ICS 71.100.40
CCS Y 43

中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

口腔清洁护理用品 牙膏对牙结石抑制率的实验室测试方法

Oral care and cleaning products-Laboratory test method for inhibition rate of toothpastes to dental calculus

（征求意见稿）

XXXX－XX－XX 发布　　XXXX－XX－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/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。

本文件由全国口腔护理用品标准化技术委员会（SAC/TC492）提出并归口。

本文件起草单位：广州质量监督检测研究院、好来化工（中山）有限公司、黑龙江省轻工科学研究院

本文件主要起草人：

口腔清洁护理用品 牙膏对牙结石抑制率的实验室测试方法

1 范围

本文件规定了牙膏对牙结石抑制率实验室测试方法的原理、试剂和材料、仪器设备、测定步骤、计算等内容。

本文件适用于测定以抑制晶体生长为起效机制的牙膏对牙结石的抑制率。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB 5009.92-2016 食品安全国家标准 食品中钙的测定

GB 5009.268-2016 食品安全国家标准 食品中多元素的测定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

羟基磷灰石是牙釉质的主要成分。在恒定pH条件下，以羟基磷灰石粉末作为晶种，人工唾液中的钙、磷元素在晶种表面发生反应生成羟基磷灰石晶体并沉积，该反应能模拟牙结石的形成过程。通过测定人工唾液中钙元素的浓度，计算样品对牙结石的抑制率。

5 试剂和材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，实验用水均为GB/T 6682中规定的一级水。

5.1 无水氯化钙（$CaCl_2$）。

5.2 磷酸二氢钠（NaH_2PO_4）。

5.3 氯化钠（NaCl）。

5.4 氢氧化钠（NaOH）。

5.5 焦磷酸钠（$Na_4P_2O_7$）。

5.6 硝酸（HNO_3）。

5.7 羟基磷灰石（$Ca_5(PO_4)_3(OH)$）。

5.8 硝酸溶液：量取 50 mL 硝酸（5.6），加入 950 mL 水，混匀。

5.9　氢氧化钠溶液（0.2 mol/L）：称取 0.08 g（精确至 0.01 g）氢氧化钠（5.4）溶解于 10 mL 水中，搅拌均匀备用。

5.10　人工唾液：称取 8.766 g（精确至 0.001 g）氯化钠（5.3）和 0.126 g（精确至 0.001 g）磷酸二氢钠（5.2）溶解于 900 mL 水中，再加入 0.194 g（精确至 0.001 g）无水氯化钙（5.1）搅拌均匀后，用氢氧化钠溶液（5.9）调节 pH 至 7.4，加水定容至 1000 mL。相同批次实验使用同一批次人工唾液，保存时间不宜超过 3 天。

5.11　氢氧化钠，c(NaOH)=0.1 mol/L 标准滴定溶液，按 GB/T 601 中 4.1 配制和标定。

5.12　氢氧化钠，c(NaOH)=0.01 mol/L 滴定溶液：量取 10 mL 氢氧化钠标准滴定溶液（5.11）于 100 mL 容量瓶，用无二氧化碳的水定容至刻度线，摇匀。

5.13　生理盐水：称取 0.88 g（精确至 0.01 g）氯化钠（5.3），加水溶解转移到 100 mL 容量瓶，定容至刻度线，摇匀。

5.14　5%焦磷酸钠溶液：称取 0.5 g（精确至 0.1 g）焦磷酸钠（5.5）溶解于 9.5 mL 水中，混匀。

6　仪器设备

6.1　磁力搅拌水浴锅：能控温 37±2℃。

6.2　分析天平：感量为 0.001 g。

6.3　高速离心机：最大转速 10 000 r/min。

6.4　旋涡振荡器。

6.5　pH 计：精度±0.01。

6.6　火焰原子吸收分光光度计或电感耦合等离子体质谱仪或电感耦合等离子体发射光谱仪。

7　测定步骤

7.1　实验设计

实验设置样品组、负对照组和正对照组，每个实验组 3 个平行。牙膏浆溶液为样品组，水为负对照组，5%焦磷酸钠溶液为正对照组。

7.2　牙膏浆的制备

称取 10 g（精确至 0.1 g）牙膏于烧杯中，加入 30 g（精确至 0.1 g）水配制 25%的牙膏匀浆，搅拌均匀后将牙膏浆转移至 50 mL 离心管中，于高速离心机（6.3）中 10 000 r/min 离心 15 分钟，保留上清液备用。

7.3　样品的处理

准备相应数量的 10 mL 离心管并进行分组。分别准确称量 50 mg（精确至 0.001 g）羟基磷灰石粉末于 10 mL 离心管中，加入 5 mL 生理盐水（5.10），振荡处理 1 分钟后 10 000 r/min 离心 10 分钟，用吸管缓慢将上清液弃去。分别向样品组、负对照组和正对照组离心管中加入 5 mL 牙膏上清液（7.2）、水和 5%焦磷酸钠溶液（5.14），振荡处理 1 分钟，10 000 r/min 离心 10 分钟，用吸管缓慢将上清液弃去。随后再向离心管中加入 5 mL 生理盐水，振荡处理 1 分钟，10 000 r/min 离心 10 分钟，用吸管缓慢将上清液弃去。再加入 5 mL 生理盐水按上述操作重复处理一次。在离心管中加入 5 mL 生理盐水，于旋涡振荡器（6.4）上振荡 1 分钟，得到羟基磷灰石悬浊液。

7.4　模拟反应

量取 100 mL 人工唾液（5.10），加入到 200 mL 烧杯中，将烧杯放置在磁力搅拌水浴锅（6.1）上，待人工唾液温度加热至 37±2 ℃后，调节人工唾液 pH 至 7.4，再将“7.3”制备的羟基磷灰石悬浊液转移至烧杯中开始反应。持续往人工唾液中滴加氢氧化钠滴定溶液（5.12），使溶液 pH 恒定在 7.4 并保持 30 分钟。到达时间后立即从烧杯中取 10 mL 人工唾液，经 0.22 μm 滤膜过滤后待用。

7.5 钙元素浓度的测定

取一定体积的滤液，用硝酸溶液（5.8）适当稀释后，按照GB 5009.92-2016中第一法5.5、GB 5009.268-2016中第一法5.5或第二法12.5进行测定，得到待测溶液中钙元素浓度C。

8 计算

待测样品对牙结石的抑制率比值R按式（1）计算：

$$R=\frac{\overline{C_S}-\overline{C_N}}{\overline{C_P}-\overline{C_N}}\times 100 \qquad (1)$$

式中：

R —— 待测样品抑制率比值；

$\overline{C_S}$ —— 样品组钙元素浓度平均值，mg/L；

$\overline{C_P}$ —— 正对照组钙元素浓度平均值，mg/L；

$\overline{C_N}$ —— 负对照组钙元素浓度平均值，mg/L。