



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

(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：黑龙江省轻工科学研究院、广州质量监督检测研究院

本文件主要起草人：

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

本文件规定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、结果计算等内容。

本文件适用于牙膏外源性色斑相对清洁率(PCR值)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 19342 牙刷

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

牙齿表面存在一层附着力强的获得性膜，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）会使获得性膜着色，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颜色变化差异，测试牙膏外源性色斑的清洁能力。

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 胃粘蛋白：CAS 号 84082-64-4。
- 5.2 浓盐酸（HCl）。
- 5.3 甘油（C₃H₈O₃）。
- 5.4 麝香草酚（C₁₀H₁₄O）。
- 5.5 无水乙醇（C₂H₆O）。
- 5.6 羧甲基纤维素钠：粘度 300~800 mPa·s。
- 5.7 无水碳酸钠（NaCO₃）。
- 5.8 植酸（C₆H₁₈O₂₄P₆）：纯度≥70.0%。
- 5.9 三氯化铁（FeCl₃）。

- 5.10 对照磨擦剂：ZOEDENT® 113 二氧化硅¹⁾。
- 5.11 义齿基托树脂液：II 型，I 类（自凝型）。
- 5.12 牛牙：恒切牙。
- 5.13 标准牙刷：质量符合 GB 19342 的平毛牙刷，牙刷头应由 10 mm 长的尼龙丝制成，公称丝径 0.2 mm，尼龙丝末端全部处于同一个平面。
- 5.14 模具：模具规格及示意图见附录 A 中图 A.1。
- 5.15 0.1% 麝香草酚溶液：称取 0.1 g 麝香草酚（5.4），用少量无水乙醇溶解后用水定容至 100 mL。
- 5.16 1% 盐酸溶液：量取 2.70 mL 浓盐酸（5.2）用水定容至 100 mL，搅拌均匀。
- 5.17 饱和碳酸钠溶液：量取 100 mL 水，边搅拌边加入无水碳酸钠（5.7），直至固体不能溶解。
- 5.18 1% 植酸溶液：量取 1.43 mL 植酸（5.8）用水定容至 100 mL，搅拌均匀。
- 5.19 染色液：称取适量胃粘蛋白（5.1）用温水溶解，随后加入其他染色物质，终浓度为 2.5 g/L 胃粘蛋白（5.1）、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 三氯化铁（5.9），搅拌均匀，2~8 °C 保存备用。染色液保质期为 3 天。其他组分可按实际需求添加。
- 5.20 稀释液：量取 50 mL 甘油（5.3）于 150 mL 烧杯中加热至 60 °C，然后边搅拌边加入 5 g 羧甲基纤维素钠（5.6），搅拌均匀后再加入 50 mL 已加热至 60 °C 的甘油（5.3），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。
- 5.21 对照磨擦剂浆液：每 10 g 对照磨擦剂（5.10）用 50 mL 稀释液（5.20）分散，该比例可用于其他待测粉末。此外，如将对照磨擦剂配制成对照牙膏，其中需含 40% 对照磨擦剂，剩余部分是常规牙膏成分。对照牙膏浆液则按每 25 g 对照牙膏用 40 mL 水比例配制。

6 仪器设备

- 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 0.000 1 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 ≥ 2 r/min。示意图参见附录 B 中图 B.1。
- 6.4 色差计。
- 6.5 自动搅拌器。
- 6.6 低速精密切割机。
- 6.7 磨抛机：具有连续型号的碳化硅研磨盘（最细 600 目）。

7 测定步骤

7.1 牙磨块的制备

7.1.1 牛牙筛选及保存

挑选牛牙（5.12）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（5.15）或其他具有消毒作用但不改变牙齿物理性质的中性溶液。

1) 二氧化硅 ZOEDENT® 113 来自赢创（Evonik）公司，该信息的给出仅为了方便本文件的用户，并不意味着本标准代言该产品。

7.1.2 牙釉质块的制备和镶嵌

用低速精密切割机（6.6）切除牛牙（5.12）根部后，将牛牙（5.12）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（5.14）中，釉质面朝外，倒入义齿基托树脂（5.11）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：切割牛牙的示意图参见附录 C 中图 C.1。牙釉质块的规格可根据色差计孔径规格而定，牙釉质块大小应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（6.7）上使用粗砂轮将牙磨块（7.1.2）釉质面打磨至完全露出，且牙磨块上下表面呈水平状，再使用 600 目砂轮抛光。制备好的牙磨块保存于水中备用。

注：若牙釉质中可见淡黄色区域表明磨蚀过度，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（5.16）确保液面完全浸没牙磨块，用玻璃棒搅拌 60 秒，清水冲洗 3 次，然后按上述步骤依次加入饱和碳酸钠溶液（5.17）和 1% 植酸溶液（5.18）进行处理。

注：经过酸蚀的牙磨块须在当天开始染色。

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（5.19）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 2 天后，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，用纸印干表面水分。通过肉眼观察挑选牙釉质染色均匀的牙磨块，于 10 分钟内用色差计（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，需要每天补充染色液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）用纸印干表面水分，进行随机分组，样品组和对照组分别 8 个牙磨块。通过色差计（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 2000 mL 的烧杯中，用 960 g 的水溶解并用自动搅拌器（6.5）将牙膏分散均匀。

7.5 刷磨处理

将标准牙刷（5.13）和牙磨块（7.3）装上刷磨仪（6.1），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（5.21），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，印干表面水分，用色差计于10分钟内测量牙釉质白度值（ $L^*_{后}$ ）。

8 计算结果

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。

计算对照组和样品组的 ΔL^* 平均值，样品的PCR值按式（2）计算：

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

式中：

$PCR(\text{样品})$ ——样品的外源性色斑相对清洁率；

$\overline{\Delta L^*}(\text{样品组})$ ——样品组 ΔL^* 的平均值；

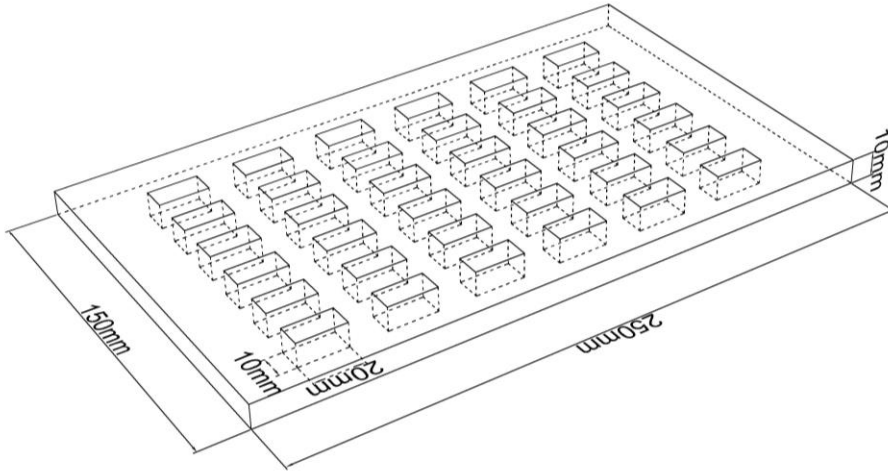
$\overline{\Delta L^*}(\text{对照组})$ ——对照组 ΔL^* 的平均值。

附录 A

(资料性附录)

模具

图 A.1 给出了模具的示意图。



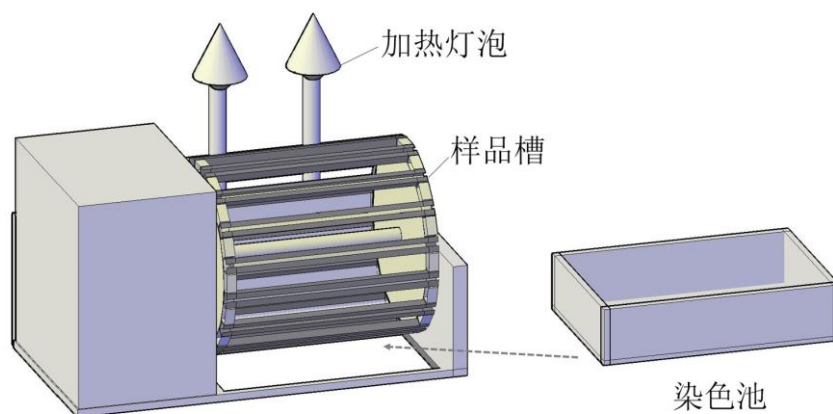
图A.1 模具示意图

附录 B

(资料性附录)

染色装置

图 B.1 给出了染色装置的示意图。



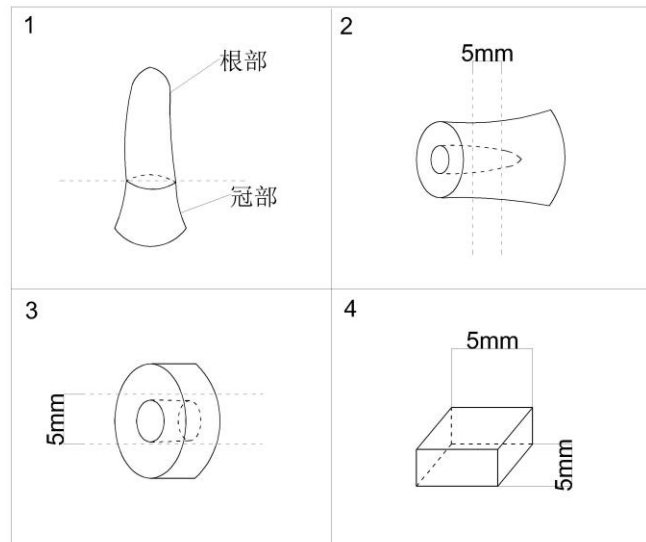
图B.1 染色装置示意图

附录 C

(资料性附录)

切割牛牙示意图

图 C.1 给出了切割牛牙的示意图。



图C.1 切割牛牙示意图