附件：验证方案

一、 仪器、检测条件

仪器的参考工作条件

参数	设定值
检测波长	213.9 nm
狭缝宽度	1.0 nm
燃气	乙炔（2.00 L/min）
助燃气	空气（13.5 L/min）
延迟时间	7 s
检测时间	5 s
重复检测次数	3
灯电流	5.0 mA
校正	线性
扣背景	开（自吸）

二、 样品前处理方法

1. 对于二氧化硅磨料的样品

称取试样 1g（精确到 0.1mg），在通风厨内加入 5ml 硝酸，加盖，于沸水浴消解 20min。冷却，将溶液转移至 100ml 容量瓶中，用 25ml 水分 5 次洗涤,合并洗液，用水定容到刻度，摇匀。取摇匀后溶液于 6000r/min，离心 15min。移取 2.00ml 上清液至 100ml 容量瓶中，用硝酸（5+95，体积比）溶液定容到刻度并摇匀备用。

2. 含二氧化硅和氧化锌的配方样品

称取试样 1 g（精确到 0.1 mg），在通风橱内加入 5 mL 硝酸，1 .0g 氟化钠，加盖，于沸水浴消解 20 min。开盖，继续加热至棕黄色蒸汽挥发完全，为了达到更好的效果，可经常摇动。冷却，将溶液转移至 100 mL 容量瓶中，用 25ml 水分 5 次洗涤，合并洗液，用水定容到刻度，摇匀。取摇匀后溶液于 6000 r/min 离心 15 min。移取 2.00 mL 上清液至 100 mL 容量瓶中，用硝酸（5+95，体积比）溶液定容到刻度并摇匀备用。对于碳酸钙磨的牙膏样品

3. 对于碳酸钙磨料的样品

称取试样 1g（精确到 0.1mg），在通风厨内加入 5ml 硝酸，于沸水浴消解 20min。冷却，将溶液转移至 100ml 容量瓶中，用 25ml 水分 5 次洗涤,合并洗液，用水定容到刻度，摇匀。取摇匀后溶液于 6000r/min，离心 15min。移取 10.00ml 上清液至 100ml 容量瓶中，用硝酸（5+95，体积比）溶液定容到刻度并摇匀备用。

4. 对于漱口水

称取试样 1 g（精确到 0.1 mg），在通风橱内加入 5 mL 硝酸，加盖，于沸水浴消解 20 min。冷却，将溶液转移至 100 mL 容量瓶中，用 25ml 水分 5 次洗涤，合并洗液，用水定容到刻度，摇匀。移取 10.00 mL 至 100 mL 容量瓶中，用硝酸（5+95，体积比）溶液定容到刻度并摇匀备用。

三、 标准曲线线性范围

项目	1	2	3	4	5	线性方程	相关系数
浓度（ug/mL）	0.50	0.75	1.00	1.25	1.50	A=0.1564C+0.0034	0.9986
响应值	0.0779	0.1241	0.1640	0.2022	0.2348		

四、 检出限及定量限

测试空白试样 6 次，算吸光度值的标准偏差 SD， 标准曲线斜率为 k

检出浓度（mg/L）	定量浓度(mg/L)
3×SD/k=0.006	10×SD/k =0.02

取样量 1 g，定容至 5000 mL 时

检出限（mg/kg）	定量限(mg/kg)
0.006×5000/1=30	0.02×5000/1=100

五、 加标回收和精密度结果（n=6）

加标回收率		二氧化硅			碳酸钙			磷酸氢钙			漱口水		
加标浓度(ug/mL)		0.500	1.000	1.452	0.504	1.000	1.500	0.485	0.998	1.455	0.505	1.008	1.523
测定结果（ug/mL）	1	0.499	1.030	1.428	0.498	1.002	1.494	0.472	1.008	1.423	0. 507	1. 024	1. 502
	2	0.503	0.998	1.426	0.501	0.992	1.499	0.482	1.012	1.427	0. 515	1. 032	1. 525
	3	0.506	1.012	1.441	0.500	0.994	1.502	0.482	0.972	1.447	0. 492	1. 008	1. 471
	4	0.492	0.988	1.416	0.508	0.994	1.508	0.474	0.999	1.445	0. 515	0. 985	1. 494
	5	0.498	0.975	1.458	0.502	0.988	1.514	0.479	0.982	1.465	0. 492	0. 962	1. 471
	6	0.483	0.985	1.469	0.495	0.998	1.505	0.476	1.021	1.461	0. 523	0. 970	1. 448
平均值（ug/mL）		0.497	0.998	1.440	0.501	0.995	1.504	0.478	0.999	1.445	0.507	0.997	1.485
平均回收率(%)		99.4	99.8	99.2	99.3	99.5	100.2	98.6	99.9	99.3	100.3	98.9	97.5
RSD(%)		1.67	2.01	1.41	0.87	0.49	0.46	0.88	1.87	1.19	2.54	2.89	1.84

六、　实际样品测试

样品名称	1	2	3	4	5	6	均值	RSD（%）
二氧化硅牙膏（%）	0.6632	0.6651	0.6542	0.6433	0.6393	0.6482	0.6522	1.60
碳酸钙（%）	0.0878	0.0885	0.0897	0.0902	0.0889	0.0876	0.0888	1.20
二氧化硅+氧化锌牙膏（%）	0.8553	0.8342	0.8353	0.8441	0.8414	0.8602	0.8451	1.25
漱口水样品（%）	0.0791	0.0826	0.0816	0.0787	0.0813	0.0782	0.0802	2.26

七、验证结论

验证结果显示，在重复性实验条件下，标准工作曲线的线性良好，线性相关系数 R^2 在 0.998 以上；不同基质、高中低三种浓度回收率均能满足标准文本的回收率要求，平均回收率在 97.5%-100.6%之间；数据的精密度良好，相对标准偏差在 2.5%以内。

验证单位：国家轻工业牙膏蜡制品质量监督检测中心

验证人： 赵[illegible]　　**日期：** 2018. 8. 18