

前 言

本标准 4.1 表中香味、5.4 中挤膏压力、5.5 中泡沫量和 7.2 中包装和包装形式为推荐性的,其余为强制性的。

本标准是 GB 8372—1995《牙膏》的修订本。

本标准对牙膏质量允差要求、试样牙膏的取样方法、稠度的结果表示方法、稠度的最后结果计算方法、含氟量的表示方法、重金属含量指标、稳定性、牙膏包装、牙膏包装的标识和保质期等十个问题进行修订和补充。

本标准自实施之日起,同时代替 GB 8372—1995。

本标准的附录 A 是提示的附录。

本标准由国家轻工业局提出。

本标准由全国牙膏蜡制品标准化中心归口。

本标准起草单位:全国牙膏蜡制品标准化中心。

本标准主要起草人:李顺、马萱、沈萼芮、骆希明。

中华人民共和国国家标准

GB 8372—2001

牙 膏

代替 GB 8372—1995

Toothpaste

1 范围

本标准规定了牙膏的技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存等要求。
本标准适用于口腔内应用的各种牙膏。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 7917.2—1987 化妆品卫生化学标准检验方法 砷

GB/T 7918.2—1987 化妆品微生物标准检验方法 细菌总数测定

GB/T 7918.3—1987 化妆品微生物标准检验方法 粪大肠菌群

GB/T 7918.4—1987 化妆品微生物标准检验方法 绿脓杆菌

GB/T 7918.5—1987 化妆品微生物标准检验方法 金黄色葡萄球菌

国家技术监督局令 第43号《定量包装商品计量监督规定》(1995年)

3 产品分类

按使用性能分为普通牙膏和含氟牙膏。

4 技术要求

4.1 感官指标、理化指标和卫生指标见表1。

4.2 净含量

单支定量包装商品净含量应符合国家质量技术监督局令(95)第43号中表(一);批量定量包装商品的平均偏差 ≥ 0 。

4.3 包装外观要求

4.3.1 软管或其他包装

a) 管身光滑、整洁、厚薄均匀,无明显划痕,色泽与标准样品一致。

b) 封口要牢固、端正,不得有开口、皱折等现象,管尾封扎牢固,无渗漏现象。

c) 帽盖要端正光滑,无破碎、毛刺及爆裂现象,色泽均匀不褪色,螺纹与软管配合结构完好,不歪斜滑牙。

4.3.2 盒

a) 盒面光滑、端正,图案印刷清晰,套色准确,不得有明显露底划痕、毛刺,色泽均匀。

b) 盒应洁净、平整,无皱折、缺边、缺角、开裂现象。

表 1

项 目		指 标
感官指标	膏体	洁净、均匀、细腻、色泽正常
	香味	符合规定香型
理化指标	稠度,mm	9~33
	挤膏压力,kPa $\leq$	40
	泡沫量,mm $\geq$	60
	pH	5.0~10.0
	稳定性	膏体不溢出管口,不分离出水,香味色泽正常
	过硬颗粒	玻片无划痕
	总氟量,% $\leq$	0.15
	$\geq$	0.04 (适用于含氟牙膏)
卫生指标	可溶氟或游离氟量,% $\geq$	0.04 (适用于含氟牙膏)
	细菌总数,个/g $\leq$	500
	粪大肠菌群,个/g	不得检出
	绿脓杆菌,个/g	不得检出
	金黄色葡萄球菌,个/g	不得检出
	重金属含量(Pb),mg/kg $\leq$	15
	砷含量(As),mg/kg $\leq$	5

5 试验方法

对于按称量方法计算最后检测结果的指标应采取下列取样方式。

a) 单相管牙膏:先挤出 20 mm 膏体,弃去,然后再挤样称其质量。

b) 多相管牙膏:先挤出 20 mm 膏体,弃去,然后按标识比例从各相中取出膏体,若无标识比例,则从各相平均取样,混匀后称其质量。

5.1 膏体

任取试样牙膏 2 支,全部成条状挤于白纸或白瓷板上,目测检查。

5.2 香味

用尝味方法确定。

5.3 稠度

5.3.1 主要仪器

a) 恒温箱,1 台;

b) 秒表,1 只;

c) 标准帽盖,1 只,中心具有直径为 3 mm 的小孔,帽盖内径及螺纹应与相应的牙膏管型配合一致;

d) 稠度测量架 1 只,在长方型的金属架上装置 13 根直径为 1.5 mm 的不锈钢丝,第一根钢丝装在金属架的尽头,第二根和第一根的中心距离为 3 mm,第三根和第二根的距离为 6 mm。以后每增加一根不锈钢丝,距离增加 3 mm,直至 36 mm 为止。每根不锈钢丝的距离数,即为稠度的读数,第一根为 0,第二根为 3,第三根为 6,第四根为 9,依次类推。

5.3.2 测定程序

5.3.2.1 将试样牙膏 3 支放入 45℃ 恒温箱内,另任取试样牙膏 3 支放在室温下,分别放置 24 h 后待测。

5.3.2.2 分别将待测试样旋上标准帽盖,先挤出牙膏 20 mm 弃之,然后再挤出牙膏,将膏体条从稠度架上之第一根钢丝开始依次向其余钢丝横过,使膏条横架在钢丝上,每支牙膏连续挤 3 条,挤完后静止 1 min,观察膏体断落情况。

5.3.2.3 测定结果计算

5.3.2.3.1 以 3 条中有 2 条相同的横跨于钢丝上未断落的膏条的最大距离(毫米)为单支测定结果。

5.3.2.3.2 待 3 支牙膏全部测定后,取其中 2 支牙膏稠度相同的作为最终结果。若小于 9 mm 或大于 33 mm 判定为不合格;若在 9 mm~33 mm 之间,判定为合格。

5.4 挤膏压力

5.4.1 主要仪器与设备

- a) 冰箱,1 台;
- b) 挤膏压力测定仪,1 台;
- c) 压缩机,1 台;
- d) 压力表,0~40 kPa,1 只,精度 1 Pa;
- e) 标准帽盖,同 5.3.1c。

5.4.2 测定程序

任取试样牙膏 2 支,放入-8℃ 冰箱内 8 h 后取出,先用手挤出膏体约 20 mm 弃之,将牙膏管口旋入挤膏压力测定仪的标准帽盖上,然后将标准帽盖连同牙膏旋紧于挤膏压力测定仪的贮气筒内,使之不漏气,通过压缩机向贮气筒徐徐压入空气。当膏条被挤出 1 mm~2 mm 时,停止进气,并打开贮气筒排气活塞,使压力表恢复至零,用小刀齐软管口刮去挤出的膏体,并关闭排气活塞,再次压入空气,当膏体被挤出 1 mm~2 mm 时,立即记录压力表的压力数,取最大的测定值为测定结果。

5.5 泡沫量

5.5.1 主要仪器

- a) 超级恒温水浴,1 台;
- b) 罗氏泡沫测定仪,1 套。

5.5.2 试液制备

任取试样牙膏 1 支,从中称取牙膏 10 g(精确至 0.01 g)于 100 mL 烧杯中,同时将 1 000 mL 蒸馏水加热至 40℃,先用少量蒸馏水把试样调成浆状,将浆状的试样倒入 1 000 mL 瓷杯中,并分数次洗净烧杯,最后再将剩余的蒸馏水倒入 1 000 mL 的瓷杯中,轻轻搅拌均匀,放入 40℃ 恒温水浴中保温,待测。

5.5.3 测定程序

5.5.3.1 准备工作

开启与罗氏泡沫测定仪的刻度管夹套接通的超级恒温水浴循环装置,使泡沫仪保持在 40℃,先用 40℃ 的蒸馏水冲洗刻度管内壁,再用试液沿壁冲洗,冲洗必须完全,在刻度管下端注入预先加热至 40℃ 的试液,调节试液液面至 50 mL 刻度。

5.5.3.2 第一次试验

用滴液管准确吸取 200 mL 试液,然后把它放到刻度管架上口,并与刻度管的断面垂直,使试液流入时能达到刻度管内液面中心位置,打开滴液管的活塞,使试液一次性流下,当试液流完后,立即记录泡沫的高峰值与低峰值,并计算二个峰值的平均值。

5.5.3.3 第二次试验

再用滴液管准确吸取 200 mL 试液,然后把它放到刻度管架上口并与刻度管的断面垂直,使试液流入时能达到刻度管内液面中心位置,打开滴液管的活塞,使试液一次性流下,当试液流完后,立即记录泡

沫的高峰值与低峰值,并计算二个峰值的平均值。

5.5.3.4 计算结果

以二次试验的算术平均值为测定结果。

5.6 pH

5.6.1 主要仪器

- a) 酸度计,1台,精度 ≥ 0.02 ;
- b) 温度计,1支,精度 0.2°C ;
- c) 架盘天平,1台,精度 0.01 g 。

5.6.2 测定程序

任取试样牙膏1支,从中称取牙膏5g置于50 mL烧杯内,加入预先煮沸、冷却的蒸馏水20 mL,充分搅拌均匀,立即于 20°C 下用酸度计测定。

5.7 稳定性

5.7.1 主要仪器

- a) 冰箱,1台;
- b) 电热恒温培养箱, $20^{\circ}\text{C}\sim 60^{\circ}\text{C}$,1台,精度 1°C 。

5.7.2 测定程序

将试样牙膏1支放入 -8°C 的冰箱内,8 h后取出,随即放入 45°C 恒温培养箱内,8 h后取出,回复室温。开盖,膏体不应溢出管口;将膏体全部挤于白纸上,应不分离出水;香味、色泽正常。

5.8 过硬颗粒

5.8.1 主要仪器

过硬颗粒测定仪1台。

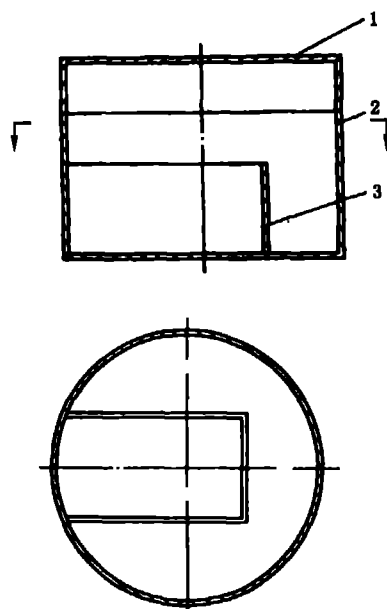
5.8.2 测定程序

任取试样牙膏1支,从中称取牙膏5g于无划痕的载玻片上($255\text{ mm}\times 75\text{ mm}$),将载玻片放入测定仪的固定槽内,压上摩擦铜块,启动开关,使铜块往返摩擦100次后,停止摩擦,取出载玻片,用水或热硝酸(1:1)将载玻片洗净,然后观察该片有无划痕。

5.9 游离氟、可溶性氟和总氟含量

5.9.1 主要仪器与用具

- a) 氟离子选择电极,1支;
- b) 甘汞参比电极,1支;
- c) PHS-3C型酸度计,1台,或720 A ORION酸度计,1台;
- d) BD-Z型离子沉淀器,1台;
- e) 扩散盒(见图1),1套。



1—扩散盒盖;2—扩散盒;3—吸收池

扩散盒盖:110 mm×20 mm;

扩散盒:φ110 mm×60 mm;

吸收池: $L \times S \times H = 75 \text{ mm} \times 50 \text{ mm} \times 35 \text{ mm}$

图1 扩散盒

5.9.2 试剂

a) 盐酸溶液($c_{\text{HCl}} = 4 \text{ mol/L}$);

b) 氢氧化钠溶液($c_{\text{NaOH}} = 4 \text{ mol/L}$);

c) 氢氧化钾溶液($c_{\text{KOH}} = 2 \text{ mol/L}$);

d) 高氯酸溶液($c_{\text{HClO}_4} = 0.4 \text{ mol/L}$);

e) 六甲基二硅醚饱和和高氯酸溶液:将58%高氯酸溶液倒入分液漏斗,加入六甲基二硅醚(HMDS),经剧烈摇动后,放置分层,下层即为六甲基二硅醚饱和和高氯酸溶液;

f) 柠檬酸盐缓冲液:100 g 柠檬酸三钠,60 mL 冰乙酸,60 g 氯化钠,30 g 氢氧化钠,用水溶解,并调节 $\text{pH} = 5.0 \sim 5.5$,用水稀释到1 000 mL;

g) 氟离子标准溶液:精确称取0.1105 g 基准氟化钠(105℃干燥2 h),用去离子水溶解并定容至500 mL,摇匀,贮存于聚乙烯塑料瓶内备用。该溶液浓度为100 mg/kg。

5.9.3 样品制备

任取试样牙膏1支,从中称取牙膏20 g(精确至0.001 g)置于50 mL 塑料烧杯中,逐渐加入去离子水搅拌使溶解,转移至100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀,分别倒入二个具有刻度的10 mL 离心管中,使其重量相等,在离心机(2 000 r/min)中离心30 min,冷却至室温,其上清液用于分析游离氟、可溶性氟浓度,悬浮液用于分析总氟浓度。

5.9.4 标准曲线绘制

精确吸取0.5,1.0,1.5,2.0,2.5 mL 氟离子标准溶液,分别移入五个50 mL 容量瓶中,各吸入柠檬酸盐缓冲液5 mL,用去离子水稀释至刻度,然后逐个转入50 mL 塑料烧杯中,在磁力搅拌下测量电位值 E ,记录并绘制 $E - \log c$ (c 为浓度)标准曲线。

5.9.5 游离氟测定

吸取上清液10 mL 置于50 mL 容量瓶中,加柠檬酸盐缓冲液5 mL,用去离子水稀释至刻度,转入50 mL 塑料烧杯中,在磁力搅拌下测量其电位值,在标准曲线上查出其相应的氟含量,从而计算出游离

氟浓度。

5.9.6 可溶性氟测定

吸取 0.5 mL 上清液,转入到 2 mL 微型离心管中,加 0.7 mL 4 mol/L 盐酸,离心管加盖,50℃水浴 10 min,移至 50 mL 容量瓶,加入 0.7 mL 4 mol/L 氢氧化钠中和,再加 5 mL 柠檬酸盐缓冲液,用去离子水稀释至刻度,转入 50 mL 塑料烧杯中,在磁力搅拌下测量其电位值,在标准曲线上查出其相应的氟含量,从而计算出可溶性氟浓度。

5.9.7 总氟含量测定

5.9.7.1 将扩散盒与盒盖交接处抹上凡士林,预先放在一个倾斜的位置(如图 2),形成相互分隔的三个小室,吸取 0.5 mL 悬浮液移入扩散盒左室,加 5 mL 0.4 mol/L 的高氯酸摇一下,中间室放入 0.5 mL 2 mol/L 氢氧化钾,将六甲基二硅醚饱和和高氯酸溶液 5 mL 移入右室,扩散盒加盖密封,将左右室溶液充分混合,静置 7 h 以上。

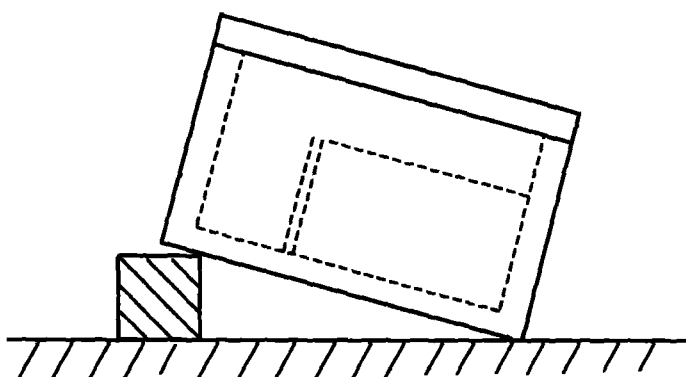


图 2 扩散盒放置图

注:扩散盒制作材料:聚苯乙烯。

5.9.7.2 打开扩散盒,取出中间室溶液,将溶液转入 50 mL 容量瓶,加 0.25 mL 4 mol/L 盐酸中和,加 5 mL 柠檬酸盐缓冲液,用去离子水稀释至刻度,转入 50 mL 塑料烧杯中,在磁力搅拌下测量其电位值,在标准曲线上查出其相应的氟含量,从而计算出总氟浓度。

5.9.8 计算公式

$$\text{游离氟} = \text{anti log } c \times (50/10) \times (100/m) \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$\text{可溶性氟} = \text{anti log } c \times (50/0.5) \times (100/m) \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$\text{总氟} = \text{anti log } c \times (50/0.5) \times (100/m) \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: anti log c ——标准曲线上所查出氟含量的对数值,再取反对数;

m ——样品质量, g。

最后将上述计算结果(mg/kg)换算成百分浓度。

5.9.9 在 5.9.7.1 中“吸取 0.5 mL 悬浮液”,也可用 0.2 g~0.3 g 牙膏加少量去离子水代替,其计算公式为:

$$\text{总氟} = \text{anti log } c \times (50/m) \quad \dots\dots\dots (4)$$

5.9.10 允许差

两次平行测定结果的允许差为±5%。

5.10 细菌总数

按 GB/T 7918.2 进行检验。

5.11 粪大肠菌群

按 GB/T 7918.3 进行检验。

5.12 绿脓杆菌

按 GB/T 7918.4 进行检验。

5.13 金黄色葡萄球菌

按 GB/T 7918.5 进行检验。

5.14 重金属含量(以铅计)

本方法为仲裁检验法,非仲裁检验也可用附录 A(提示的附录)所述方法。

5.14.1 碳酸钙和磷酸氢钙为基质的牙膏

5.14.1.1 试剂及仪器

a) 硝酸:分析纯;

b) 5 mol/L 硝酸溶液:取分析纯硝酸 158 mL,加水稀释至 500 mL;

c) 0.2 mol/L 硝酸溶液:取分析纯硝酸 6.3 mL 加水稀释至 500 mL;

d) 0.01 mol/L 硝酸溶液:取 0.2 mol/L 硝酸 25.00 mL,加水稀释至 500 mL;

e) 过氧化氢溶液:分析纯,含量 30%;

f) 氨水:分析纯,氨含量 25%~28%;

g) 1%氢氧化铵溶液:取氨水 4 mL 加水稀释至 100 mL;

h) 10%氨基磺酸铵溶液:称取分析纯氨基磺酸铵 10 g,加水溶解并稀释至 100 mL;

i) 2%APDC 溶液:APDC 为原子吸收分析试剂(ammonium pyrrolone dithiocarbamate 二硫代氨基甲酸四氢吡咯铵),称取 APDC 500 mg,加水 25 mL 溶解。溶液需盛于棕色瓶,冰箱保存,一周后重配;

j) 铅标准储备液:含铅 1 mg/mL;

k) 铅标准溶液:吸取铅储备液 10.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,用 0.01 mol/L 硝酸溶液稀释至刻度(含铅 100 $\mu\text{g/mL}$)。用 0.01 mol/L 硝酸溶液再分别稀释,使含铅为:1 $\mu\text{g/mL}$ 、3 $\mu\text{g/mL}$ 、5 $\mu\text{g/mL}$ 的标准溶液;

l) 三氯甲烷:分析纯;

m) Hg^{2+} 溶液:称取氧化汞 0.537 g 于小烧杯中,加硝酸 1 mL 使之溶解,加水约 50 mL,过滤,少许水洗烧杯及漏斗。加水至约 480 mL,用 5 mol/L 和 0.2 mol/L 硝酸溶液调 pH 至 1.6,加水至 500 mL。溶液含 Hg^{2+} 为 1 000 $\mu\text{g/mL}$;

n) pH 计,1 台,用 pH=4.00 缓冲液校正;

o) 原子吸收分光光度计,1 台,仪器条件:波长 283.3 nm。

5.14.1.2 样品制备及测定

任取试样牙膏 1 支,从中称取牙膏 2.00 g 于 150 mL 三角烧瓶中,加水 5 mL,硝酸 5 mL 用小火加热并振摇,至牙膏溶解。稍冷,加 30%过氧化氢溶液 1.5 mL,振摇,小火加热至过氧化氢完全分解,如产生红棕色二氧化氮烟雾,立即加 10%氨基磺酸铵溶液 2 mL 加热至溶液微沸,迅速加水至 50 mL,使其快速冷却,加氨水 3 mL 冷至室温后溶液转入 100 mL 烧杯,用水 10 mL 分二次洗涤三角烧瓶。用氨水及 1%氢氧化铵溶液调 pH 至 1.1~1.2。此时溶液会出现少量混浊;过滤入 125 mL 分液漏斗中,用 5 mL 水洗涤烧杯及漏斗。溶液中加入 2%APDC 溶液 1 mL 摇匀放置约 3 min,加三氯甲烷 10 mL,振摇 2 min,分层后三氯甲烷转入另一分液漏斗中,再用三氯甲烷 10 mL 重复萃取,合并萃取液。加 Hg^{2+} 溶液 10.0 mL,振摇 2 min,分层后取上层水相供火焰原子吸收测定。同时以 0.01 mol/L 硝酸溶液为空白,测定铅标准系列 1 $\mu\text{g/mL}$ 、3 $\mu\text{g/mL}$ 、5 $\mu\text{g/mL}$ 的吸收,以铅浓度为横坐标,铅吸收为纵坐标绘制标准曲线。

5.14.2 氢氧化铝和二氧化硅为基质的牙膏

5.14.2.1 试剂及仪器

a) 硝酸:分析纯;

b) 5 mol/L 硝酸溶液:取分析纯硝酸 158 mL,加水稀释至 500 mL;

c) 0.2 mol/L 硝酸溶液:取分析纯硝酸 6.3 mL,加水稀释至 500 mL;

d) 0.01 mol/L 硝酸溶液:取 0.2 mol/L 硝酸 25.00 mL,加水稀释至 500 mL;

- e) 硫酸:分析纯;
- f) 过氧化氢溶液:分析纯,含量 30%;
- g) 氨水:分析纯,氨含量 25%~28%;
- h) 1%氢氧化铵溶液:取氨水 4 mL 加水稀释至 100 mL;
- i) 10%氨基磺酸铵溶液:称取分析纯氨基磺酸铵 10 g,加水溶解并稀释至 100 mL;
- j) 2%APDC 溶液:APDC 为原子吸收分析试剂(ammonium pyrrolidine dithiocarbamate 二硫代氨基甲酸四氢吡咯铵),称取 APDC 500 mg,加水 25 mL 溶解。溶液需盛于棕色瓶,冰箱保存,二周后重配;
- k) 铅标准储备液:含铅 1 mg/mL;
- l) 铅标准溶液:吸取铅储备液 10.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,用 0.01 mol/L 硝酸溶液稀释至刻度(含铅 100 $\mu\text{g/mL}$)。用 0.01 mol/L 硝酸溶液再分别稀释,使含铅为:1 $\mu\text{g/mL}$ 、3 $\mu\text{g/mL}$ 、5 $\mu\text{g/mL}$ 的标准溶液;
- m) 三氯甲烷:分析纯;
- n) Hg^{2+} 溶液:称取氧化汞 0.537 g 于小烧杯中,加硝酸 1 mL 使之溶解,加水约 50 mL,过滤,少许水洗烧杯及漏斗。加水至约 480 mL,用 5 mol/L 和 0.2 mol/L 硝酸溶液调 pH 至 1.6,加水至 500 mL。溶液含 Hg^{2+} 为 1 000 $\mu\text{g/mL}$;
- o) pH 计,1 台,用 pH=4.00 缓冲液校正;
- p) 原子吸收分光光度计,1 台,仪器条件:波长 283.3 nm。

5.14.2.2 样品制备及测定

5.14.2.2.1 氢氧化铝牙膏:任取试样牙膏 1 支,从中称取 2.0 g 牙膏于 250 mL 三角烧瓶中,加入硝酸 15 mL,硫酸 1 mL,加热至产生红棕色二氧化氮气体取下,稍冷,加入过氧化氢溶液 2 mL,振摇,冷却至室温,加水 10 mL~15 mL 及过氧化氢溶液 1 mL,煮沸 5 min~6 min,且不断振摇来去除过氧化氢,加入 2 mL 10%氨基磺酸铵溶液,稍冷取下,快速加水至 60 mL,使其快速冷却至室温。调节溶液 pH 至 1.0 后,移入 125 mL 分液漏斗,加 2%APDC 溶液 1 mL 与三氯甲烷 10 mL,振摇 2 min,分层后三氯甲烷转入另一分液漏斗中,再用三氯甲烷 10 mL 重复萃取,合并萃取液,加 Hg^{2+} 溶液 10.0 mL,振摇 2 min,分层后取上层水相供火焰原子吸收测定。同时以 0.01 mol/L 硝酸溶液为空白,测定铅标准系列 1 $\mu\text{g/mL}$ 、3 $\mu\text{g/mL}$ 、5 $\mu\text{g/mL}$ 的吸收,以铅浓度为横坐标,铅吸收为纵坐标绘制标准曲线。

5.14.2.2.2 二氧化硅牙膏:任取试样牙膏 1 支,从中称取牙膏 2.0 g 于 250 mL 三角烧瓶中,加水 5 mL,硝酸 5 mL,用小火加热至膏体溶解,稍冷,加过氧化氢溶液 1.5 mL,振摇,用小火加热至红棕色二氧化氮气体生成,立刻加入 10%氨基磺酸溶液 2 mL,稍热取下,加水 20 mL,冷却至室温,用两层滤纸进行抽滤,用 15 mL 水分数次洗涤三角烧瓶及布氏漏斗内壁与沉淀物,将抽滤液移入 100 mL 烧杯,用 10 mL 水分两次洗涤抽滤滤瓶,调 pH 至 1.2,以下操作除加 5.0 mL Hg^{2+} 溶液反萃取外,其余按氢氧化铝牙膏络合萃取及测定进行。

5.14.3 允许差

两次平行测定结果的允许差为 $\pm 5\%$ 。

5.15 砷含量

按 GB/T 7917.2 的砷斑法检验。

5.16 净含量

5.16.1 校正架盘天平(精度为 0.01 g),调节好零点。

5.16.2 任意抽取试样牙膏 10 支,置于架盘天平上称其质量,记录为 m_1 。

5.16.3 任意抽取试样牙膏(带帽盖)之空软管 10 支,置于架盘天平上称其质量,记录为 m_2 。

5.16.4 计算

$$\text{净含量} = (m_1 - m_2)/10 \quad \dots\dots\dots(5)$$

与标明净含量进行比较。

6 检验规则

6.1 检验分类

6.1.1 型式检验

牙膏型式检验包括标准中所有项目,正常生产时每季度不得少于一次,有下列情形之一时也应进行型式检验。

- a) 当原料工艺、配方有重大改变可能影响产品性能时;
- b) 产品长期停产后恢复生产时;
- c) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时;
- d) 国家质量监督机构提出进行型式检验要求时。

6.1.2 出厂检验

产品须经生产厂检验,并出具合格证方可出厂。

出厂检验项目为第4章规定的理化指标、感官指标和净含量及包装外观要求。

6.2 组批与抽样、判定规则

6.2.1 牙膏按批交付,工艺条件、品种、规格、生产日期相同的产品为一批,收货方也可按一次交货产品为一批。

6.2.2 抽样

以箱为单位,根据批量大小,按表2确定样本。

表 2

批量,箱数	取样,箱数
≤ 500	5
$> 500 \sim 1\,000$	8
$> 1\,000$	13

在交货地点或牙膏成品仓库随机抽取箱样本,验收包装质量时检查箱中的全部小包装,按4.3.2进行检验,合格总判定率为10%,然后从每箱中任取两中盒,再从每中盒中取出等量支数,使样本总数不少于40支。

6.2.3 如检验不合格可重新从两倍箱样本抽取样品,对不合格项目进行复验,复检结果仍不合格,则判该批产品不合格。

6.2.4 交收双方对检验结果有异议时,可商请仲裁检验,仲裁结果为最后依据。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

7.1.1 销售包装应有如下标志:

- a) 产品名称、商标;
- b) 净含量;
- c) 生产厂名、厂址;
- d) 采用标准号;
- e) 保质期、生产日期或限制使用日期;
- f) 香型。

7.1.2 大包装应有如下标志:

- a) 产品名称;
- b) 生产厂名、厂址;
- c) 装箱数量、毛重;

- d) 出厂日期;
- e) 包装箱规格[长(mm)×宽(mm)×高(mm)];
- f) “防潮”、“小心轻放”、“防止倒置”等字样。

7.2 包装和包装型式

在不损坏产品质量的情况下,产品包装形式和包装材料由企业自定。箱内应装实无空隙,并放有产品合格证。

7.3 运输

必须轻装轻卸,按箱箭头堆放,避免剧烈震动、撞击和日晒雨淋。

7.4 贮存

7.4.1 应贮存在温度不高于 40℃ 的通风干燥仓库内,不得靠近水源和暖气,堆放时必须离地面 20 cm,离墙 50 cm,中间应为通道,按箱子箭头堆放,不得倒放,堆放高度不超过 2.5 m。

7.4.2 保质期

日期应标注在可视面上,标注方法有两种:

- a) 标注保质期必须标注生产日期,按年、月顺序标注,不能颠倒,年需 4 位数,如 2000;
 - b) 限制使用日期和生产批号;
- 保质期由企业自定,但最多不可超过五年。

附 录 A
(提示的附录)
石墨炉直接进样测定铅含量

A1 仪器及试剂**A1.1 原子吸收光谱仪(带 CXR90 石墨炉)一台。**

主机条件:

波长:283.3 nm,灯电流 3.5 mA,狭缝 1.0,用氘灯扣除背景。

石墨炉测定条件见表 A1。

表 A1

项目	温度,℃	保持时间,s	升温速率,℃/s
干燥	90~120	80	—
灰化	700	50	—
原子化	1 750	2.0	400

A1.2 10 μ L 微量进样器一支。**A1.3 磁力搅拌器一台。****A1.4 千分之一天平一台。****A1.5 50 mL 吸管一支。****A1.6 100 mL 烧杯若干。****A1.7 1:1 硝酸(优级纯)。**

A1.8 铅标准储备溶液:称取硝酸铅 0.1 598 g,用适量的 1:1 硝酸溶解,用蒸馏水定容至 1 000 mL,该溶液浓度为 100 μ g/mL。

A1.9 稀释液:取适量琼脂、磷酸二氢铵、释放剂用蒸馏水定容到一定体积。

A2 样品处理

任取试样牙膏 1 支,从中称取牙膏 2.00 g 置于 100 mL 烧杯中,加入 50 mL 稀释液,1.0 mL 1:1 硝酸,在磁力搅拌器上搅拌,直到成为均匀的溶液(约 20 min)。

A3 样品测定

样品在磁力搅拌器上搅拌的条件下,用微量进样器吸取 10 μ L(勿吸入气泡),立即注入石墨管中,启动石墨炉开关,对样品进行测定,记录吸收值。同时做空白试验。

A4 标准曲线的绘制

根据样品的吸收值,配制 3~5 个相应浓度的铅标准液,测定其吸收值,减去空白吸收值,做浓度与吸收值曲线。

A5 结果计算

样品吸收值减去空白吸收值,查标准曲线得出相应浓度,乘上稀释倍数,即为样品牙膏中的铅含量(mg/kg)。

$$X = K \cdot c \quad \dots\dots\dots (A1)$$

式中: X ——牙膏中铅含量,mg/kg;

K ——样品的稀释倍数；

c ——标准曲线上查得的相应浓度,mg/kg。

A6 允许差

两次平行测定结果的允许差为 $\pm 5\%$ 。
