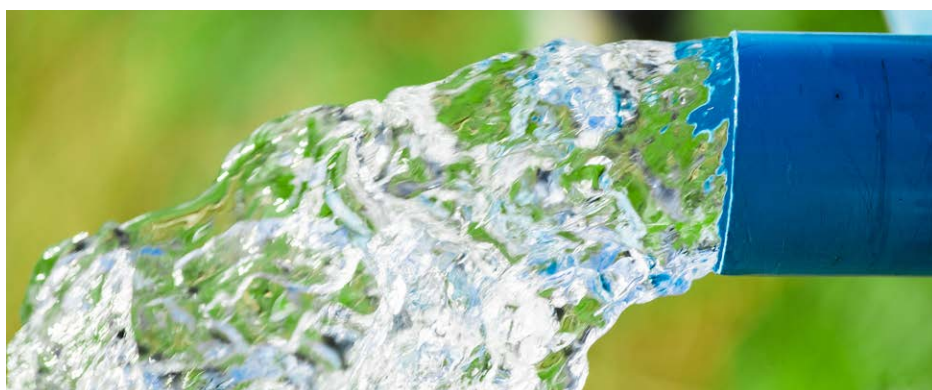


SPADNS 比色法定量分析水中的氟化物

使用 Agilent Cary 60 紫外-可见分光光度计实现便捷、准确的浓度测定



作者

Rogelio García 和
Geethika Weragoda
安捷伦科技有限公司

摘要

使用 Agilent Cary 60 紫外-可见分光光度计，按照 SPADNS 比色法所述定量分析水中的氟化物。使用 Agilent Cary WinUV 软件中的浓度模块进行单波长吸光度测量和数据分析，减少了耗时的数据处理程序。校准曲线的线性分析范围为 0–1.4 mg/L，可用于分析水样。

前言

氟离子天然存在于水中。地表水和地下水都含有氟化物，它们由含有氟化物的岩石和土壤自然风化产生。2011 年，世界卫生组织 (WHO) 建议的氟化物安全水平为 0.5–1.5 mg/mL，具体数值取决于气候、环境和其他氟化物来源^[1]。在全球许多地方，氟化物常被添加到公共饮用水源中。这种有控制地调整饮用水中氟含量的做法被称为加氟，被认为是向社区提供氟化物的一种经济有效的方法。一些地下水和天然泉水可能天然含有大量氟化物。长期暴露于过量的氟化物也可能对健康造成各种不利影响，包括氟中毒、癌症、大脑发育受损等^[2]。因此，准确测定饮用水中的氟含量作为一项重要的公共卫生措施受到了越来越多的关注。

美国国家环境保护局 (EPA) 参考方法 (标准方法 4500-F) 对水中氟化物的不同定量方法进行了说明。其中 SPADNS 比色法 (方法 D) 获得了广泛的认可，线性分析范围为 0–1.4 mg/L。使用非线性校准可以将分析范围扩展至 3.5 mg/L。在酸性条

件下，锆-SPADNS 染料被氟离子解离，生成无色络阴离子 (ZrF_6^{2-}) 和黄色 SPADNS，从而使染料的红色褪色 (漂白)。该变色反应可通过紫外-可见光谱在 570 nm 处进行监测。由于变色与氟离子相关，与氟化物的浓度成正比，因此将其用于定量分析水中的氟化物。使用具有不同氟化物浓度的一系列标准氟化物样品，根据它们在 570 nm 处的吸光度测量值得到标准校准曲线，建立相应的定量方法。

在本应用简报中，使用 **Agilent Cary 60 紫外-可见分光光度计** 和 **Agilent Cary WinUV 软件** 中的浓度模块，参考 SPADNS 比色法创建水中氟化物的定量方法。分析未知样品时，软件会自动使用校准曲线来计算并报告样品浓度，减少了耗时的数据处理程序。Cary WinUV 软件可根据分析需求进行定制，并简化 UV-Vis 测量，从而在更短的时间内完成更多工作。Cary WinUV 软件包括用于数据采集、分析、存储和显示的强大功能和简化方法，同时可降低操作复杂性。它还包括不同的模块，旨在覆盖一系列应用，包括定性波长扫描或检测、浓度分析、酶动力学等。



图 1. Agilent Cary 60 紫外-可见分光光度计

实验部分

仪器

本研究使用 Cary 60 紫外-可见分光光度计和 10 mm 光程石英比色皿。使用 Cary WinUV 软件 (5.1.3.1042 版) 的浓度模块进行数据采集。使用表 1 所列的参数, 在 570 nm 处采集每个样品的单波长吸光度测量值 (三次重复检测), 并由软件自动生成相应的校准曲线。校准曲线的拟合类型以及最低 R^2 (拟合质量的指标) 可由操作人员设定。

表 1. 实验参数

参数	设置
波长 (nm)	570
信号平均时间 (s)	0.1
重复次数	3
拟合类型	线性
最低 R^2	0.95000

材料与样品前处理

- **锆酸 (Zirconyl-acid) 试剂:** 将 133.0 mg $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ 溶于 25 mL 蒸馏水中。加入 350 mL 浓盐酸, 用蒸馏水稀释至 500 mL
- **SPADNS 溶液:** 将 958.0 mg SPADNS 溶于蒸馏水中, 并用蒸馏水稀释至 500 mL, 制备红色溶液。将溶液储存于棕色瓶中, 防止阳光直射
- **酸性锆-SPADNS 试剂:** 将等体积的 SPADNS 溶液与锆酸试剂混合, 制备红色溶液
- **参比溶液:** 用蒸馏水将 10 mL SPADNS 溶液稀释至 100 mL。用蒸馏水将 7 mL 浓盐酸稀释至 10 mL。然后将 10 mL 酸溶液加入前面稀释的 SPADNS 溶液中。混合所得溶液, 用于调节分光光度计的参考点 (零点)
- **用于校准曲线的氟化物标准溶液:** 由于氟离子会腐蚀玻璃, 所有氟化物标准溶液均在聚乙烯瓶中配制并储存于聚乙烯瓶中

- **氟化物储备液:** 将 221.0 mg 无水氟化钠溶于蒸馏水中, 并用蒸馏水稀释至 1000 mL (100 mg/L)
- **氟化物标准溶液:** 用蒸馏水将 100 mL 氟化物储备液稀释至 1000 mL (10 mg/L)
- **氟化物标准溶液:** 用蒸馏水将适量的氟化物标准溶液稀释至 50 mL, 制备浓度为 0.2、0.4、0.6、0.8、1.0、1.2、1.4 mg/L 的一系列氟化物标准溶液。向各个标准溶液中加入 10 mL 混合酸-锆-SPADNS 溶液, 并混合均匀, 制备用于光度测定的有色溶液

创建氟化物定量方法

使用 Cary WinUV 软件中提供的浓度模块创建氟化物定量分析方法。方法设置包括两个步骤: (1) 创建测量标样的方法以及 (2) 测量标准溶液并创建用于分析样品的定量方法。

1. 创建测量标样的方法

在 Cary WinUV 浓度模块中创建方法非常简单快速, 只需几个简单的步骤即可完成, 如下方所述以及图 2 所示:

- A. 打开浓度模块并单击 **Setup** (设置) 选项卡, 打开仪器设置窗口
- B. 在 Cary 选项卡中, 在 Wavelength (波长) 选项中输入单波长测量的波长 (在本例中输入 570 nm)
- C. 使用 **Replicates** (重复) 或 **Sample/Std Averaging** (样品/标样平均值) 输入每个标样所需的重复测量次数。在本例中, 对每份标准溶液进行三次重复测量
- D. 在 Standards (标样) 部分, 按升序输入标样浓度并选择 **Fit type** (拟合类型)。在本例中, 浓度范围 0-1.4 mg/L 的拟合类型选择 Linear (线性)

注: SPADNS 比色法提供的线性分析范围为 0-1.4 mg/L。但使用非线性校准可以将浓度范围扩展至 3.5 mg/L。对于扩展的浓度范围, 只需选择 Quadratic (二次拟合) 作为拟合类型即可。

- 现在软件和仪器均准备就绪。单击 **Start** (开始) 按钮开始测量标准溶液

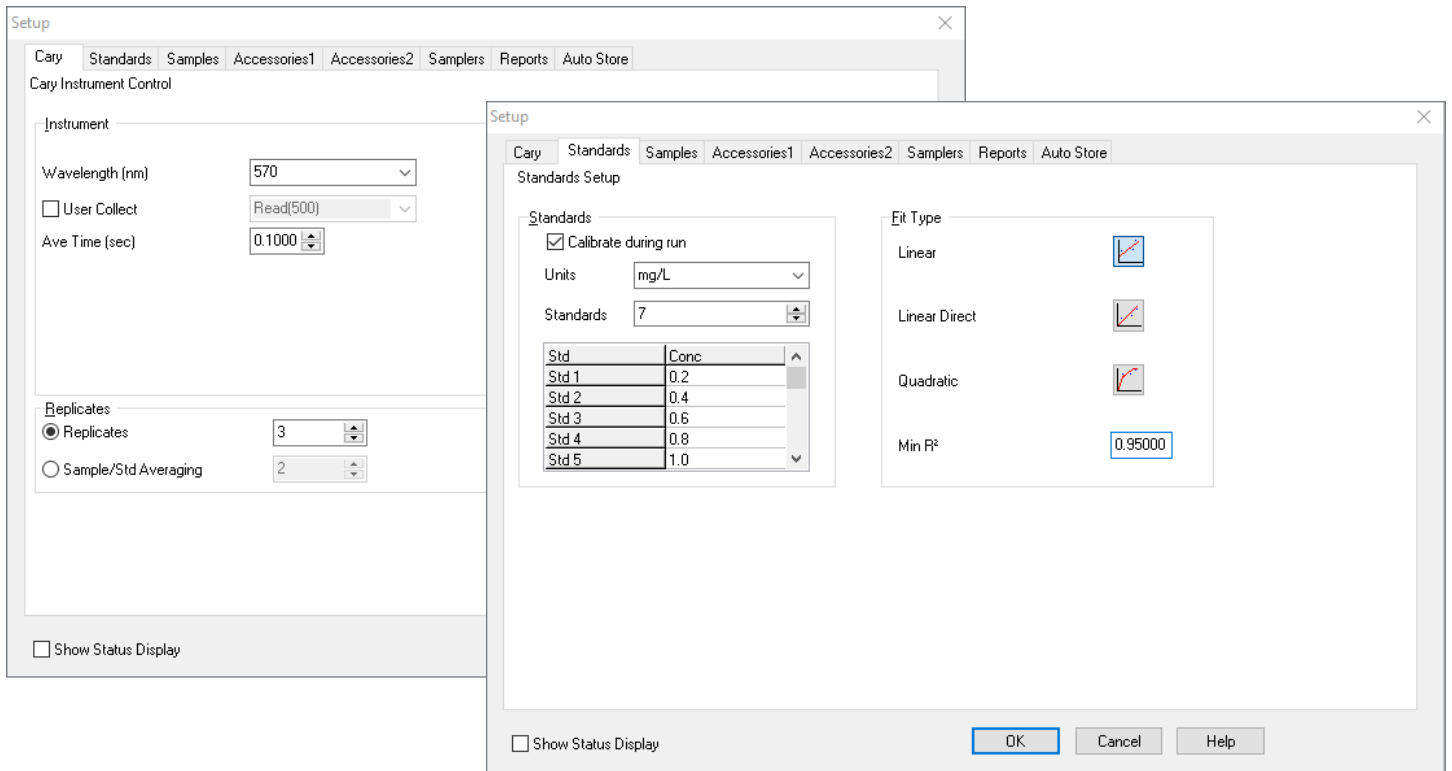


图 2. 使用 Agilent Cary WinUV 软件的浓度模块进行数据采集和分析的仪器设置

2. 测量标准溶液并创建定量方法

单击 **Start** (开始) 按钮, 按照软件的提示开始分析。首先, 使用参比溶液将 Cary 紫外-可见分光光度计的吸光度设置为零。然后, 只需按照 Cary WinUV 软件中的样品加载说明, 在 570 nm 处采集标样的单波长吸光度测量值。采集数据后, 软件将自动生成相应的校准曲线和浓度分析报告 (图 3A)。在 0–1.4 mg/mL 浓度范围内获得线性校准曲线, 负斜率为

0.1872, 相关系数 (R^2) 为 0.9993。浓度分析报告包括样品浓度、平均吸光度、校准方程和相关系数等校准数据。此外, 为了便于数据分析, 报告中给出了每个样品吸光度测量值的标准偏差 (SD) 和相对标准偏差百分比 (%RSD) (图 3B)。可以选择喜欢的字体大小、颜色和类型, 轻松获得定制化结果报告。将氟化物定量方法保存在软件中, 以便在分析样品时重复使用。

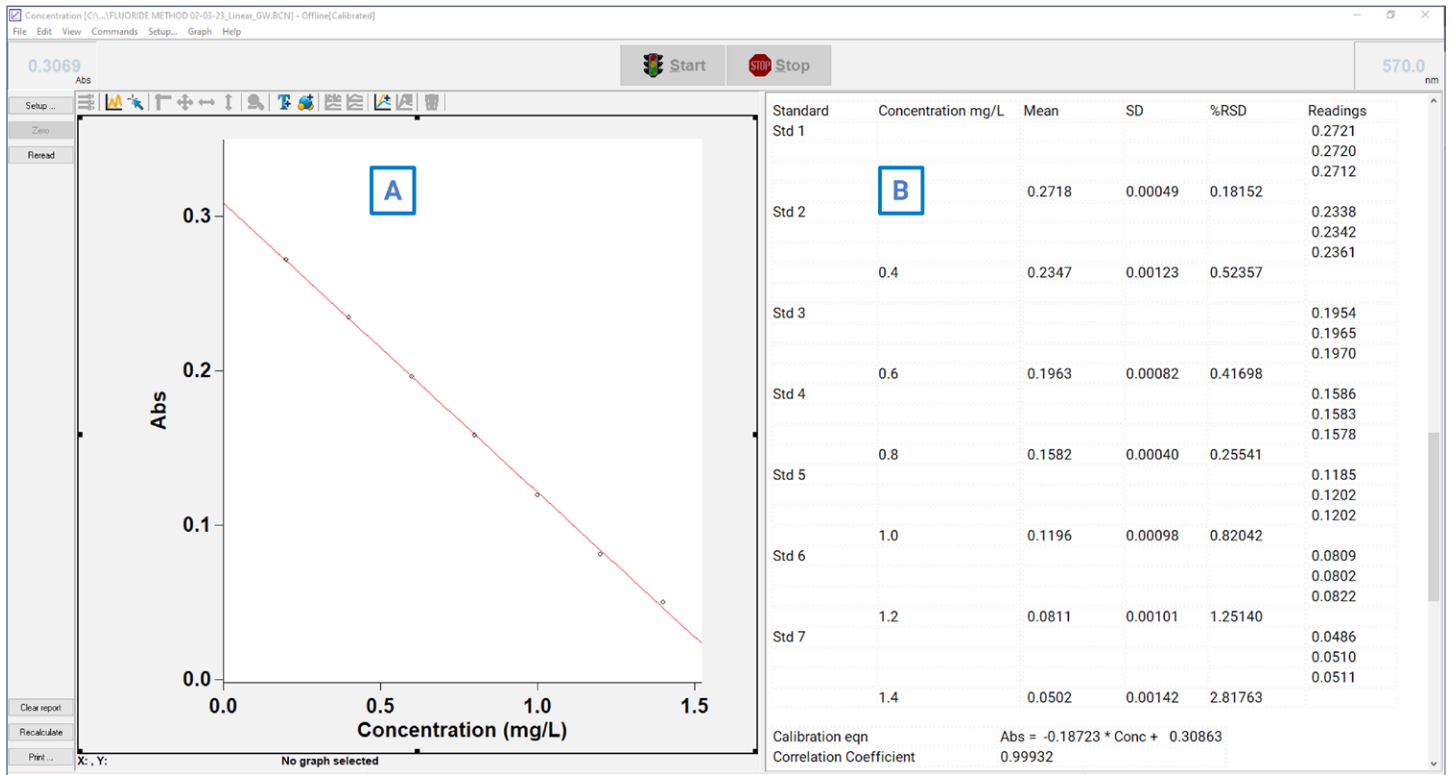


图 3. Agilent Cary WinUV 软件自动生成的校准曲线和浓度分析报告

3. 使用定量方法分析样品

按照上一节所述设置定量方法后，未知样品的分析仅需几秒钟。为了展示该方法的应用，我们分析了内部制备的已知浓度的氟化物样品（0.5 mg/L 和 0.7 mg/L）。在 570 nm 处进行单波长吸收测量（三次重复测定）后，软件自动应用校准曲线并计算每个样品的氟化物浓度。软件生成的相应结果报告包括样品浓度、每次扫描的吸光度值、平均吸光度和相对标准偏差（图 4）。

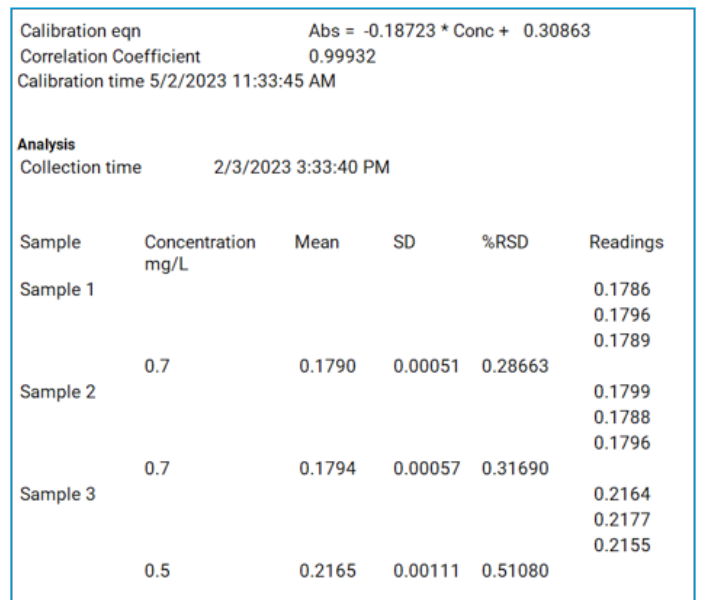


图 4. Agilent Cary WinUV 软件自动生成的浓度分析报告的截图

使用 SPADNS 比色法分析水样

可使用上一节所述的步骤对不含干扰离子的水样进行分析。

样品预处理：干扰离子会引入误差，这些误差可通过蒸馏消除，如 EPA 方法 340-1 所述。如果水样中含有残留氯，也可加入 1 滴 (0.05 mL) NaAsO₂ 溶液来去除，该溶液通过溶解 5.0 g NaAsO₂ 并用蒸馏水稀释至 1000 mL 制得。

向 50 mL 水（无干扰离子）中加入 10 mL 混合酸-锆-SPADNS 溶液并混合均匀，得到红色溶液用于分析。采用上一节所述的定量方法，在 570 nm 处采集水样的单波长吸光度测量值。采集数据后，软件会自动使用校准曲线计算并报告样品浓度。如果样品吸光度超出校准曲线的分析范围 (0–1.4 mg/L)，则稀释样品后再次分析。

结论

Agilent Cary 60 紫外-可见分光光度计和 Agilent Cary WinUV 软件提供了一个简便且易于使用的平台，可用于根据 SPADNS 比色法定量分析水中的氟化物。使用 Agilent Cary WinUV 浓度模块创建氟化物定量方法。软件的设置简单、快速，仅需几个简单的步骤即可完成。SPADNS 比色法的线性分析范围为 0–1.4 mg/L。Cary WinUV 浓度模块中创建的定量方法可直接用于分析水样。软件自动计算并报告样品浓度，减少了耗时的数据处理程序。

查找当地的安捷伦客户中心：

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线：

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们：

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：

www.agilent.com/chem/erfq-cn

www.agilent.com

DE26463005

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2023
2023 年 10 月 24 日，中国出版
5994-6187ZHCN

参考文献

1. Guidelines for Drinking-Water Quality, 4th Edition WHO, **2011**
2. Shahroom, N. B.; Mani, G.; Ramakrishnan, M. Interventions in Management of Dental Fluorosis, an Endemic Disease: A Systematic Review. *J. Family Med. Prim. Care* **2019**, *8(10)*, 3108
3. Standard Methods 4500-F- A, B and D. Determination of Fluoride F- Spectrophotometric Method; Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 22nd Edition, American Public Health Association

更多信息

- [Agilent Cary 60 紫外-可见分光光度计](#)
- [Agilent Cary WinUV 软件](#)
- [了解哪款安捷伦紫外-可见分光光度计最能满足您的需求](#)
- [安捷伦紫外-可见分光光度计使用与应用](#)
- [安捷伦紫外-可见光谱法与分光光度计常见问题解答](#)