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（氘灯扣背景）

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）	0.500	0.750	1.000	1.250	1.500	A=0.27914C+0.00704	0.9992
响应值	0.1503	0.2219	0.2910	0.3564	0.4182		

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= 0.0057	10×SD/k = 0.019

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= 28.5	定量浓度×5000/1= 95

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		
加标浓度(mg/L)		0.500	1.000	1.500	0.500	1.000	1.500	0.500	1.000	1.500
测定结果（mg/L）	1	0.457	1.076	1.496	0.527	0.945	1.420	0.494	0.991	1.410
	2	0.510	1.063	1.363	0.511	0.991	1.516	0.497	0.981	1.468
	3	0.519	0.913	1.448	0.523	0.940	1.509	0.503	0.971	1.427
	4	0.521	1.040	1.460	0.505	0.856	1.425	0.507	0.966	1.370
	5	0.451	1.033	1.376	0.511	0.950	1.444	0.503	0.992	1.410
	6	0.499	0.992	1.479	0.521	1.028	1.385	0.493	0.967	1.476
平均值（mg/L）		0.493	1.020	1.437	0.516	0.952	1.450	0.500	0.978	1.427
平均回收率(%)		98.6	102.0	95.8	103.3	95.2	96.7	99.9	97.8	95.1
RSD(%)		6.32	5.85	3.82	1.66	6.07	3.60	1.13	1.20	2.79

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（%）	0.6132	0.6189	0.6040	0.6426	0.6162	0.6261	0.6202	2.12
碳酸钙（%）	0.0886	0.0898	0.0896	0.0895	0.0890	0.0915	0.0897	1.11
二氧化硅+氧化锌牙膏（%）	0.8959	0.9086	0.8962	0.8959	0.8996	0.9059	0.9003	0.62
漱口水样品（%）	0.0758	0.0773	0.0774	0.0779	0.0774	0.0772	0.0772	0.92

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 95.1%-103.3%之间；实际样品测试数据的精密度良好，相对标准偏差在 2.5%以内；本方法的检出浓度为 0.0057mg/L，定量浓度为 0.019mg/L；若取 1.0g 样品测定，本方法的检出限为 28.5 mg/kg，定量限为 95mg/kg。

验证单位： **验证人：** 孙剑 **日期：** 2018.9.20