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	0.7H nm
燃气	乙炔（2 L/min）
助燃气	空气（17 L/min）
延迟时间	7 s
检测时间	5 s
重复检测次数	3
灯电流	15.0 mA
校正	线性
扣背景	开（氘灯）

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 水洗涤 5 次,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 25 ml 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 水洗涤 5 次,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 25 ml 水洗涤 5 次，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=0.254C+0.045	0.996
响应值	0.161	0.243	0.308	0.364	0.418		

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= 0.0075	10×SD/k = 0.025

取样量 1 g，定容至 5000 mL 时

检出限（mg/kg）	定量限(mg/kg)
检出浓度×5000/1= 38	定量浓度×5000/1= 125

五、 加标回收和精密度结果（n=6）

加标回收率		二氧化硅基质牙膏			碳酸钙基质牙膏			磷酸氢钙基质牙膏			漱口水		
加标浓度(mg/kg)		2500	5000	7500	2500	5000	7500	2500	5000	7500	2500	5000	7500
测定结果（mg/kg)	1	2430	4980	7220	2450	5185	7235	2425	4965	7125	2300	4745	7385
	2	2395	4945	7115	2405	5080	7140	2425	4990	7155	2360	4875	7380
	3	2435	4940	7170	2390	5105	7285	2410	4975	7155	2380	4825	7360
	4	2455	4975	7075	2440	5125	7360	2385	4965	7210	2390	4865	7205
	5	2425	4940	7305	2395	5165	7430	2380	4980	7175	2375	4845	7375
	6	2445	4930	7295	2440	5090	7475	2395	4990	7185	2395	4865	7365
平均值（mg/kg）		2430.8	4951.7	7196.7	2420.0	5125.0	7320.8	2403.3	4977.5	7167.5	2366.7	4836.7	7345.0
平均回收率(%)		97.2	99.0	96.0	96.8	102.5	97.6	96.1	99.6	95.6	94.7	96.7	97.9
RSD(%)		0.85	0.42	1.31	1.09	0.82	1.71	0.82	0.23	0.41	1.47	1.00	0.94

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（%）	0.625	0.642	0.639	0.615	0.617	0.605	0.624	2.33
碳酸钙（%）	0.0923	0.0918	0.0916	0.0911	0.0936	0.0935	0.0923	1.13
二氧化硅+氧化锌牙膏（%）	0.835	0.874	0.853	0.862	0.855	0.848	0.855	1.53
漱口水样品（%）	0.0797	0.0774	0.0819	0.0811	0.0816	0.0818	0.0806	2.16

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 $R^2 \geq 0.99$；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94.7%-102.5%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：浙江方圆检测集团股份有限公司

验证人：石瑞瑞　　日期：2018.8.23