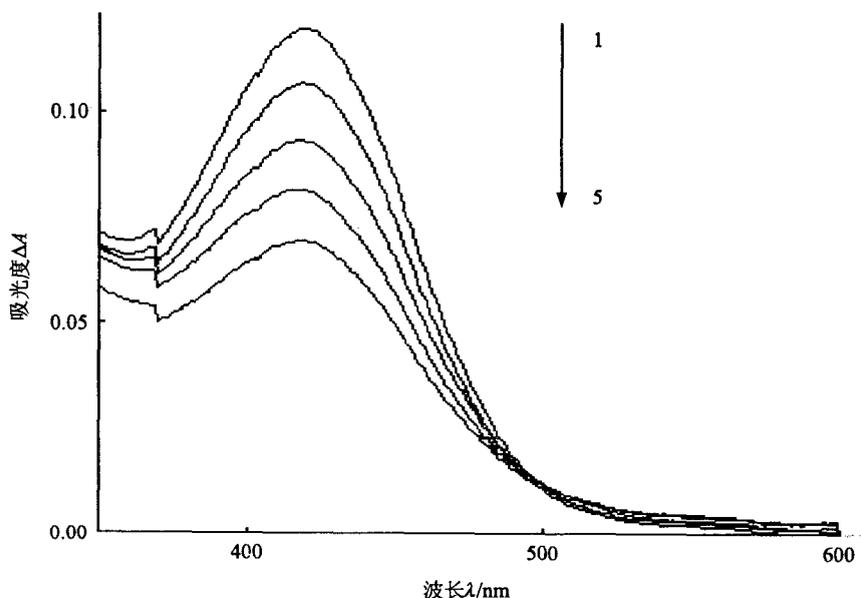
1.2 试验实验方法

取 5 支比色管, 分别加入一定量的溴酸钾标准使用液, 然后向每管加入盐酸溶液 1.00 mL, 茜素红溶液 2.00 mL, 溴化钾溶液 2.00 mL. 用水定容至 10 mL, 摇匀, 室温下静置 5 min, 以水作参比, 先进行波长扫描, 确定体系的最大吸收波长为 421 nm, 然后在最大吸收波长处分别测定空白液吸光度值 A_0 和试样溶液的吸光度值 A_i , 并计算 $\Delta A = A_i - A_0$. 以 ΔA 对应的溴酸钾标准溶液浓度绘制标准曲线, 进行定量测定。

2 结果与讨论

2.1 吸收曲线

在 350 ~ 600 nm 之间分别扫描试剂空白溶液和溴酸钾标准溶液, 绘制吸收光谱曲线. 由图 1 可见, 两种溶液的形貌完全相同, 最大吸收波长均在 $\lambda = 421 \text{ nm}$ 处, 且随着 BrO_3^- 含量的增加吸光度值成比例下降, 从而确定体系为单纯性褪色反应^[6], 故选取 421 nm 为测定波长。



1: 0.6 mol/L 盐酸 HCl + 0.02 mol/L 茜素红 + 1.0 g/L 溴化钾吸收光谱

2-5: (0.5、1.0、1.5、2.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$) 溴酸钾 + 0.6 mol/L 盐酸 HCl + 0.02 mol/L 茜素红 + 1.0 g 溴化钾吸收光谱

图 1 吸收光谱图

Fig. 1 Absorption spectra

2.2 酸性介质及用量选择

分别在 0.2、0.3、0.60 mol/L 三种不同浓度的盐酸、硫酸、磷酸溶液中, 进行 BrO_3^- 氧化茜素红的褪色反应试验, 结果显示: 在盐酸溶液中 BrO_3^- 氧化茜素红的褪色反应稳定性、灵敏度高于磷酸和硫

酸溶液, 因此选择盐酸溶液为褪色反应介质。

取 0.05、0.10、1.00、2.00、3.00、4.00 mL 的 6.00 mol/L 盐酸溶液进行褪色反应试验, 结果表明: 反应体系中加入 1.00 mL 6.00 mol/L 盐酸溶液(体系中盐酸浓度为 0.6 mol/L), 茜素红褪色

反应的 ΔA 最大而且稳定.

2.3 茜素红用量选择

取 0.50、1.00、1.50、2.00、3.00、3.50 mL 的 0.10 mg/mL 的茜素红溶液进行褪色反应试验. 结果表明, 加入 2.00 mL 0.10 mg/mL 的茜素红溶液(体系中茜素红的浓度为 0.02 mg/mL), 褪色反应溶液的 ΔA 最大, 而且稳定. 如果茜素红的用量过多, 空白管的本底值会很高, 颜色变化不明显导致 ΔA 很小, 进而降低方法灵敏度, 如果茜素红的用量太少则会因为 BrO_3^- 没有完全反应而降低方法灵敏度.

2.4 KBr 用量选择

在反应体系中加入 0、0.10、0.20、0.50、1.00、1.50 mL 的 5.0 g/L 溴化钾溶液进行褪色反应试验. 结果表明, 反应体系中加 0.20 mL 5.0 g/L 溴化钾溶液(体系中溴化钾浓度为 0.1 g/L), 褪色溶液 ΔA 最大而且稳定.

2.5 反应时间与温度选择

取 1.0 $\mu\text{g/mL}$ 溴酸钾标准溶液, 按照 1.2 试验方法, 在不同温度(10、15、20、25、30、45、40 $^\circ\text{C}$) 和不同反应时间(5、10、20、30 min) 下进行褪色反应试验, 结果显示: 体系在 25 $^\circ\text{C}$ 下反应 5 min 后 ΔA 最大且稳定不变, 所以选择在 25 $^\circ\text{C}$, 反应 5 min 后进行测定.

2.6 干扰试验

取 0.4 $\mu\text{g/mL}$ 溴酸钾标准溶液, 按照 1.2 试验方法进行干扰试验, 相对误差 $\leq \pm 5\%$, 共存离子的允许量(mg)为: K^+ 、 Na^+ (100); Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Al^{3+} (50); Cu^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Fe^{3+} 、 PO_4^{3-} (10); 氧化性阴离子 MnO_4^- 、 IO_3^- 、 ClO_3^- 、 $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ 等在实验条件下对茜素红有褪色作用, 由于在实际样品中上述干扰离子存在量极少或不存, 故在实际测定中它们不干扰样品的测定.

2.7 检出限和回归方程

根据优化的试验条件对空白溶液进行 11 次平行测定, 按照 $3s_0/k$ (s_0 表示空白溶液的标准偏差, k 表示工作曲线的斜率) 计算出方法的检出限为 0.12 $\mu\text{g/mL}$.

分别取 0、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50、3.00、3.50、4.00、4.50、5.00 mL 溴酸钾标准使用液, 按 1.2 的试验方法制作标准曲线, 结果表明, 溴酸钾含量在 0.40 ~ 1.60 $\mu\text{g/mL}$ 的范围内与茜素红的褪色程度成正比, 得到线性方程为 $\Delta A = 50\rho + 0.0024$, 相关系数 $r = 0.9988$.

2.8 样品分析

取两种品牌矿泉水样各 200 mL, 水浴蒸发至 10 mL 以下, 冷却至室温, 转移至 10 mL 比色管中并定容至刻度. 移取其中 5.0 mL 按 1.2 方法进行测定, 并进行回收率试验, 结果见表 1.

表 1 样品分析结果($n=5$)

Table 1 Analytical results for r samples

样品	样品测定量 / μg	加标量 / μg	回收量 / μg	回收率 / $\%$	RSD / $\%$
1	-	10	10.34	103.4	1.37
2	-	10	9.62	96.2	1.48

注:“-”未检出

3 结论

文章建立了测定矿泉水中溴酸根含量的新方法, 该法简便快速、灵敏(检出限 0.12 $\mu\text{g/mL}$), 结果准确可靠($\text{RSD} < 5\%$, 回收率 96.2 ~ 103.4), 可满足实际样品测定的需要, 具有一定的应用价值.

参考文献:

- [1] 徐霞, 应兴华, 段彬伍. 离子色谱法(抑制电导)测定面粉中溴酸根的含量[J]. 中国粮油学报, 2008, 16(2): 59-63.
- [2] 林仁权, 汪志华, 胡文兰. 褪色分光光度法测定微量溴酸

根[J]. 中国卫生检验杂志, 2008, 18(8): 1554-1555.

- [3] 王海霞, 盛丽, 韩小茜. 罗丹明 B 荧光猝灭法测定微量溴酸根离子[J]. 光谱实验室, 2007, 24(4): 587-589.
- [4] 申素芳, 张涛, 马军, 等. 用 GC-ECD 测定水中痕量溴酸根的方法[J]. 环境科学学报, 2007, 27(6): 1029-1033.
- [5] 陈伟鹏, 马军, 张涛, 等. HPLC-UV 测定水中微量溴酸根的方法[J]. 环境科学学报, 2007, 27(9): 1575-1579.
- [6] 刘文明, 马卫兴. 褪色光度法测定微量溴酸根离子[J]. 化学试剂, 1999, 21(3): 164-165.