

T/GDAQI

团 体 标 准

T/GDAQI XXXX—XXXX

牙膏中总氟化物的测定 直接电位法

Determination of Total Fluoride in Sodium Fluoride Toothpaste

（征求意见稿）

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

广东省质量检验协会 发 布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由××××提出。

本文件由××××归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

牙膏中总氟化物的测定 直接电位法

1 范围

本文件描述了测定牙膏中总氟化物含量的测定 直接电位方法。

本文件适用于以氟化钠为氟离子来源、二氧化硅为研磨剂的牙膏中总氟化物的分析。

2 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

3 原理

试样中的氟经萃取液提取, 在一定的总氟离子范围内, 用氟离子选择电极测定, 溶液中氟离子电位值与氟离子浓度的对数值在一定浓度范围内呈线性关系, 通过标准曲线进行定量计算。

4 试剂和材料

除非另有说明, 本方法所用试剂均为分析纯, 水为去离子水。

4.1 试剂

4.1.1 50%氢氧化钠溶液 (50%NaOH)。

4.1.2 三羟甲基氨基甲烷 ($\text{NH}_2\text{C}(\text{CH}_2\text{OH})_3$)。

4.1.3 乙二胺四乙酸二钠 ($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。

4.2 试剂配制

4.2.1 0.2 mol/L EDTA/0.2 mol/L THAM 缓冲液 (pH 8.0±0.1): 分别称取 24.2 g 三羟甲基氨基甲烷 (4.1.2) 和 74.4 g 乙二胺四乙酸二钠 (4.1.3) 于 1000 mL 烧杯中, 加入约 800 mL 去离子水 (4.1.4)。放入磁力搅拌转子, 搅拌至全部溶解至室温。用 50%氢氧化钠溶液 (4.1.1) 调节 pH 至 8.0±0.1, 混匀后转移至 1000 mL 容量瓶, 用水 (5.1.4) 定容并再次混匀。使用前需确认 pH 稳定。

4.3 材料

4.3.1 50 mL 精密移液器/分配器。

4.3.2 100 mL 塑料烧杯。

4.3.3 500 mL 和 1000 mL 聚乙烯 (塑料) 容量瓶。

4.3.4 50 mL 一次性聚苯乙烯烧杯。

4.4 校准溶液配制

5.4.1 氟化钠的标准储备液: 精确称取 5g (精确至 0.1 mg) 氟化钠标准品于 500 mL 聚乙烯 (塑料) 容量瓶中, 且氟化钠标准品在使用前需在 105℃ 下, 烘 3 小时, 冷却至室温待用。用去离子水溶解并定容至刻度, 配置成 1000 mg/L 的氟化钠标准储备液, 室温密封放置于塑料容器中, 有效期为 1 个月。

5.4.2 氟化钠的标准工作液

分别吸取浓度为 1000 mg/L 的氟化钠标准储备液 1.5 mL、3.0 mL、6.0 mL、9.0 mL、12.0 mL、15.0 mL 至 100 mL 容量瓶, 加入 50 mL 0.2 mol/L EDTA/0.2 mol/L THAM 缓冲液, 用去离子水定容至刻度, 混匀。氟化钠校准系列溶液的质量浓度分别为 15 mg/L、30 mg/L、60 mg/L、90 mg/L、120 mg/L、150 mg/L, 室温下储存于密封塑料容器中, 有效期为 1 周。

5 仪器和设备

- 5.1 数字 pH 离子综合测试仪计（精度 ± 0.1 mV）。
- 5.2 复合离子电极（型号 UX-27504-14 或等效型号）。
- 5.3 分析天平：感量为 0.0001 g。
- 5.4 磁力搅拌器。

6 分析步骤

6.1 试样提取

精确称取 5.0 g 牙膏（精确到 0.0001 g）至 100 mL 塑料烧杯，加入 50 mL 去离子水和 1/2 英寸磁力搅拌子，搅拌 15 分钟至样品完全分散无结块。加入 50 mL EDTA/THAM 缓冲液，继续搅拌 5 分钟，待测。

注：凝胶型牙膏易黏附杯壁，需移动烧杯确保全部样品参与分散。

6.2 电极预处理

使用前将电极浸泡在最低浓度氟化物标准液（5.4.2，质量浓度为 15 mg/L 的氟化钠校准系列溶液）中搅拌至少 1 小时，直至电位漂移 $< \pm 0.1$ mV/5 分钟，确保读数稳定。

6.3 电极清洗

每次测量后用去离子水冲洗电极，并用吸水纸轻轻擦拭（避免刮伤氟电极晶体表面）。

6.4 电位测量

6.4.1 校准溶液电位测量

电极浸入溶液中，置于绝缘搅拌台上搅拌（室温 20~25℃），避免剧烈搅拌产生气泡，1 分钟后记录毫伏（mV）读数。以校准液氟浓度对数（x 轴）对测量电位（y 轴）作线性回归，斜率应为 -59 ± 1 mV。斜率合格则继续样品分析；否则更换电极。

6.4.2 试样溶液电位测量

将电极浸入样品液，温和搅拌（避免气泡），1 分钟后记录 mV 值。每测 2 个样品或间隔 10 分钟未使用时，需复测 150 mg/L 氟化钠标准液，若与原值偏差 $> \pm 0.5$ mV，需重新校准曲线（未预设 -100.0 mV 时）或重置 150 mg/L 标准电位后复测样品。

7 分析结果的表述

7.1 牙膏总氟含量百分比按式（1）计算：

$$TF = \frac{RC \times [(C \times SW) + 100]}{SW \times 10^4} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

TF—样品中总氟含量（%）；

RC—回归曲线测得的氟离子浓度（ μ g/mL 或 mg/L）；

C—校正常数（见下表）；

SW—牙膏样品称样量（g）；

100—样品最终稀释体积（mL）；

10^4 —mg/L 换算为百分比系数。

结果保留 2 位有效数字。

8 精密度

本方法精密度 RSD% $< 3\%$ 。

附 录 A
(资料性)
校正常数参考值

表A.1 校正常数参考值

成人牙膏	儿童牙膏
0.6894 (配方BPN6519、10753、11925)	0.7255 (配方BPN10918、10919、10920、11384)
0.7686 (配方BP11574)	—
0.7892 (配方BP11520、11520R1)	—
注：校正常数 (C) 随牙膏配方调整而变化。若测试未列出的配方，需参考LAB-SW-0292更新数值。	

参 考 文 献

- a) 《美国药典与国家处方集》USP24/NF19，美国药典委员会，1999 年，第 1532 - 1533 页。
 - b) Bretherick, L.，《化学实验室危害（第五版）》，英国皇家化学学会，1992 年。
 - c) 《含氟牙膏标准》，专利协会氟化物牙膏小组，1978 年 3 月 11 日；方法#1 “氟电极法测定氟化亚锡或氟化钠牙膏中总氟量”，适用于以下体系：a. 氟化亚锡-焦磷酸钙；b. 氟化物-高 β 相焦磷酸钙。
-