

茜素络合酮紫外光度法测定牙膏中的氟含量

UV-049

摘要：本文采用茜素络合酮紫外分光光度法对牙膏中甲氟含量进行了测试。实验线性相关系数 $R^2=0.99984$ ，回收率 84.5% ~ 92.5%，RSD 值为 2.32%。结果表明，该方法简单、且灵敏度高，满足牙膏中氟含量测试的要求。

关键词：茜素络合酮紫外分光光度法牙膏氟含量

氟是地壳中广泛存在的非金属元素，也是人体内重要的微量元素之一，是骨骼和牙齿中不可缺少的成分，适当的氟可以预防龋齿和骨质疏松。但高浓度的氟对人体的危害也很大，轻则表现为氟斑牙，重则导致氟骨症等急性氟中毒疾病。氟中毒严重危害着人们的健康，研究氟的检测方法对氟的检测方法有着切实的实用价值。欧洲化妆品标准《EC 1223-2009》规定成人牙膏中总氟的质量分数不得超过 0.15%，任何含有 0.1% 至 0.15%

的氯化物的儿童牙膏，必须标记“使用豌豆大小的量监督刷牙”以减少吞咽。我国也对牙膏中氟含量提出要求，规定成人牙膏中总氟的质量分数在 0.05% ~ 0.15%，儿童含氟牙膏中氟的质量分数则应控制在 0.05% ~ 0.11%。目前氟化物测定方法有电极电位法，离子色谱法，高效液相色谱法，气相色谱法，流动注射法等，本文采用茜素络合酮分光光度法对口腔卫生用品中的氟含量进行测定。

实验部分

1.1 实验原理

样品在酸性条件下，蒸馏分离氟化物，在 pH=5.2 乙酸缓冲溶液中，氟离子与茜素络合酮（ALC）和镧的络合物反应生成蓝色三元络合物，其颜色深浅与氟离子浓度成正比。用分光光度计在波长 621.8 nm，测定样品的吸光度，与标准曲线比较，计算其含量。

1.2 仪器

UV-2600（岛津）

10mm 石英比色皿

1.3 试剂

1.3.1 氢氧化钠溶液（80 g/L）：称取氢氧化钠 4 g，溶于水并稀释至 50 mL。

1.3.2 硫酸（1+1）：取优级纯硫酸（ $\rho=1.84$ g/mL）50 mL，缓慢加入到 50 mL 水中，混匀。

1.3.3 盐酸（0.1 mol/L）：取优级纯浓盐酸（ $\rho=1.19$ g/mL）0.83 mL 加水到 100 mL。

1.3.4 乙酸（ $\rho=1.049$ g/mL）。

1.3.5 茜素络合酮溶液（3.85 g/L）：称取茜素络合酮 0.385 g，加入数滴氢氧化钠溶液（1）使其溶解，用盐酸溶液（3）调节，使溶液由紫变红，此时溶液的 pH 为 4.5。用水稀释至 100 mL，存储在棕色瓶中，冷藏保存。

1.3.6 缓冲溶液：称取三水乙酸钠 10 g 溶于约 20 mL 水中，加乙酸 1.1 mL，用酸度计以乙酸钠或乙酸调节 pH 为 5.2，加水稀释至 100 mL。

1.3.7 硝酸镧溶液（4.33 g/L）：称取六水硝酸镧 0.433 g 溶于水中并稀释至 100 mL。

1.3.8 丙酮。

1.3.9 氟标准储备溶液 [$\rho(F^-)=1000$ mg/L]：称取已于 120℃ 烘 2 h 的氟化钠 0.221 g，溶于水中，并转入 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度。

1.3.10 氟标准使用溶液 [$\rho(F^-)=10$ mg/L]：准确吸取氟标准储备溶液（1.3.9）1.0 mL 置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，储存在聚乙烯瓶中。

测定步骤

2.1 标准曲线绘制

分别吸取标准使用溶液 0、0.50、1.00、2.00、4.00、5.00 mL 于 50 mL 比色管中，相当于含 0、5.00、10.00、20.00、40.00、50.00 $\mu\text{g F}^-$ ，加茜素络合酮溶液（1.3.5）1.00 mL，缓冲溶液（1.3.6）5.0 mL，硝酸镧溶液（1.3.7）1.0 mL 和丙酮（1.3.8）15.0 mL，加水至刻度，

混匀。在室温下放置 1 h，扫描 40.00 μg 标准溶液，得到最大吸收波长为 621.8 nm，于 621.8 nm 波长下，用 1 cm 比色皿，以空白溶液做参比，测定其吸光度。以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

2.2 样品前处理

准确称取混匀试样 0.5 g，加氢氧化钠溶液（1.3.1）3.0 mL。一边振摇，一边小火加热约 5 min。然后用水 50 mL 分次洗入双颈烧瓶中。加数粒玻璃珠及硫酸溶液（1.3.2）40 mL，连接蒸馏装置。加热蒸馏。当烧瓶内温度上升到 130℃时，开始通入蒸汽，控制蒸馏温度为 140~150℃。用已预先加水约 20 mL 的 200 mL 容量瓶收集馏液。当容量瓶中溶液约 180 mL 时，停止蒸馏。加水至刻度，混匀，作为待测溶液。

2.3 样品测定

取待测溶液 20 mL 于 50 mL 比色管，以下同标准溶液进行操作，从校准曲线上查出氟含量。

由图 1 可以看到，在 0~50 μg 范围内，线性关系良好，相关系数 $R^2=0.99984$ 。

3.3 样品测定结果

样品测试结果，按式 1 计算

$$\omega(F) = \frac{m_1 * V_2}{m * V_1 * 10000} \dots\dots\dots \text{式 1}$$

$\omega(F)$ --- 样品中氟的质量分数，% (w/w)；

m_1 --- 测试溶液中氟的质量，μg；

V_1 --- 比色时吸取蒸馏液体体积，mL；

V_2 --- 蒸馏液定容时总体积，mL；

m --- 样品取样量，g。

表1 样品测定结果

样品名称	称样量 (g)	取样体积 (mL)	测定值 (μg)	含量 (%)
1#	0.524	20	25.32	0.048
2#	0.489	20	21.91	0.045

实验结果

3.1 氟标准溶液的光谱扫描图

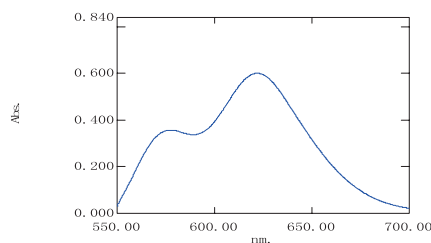
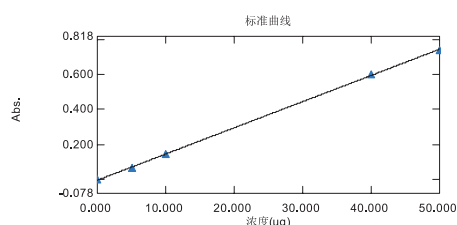


图1 20μg 氟标准溶液光谱图

从以上光谱图中可以看到最大吸光度对应波长为

621.8 nm

3.2 标准曲线



$y = 0.01494x - 0.00338$
相关系数 $r^2 = 0.99984$

图2 氟标准曲线

3.3 加标回收实验

取 0.4914 g、0.5018 g 样品分别加 2 mL 10 mg/L 的标准溶液，按照样品前处理方式进行，测试回收率结果如表 2。

表2 加标回收率测试结果

样品名称	称样量 (g)	加标量 (μg)	测定值 (μg)	回收率 (%)
1#	0.502	20	41.65	92.8
2#	0.491	20	39.31	84.5

3.4 精密度实验及方法检出限

在选定实验条件下对样品连续测定 6 次，计算 RSD 值为 2.32%，对样品空白连续测定 10 次，计算方法检出限为 1.80 μg。

结论

本文采用茜素络合酮分光光度法对牙膏中氟含量进行了测试。实验线性良好，回收率高，结果表明该方法简单方便、灵敏度高，完全可以满足牙膏中氟含量的测定。