
《牙膏中总氟化物的测定 直接电位法》编制说明

一、任务来源及起草单位

（一）任务来源

本标准化文件由广东省质量检验协会立项。

（二）归口和编制单位

本文件由广东省质量检验协会归口。

本文件编制单位：。

主要起草人：。

二、标准制定的目的和意义

测定牙膏中总氟化物的核心目的在于确保其防龋功效与使用安全性，这对于产品质量控制和公共健康具有重要意义。氟化物是国际公认最有效的防龋成分，它通过促进牙釉质再矿化、抑制细菌活动来预防蛀牙。因此，测定的首要意义是质量控制，确保产品中氟化物含量符合国家标准，能达到宣称的防龋效果，避免因含量不足而成为“无效产品”。

同时，测定也具有关键的安全意义。过量摄入氟化物可能导致氟斑牙甚至氟骨症等健康问题，特别是对吞咽反射尚不完善的儿童存在风险。通过精确测定总氟含量，可以确保其在安全范围内，防止消费者尤其是儿童因长期使用而摄入过量氟。

综上，该测定是平衡牙膏“有效性”与“安全性”的关键技术手段，既是生产企业履行责任的体现，也是监管部门保障公众口腔健康与身体安全的重要防线。

三、编制过程

（一）标准起草分工

2025 年 01 月-02 月，标准制定启动，成立了标准编制领导小组和工作小组，以安利（中国）日用品有限公司、广东省食品工业研究所有限公司等单位的技术骨干为工作小组，制定了标准编制计划表，按计划逐一落实标准制定工作任务，

由安利（中国）日用品有限公司负责提供样品，并对样品进行测试、数据分析收集、查阅、收集相关资料，其他起草单位负责标准的起草、撰写、修订。

（二）标准起草过程

2025 年 03 月-04 月，起草工作组通过查阅、收集国内外相关的法律法规、相关标准等资料，认真分析、比对研究相关资料，明确标准编制研究方向，明确样品对象及内容，并根据测定方法的实际情况编写标准草案。

2025 年 05 月 08 日起草工作组召开了制定工作会，会议重点对试样前处理条件、仪器参考条件等标准内容进行探讨，确定标准编制思路及下一步工作方向和内容。

2025 年 6 月-2025 年 7 月，根据制定工作会通过的工作方案，按照工作计划和安排，安利（中国）日用品有限公司组织开展样品收集、方法开发等工作，并进行数据统计分析工作。

2025 年 8 月，根据样品测定结果和讨论意见进行了汇总分析，并形成了方法验证报告，工作组在此基础上提出标准草案。

（三）征求意见稿形成情况

2025 年 9 月-2024 年 10 月，起草工作组就前期研究情况进行认真总结，针对主要前处理条件和仪器参考条件达成一致意见，形成标准征求意见稿。

四、标准制订的基本原则和依据

（一）基本原则

本标准按照《中华人民共和国食品安全法》、《团体标准管理规定》、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》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》相关要求编写。

（二）标准依据

本文件主要参考了的国家标准有以下：

GB/T 27404-2008 《实验室质量控制规范 食品理化检测》；

GB/T 27417-2017 《合格评定 化学分析方法确认和验证指南》。

五、主要条款的说明，主要技术指标、参数、试验验证的论述

(一) 主要条款

本文件描述了测定牙膏中总氟化物含量的测定（直接点位方法）。

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。

(二) 参数

1.校正常数

校正常数是通过牙膏本身的含水体积给计算得出。

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。	

2.附录 A 校正常数参考值的制定依据

本项目的校正常数参考值通过以下试验方法得出：

2.1 仪器及试剂

2.1.1 分析天平精度 0.1mg

2.1.2 涡旋振荡器

2.1.3 离心机

2.1.4 烘箱

2.1.5 若干塑料离心管

2.2 样品处理及测试

2.2.1 获取三份牙膏样品（建议来自不同生产批次）

2.2.2 每个样品制备 5 份平行样（共 15 份）

-
- a.称量 50mL 离心管（含转子，不带盖），记录重量后去皮；
 - b.精确称取 $5\text{g}\pm 0.1\text{g}$ 牙膏（精度 0.1mg）至离心管，记录净重（不带盖）；
 - c.样品管去皮后加入 15mL 去离子水，精确记录水量（精度 0.1mg）。用涡旋振荡器混悬 2 分钟，确保膏体完全分散且管壁无残留；
 - d.17000rpm 离心 5 分钟，将上清液倾入烧杯保留（用于步骤 k）；
 - e.沿管壁缓慢加入 15mL 去离子水（避免扰动膏体沉淀），按步骤 d 再次离心，弃去此次上清液；
 - f. 重复步骤 e；
 - g. 将离心管（含膏体沉淀及搅拌子，不带盖）置于 105°C 烘箱干燥至少 3 小时（注：高温会降低离心管强度，废弃这些离心管（完成本次实验后后不可重复使用，因高温处理会导致离心管在后续离心过程中破裂）；
 - h.将离心管置于干燥器中冷却至室温；
 - i.称量每支干燥后的离心管并记录重量（不带盖）；
 - j.干燥牙膏重量计算：从初始（离心管+搅拌子+牙膏）总重中减去干燥后离心管重量。对所有 15 份样品重复此步骤；
 - k.初始上清液重量测定：用移液管吸取 10mL 上清液至新烧杯，记录重量。
对所有 15 份样品重复此步骤。

2.3 计算

2.3.1 密度测定 (ρ)；

2. $\rho = \text{移取上清液重量（精度 0.1mg）} / \text{移取的体积（10mL）}$ ；

b. 取 15 份重复样品的平均值；

2.3.2 重量百分比测定 (Wt%)；

2. $\text{Wt\%} = \text{将步骤 j 所得的干燥后牙膏重量（精度 0.1mg）} / \text{步骤 b 中牙膏的初始重量（精度 0.1mg）} * 100\%$ ；

b. 取 15 份重复样品的平均值；

2.3.3 校正常数测定 (C)

$$C = \frac{\frac{(m_0 - m_0 \times W_t\%) + m_w}{\rho} - V_w}{m_0}$$

式中:

C--校正常数 (ml/g);

m₀--牙膏称样量 (g);

W_t%--重量百分比 (%);

m_w--15mL 去离子水重量 (g);

ρ--密度 (g/ml);

V_w --去离子水体积 15mL (mL);

结果保留小数点后 4 位有效数字。

2.4 允许差

两次平行结果的允许差为±10%。

(三) 试验验证

1 方法原理

试样中的氟经水提取,在一定的总离子强度下,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,与校准系列比较定量。

2 适用范围

本方法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。

3 验证过程所用的仪器和设备、试剂和材料

3.1 仪器和设备

a. 数字 pH 离子综合测试计 , Thermo Orion DUAL STAR pH/ISE Meter (CP016);

b.分析天平，METTLER TOLEDO XPR205 感量为 0.1 mg （CB004）；

c. 磁力搅拌器（8 联），JOANLAB；

d.振荡器，IKA VORTEX 3 ；

3.2 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。

a.氢氧化钠，广州化学试剂厂，分析纯；

b.三羟甲基氨基甲烷（THAM），Sigma ，分析纯；

c.乙二胺四乙酸二钠（EDTA），国药集团化学试剂有限公司，分析纯；

3.3 对照品：

名称	品牌	批号	内部编号	纯度 (ppm)
氟离子标准溶液	Merck	HC44230914	R012-043	1001

3.4 实验样品：

样品	样品名称	批号
1	含氟牙膏	5155KD53
2	白茶牙膏	5164KE12
3	儿童牙膏	5105P923

4 方法验证

4.1 准确性

按照方法要求检测样品 1、样品 2 和样品 3 ，并分别将样品 1、样品 2 和样品 3 送至其它第三方检测机构，对结果进行比较，计算结果的相对偏差。

样品	结果 A (%)	结果 B (%)	结果 C (%)	相对偏差 (%)	比对实验室
1	0.09	0.09	0.06	0.0	A 本实验室
2	0.09	0.09	0.06	0.0	B 中广测
3	0.09	0.09	0.06	0.0	C 广州质检院

4.2 重复性

同一分析员连续测定按规定浓度配制的 3 个样品（分别 6 平行测定），
计算 3 个样品测定结果的相对标准偏差（计算 6 个平行样品测定结果）：

序号	总氟含量（%）		
	样品 1	样品 2	样品 3
1	0.09	0.09	0.06
2	0.09	0.09	0.06
3	0.09	0.09	0.06
4	0.09	0.09	0.06
5	0.09	0.09	0.06
6	0.09	0.09	0.06
平均值	0.09	0.09	0.06
RSD%	0.0	0.0	0.0

4.3 中间精密度

两个分析员连续同时测定按规定浓度配制的 3 个样品（分别 6 平行测定），计
算 3 个样品测定结果的相对标准偏差（计算 18 个平行样品测定结果）：

序号	总氟含量（%）					
	样品 1		样品 2		样品 3	
	人员 1	人员 2	人员 1	人员 2	人员 1	人员 2
1	0.09	0.09	0.09	0.09	0.06	0.06
2	0.09	0.09	0.09	0.09	0.06	0.06
3	0.09	0.09	0.09	0.09	0.06	0.06
4	0.09	0.09	0.09	0.09	0.06	0.06
5	0.09	0.09	0.09	0.09	0.06	0.06
6	0.09	0.09	0.09	0.09	0.06	0.06
平均值	0.09		0.09		0.06	
RSD%	0.0		0.0		0.0	

5 结果

根据 GB/T 27417-2017 《合格评定 化学分析方法确认和验证指南》，验证方
法的准确度，通过试验对测量结果的偏倚进行评估，重复性相对标准偏差范围 0%，

准确性的相对标准偏差为 0%。以上试验结果符合标准的要求，证明方法标准具有良好的准确度。

参数	通用认可标准	实验结果
重复性	6 个测定结果的相对标准偏差 $\leq 10\%$ ($0.001\% < \text{待测组分含量} \leq 1\%$)	6 个结果的相对标准偏差：0.0%
准确性	测定结果的相对偏差 $\leq 20\%$ (待测组分含量 $\leq 0.1\%$)	与第三方结果的相对偏差分别是：0.0 %和 0.0%

注：企业标准 L0725 的精密度要求，RSD $<3\%$

6 结论

牙膏中总氟的检验方法：本试验与 《化妆品安全技术规范》（2015 年版）第四章 3.16 气相色谱法（国家药品监督管理局 2025 年第 18 号通告）相比，其检测原理，设备及前处理的提取方法等均改变。基于这些变化，对准确性，重复性等参数进行验证，验证结果表明各项参数达到了方法的既定目的，该方法通过验证，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。

六、标准中如果涉及专利，应有明确的知识产权说明

无。

七、采用国际标准或国外先进标准的，说明采标程度，以及国内外同类标准水平的对比情况

无。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

九、标准的建议及其理由

建议本标准自发布之日起开始实施。

十、宣贯标准的要求和措施建议（包括组织措施、技术措施、过渡办法、实施日期等）

无。

十一、其它应予说明的事项

无。

编制工作组
2025 年 10 月 16 日