ICS 71.100.40
CCS Y 43

中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

口腔清洁护理液对牙齿硬组织潜在腐蚀性的评估方法

Screening method for erosion potential of oral rinses on dental hard tissues

（ISO 28888:2013, MOD）

（征求意见稿）

（本稿完成日期：2022-03-22）

XXXX - XX - XX 发布　　XXXX - XX - 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会　发布

前　　言

本文件按照GB/T1.1--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/TC492)归口。
本文件起草单位：。
本文件主要起草人：。
本文件为首次发布。

口腔清洁护理液对牙齿硬组织潜在腐蚀性的评估方法

1 范围

本文件规定了评估无氟口腔清洁护理液对口腔硬组织酸蚀安全性的试验方法。

本文件的筛选方法结果适用于牙釉质和/或牙本质酸蚀模型。

本文件是对所有非含氟漱口水的潜在酸蚀性进行初步筛查，因使用口腔清洁护理液引起的牙釉质和牙本质酸蚀的风险应该得到评估。如果产品没有通过筛选测试，则应该采用更复杂更接近临床的测试方法进行检测。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法（GB/T 6682—2008，ISO 3696:1987, MOD）

GB/T 9937 牙科学 名词术语（GB/T 9937—2020，ISO 1942:2009, MOD）

GB/T 20001.4 标准编写规则 第 4 部分:试验方法标准

GB/T XXX 口腔清洁护理液（漱口水）

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

牙酸蚀症 tooth erosion; dental erosion

钙化的牙齿组织在不涉及细菌作用的化学过程作用下的渐进性损失。

[来源：GB/T 9937—2020，2.292]

4 方法要求

本测试方法允许pH的最大下降值为1.0。

如果确定pH下降值大于1.0，则该口腔清洁护理液无法通过筛选测试，这种情况应选用更复杂、更接近临床条件的测试方法，以确定ISO 16408中规定的口腔清洁护理液的酸蚀作用。

5 试剂与材料

5.1 二水合氯化钙（$CaCl_2 \cdot 2H_2O$），分析纯。

5.2 柠檬酸（$C_6H_8O_7$），分析纯。

5.3 氢氧化钾（KOH），分析纯。

5.4 盐酸（HCl），分析纯。

5.5 二水合柠檬酸三钠（$C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$），分析纯。

5.6 磷酸二氢钾（KH_2PO_4），分析纯。

5.7　蒸馏水(H_2O），符合 GB/T 6682 的二级水。

5.8　标准柠檬酸缓冲液

根据7.2.3制备三种标准柠檬酸缓冲液

溶液1：1.0%柠檬酸溶液，25℃时pH为3.60。

溶液2：0.25%柠檬酸溶液，25℃时pH为3.68。

溶液3：0.07%柠檬酸溶液，25℃时pH为3.77。

6　仪器与设备

6.1　烧杯，50mL，由硼硅酸盐玻璃制成。

6.2　烧杯，100mL，由硼硅酸盐玻璃制成。

6.3　移液器，量程 1mL 至 0.01mL。

6.4　容量瓶，1L。

6.5　分析天平，精度 0.0001g 或更高。

6.6　磁力搅拌器，具有带 PTFE 涂层的磁力搅拌棒。

6.7　温度计，精度 0.1℃或更高。

6.8　pH 计（pH 电极），校准后精度±0.05pH 单位，并已校准。

示例 1 校准示例：使用 pH 值为 2.0、4.0 和 6.0 的标准溶液或 25℃下的 pH 值为 1.68、4.01 和 6.86 的标准溶液。使用根据相应的 ISO 指南制备的 pH 值标准溶液。检查线性响应，每个 pH 单位的斜率至少为 58 mV。

注：可以使用现有的 pH 标准。

7　分析步骤

7.1　样品处理

从三批口腔清洁护理液中，每批选取两个代表性样品（总计：六个样品）。

7.2　溶液制备

7.2.1　储备溶液制备

制备以下两种储备溶液：

储备溶液A：1 mol/L $CaCl_2$：将147.01g $CaCl_2 \cdot 2H_2O$（5.1）加入1L 水（5.7）中。

储备溶液B：1 mol/L KH_2P0_4：将136.09g KH_2PO_4（5.6）加入1L 水（5.7）中。

注：两种储备液需现用现配。

7.2.2　筛查溶液制备

按以下步骤制备筛查（磷酸钙）溶液：

在1L的容量瓶中加入500mL水（5.7）、1.266mL储备溶液A（7.2.1）和0.760mL储备溶液B（7.2.1）。

用HCl(5.4)调节pH至5.05±0.05。

注1：当pH低于5.05±0.05时，可用KOH（5.3）调节pH值。

用水（5.7）稀释至1L。

注2：该溶液用储备的磷酸钙溶液配制，需现用现配。

7.2.3　制备标准柠檬酸缓冲液

按照表1描述的方法在干净的100mL玻璃烧杯中配制标准缓冲液。

在分析天平上称取柠檬酸（5.2）和二水合柠檬酸三钠（5.5）于100mL容量瓶中，然后添加水（5.7）溶解，直到液面最低点接近刻度线。

在使用磁力搅拌器搅拌的同时，使用校准后的pH计和仪表测定溶液的pH值。

如果pH值与预期的pH值相差超过±0.05，则用0.1 mol/L氢氧化钾溶液或0.1 mol/L盐酸溶液将pH值调整至预期值。

用水（5.7）定容至100 mL。

表1　制备标准柠檬酸缓冲液

溶液编号	柠檬酸 质量分数/%	二水合柠檬酸三钠 $C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$（5.5）/g	柠檬酸 $C_6H_8O_7$（5.2）/g	预期 pH 值
1	1.00	0.451	0.705	3.60
2	0.25	0.114	0.178	3.68
3	0.07	0.031	0.048	3.77

7.3　检测步骤

检测温度控制在18℃至27℃之间。

在50mL烧杯中量加入25mL稀释筛查（磷酸钙）溶液（7.2），记录溶液的温度。以适当速度搅拌（如果可以控制，设置在100r/min以上），并在整个实验过程中保持该速度恒定。将校准后的pH计放入溶液中，检测pH值，待pH值恒定后进行读数。

7.3.1　样品评估

使用移液器将250μL（0.25mL）测试样品（即标准缓冲液（5.8）或口腔清洁护理液）加入到搅拌的稀释筛查(磷酸钙)溶液中。

7.3.2　检测时长

pH值稳定后即停止。

7.3.3　检测次数

每份检测样品重复检测四次。

7.3.4　数据记录和处理

每次试验时，记录测试样品（即标准缓冲液（5.8）或口腔清洁护理液）的pH值，稀释筛查（磷酸钙）溶液（7.2）的起始pH值、添加测试样品后的pH值以及pH值变化（起始pH值减去最终pH值）。

每个检测样品的原始数据。

7.3.5　结果评估

计算六个样品四次重复测试pH变化的平均值，以及测试样品pH值变化的标准偏差。如果六个样品的平均pH值降低值等于或小于1.0，则通过测试。如果有一个样品不符合要求，则应采用GB XXX规定的其他适当方法对清洁护理液进行酸蚀评估。

8　试验报告

应根据试验过程出具试验报告，试验报告应包含以下信息：

a）测试的口腔清洁护理液的完整标识，包括产品名称、制造商、批号、给药类型（如罐装的、膏状的、注射器形式的）；

b）口腔清洁护理液的储存条件；

c）测试样品数量；

d）测试结果是否通过；

e）与本国际标准所述试验的偏差（如果适用）；
f）参照标准；
g）试验日期；
h）测试人员签字及日期。

附　录　A
（资料性附录）

本文件章条编号与 ISO 28888:2013 章条编号对照

A.1　本文件章条编号与ISO 28888:2013 章条编号对照一览表，见表A.1。

表 A.1 本文件章条编号与 ISO 28888:2013 章条编号对照

本文件章条编号	对应的国际标准章条编号
1	1；4.1
2	2
3	3
4	4.2
5	4.3
6	4.4
7	—
7.1	4.5
7.2	4.6.1；4.6.2
7.3	4.6.3
8	5

附　录　B
（资料性附录）

本文件与 ISO 28888:2013 技术性差异及其原因

B.1　本文件与ISO 28888:2013 技术性差异及其原因一览表，见表B.1。

表 B.1 本文件与 ISO 28888:2013 技术性差异及其原因

本文件的章条编号	技术性差异	原因
1	在范围的文字描述上有所调整。	根据我国标准编写规则编写，以及适合我国国情。
2	部分引用国际标准调整为国家标准文件。	部分引用文件已完成国际转化。
3	引用 GB/T 9937—2020 的定义。	以适合我国国情。
4	将所对应的 4.1 通则调整为第 1 章。	根据我国标准编写规则编写。
5	删除所对应的试剂 4.3.5 叠氮化钠。	叠氮化钠属剧毒、易爆品，在试验中作为储备溶液的防腐剂使用，本文件将缓冲液改为现用现配，在我国更易于实施。
5.7	将蒸馏水(H_2O）的符合标准改为“GB/T 6682 的二级水。”	以适合我国国情。
6	将 4.4 装置改为第 6 章，仪器与设备。	根据我国标准编写规则编写。
7	将 4.5、4.6.1、4.6.2、4.6.3 改为第 7 章分析步骤。	根据我国标准编写规则编写。

参 考 文 献

[1] Foundation ADAPfaffenbarger Research Center, ISO collaborative protocol Evaluation of Simplified Methods to Estimate Relative Erosion Potential of Oral Rinses, Carey and Schmuck, August 2009.

[2] Imfeld T. Definition, classification and links. Eur. J. Oral Sci. 1996, 104 pp. 151–155.

[3] Pickles M.J. The Teeth and Their Environment. Monogr oral Sci. Karger, Basel, Vol. 19, 2006, pp. 86–104.

[4] ISO 11609, Dentistry — Dentifrices — Requirements, test methods and marking.

[5] ISO 16408, Dentistry — Oral hygiene products — Oral rinses

[6] ISO 28399, Dentistry — Products for external tooth bleaching