

分光光度法测定牙膏中磷含量的含量方案设计

罗涛¹, 岳宇超²

(1.陕西省汉中市环境监测中心站, 陕西 汉中 723000; 2 陕西云检分析检测科技有限公司,
陕西 汉中 723100)

摘要: 牙膏中的磷主要以磷酸盐的形式存在, 作为氟的载体, 对于改善牙齿健康有着重要的作用, 因此寻找一种准确、快速的测定牙膏中磷含量的方法有着重要意义。综合考虑各种方法的优劣, 本文用磷钒钼酸法测定黑人、高露牙膏、六必治三种牙膏中磷含量, 利用硫酸和高氯酸消解样品, 后分取 5mL 样品, 在 3 滴二硝基酚做指示剂的情况下, 用氢氧化钠或者硫酸将样品调节为淡黄色后, 加入 5mL 钼锑抗显色剂进行显色 30min 后, 在磷标准溶液浓度为 0.0~0.6 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的线性范围内进行测定, 线性关系为 $y = 0.7021x + 0.0088$, $R^2 = 0.9991$ 。该方法测定牙膏中磷元素的相对标准偏差在 1.21%~3.40%之间, 加标回收率在 96.5%~102.2%之间。实验结果表明: 该方法是一种准确、简单、快速的测定牙膏中磷元素的方法。

关键词: 牙膏;磷;磷钒钼酸法;分光光度法

Content Scheme Design of Spectrophotometric Determination of Phosphorus Content in Toothpaste

Luotao¹, Yueyuchao²

(1.Shaanxi Hanzhong Environmental Monitoring Center Station, Shaanxi Hanzhong, 723000

2.Shaanxi Yunjian Analysis and Detection Technology Co., Ltd, Shaanxi Hanzhong, 723000)

Abstract: Phosphorus in toothpaste mainly exists in the form of phosphate. As a carrier of fluoride, it plays an important role in improving the health of teeth. Therefore, it is important to find an accurate and rapid method to determine the phosphorus content in toothpaste. Comprehensively considering the advantages and disadvantages of various methods, this paper uses the phosphovanadio molybdic acid method to determine the phosphorus content of three toothpastes, namely, Black Toothpaste, Gaolu Toothpaste and Liubizhi Toothpaste. After the sample is digested with sulfuric acid and perchloric acid, 5mL of the sample is taken. With three drops of dinitrophenol as the indicator, the sample is adjusted to light yellow with sodium hydroxide or sulfuric acid. After adding 5mL of molybdenum antimony anti developer for color development

for 30min, the concentration of phosphorus standard solution is $0.0 \sim 0.6 \mu$ Determine in the linear range of g/mL, the linear relationship is $y=0.7021x+0.0088$, $R^2 = 0.9991$ 。 The relative standard deviation of this method for the determination of phosphorus in toothpaste is $1.21\% \sim 3.40\%$, and the recovery rate of added standard is $96.5\% \sim 102.2\%$. The experimental results showed that the method was accurate, simple and rapid for the determination of phosphorus in toothpaste.

Keywords: Toothpaste; Phosphorus; Phosphovanadomolybdic acid method; Spectrophotometry

1 引言

磷元素主要以磷酸盐的形式存在于自然界中,对于人体健康生长来说,磷元素是一种必不可少的成分,在人体中约占 1%,主要集中在人体骨骼和牙齿中。若人体磷元素摄入过量,很可能会出现骨质疏松易碎、牙齿蛀蚀、明显缺钙、精神萎靡不振等现象,甚者出现高磷血症。若人体磷元素缺乏时,会导致牙龈溢脓,同时影响钙元素的吸收,从而引起佝偻病等疾患,还会使人感到虚弱无力、全身疲劳、肌肉酸痛、食欲不振。因此,人体磷元素缺乏或者过量都会危及身体健康,正确的控制磷元素摄入量,就显得非常必要。

人类日常生活用品,牙膏主要是由无机盐、碱和有机化合物组成的混合物。许多牙膏的配方含有钙和磷酸钠,有助于与牙齿轻度摩擦,且能有效美白,磷酸盐常被作为氟载体,以改善牙齿健康,防止牙齿腐坏。因此,在牙膏中磷元素具有重要的作用,如何准确的测定牙膏中磷元素含量有着重要的意义。

现阶段,磷元素的分析方法主要有重量法、容量法、分光光度法、离子色谱法和电感耦合等离子体发射光谱法等。而分光光度法一直以来是磷元素分析的经典方法,且具有对分析仪器及实验环境要求不高、成本较低等优点,基于此,本文选择用钼蓝分光光度法测定牙膏中磷元素含量。

2 实验部分

2.1 实验原理

加热后,在硫酸和高氯酸的强氧化作用下,消耗掉牙膏中的有机物组分,使得样品完全分解,磷元素全部转化为磷酸盐后进入溶液体系。在硫酸介质中,生成磷钼杂多酸盐,利用还原剂还原后即可生成磷钼杂多盐,溶液变蓝的程度与其中磷元素含量成正比。

2.2 实验仪器

721型分光光度计（上海精密科学仪器有限公司）、ME204E型电子天平(万分之一)（梅特勒-托利多仪器（上海）有限公司）、SKML-3-4型智能型电热板（北京中兴伟业仪器有限公司）、其他玻璃器皿。

2.3 标准物质及试剂

GBW(E)083181水中总磷1000mg/L（北京坛墨质检科技有限公司）；硫酸、高氯酸、盐酸、氢氧化钠、0.2%二硝基酚指示剂；

钼锑储存液：将153mL浓硫酸边搅拌边加入约400mL纯净水中，冷却。称取10.0g钼酸铵溶于约60°C的300 mL纯净水中，冷却。然后将上述硫酸溶液缓缓加入钼酸铵溶液中，再加入100mL 0.5%酒石酸锑钾溶液，最后用水稀释至1L，盛于棕色瓶中，备用。

钼锑抗显色剂：称1.5 g抗坏血酸(C₆H₈O₆, 左旋比旋光度+21~22°C分析纯), 溶于100 mL钼锑抗储存液中，该溶液用时现配。

2.4 样品预处理

准确称取待测样品5g（精确至0.0001g）于100mL锥形瓶中，加入浓硫酸、5mL高氯酸，确保加入的酸可以将样品完全淹没，放置过夜。在电热板上100°C加热消解样品，待残渣溶尽，溶液变成无色或者淡黄色后取下，冷却至室温后用纯净水将样品转移至100mL容量瓶中，摇匀。同时做空白实验。

准确移取上述溶液5mL于50mL容量瓶中，加入25mL纯净水，摇匀后加入3滴二硝基酚指示剂，加入氢氧化钠溶液，使溶液呈现出黄色，然后加入5mL钼锑抗显色剂，用纯水定容后摇匀，备用。

2.5 标准溶液配置

将1000mg/L磷标准储备液逐级稀释，得到浓度为5.0mg/L的磷元素标准使用液。分别移取磷元素标准使用液0.0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0、5.0mL于50mL容量瓶中，加纯水至30mL左右，摇匀后加入3滴二硝基酚指示剂，加入氢氧化钠溶液，使得溶液呈现出微黄色，然后加入5mL钼锑抗显色剂，用纯净水定容后摇匀，备用。

2.6 样品测定

在分光光度计710nm波长处，分别测定浓度为0.0、0.1、0.2、0.4、0.5、0.6mg/L的标准工作液的吸光度，以浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制校准曲线。分别测定各个样品溶液的吸光度，带入校准曲线的线性方程，计算各个待测样品的磷元素含量。

3 结果与讨论

3.1 显色时间对吸光度的影响

取5只50mL的锥形瓶，分别加入5 μ g/mL的磷标准溶液5mL，按照步骤“2.6”中对溶液进行处理后。在室温下分别放置10min、20min、30min、60min、90min后，在仪器条件下对各溶液的吸光度进行测定，结果如图3-1所示。

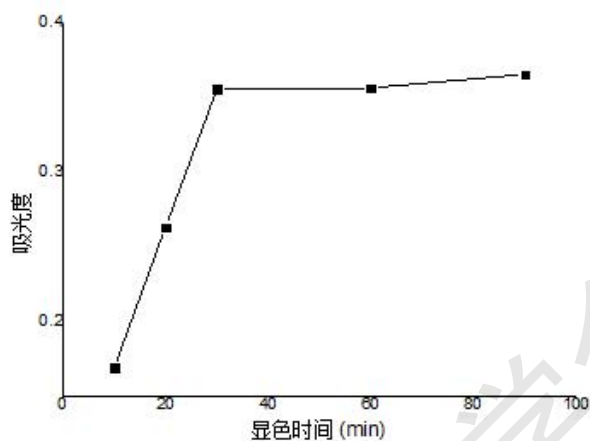


图 3-1 显色时间与吸光度关系图

从图3-1可以看出，当显色时间在30min时，显色完全，因此选择显色时间为30min。

3.2 钼锑抗显色剂加入量的确定

取5只50mL的锥形瓶，分别加入5 μ g/mL的磷标准溶液5mL，加入纯净水将溶液稀释至30mL左右，加入3滴二硝基酚指示剂，用NaOH溶液和稀硫酸溶液调节pH至溶液刚呈现出微黄色，然后分别加入1mL、2.5mL、5mL、7.5mL、10mL钼锑抗显色剂，摇匀，用蒸馏水稀释至刻度，充分摇匀。在室温条件下，放置30min，在仪器条件下对各溶液的吸光度进行测定，结果如图3-2所示。

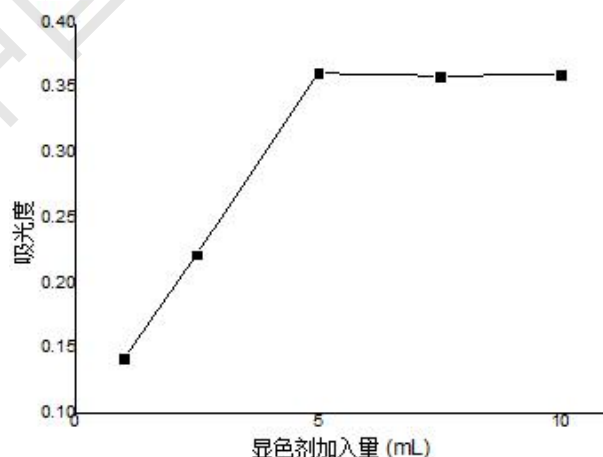


图 3-2 显色剂加入量与吸光度关系

从图3-2可以看出，当钼锑抗显色剂加入量为5mL时，吸光度最大，因此选择实验中

显色剂加入量为 5mL。

3.3 校准曲线绘制

在室温条件下，放置 30min，用 1cm 比色皿在分光光度计 700nm 波长条件下以标准空白溶液为参比，分别测定各浓度溶液的吸光度。以浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制校准曲线，见图 3-3 所示。

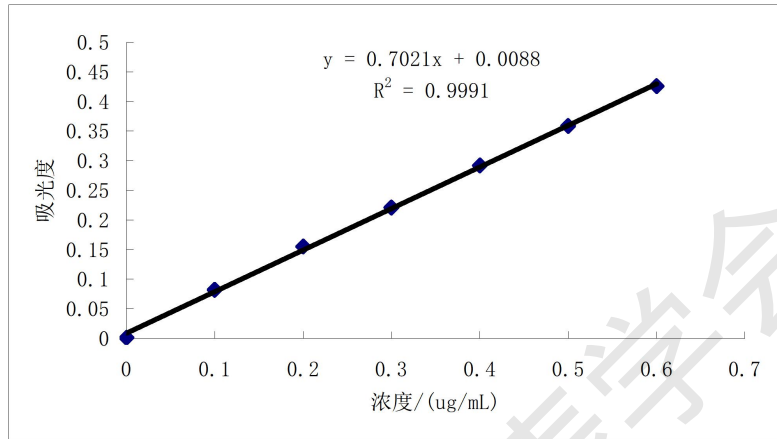


图 3-3 牙膏中磷测定校准曲线

从图 3-3 可以看出，在磷标准溶液浓度为 0.0~0.6 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的线性范围内，线性关系为 $y = 0.7021x + 0.0088$ ， $R^2 = 0.9991$ 。

3.4 精密度实验

分别称取黑人、高露牙膏、六必治三种牙膏各 6 份，按照步骤“2.5”消解样品，在仪器条件下进行测定，计算 6 次测定结果的相对标准偏差，结果见表 3-1 所示。

表 3-1 精密度实验结果

	测定值[mg/kg]						平均值	Sr [mg/kg]	RSD %
	1	2	3	4	5	6			
黑人牙膏	515	518	521	531	529	526	523	6.34	1.21
高露洁牙膏	179	177	171	183	185	188	180	6.12	3.40
六必治牙膏	291	296	289	281	286	295	289	5.64	1.95

从表 3-1 中可以看出，该方法测定牙膏中磷元素的相对标准偏差在 1.21%~3.40%之间，说明该方法具有良好的精密度。

3.5 加标回收率实验

分别称取黑人、高露牙膏、六必治三种牙膏各 2 份，在其中加入 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的磷标准溶液 1mL，按照步骤“2.4”消解样品，在仪器条件下进行测定，计算加标回收率，结果见表 3-2

所示。

表 3-2 加标回收率实验结果

	加标值	回收值	加标回收率
	μg	μg	%
空白	100	102.2	102.2
黑人牙膏	100	98.6	98.6
高露洁牙膏	100	96.5	96.5
六必治牙膏	100	97.3	97.3

从表 3-2 可以看出,该方法测定牙膏中磷元素的加标回收率在 96.5%~102.2%之间,说明该方法具有良好的准确度。

4 结论

利用硫酸和高氯酸消解样品,后分取 5mL 样品,在 3 滴二硝基酚做指示剂的情况下,用氢氧化钠或者硫酸将样品调节为淡黄色后,加入 5mL 钼锑抗显色剂进行显色 30min 后,在磷标准溶液浓度为 0.0~0.6μg/mL 的线性范围内进行测定,线性关系为 $y = 0.7021x + 0.0088$, $R^2 = 0.9991$ 。该方法测定牙膏中磷元素的相对标准偏差在 1.21%~3.40%之间,说明该方法具有良好的精密度。该方法测定牙膏中磷元素的加标回收率在 96.5%~102.2%之间,说明该方法具有良好的准确度。实验结果表明:该方法是一种准确、简单、快速的测定牙膏中磷元素的方法。

参考文献:

- [1] 施青红,陈永欣,叶明立,等. 离子色谱法测定牙膏中的甘油磷酸根含量[J]. 离子交换与吸附, 2005, 21(2):189-192.
- [2] 牛东,张凤美,杨斌. 总磷测定实验中消解液保存时间的研究[J]. 资源节约与环保, 2018(7):43-43.
- [3] 周川海. 有机肥料中磷,钾的化学测定方法[J]. 农家科技旬刊, 2018(12):281.
- [4] 王鹏辉,金留安. 钼蓝分光光度法联合测定铁矿石中磷和二氧化硅[J]. 冶金分析, 2019(3):58-64.
- [5] 江小剑. 钼酸铵分光光度法测定水体中总磷的探讨[J]. 科技与创新, 2018(9):134-135.
- [6] 李莹. 钼酸铵分光光度法测定总磷的主要影响因素及解决措施[J]. 节能与环保,

2019(3):68-69.

中国仪器仪表学会