

ICS 71.100.40
Y 43



中华人民共和国国家标准

GB 8372—2008
代替 GB 8372—2001

牙 膏

Toothpaste

2008-06-27 发布

2009-02-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准的 4.5 包装外观要求为推荐性的,其余为强制性的。

本标准参考了国际标准 ISO 11609:1995《牙科 牙膏 要求、测试方法和标志》(英文版)。

本标准是对 GB 8372—2001《牙膏》的修订。

本标准与 GB 8372—2001 相比,主要变化如下:

- 明确了标准的适用范围;
- 增加了术语和定义;
- 规定了生产牙膏所使用的原料应符合 GB 22115—2008《牙膏用原料规范》的要求;
- 增加了霉菌与酵母菌总数指标要求;
- 微生物指标的检验按照中华人民共和国卫生部《化妆品卫生规范》的规定;
- 删除了感官指标中香味的要求;
- 删除了理化指标中稠度、挤膏压力、泡沫量的要求;
- 修改了理化指标中稳定性的测定方法;
- 修订了 pH 指标;
- 修订了可溶氟或游离氟量指标要求;
- 增加了含氟儿童牙膏可溶氟或游离氟量指标要求;
- 修订了总氟量指标要求;
- 增加了含氟儿童牙膏总氟量指标要求;
- 部分修改了可溶氟或游离氟量的测定方法;
- 修改了总氟量的测定方法;
- 净含量按中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局令[2005]第 75 号《定量包装商品计量监督管理办法》执行;
- 修改了包装外观要求的内容;
- 部分修改了标志的内容;
- 删除了包装、运输和贮存要求。

本标准自实施之日起,代替 GB 8372—2001《牙膏》。

本标准的附录 A、附录 B 为规范性附录,附录 C 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局提出。

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:国家轻工业牙膏蜡制品质量监督检测中心。

本标准主要起草人:孙东方、马莹、李显波、沈萼芮、孟玉。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- QB 592—1981、GB 8372—1987、GB 8372—1995、GB 8372—2001。

牙 膏

1 范围

本标准规定了牙膏的术语和定义、要求、试验方法、检验规则、标志。

本标准适用于清洁及护理口腔的各种牙膏。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 7917.2 化妆品卫生化学标准检验方法 砷

GB 22115—2008 牙膏用原料规范

JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局令[2005]第75号《定量包装商品计量监督管理办法》

中华人民共和国卫生部《化妆品卫生规范》

中华人民共和国卫生部《国际化妆品原料标准中文名称目录》

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

牙膏 toothpaste

由摩擦剂、保湿剂、增稠剂、发泡剂、芳香剂、水和其他添加剂(含用于改善口腔健康状况的功效成分)混合组成的膏状物质。

4 要求

4.1 牙膏用原料要求

生产牙膏所使用的原料应符合 GB 22115—2008 的要求。

4.2 卫生指标

牙膏产品的卫生指标应符合表1的要求。

表 1

项 目		要 求
微生物指标	菌落总数/(CFU/g)	≤ 500
	霉菌与酵母菌总数/(CFU/g)	≤ 100
	粪大肠菌群/g	不得检出
	铜绿假单胞菌/g	不得检出
	金黄色葡萄球菌/g	不得检出
有毒物质限量	铅(Pb)含量/(mg/kg)	≤ 15
	砷(As)含量/(mg/kg)	≤ 5

4.3 感官、理化指标

牙膏产品的感官、理化指标应符合表 2 的要求。

项 目		要 求
感官指标	膏体	均匀、无异物
理化指标	pH 值	5.5~10.0
	稳定性	膏体不溢出管口,不分离出载体,香味色泽正常
	过硬颗粒	玻片无划痕
	可溶氟或游离氟量/(%)(下限仅适用于含氟防龋牙膏)	0.05~0.15(适用于含氟牙膏) 0.05~0.11(适用于儿童含氟牙膏)
	总氟量/(%)(下限仅适用于含氟防龋牙膏)	0.05~0.15(适用于含氟牙膏) 0.05~0.11(适用于儿童含氟牙膏)

4.4 净含量

牙膏产品的净含量应符合中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局令[2005]第 75 号《定量包装商品计量监督管理办法》的要求。

4.5 包装外观要求

4.5.1 软管或其他包装

帽盖与管口吻合严密,无管体破损,无膏体渗漏。

4.5.2 盒(适用于有小盒包装的牙膏)

盒体应无破损。

5 试验方法

本标准所用试剂和水,除特殊规定外,均为分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的水。

本标准中滴定分析用标准溶液、杂质测定用标准溶液、试验方法所用制剂和制品,除特殊规定外,均按 GB/T 601、GB/T 602 和 GB/T 603 的规定制备。

对于按称其质量方法计算最后检测结果的指标采取先挤出 20 mm 膏体,弃去,然后再挤样称量的取样方法。

5.1 微生物指标

按《化妆品卫生规范》的规定进行。

5.2 铅(Pb)含量

本方法为仲裁检验法,非仲裁检验可按附录 A 的规定进行。

5.2.1 以碳酸钙或磷酸氢钙为摩擦剂的牙膏

5.2.1.1 试剂

- a) 硝酸;
- b) 硝酸溶液:5 mol/L;
- c) 硝酸溶液:0.2 mol/L;
- d) 硝酸溶液:0.01 mol/L;
- e) 过氧化氢溶液:含量 30%;
- f) 氨水: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:称取氨基磺酸铵 10 g,加水溶解并稀释至 100 mL;
- i) 2%二硫代氨基甲酸四氢化吡咯铵(APDC)溶液:为原子吸收分析试剂(ammonium pyrroline dithiocarbamate),称取 500 mg,加水 25 mL 溶解。溶液需盛于棕色瓶,冰箱保存,1 周后重配;
- j) 铅标准储备液:含铅 1 mg/mL;
- k) 铅标准溶液:吸取铅标准储备液 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 $\mu\text{g}/\text{mL}$)。用 0.01 mol/L 硝酸溶液再分别稀释,使含铅为:1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、3 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的铅标准溶液;
- l) 三氯甲烷;
- 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,用少许水洗烧杯及漏斗。加水约 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 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

5.2.1.2 仪器

- a) pH 计:精度 0.02pH 单位,用 pH=4.00 缓冲液校正;
- b) 原子吸收分光光度计:波长 283.3 nm。

5.2.1.3 样品的制备及测定

任取试样牙膏 1 支,从中称取牙膏 2 g 精确至 0.01 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 分两次洗涤三角烧瓶。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。滤入 125 mL 分液漏斗中,用 5 mL 水洗烧杯及漏斗。溶液中加入 2%二硫代氨基甲酸四氢化吡咯铵溶液 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 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、3 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的吸收,以铅浓度为横坐标,铅吸收为纵坐标绘制标准曲线。

5.2.2 以二氧化硅或氢氧化铝为摩擦剂的牙膏

5.2.2.1 试剂

硫酸。

其他试剂与 5.2.1.1 相同。

5.2.2.2 仪器

与 5.2.1.2 相同。

5.2.2.3 样品的制备及测定

- a) 二氧化硅牙膏:任取试样牙膏 1 支,从中称取牙膏 2 g,精确至 0.01 g,置于 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% 氨基磺酸铵溶液 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。

- b) 氢氧化铝牙膏:任取试样牙膏 1 支,从中称取牙膏 2 g 精确至 0.01 g 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,振荡,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,且不断振荡来去除过氧化氢,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;振荡 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,振荡 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 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、3 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的吸收,以铅浓度为横坐标,铅吸收为纵坐标绘制标准曲线。

5.2.3 允许差

两次平行测定结果的允许差为 $\pm 5\%$ 。

5.3 砷含量

按 GB 7917.2 中的砷斑法规定进行。

5.4 膏体

任取试样牙膏 1 支,剖管后按照表 2 中的感官指标要求目测检测。

5.5 pH 值

5.5.1 仪器

5.5.1.1 pH 计:精度 0.02pH 单位。

5.5.1.2 温度计:精度 0.2 $^{\circ}\text{C}$ 。

5.5.1.3 天平:精度 0.01 g。

5.5.2 测定程序

任取试样牙膏 1 支,从中称取牙膏 5 g,精确至 0.01 g,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,于 20 $^{\circ}\text{C}$ 下用 pH 计测定。

5.5.3 结果表示

平行测定值的绝对差值不大于 0.02pH 单位,取其算术平均值作为测定结果。

5.6 稳定性

5.6.1 仪器

5.6.1.1 冰箱:精度 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 。

5.6.1.2 电热恒温培养箱:精度 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 。

5.6.2 测定程序

取试样牙膏 2 支,1 支样品室温保存,另一支样品放入 $-8^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 的冰箱内,8 h 后取出,随即放入 $45^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 恒温培养箱内,8 h 后取出,恢复室温,开盖,膏体应不溢出管口;将牙膏管体倒置,10 s 内应无液体从管口滴出;膏体挤出后与室温保存样品相比较,其香味、色泽应正常。

5.7 过硬颗粒

5.7.1 仪器

5.7.1.1 过硬颗粒测定仪:1 台。

5.7.1.2 载玻片:75 mm \times 25 mm。

5.7.2 试剂

硝酸:1+1。



5.7.3 测定程序

取试样牙膏 1 支,从中称取牙膏 5 g 于无划痕的载玻片上,将载玻片放入测定仪的固定槽内,压上摩擦铜块,启动开关,使铜块往复摩擦 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。

5.8 可溶氟或游离氟量的测定

5.8.1 仪器

5.8.1.1 离子计:配有氟离子选择电极和参比电极,电势测量的分度值不大于 0.2 mV。

5.8.1.2 pH 计:精度为 0.02pH 单位。

5.8.1.3 离心机。

5.8.1.4 恒温水浴锅:精度 $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.8.1.5 烘箱:精度 $\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.8.2 试剂

5.8.2.1 盐酸溶液:4 mol/L。

5.8.2.2 氢氧化钠溶液:4 mol/L。

5.8.2.3 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 pH 至 5.0~5.5,用水稀释到 1 000 mL。

5.8.2.4 氟离子标准溶液:精确称取 0.110 5 g 基准氟化钠($105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$,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。

5.8.3 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,搅拌使其溶解,转移至 100 mL 塑料容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。分别倒入 2 个具有刻度的 10 mL 离心管中,使其质量相等。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、可溶氟含量。

5.8.4 标准曲线的绘制

精确吸取 0.5 mL、1.0 mL、1.5 mL、2.0 mL、2.5 mL 氟离子标准溶液,分别移入 5 个 50 mL 塑料容量瓶中,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。

5.8.5 可溶氟的测定

吸取 5.8.3 制备的上清液 0.5 mL,转入到 2 mL 微型离心管中,加 4 mol/L 盐酸 0.7 mL,离心管加盖,50 $^{\circ}\text{C}$ 水浴 10 min,移至 50 mL 容量瓶,加入 4 mol/L 氢氧化钠 0.7 mL 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含量。

5.8.6 游离氟的测定

吸取 5.8.3 制备的上清液 10 mL 置于 50 mL 塑料容量瓶中,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,从而计算出游离氟含量。如果样品中游离氟含量过高,可根据实际情况适当稀释或减少取样量。

5.8.7 计算公式

按式(1)计算样品中可溶氟含量(X):

$$X = \text{antilog}c \times (50/0.5) \times (100/m) \quad \dots\dots\dots(1)$$

按式(2)计算样品中游离氟含量(Y):

$$Y = \text{antilog}c \times (50/10) \times (100/m) \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

X ——可溶氟含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

Y ——游离氟含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

$\text{antilog}c$ ——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,单位为克(g)。

最后将上述计算结果(mg/kg)换算成百分浓度,并精确到小数点后两位数字。

5.8.8 允许差

两次平行测定结果的允许差为 $\pm 5\%$,取其算术平均值作为测定结果。

5.9 总氟量的测定

本标准所列总氟量的测定方法为仲裁检验法,牙膏生产企业可根据产品特性自行选用适当方法进行检验。企业应保留选用方法与仲裁检验方法的方法相关性比对试验报告以证明两种方法检验结果的一致性。

5.9.1 仪器

5.9.1.1 气相色谱仪:氢火焰离子化检测器(FID),配置分流/不分流进样口。

5.9.1.2 毛细管柱:Agilent DB-1,15 m \times 0.32 mm \times 5 μ m 或相当的。

5.9.1.3 分析天平:精度为0.0001 g。

5.9.1.4 振荡器:IKA HS 501 或相当的。

5.9.2 试剂

5.9.2.1 甲苯。

5.9.2.2 三甲基氯硅烷(TMCS)。

5.9.2.3 高氯酸:70%~72%。

5.9.2.4 正戊烷:最低纯度99.5%。

5.9.2.5 氟化钠:基准氟化钠(105 $\text{ }^{\circ}\text{C}$ \pm 2 $\text{ }^{\circ}\text{C}$,干燥2 h)。

5.9.2.6 去离子水。

5.9.2.7 10%氯化钠溶液:称取100 g氯化钠于1 L玻璃容量瓶中,用去离子水稀释至刻度,摇匀。此溶液有效期为6个月。

5.9.3 色谱条件

以下参数用于HP Agilent 6890N气相色谱仪的设置。

5.9.3.1 程序升温:初始温度60 $\text{ }^{\circ}\text{C}$,初始时间1.8 min,升温速率40 $\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$,终止温度160 $\text{ }^{\circ}\text{C}$,保持3 min。

5.9.3.2 进样口温度:200 $\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.9.3.3 检测器(FID)温度:300 $\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.9.3.4 载气:氮气,42.3 kPa。

5.9.3.5 分流比:1+13。

5.9.3.6 隔垫吹扫:2 mL/min。

5.9.3.7 尾吹气:氮气,25 mL/min。

5.9.4 氟离子标准溶液及内标液的配制

5.9.4.1 氟离子标准溶液的配制

按照5.8.2.4配制。

5.9.4.2 内标液的配制

a) 称取约0.5 g正戊烷于100 mL玻璃容量瓶中,用甲苯稀释至刻度,摇匀。此内标储备液存放于冰箱中,有效期为1个月。

b) 用移液管吸5.0 mL内标储备液至250 mL玻璃容量瓶中,用甲苯稀释至刻度,摇匀。此内标液须每次重新配制。

同一分析过程中,所有标准溶液和样品溶液必须用同一内标液进行配制。

5.9.5 标准溶液及样品溶液的制备

5.9.5.1 标准溶液的制备:用移液管分别吸 1.0 mL 和 5.0 mL 氟离子标准溶液至 2 个 40 mL 带盖塑料瓶中,加入 10%氯化钠溶液使总体积为 10 mL,得标准溶液 A 与 B。其中的氟离子质量分别为 0.1 mg 和 0.5 mg。

5.9.5.2 样品溶液的制备:称约 0.2 g 样品(精确至 0.000 1 g)至 40 mL 带盖塑料瓶中。放 3 粒玻璃珠,加 10.0 mL 10%氯化钠溶液。将样品溶液放在振荡器上振摇直至膏体完全分散。

5.9.5.3 将标准溶液及样品溶液放入冰水中或冰箱冷冻室冷却 1 min,然后用移液管分别在每个瓶中依次加入 0.5 mL 高氯酸、10.0 mL 正戊烷内标液(准确加入)和 5 mL 三甲基氯硅烷,每加完一种试剂立即加盖(此项操作在通风橱中进行)。将加好试剂的标准溶液及样品溶液放在振荡器上,以速度 300 r/min 振摇 10 min。

5.9.5.4 将上述标准溶液及样品溶液放入冰水中或冰箱冷冻室,冷却至少 1 h,以加快其分层。吸取上层清液(甲苯层)于仪器进样瓶中待分析。

5.9.6 总氟量的测定

5.9.6.1 参照气相色谱仪操作规程,设置好仪器分析参数。

5.9.6.2 分别进样 1.0 μ L 分析标准溶液及样品溶液,采集数据并进行处理。

5.9.7 计算公式

按式(3)分别计算标准溶液 A 与 B 的响应因子(K):

$$K = \frac{A}{M \times B} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

K——标准溶液的响应因子;

A——标准溶液中氟化物的峰面积;

B——标准溶液中正戊烷的峰面积;

M——标准溶液中氟离子质量,单位为毫克(mg)。

将标准溶液 A 与 B 的响应因子取平均值,得标准溶液的平均响应因子(K_M)。

按式(4)计算样品中总氟量(Z):

$$Z = \frac{a}{m \times K_M \times b} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

Z——样品中总氟量,结果精确到小数点后两位数字;

a——样品溶液中氟化物的峰面积;

b——样品溶液中正戊烷的峰面积;

m——样品质量,单位为毫克(mg)。

本方法检出限为 0.2 mg/kg,定量下限为 1 mg/kg。

5.10 净含量的测定

按 JJF 1070 的规定进行。

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。

6.1.1.1 当原料、工艺、配方有重大改变可能影响产品性能时。

- 6.1.1.2 产品长期停产恢复生产时。
- 6.1.1.3 产品出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时。
- 6.1.1.4 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合格方可出厂。出厂检验项目为第4章规定的理化指标、感官指标、微生物指标中的菌落总数、净含量及包装外观要求。

6.2 组批与抽样、判定规则

- 6.2.1 牙膏应按批交付,以相同原料、同一工艺条件生产的同一规格的成品为一批。
- 6.2.2 抽样:以箱为单位,根据批量大小,按表3确定样本。

表 3

单位为箱

批量	取样
≤500	5
501~1 000	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4.5.2进行检验,合格总判定率为10%,然后从每箱中任取2中盒~4中盒,再从每中盒中取出等量支数,使样本总数不少于40支。

- 6.2.2.1 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检,复检结果仍不合格,则判该批产品不合格。
- 6.2.2.2 交收双方对检验结果有异议时,可用仲裁检验,仲裁结果为最后依据。

7 标志

7.1 产品的销售包装应有如下标志:

- 7.1.1 产品名称、商标。
- 7.1.2 净含量。
- 7.1.3 生产者名称和地址:生产者名称和地址应是依法登记注册、能承担产品质量责任的生产者的名称和地址。
- 7.1.4 执行标准号。
- 7.1.5 保质期。
- 7.1.5.1 保质期应按下列两种方式之一标注:
- 生产日期和保质期;
 - 生产批号和限期使用日期。
- 7.1.5.2 保质期的标注方法:
- 生产日期的标注:采用“生产日期”或“生产日期见包装”等引导语,日期按4位数年和2位数月及2位数日的顺序。如标注:“生产日期 20100112”或“生产日期见管尾”并在管尾上标注“20100112”,表示2010年1月12日生产;
 - 保质期的标注:“保质期×年”或“保质期××月”,保质期由企业自定,但最多不可超过5年;
 - 生产批号的标注:生产批号应保证产品的可追溯性,具体标注方法由企业自定;
 - 限期使用日期的标注:采用“请在标注日期前使用”或“限期使用日期见管尾”等说明语,日期按4位数年和2位数月和2位数日的顺序。如标注:“请在标注日期前使用”或“限期使用日期见管尾”,在管尾处标注“20100112”,表示在2010年1月12日前使用。日期也可以按4位数年和2位数月的顺序。如标注:“201001”,表示在2010年1月1日前使用。

7.1.5.3 除生产批号外,限期使用日期或生产日期和保质期应标注在销售包装的可视面上。

7.1.6 香型。

7.1.7 牙膏成分标注要使用标准的原料名称。含氟牙膏要标明氟添加量,儿童含氟牙膏应该标有警示性文字。

7.1.8 牙膏销售包装最大表面面积大于 20 cm^2 的,标识中强制标注内容字体高度不得小于 1.8 mm 。除注册商标之外,标识所使用的拼音、外文字体不得大于相应的汉字。最大表面的面积小于 10 cm^2 或者净含量不大于 15 g 或 15 mL 的,其标识可以仅标注产品名称、生产者名称和地址、净含量、生产日期和保质期或者生产批号和限期使用日期。产品有其他相关说明性资料的,其他应当标注的内容可以标注在说明性资料上。销售包装最大表面面积的计算方法见附录 B。

7.2 大包装应有如下标志。

7.2.1 产品名称。

7.2.2 生产者名称和地址。生产者名称和地址应是依法登记注册、能承担产品质量责任的生产者的名称和地址。

7.2.3 装箱数量、毛重。

7.2.4 生产日期或限期使用日期和生产批号。

7.2.5 包装箱规格[长(mm)×宽(mm)×高(mm)]。

7.2.6 包装储运图示标志:企业应根据产品实际要求标注大包装的储运图示标志。



附 录 A
(规范性附录)
石墨炉直接进样测定铅含量

A.1 仪器及试剂

A.1.1 原子吸收光谱仪(带石墨炉):1台。

主机条件:

波长 83.3 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 A.1。

表 A.1

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

A.1.2 10 μL 微量进样器 1 支。

A.1.3 磁力搅拌器 1 台。

A.1.4 天平精度 0.001 g。

A.1.5 50 mL 吸管 1 支。

A.1.6 100 mL 烧杯若干。

A.1.7 (1+1)硝酸优级纯。

A.1.8 铅标准储备溶液:称取硝酸铅 0.159 8 g,用适量的硝酸(1+1)溶液溶解,用蒸馏水定容至 1 000 mL,该溶液浓度为 100 μg/mL。

A.1.9 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。

A.2 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)。

A.3 样品测定

将第 A.2 章溶液在磁力搅拌器上搅拌,用微量进样器吸取 10 μL(勿吸入气泡),立即注入石墨管中,启动石墨炉开关进行测定,记录吸收值。同时作空白试验。

A.4 标准曲线的测绘

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

A.5 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。

按式(A.1)计算样品铅含量(Z):

$$W = K \cdot c \quad \dots\dots\dots(A.1)$$

式中:

W ——样品铅含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

K ——样品的稀释倍数;

c ——标准曲线上查得的相应浓度,单位为毫克每千克(mg/kg)。

A.6 允许差

两次平行测定结果的允许差为 $\pm 5\%$ 。



附录 B
(规范性附录)

牙膏销售包装最大表面面积计算方法

B.1 长方体形包装物或长方体形包装容器计算方法

长方体形包装物或长方体形包装容器的最大一个侧面的高度(cm)乘以宽度(cm)。

B.2 圆柱形包装物、圆柱形包装容器或近似圆柱形包装物、近似圆柱形包装容器计算方法

包装物或包装容器的高度(cm)乘以圆周长(cm)的40%。

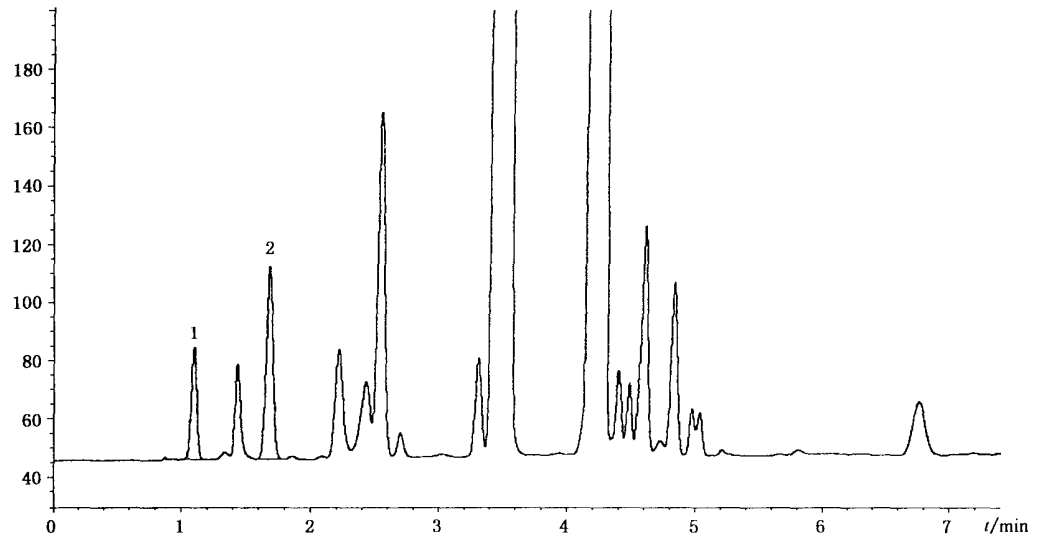
B.3 其他形状的包装物或包装容器计算方法

包装物或包装容器的总表面积的40%。

如果包装物或包装容器有明显的主要展示版面,应以主要展示版面的面积为最大表面面积。

注:如果是瓶形或罐形,计算表面面积时不包括肩部、颈部、顶部和底部的凸缘。

附录 C
(资料性附录)
氟离子标准溶液气相色谱图



1——氟化物；
2——正戊烷。

图 C.1 氟离子标准溶液的参考色谱分离图