



中华人民共和国国家标准

GB/T 8372—2017
代替 GB 8372—2008

牙 膏

Toothpaste

2017-11-01 发布

2018-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB 8372—2008《牙膏》，与 GB 8372—2008 相比，主要技术内容变化如下：

- 修改规范性引用文件(见第 2 章,2008 年版第 2 章)；
- 修改了牙膏的定义(见 3.1,2008 年版 3.1)；
- 增加了安全性要求的内容(见 4.1)；
- 修改了理化指标中 pH 的要求(见表 2,2008 年版表 2)；
- 增加了理化指标中 pH 低于 5.5 产品的要求(见表 2 注 a)；
- 增加了理化指标中可溶氟或游离氟量选用方法依据内容(见表 2 注 b)；
- 修改了 pH 试验方法中对平行测定值绝对差值的要求(见 5.5.3,2008 年版 5.5.3)；
- 修改了可溶氟或游离氟量的测定方法(见 5.8,2008 年版 5.8)；
- 修改了标志的内容(见第 7 章,2008 年版第 7 章)；
- 增加了运输和贮存的内容(见第 8 章)；
- 更正了 A.1.1 中错误(见 A.1.1,2008 年版 A.1.1)；
- 删除了附录 B(2008 年版附录 B)。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国口腔护理用品标准化技术委员会(SAC/TC 492)归口。

本标准起草单位：重庆登康口腔护理用品股份有限公司、上海美加净日化有限公司、国家轻工业牙膏制品质量监督检测中心、云南白药集团股份有限公司。

本标准主要起草人：孙东方、陈健芬、蒋玮、高鹰、郑卫、孟玉、赵姗姗。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 8372—1987、GB 8372—1995、GB 8372—2001、GB 8372—2008。

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、运输和贮存。
本标准适用于清洁及护理口腔的牙膏。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 191 包装储运图示标志
- 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 牙膏用原料规范
- GB 29337 口腔清洁护理用品通用标签
- JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则
- 定量包装商品计量监督管理办法(国家质量监督检验检疫总局令[2005]第75号)
- 化妆品安全技术规范(国家食品药品监督管理总局)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

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)为主要原料混合组成的膏状物质。

注1:牙膏的基本功能:清洁口腔、减轻牙渍、减少软垢、洁白牙齿、减少牙菌斑、清新口气、清爽口感、维护牙齿和牙周组织(含牙龈)健康,保持口腔健康。

注2:牙膏标准支:100 g/支。

4 要求

4.1 安全性要求

在正常或可合理预见的使用条件下,牙膏不得对人体健康造成危害。

4.2 牙膏用原料要求

生产牙膏所使用的原料应符合 GB 22115 的要求。

4.3 卫生指标

牙膏产品的卫生指标应符合表 1 的要求。

表 1

卫生指标	要 求
菌落总数/(CFU/g)	≤ 500
霉菌与酵母菌总数/(CFU/g)	≤ 100
耐热大肠菌群/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
铅(Pb)含量/(mg/kg)	应符合《化妆品安全技术规范》相关要求
砷(As)含量/(mg/kg)	应符合《化妆品安全技术规范》相关要求

4.4 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。

表 2

项 目		要 求
感官指标	膏体	均匀、无异物
理化指标	pH	5.5 [*] ~10.5
	稳定性	膏体不溢出管口,不分离出液体,香味色泽正常
	过硬颗粒	玻片无划痕
	可溶氟或游离氟量 ^b (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)
<p>[*] pH 低于 5.5 的牙膏,产品责任方应提供两份由具有资质的第三方机构出具的按标准方法对口腔硬组织(含牙釉质和牙本质)进行安全性评价的试验报告,两份报告的试验结论均应达到标准方法的安全要求,其中至少一份报告应由口腔研究机构(口腔医学院,省级口腔研究院所)或口腔医疗机构(三级口腔专科医院,综合性医院口腔科)出具。</p> <p>^b 以单氟磷酸钠或单氟磷酸钠与氟化钠(氟化亚锡、氟化铵)复合使用的含氟牙膏适合可溶氟检测方法;以氟化钠或(氟化亚锡、氟化铵)为原料的含氟牙膏适合游离氟检测方法;若使用的氟化物超出单氟磷酸钠、氟化钠、氟化亚锡、氟化铵四种氟化物,探讨检测方法的适用性。</p>		

4.5 净含量

牙膏产品的净含量应符合《定量包装商品计量监督管理办法》的要求。

4.6 包装外观要求

4.6.1 软管或其他包装

帽盖与管口吻合严密,应无管体破损,无膏体渗漏。

4.6.2 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 之规定制备。

对于按称重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《化妆品安全技术规范》第五章微生物检验方法的规定进行。

5.2 铅(Pb)含量

5.2.1 总则

本方法为仲裁检验法,非仲裁检验可按附录 A 的规定进行。

5.2.2 以碳酸钙或磷酸氢钙为摩擦剂的牙膏

5.2.2.1 试剂

5.2.2.1.1 硝酸。

5.2.2.1.2 硝酸溶液:5 mol/L。

5.2.2.1.3 硝酸溶液:0.2 mol/L。

5.2.2.1.4 硝酸溶液:0.01 mol/L。

5.2.2.1.5 过氧化氢溶液:含量 30%。

5.2.2.1.6 氨水:氨含量 25%~28%。

5.2.2.1.7 1%氢氧化铵溶液:取氨水 4 mL 加水稀释至 100 mL。

5.2.2.1.8 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。

5.2.2.1.9 2%二巯代氨基甲酸四氢吡咯铵(APDC)溶液:为原子吸收分析试剂,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。

5.2.2.1.10 铅标准贮备液:含铅 1 mg/mL。

5.2.2.1.11 铅标准溶液:吸取铅标准贮备液 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。

5.2.2.1.12 三氯甲烷。

5.2.2.1.13 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 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

5.2.2.2 仪器

5.2.2.2.1 pH 计:精度 0.02pH 单位,用 pH=4.00 缓冲液校正。

5.2.2.2.2 原子吸收分光光度计:检测波长 283.3 nm。

5.2.2.3 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,置于 150 mL 锥形烧瓶中,加水 10 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 分二次洗涤锥形烧瓶。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 水洗烧杯及漏斗。溶液中加入 2% 二硫代氨基甲酸四氯化吡咯铵溶液 1 mL,摇匀,放置约 3 min,加三氯甲烷 10 mL,振摇 2 min,分层后三氯甲烷层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 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的吸光度,以铅浓度为横坐标,铅吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

5.2.3 以二氧化硅或氢氧化铝为摩擦剂的牙膏

5.2.3.1 试剂

硫酸。

其他试剂与 5.2.2.1 相同。

5.2.3.2 仪器

与 5.2.2.2 相同。

5.2.3.3 样品的制备及测定

5.2.3.3.1 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 锥形烧瓶中,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 水分数次洗涤锥形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。

5.2.3.3.2 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,置于 250 mL 锥形烧瓶中,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,分层后三氯甲烷层转入

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 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的吸光度,以铅浓度为横坐标,铅吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

5.2.4 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 2 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,10 min 内读取指示值。

5.5.3 结果表示

平行测定值的绝对差值不大于 0.1pH 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5g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0.02 pH单位。

5.8.1.3 离心机。

5.8.1.4 恒温水浴锅:精度 ± 1 ℃。

5.8.1.5 烘箱:精度 ± 2 ℃。

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=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℃ ± 2 ℃,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 样品的制备

任取试样牙膏1支,从中称取牙膏10 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,各加入柠檬酸盐缓冲液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

精确吸取5.8.3制备的上清液2.0 mL,转入到5 mL微型离心管中,加4 mol/L盐酸0.7 mL,离心管加盖,50℃水浴10 min,移至50 mL塑料容量瓶,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

精确吸取 5.8.3 制备的上清液 2.0 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)计算样品中可溶氟或游离氟含量(X):

$$X = \text{antilog}c \times (50/2.0) \times (100/m) \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X ——可溶氟或游离氟含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c ——测试溶液中氟含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

m ——样品质量,单位为克(g)。

最后将上述计算结果单位(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±5%,取其算术平均值作为测定结果。

5.9 总氟量的测定

5.9.1 总则

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实验报告,以证明两种方法检验结果的一致性。

5.9.2 仪器

5.9.2.1 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。

5.9.2.2 毛细管柱: Agilent DB-1¹⁾, 15 m × 0.32 mm × 5 μm 或相当的。

5.9.2.3 分析天平:精度为 0.000 1 g。

5.9.2.4 振荡器。

5.9.3 试剂

5.9.3.1 甲苯。

5.9.3.2 三甲基氯硅烷(TMCS)。

5.9.3.3 高氯酸:70%~72%。

5.9.3.4 正戊烷:最低纯度 99.5%。

5.9.3.5 氟化钠:基准氟化钠(105 °C ± 2 °C,干燥 2 h)。

5.9.3.6 去离子水。

5.9.3.7 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。

1) 毛细管柱是由 Agilent 公司提供的产品的商品名,给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不表示对该产品的认可。如果其他等效产品具有相同的效果,则可使用这些等效产品。

5.9.4 色谱条件

5.9.4.1 程序升温:初始温度 60 °C,初始时间 1.8 min,升温速率 40 °C/min,终止温度 160 °C,保持 3 min。

5.9.4.2 进样口温度:200 °C。

5.9.4.3 检测器(FID)温度:300 °C。

5.9.4.4 载气:氮气,42.3 kPa。

5.9.4.5 分流比:1+13。

5.9.4.6 隔垫吹扫:2 mL/min。

5.9.4.7 尾吹气:氮气,25 mL/min。

5.9.5 氟离子标准溶液及内标液的配制

5.9.5.1 氟离子标准溶液的配制

按照 5.8.2.4 配制。

5.9.5.2 内标液的配制

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。此内标贮备液存放于冰箱中,有效期为 1 个月。

用移液管吸 5.0 mL 内标贮备液至 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。

5.9.6 标准溶液及样品溶液的制备

5.9.6.1 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 与溶液 B。其中的氟离子质量分别为 0.1 mg 和 0.5 mg。

5.9.6.2 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。

5.9.6.3 标准溶液和样品溶液的处理

将标准溶液及样品溶液放入冰水中或冰箱冷冻室冷却 10 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 三甲基氟硅烷,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。

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。

5.9.7 总氟量的测定

5.9.7.1 参照气相色谱仪操作规程,设置好仪器分析参数。

5.9.7.2 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。气相色谱图参考图 B.1

氟离子标准溶液的参考色谱分离图。

5.9.8 计算公式

按式(2)分别计算标准溶液 A 与溶液 B 的响应因子(K)：

$$K = \frac{A_1}{m \times A_2} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中：

K —— 标准溶液的响应因子；

A₁ —— 标准溶液中氟化物的峰面积；

A₂ —— 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 与溶液 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(3)计算样品中总氟量(Z)：

$$Z = \frac{A_3}{m \times K_M \times A_4} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中：

Z —— 样品中总氟量，结果精确到小数点后两位数字，%；

A₃ —— 样品溶液中氟化物的峰面积；

A₄ —— 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：

- a) 当原料、工艺、配方中有情形之一重大改变，可能影响产品性能时；
- b) 产品长期停产恢复生产时；
- c) 产品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 组批

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

批量/箱	取样/箱
≤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 4.6.2 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。

6.2.3 判定规则

6.2.3.1 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。

6.2.3.2 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 产品的销售包装和最大表面面积计算方法,按 GB 29337 规定执行。

7.2 大包装应有如下标志:

- a) 产品名称;
- b) 生产者名称和厂址;生产者名称和地址应当是依法登记注册、能承担产品质量责任的生产者的名称和地址;
- c) 装箱数量、毛重;
- d) 生产日期或限制使用日期和生产批号;
- e) 包装箱体积[长(mm)×宽(mm)×高(mm)];
- f) 包装储运图示标志:企业应根据产品实际要求按 GB/T 191 的规定,标注大包装的储运图示标志。

8 运输和贮存

8.1 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。

8.2 贮存

应贮存在通风干燥仓库内,不得靠近水源和暖气,堆放时应该离地面 10 cm 以上,离墙 50 cm 以上,中间应为通道,按箱子箭头堆放,不得倒放。

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 石墨炉原子吸收分光光度计主机条件：**

- 检测波长 283.3 nm, 灯电流 3.5 mA, 狭缝 1.0, 用氙灯扣除背景；
- 石墨炉测定条件见表 A.1。

表 A.1 石墨炉测定条件

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 硝酸(1+1), 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 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

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 硝酸(1+1), 在磁力搅拌器上搅拌(约 20 min), 直到成为均匀的溶液。

A.3 样品测定

将通过 A.2 处理的样品溶液在磁力搅拌器上搅拌的条件下, 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 标准曲线的绘制

根据样品的吸收值, 配制 3 个~5 个相应浓度的铅标准液, 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(w):

$$w = k \times c \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

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;

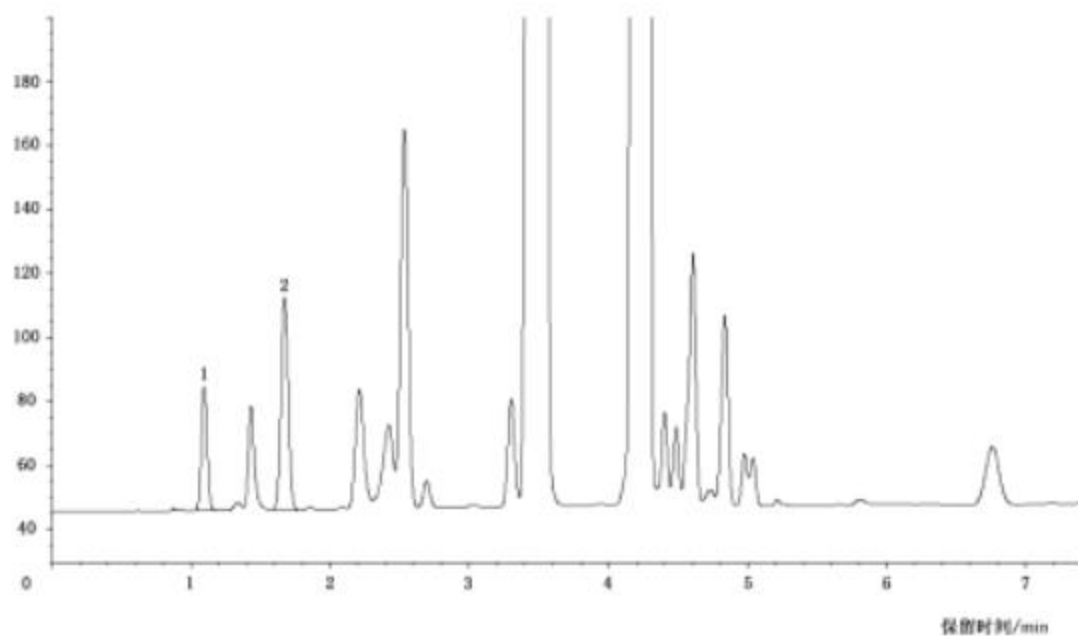
c ——标准曲线上查得的相应浓度,单位为毫克每千克(mg/kg)。

A.6 允许差

两次平行测定结果的允许差为±5%。



附录 B
(资料性附录)
氟离子标准溶液气相色谱图



说明:

1—氟化物;

2—正戊烷.

图 B.1 氟离子标准溶液的参考色谱分离图