

中华人民共和国国家标准

GB/T 43576—2023

口腔清洁护理用品 牙膏对去除外源性 色斑效果的实验室测试方法

Oral care and cleaning products—Laboratory method of effect removal of
extrinsic stain for toothpastes

2023-12-28 发布

2024-07-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会



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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国口腔护理用品标准化技术委员会(SAC/TC 492)归口。

本文件起草单位：黑龙江省轻工科学研究院、广州质量监督检测研究院、广州舒客实业有限公司、苏州市金茂日用化学品有限公司、江西诚志日化有限公司、上海美加净日化有限公司、云南白药集团健康产品有限公司、好来化工(中山)有限公司、重庆登康口腔护理用品股份有限公司、广东省九科生物科技有限公司、无限极(中国)有限公司、好易康生物科技(广州)有限公司、柳州两面针股份有限公司、杭州纳美智康科技有限公司、苏州清馨健康科技有限公司、纳爱斯集团有限公司、中山市多美化工有限公司、联合利华(中国)有限公司、广州市倩采化妆品有限公司、康博士日化集团有限公司、广州星际悦动股份有限公司、苏州绿叶日用品有限公司、佛山市南海区和顺安富日用品有限公司、高露洁棕榄(中国)有限公司、上海全力日用品有限公司、淮安纵横生物科技有限公司淮阴分公司、烟台新时代健康产业日化有限公司、福建爱洁丽日化有限公司、广州冰泉化妆品科技有限公司、浙江爱尚日用品有限公司、斯坦德科创医药科技(青岛)有限公司、广州中汉口腔用品有限公司、深圳小阔科技有限公司、西安联邦口腔医疗科技有限公司。

本文件主要起草人：孙东方、郑卫、汪毅、陈敏珊、陈健芬、许海燕、施裔磊、张志伟、何琪莹、张环、江山、高艳、黎燕华、胡永志、范宇、毛建林、彭燕、雷锡全、乐莹、徐春生、王春梅、李立芬、刘冬、胡茵、许少鹏、杨续义、笪成柱、于建伟、陈万金、韩六九、赵国盛、胡熔、钟锡基、尹阔、李露、谢晓芳、陈晓斌、李一清、韩金豆、李鑫宇、周艺、谢宇、吴谦、简锐东、谭建华、席绍峰、邓邦莲。



口腔清洁护理用品 牙膏对去除外源性
色斑效果的实验室测试方法

1 范围

本文件描述了牙膏对去除外源性色斑效果的实验室测试方法,给出了牙膏对去除外源性色斑效果的实验室测试方法的原理、试剂和材料、仪器设备、测定步骤、结果计算等。

本文件适用于以机械磨擦方式为主要起效机制的牙膏,对外源性色斑去除效果的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 3358.1—2009 统计学词汇及符号 第1部分:一般统计术语与用于概率的术语
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 35832—2018 牙膏磨擦值检测方法

3 术语和定义

GB/T 3358.1—2009 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

外源性色斑 extrinsic stain

因生活方式而引起牙齿的色泽变化和着色。

注:如饮茶、抽烟、饮红酒及其他饮食习惯。

3.2

相对清洁率 relative cleaning ratio

样品组牙磨块刷磨前后的白度值差值与对照组刷磨前后白度值差值的比值。

注:用 PCR 表示。

3.3

切牙 incisor

位于上、下牙弓正中线两侧的第一和第二牙,共 8 枚。

注:分别称为上、下颌中切牙和侧切牙。

3.4

t 检验 *t*-test

将 *t* 值作为检验两个独立或相关的正态总体平均数差数的统计量的检验方法。

3.5

随机分组 random allocation

通过随机的方式,将研究对象分配至试验组与对照组中去的方法。

3.6

***P* 值 *P*-value**

在原假设为真时,获得检验统计量的观测值及更不支持原假设的其他值的概率。

[来源:GB/T 3358.1—2009,1.49]

4 原理

唾液在口腔内会在牙齿表面形成恒定的一层附着力强的薄膜,部分细菌在牙齿上分解食物或日常饮食带有深色的食物、饮料(红茶、酱油、巧克力、咖啡等)会使该薄膜着色,逐渐积累形成较难去除的外源性色斑。本方法采用牛牙作为底物,经切割、树脂镶嵌、抛光制成规则磨块,将其人工染色获得外源性色斑,模拟刷牙后利用色差计测量牙齿白度变化差异,计算牙膏对外源性色斑的相对清洁率。

5 试剂与材料

5.1 通用要求:除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,试验用水均为 GB/T 6682 中规定的三级水。

5.2 胃黏蛋白(生物试剂):CAS 号 84082-64-4。

5.3 浓盐酸(HCl):含量 36.0%~38.0%。

5.4 甘油($C_3H_8O_3$)。

5.5 麝香草酚($C_{10}H_{14}O$)。

5.6 无水乙醇(C_2H_6O)。

5.7 羧甲基纤维素钠:黏度(20 g/L 水溶液)为 300 mPa·s~800 mPa·s。

5.8 无水碳酸钠(Na_2CO_3)。

5.9 植酸($C_6H_{18}O_{24}P_6$):纯度 $\geq 70.0\%$ 。

5.10 六水合三氯化铁($FeCl_3 \cdot 6H_2O$)。

5.11 对照磨擦剂:磨擦型牙膏用二氧化硅,相对牙本质磨损度 RDA 值为 100,粒径中值 D_{50} 为 10 μm 。

5.12 义齿基托树脂液:II 型, I 类(自凝型)。

5.13 牛牙:成年牛的切牙。

5.14 标准牙刷:标准牙刷要求按 GB/T 35832—2018 中附录 B。

5.15 模具:模具见附录 A。

5.16 0.1%麝香草酚溶液:称取 0.1g 麝香草酚(5.5),用少量无水乙醇溶解后用水定容至 100 mL。

5.17 1%盐酸溶液:量取 2.70 mL 浓盐酸(5.3)用水定容至 100 mL,搅拌均匀。

5.18 饱和碳酸钠溶液:量取 100 mL 水,边搅拌边加入无水碳酸钠(5.8),直至固体不能溶解。

5.19 1%植酸溶液:量取 1.43 g 植酸(5.9)用水定容至 100 mL,搅拌均匀。

5.20 染色液:称取适量胃黏蛋白(5.2)用温水溶解,随后加入其他染色物质,终浓度为 2.5 g/L 胃黏蛋白(5.2)、4.0 g/L 咖啡粉、4.0 g/L 酱油、4.0 g/L 红茶茶叶和 20 mg/L 六水合三氯化铁(5.10),搅拌均匀,2 $^{\circ}C$ ~8 $^{\circ}C$ 保存备用。染色液于 4 $^{\circ}C$ 保存建议不超过 3 d。其他组分可按实际需求添加。

5.21 稀释液:量取 50 mL 甘油(5.4)于 150 mL 烧杯中加热至 60 $^{\circ}C$,然后边搅拌边加入 5 g 羧甲基纤维素钠(5.7),搅拌均匀后再加入 50 mL 已加热至 60 $^{\circ}C$ 的甘油(5.4),连续搅拌 60 min。将该混合溶液转移至 1 L 容量瓶中,加入水定容后,转移至 1 L 烧杯中缓慢搅拌约 4 h,溶液静置过夜后待用。

5.22 对照磨擦剂浆液:每 10 g 对照磨擦剂(5.11)用 50 mL 稀释液(5.21)分散。

6 仪器与设备

- 6.1 刷磨仪：V8 刷磨仪或 L8-II 刷磨仪或其他等效产品。刷磨仪机位至少 8 个，刷磨载荷及次数可调，刷磨载荷可控（精度 0.1 g）。
- 6.2 分析天平：感量为 0.01 g。
- 6.3 染色装置：具有与电动机相连的转轮，转轮上有可以容纳牙磨块的载具，转轮下方配有一定容量的水槽，转轮转速大于或等于 2 r/min。配备 2 个功率为 60 W 的加热灯泡。染色装置相关示例见附录 B。
- 6.4 色差计：可以测试物体白度的 L^* 值，精度不小于 0.1。
- 6.5 低速精密切割机：转速范围 0 r/min~300 r/min，且配有精密千分尺。
- 6.6 磨抛机：具有连续型号的碳化硅研磨盘（最细 600 目）（平均粒度 26 μm ）。



7 测定步骤

7.1 牙模块的制备

7.1.1 牛牙筛选及保存

挑选牛牙(5.13)若干颗，要求根部无龋坏，颊侧无白垩色斑块、氟斑及肉眼可见缺陷、裂缝，牛牙的径向长度至少 14 mm，牙釉质最窄处宽度至少 2 mm，刮除所有软组织残留物，贮存于 0.1% 麝香草酚溶液(5.16)或其他具有消毒作用但不改变牙齿物理性质的中性溶液内。

7.1.2 牙釉质块的制备和镶嵌

用低速精密切割机(6.5)切除牛牙(5.13)根部后，将牛牙(5.13)釉质部分切割成若干约 5 mm×5 mm×2 mm 的牙釉质块。将牙釉质块放入模具(5.15)中，釉质面朝外，倒入义齿基托树脂(5.12)使牙釉质块被完全包埋，且液面与模具厚度相平，待树脂完全凝固后即制成牙磨块。

注：相关示例见附录 C。牙釉质块的规格根据色差计孔径规格而定，牙釉质块大小完全覆盖色差计的测量孔。

7.1.3 牙磨块的抛光

水冷条件下，在磨抛机(6.6)上使用 180 目（平均粒度 78 μm ）研磨盘，将牙磨块(7.1.2)釉质面打磨至完全露出，且牙磨块上下表面水平，再使用 600 目研磨盘抛光 30 s 至牙磨块表面光滑。制备好的牙磨块保存于水中备用。

注：若牙釉质中出现淡黄色区域表明牙磨块磨蚀过度，需舍弃该牙磨块。

7.1.4 牙磨块的酸蚀

将抛光后的牙磨块(7.1.3)置于烧杯中，加入 1% 盐酸溶液(5.17)确保液面完全浸没牙磨块，用玻璃棒搅拌 60 s，用水冲洗 3 次，然后依次用饱和碳酸钠溶液(5.18)和 1% 植酸溶液(5.19)按上述步骤进行处理。

注：经过酸蚀的牙磨块在当天开始染色。

7.2 染色

将酸蚀后的牙磨块(7.1.4)放入染色装置(6.3)的样品槽中，将染色装置(6.3)的转速调为 2 r/min，打开加热灯泡，加入染色液(5.20)至染色装置(6.3)的染液池中，确保液面完全浸没最低一排的样品槽。染色 48 h 后，将牙磨块从样品槽中取出，用水将牙磨块表面污物冲洗干净，用纸擦干表面水分。目测挑

选牙釉质染色均匀的牙磨块,于 10 min 内用色差计(6.4)测量牙釉质的白度值 L^* 。若牙釉质白度值 L^* 达不到 40~50 范围则继续进行染色;若牙釉质白度值 L^* 小于 40 则舍弃。染色完成后,将牙磨块保存于水中备用,保存时间不宜超过 2 周。

注:染色过程中染色液因蒸发逐渐减少,24 h 后更换新配制的染色液并确保液面完全浸没最低一排的样品槽。

7.3 牙磨块的分组

选取 16 个染色完成后的牙磨块(7.2)用纸擦干表面水分,进行随机分组,样品组和对照组分别 8 个牙磨块。用色差计(6.4)测量牙釉质的白度值($L_{前}^*$),采用 t 检验分析样品组和对照组的牙釉质白度值($L_{前}^*$),要求组间差异无统计学意义($P>0.05$)。

7.4 牙膏浆液制备

称取样品牙膏 600 g(精确至 0.01 g)于 2 000 mL 的烧杯中,加入 960 g 的水用玻璃棒搅拌分散后,用电动搅拌器连续搅拌 15 min。

7.5 刷磨处理

将标准牙刷(5.14)和牙磨块(7.3)装刷磨仪(6.1)上,调节牙刷对牙磨块的垂直压力为 $150\text{ g}\pm 2\text{ g}$,然后设置刷磨仪(6.1)的往返频率为 100 r/min。往样品组和对照组的浆料杯中分别加入牙膏浆液(7.4)和对照磨擦剂浆液(5.22),每个浆料杯中加入等体积浆液,保证浆液完全浸没牙磨块。启动刷磨仪(6.1),往返刷牙 600 次。

刷磨结束后,将牙磨块取下用水冲洗 3 次至无可见牙膏浆残留,用纸擦干表面水分,用色差计于 10 min 内测量牙釉质白度值($L_{后}^*$)。

注:每次试验时都需要更换新牙刷。少量样品可能出现沉降现象,在刷磨中途进行牙膏浆的搅拌。

8 结果计算

8.1 白度值的差值

牙釉质刷磨前后白度值的差值(ΔL^*)按式(1)计算:

$$\Delta L^* = L_{后}^* - L_{前}^* \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- ΔL^* ——牙釉质白度值刷磨前后差值;
- $L_{后}^*$ ——牙釉质刷磨后白度值;
- $L_{前}^*$ ——牙釉质刷磨前白度值。

8.2 样品的 PCR 值

计算对照组和样品组的 ΔL^* 平均值,样品的 PCR 值按式(2)计算:

$$PCR(样品) = \frac{\overline{\Delta L^*}(样品组)}{\overline{\Delta L^*}(对照组)} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- PCR(样品) ——样品的外源性色斑相对清洁率;
- $\overline{\Delta L^*}(样品组)$ ——样品组 ΔL^* 的平均值;
- $\overline{\Delta L^*}(对照组)$ ——对照组 ΔL^* 的平均值。

注:测试报告中注明所用对照磨擦剂型号。

附录 A
(资料性)
模具

模具的示意图见图 A.1。

单位为毫米

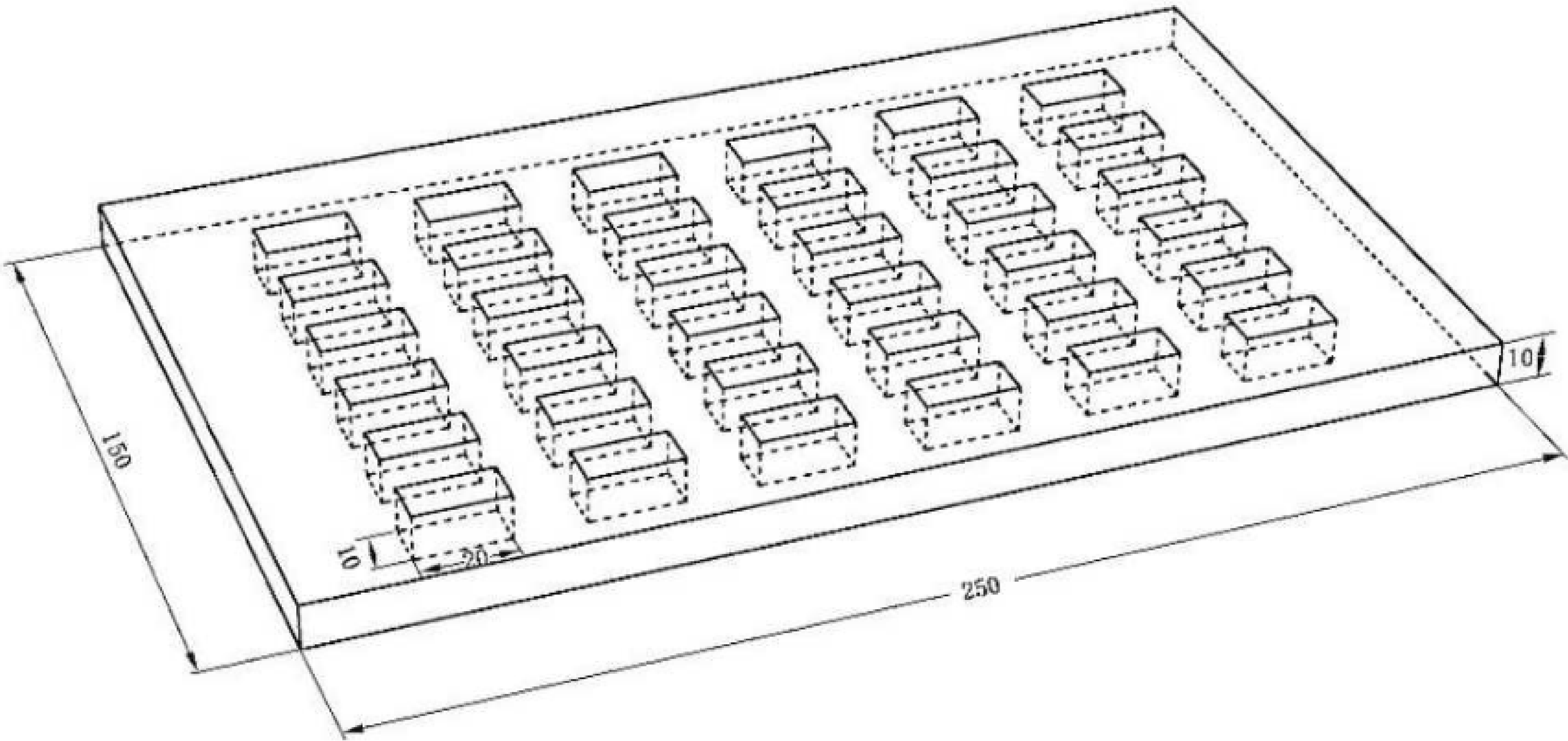
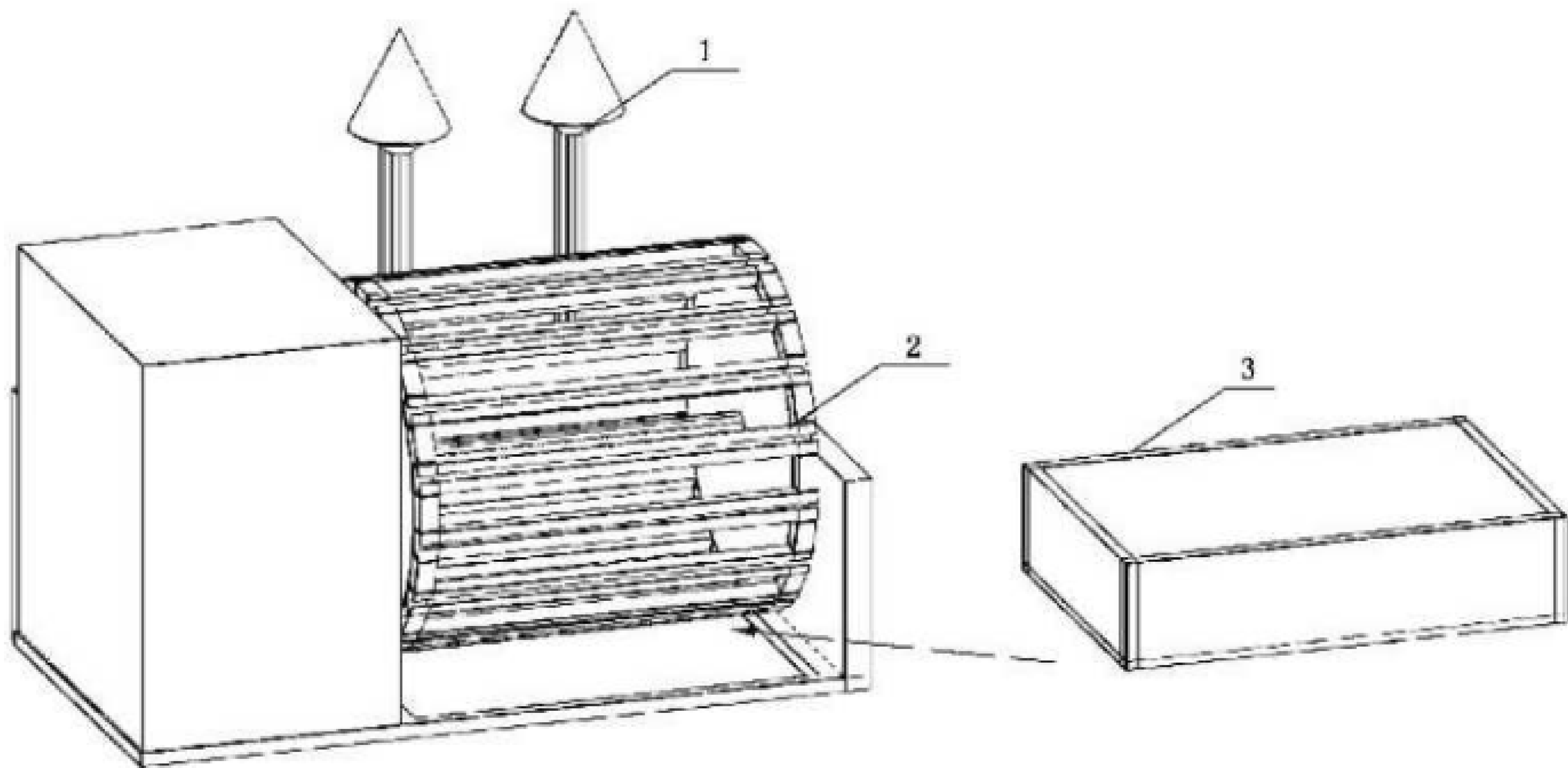


图 A.1 模具示意图

附录 B
(资料性)
染色装置

染色装置的示意图见图 B.1。



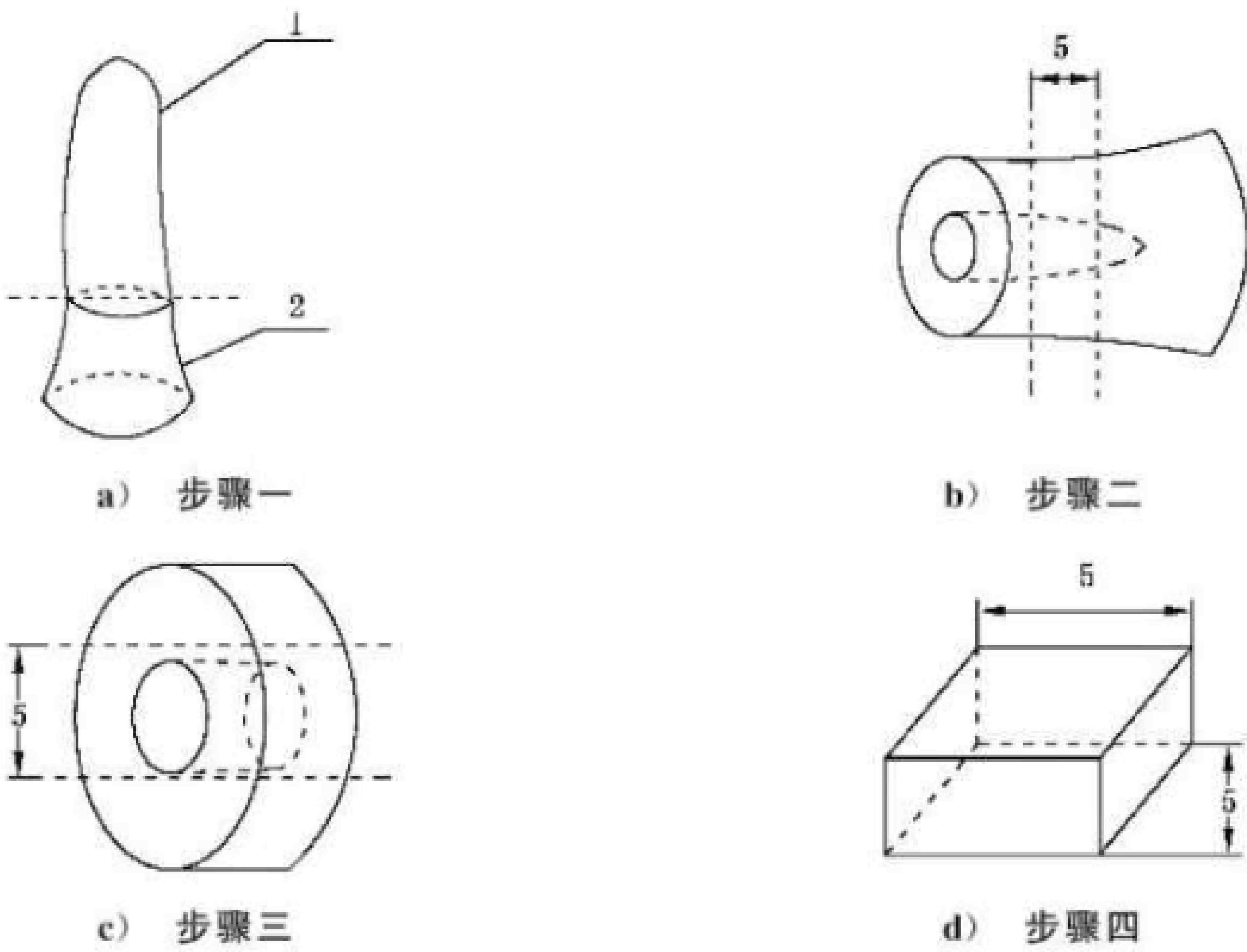
- 标引序号说明：
- 1——加热灯泡；
 - 2——样品槽；
 - 3——染色池。

图 B.1 染色装置示意图

附 录 C
(资料性)
切割牛牙示意图

切割牛牙的示意图见图 C.1。

单位为毫米



标引序号说明：
1——牙根；
2——牙冠。

图 C.1 切割牛牙示意图

www.bzxz.net

免费标准下载网