

《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》 编制说明
(征求意见稿)

目 录

一、工作简况	1
1.1 任务来源	1
1.2 主要工作过程	1
1.3 主要参加单位和工作组成员等	1
二、标准编制原则和主要内容	1
2.1 标准编制原则	1
2.2 标准研制背景	1
2.3 标准的技术路线和确定依据	3
2.3.1 主要技术路线	3
2.3.2 实验底物的选择	3
2.3.3 白度参数的确定	3
2.3.4 牙磨块的打磨	3
2.3.5 酸蚀的条件	4
2.3.6 染色液的组分选择	4
2.3.7 染色过程	4
2.3.8 参照磨擦剂的选择	5
2.3.9 刷磨次数的选择	5
2.3.10 刷磨设备的选择	7
2.3.11 染色的牙磨块保存期限	8
2.3.12 量化指标	8
2.4 解决的主要问题	8
2.5 修订标准时应列出与原标准的主要差异和水平对比	9
三、主要试验（或验证）情况分析、综述结论	9
3.1 试验分析	9
3.1.1 方法重复性	9
3.1.2 实际样品测定	10
表 11 实际样品 PCR 值结果	10
3.2 验证分析	11
3.2.1 测试样品	11
3.2.2 验证结果	11
四、标准中涉及专利的情况	12
五、预期达到的社会效益、对产业发展的作用等情况	12
六、与国际、国外对比情况	13
七、与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性标准的协调性	13
八、重大分歧意见的处理经过和依据	13
九、标准性质的建议说明	13
十、贯彻标准的要求和措施建议	13
十一、废止现行相关标准的建议	13
十二、其他应予说明的事项	13

一、工作简况

1.1 任务来源

本标准根据《国家标准化管理委员会关于下达 2021 年第二批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》（国标委发[2021]23 号）进行制订，项目名称为“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”，项目编号为 20213442-T-607，主要起草单位为黑龙江省轻工科学研究院、广州质量监督检测研究院，计划应完成时间为 2023 年 8 月。

1.2 主要工作过程

2021 年 8 月-12 月，成立标准制定工作组，初步设计实验方案。根据国标委发[2021]23 号通知以及项目归口管理方全国口腔护理用品标准化技术委员会（SAC/TC492）的要求，项目承担单位组成标准编制工作小组，查询、收集、研究、分析国内外标准及相关资料，并结合实验室的条件、牙膏去除外源色斑的机理，初步设计了实验方案。

2022 年 1 月-2022 年 11 月，开展实验研究，形成征求意见稿。根据初步设计的实验方案，优化确定牙磨块制作工艺、染色液配方、牙磨块染色范围、刷磨次数、参照磨擦剂种类，考察方法的精密度、准确性、适用性，编制标准草案和编制说明初稿。在组织 3 家机构对方法进行验证后，对标准草案和编制说明进一步修改，形成征求意见稿。将征求意见稿提交全国口腔护理用品标准化技术委员会牙膏分会工作组（SAC/TC492/SC1）审核，并根据审核意见进一步修改完善，形成标准的征求意见稿。

1.3 主要参加单位和工作组成员等

本标准主要起草单位为黑龙江省轻工科学研究院、广州质量监督检测研究院等。

工作组主要成员：

二、标准编制原则和主要内容

2.1 标准编制原则

本标准的制定符合产业发展的原则。本着先进性、科学性、合理性和可操作性的原则，以及标准统一性、协调性、适用性、一致性和规范性原则来进行本标准的制定工作。

本标准是按照 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》和 GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》的要求编写的。

2.2 标准研制背景

内、外源性色斑是造成牙齿不美观的最主要原因^[1]。通常牙齿表面会吸附唾液中蛋白质形成一层无细胞、无结构的均质性有机薄膜，称为获得性膜^[2]。外源性色斑则形成于牙齿表面的获得性膜中，尤其是沿着牙龈边缘和邻面区域，通常呈黄色、棕色或黑色。吸烟、饮食中摄入富含单宁的食物（如红酒）以及使用某些阳离子剂（如洗必泰）或金属盐（如锡和铁）可促进外源性染色^[3]。牙膏的美白机理主要包括2种途径：物理方法和漂白方法^[4]。而物理方法主要是去除外源性色斑，其中分为3步，先通过磨擦剂的反复运动将色斑破碎，其次牙膏中的美白功效成分如焦磷酸盐等通过螯合作用将难以破碎的色斑进行分解，最后牙膏中的表面活性剂等与分解的色斑物质形成悬浮物被水冲走^[4]。

目前，美白类宣称的牙膏市场份额约占60%，但以前的大部分牙膏未进行科学的功效评价实验，牙膏的真实去渍效果存疑，甚至有的产品夸大实际效果，误导消费者。2021年施行的《化妆品监督管理条例》（简称“条例”）明确牙膏参照普通化妆品管理，另行拟定具体管理办法。随后发布的《牙膏监督管理办法》（征求意见稿）则明确将根据牙膏功效制定牙膏功效分类目录，其中《牙膏分类规则及分类目录》（征求意见稿）中列出的功效宣称类别包括了美白类。因此，出台相应牙膏美白类的功效评价方法标准已成为紧迫的任务。

一般而言，牙膏的功效应具有科学的理论基础，保证对口腔牙齿硬组织、口腔粘膜、牙龈软组织以及口腔微生态没有损害和不良影响作用。美白类功效牙膏的有效性和安全性都应通过文献资料或科学实验结果作为宣称依据。然而，人体临床试验需要在具备相应资质的医院进行，而且试验的周期少则三五月，多则需要一年，试验费用也是一笔不菲的支出，因此人体临床试验难以满足日益增长的功效评价市场需求。在此背景下，实验室测试方法具有低成本、短周期、易操作、快推广的优点，有利于填补功效评价需求的市场缺口。因此，本标准《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》的制定将为规范行业内牙膏功效宣称提供有力的科学支撑，整顿行业的不良风气，对推动我国口腔护理用品行业的高质量发展具有重要的意义。

牙膏美白去渍效果的实验室评价方法最早是1982年由印地安纳大学Stookey等^[5]提出，1997年P. Wülknitz等^[6]对该方法进行优化，通过色差计测试牙釉质颜色。该方法建立了一套成熟可靠、廉价高效的流程评价牙膏的菌膜清洁率(Pellicle Cleaning Ratio, PCR)，受到国内外的口腔行业广泛认可与应用。然而，随着科技水平提高与产品更新迭代，该方法在国内的应用仍有诸多局限，如参照物停止生产、染色过程复杂，以及缺少对实验

参数影响的研究等。因此，本标准研究对比刷磨设备、刷磨次数、牛牙染色区间、参照物批次等实验条件，优化方法参数，并分析测试数据的重复性与复现性，形成评价牙膏去除外源性色斑效果的标准实验室方法。

2.3 标准的技术路线和确定依据

2.3.1 主要技术路线

主要技术路线图见图 1。

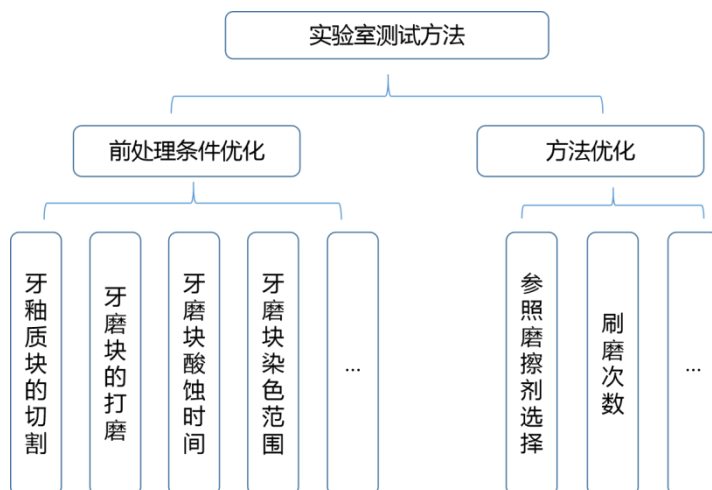


图 1 主要技术路线图

2.3.2 实验底物的选择

由于人类牙齿属于人体器官，获取渠道少且禁止买卖，而大量研究报道牛牙在组织成分及结构上与人牙相近^[7-10]，因此选择牛恒切牙作为实验底物模拟刷牙。

牛牙的筛选标准主要参考 ISO 11609-2017，挑选牛上颌恒切牙若干颗，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%麝香草酚溶液或其他具有消毒作用但不改变牙齿物理性质的中性溶液。

2.3.3 白度参数的确定

临床上通常采用 Lobene 指数^[11]评价牙齿的白度变化，但该指数需要人员经过专业的训练才能作出客观科学的判断。本方法参照 ISO 28399-2011，采用色差计测量牙齿刷磨前后的颜色，通过 CIELAB 色空间体系中的 L*值（0-100 表示由黑至白）反映牙齿的白度变化。

2.3.4 牙磨块的打磨

牙磨块打磨过程是先粗砂纸将釉质面打磨至完全露出，且牙磨块表面水平无倾斜，

否则刷磨过程中部分位置刷毛可能接触不到。第二步使用 600 目的砂纸进行适度的抛光，牙磨块表面目视相比抛光前光滑即可。

2.3.5 酸蚀的条件

牙磨块的酸蚀是为了加快染色过程，缩短实验周期。首先通过盐酸溶液将牙釉质腐蚀形成粗糙表面，便于有色物质的附着与渗透。但酸性溶液渗透太深会导致牙釉质破坏，从而有色物质进入牙本质形成难以去除的着色，因此通过饱和碳酸钠溶液将酸液中和。最后再用植酸将表面轻微腐蚀，而且植酸是一种螯合能力很强的物质，易与金属阳离子和蛋白质分子配位，经过植酸溶液处理的牙齿更容易在牙齿表面形成获得性膜，加快着色过程。

2.3.6 染色液的组分选择

染色液成分中胃粘蛋白主要作用是在牙齿表面形成获得性膜，日常饮食中带有深色的食物或饮料，如红茶、酱油、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。氯化铁的作用是与茶汤中的鞣酸形成深色物质，同时可以防止鞣酸使蛋白质凝固。因此，染色液主要以胃粘蛋白为主，并含有红茶、酱油、咖啡作为着色物质。染色液的组分可根据实际需求进行适度的增减。

2.3.7 染色过程

牛牙染色后的 L*值范围对实验结果具有一定影响，L*值过低可能导致较难通过牙膏刷磨去除色斑；而 L*值过高则牙膏处理后的改善空间较小，导致方法的灵敏度下降而不能有效区分各种牙膏产品之间的去渍效果。本方法挑选了不同 L*值区间的牛牙进行实验，刷磨溶液为二氧化硅浆液，实验结果如表 1 所示。

表 1 不同 L*值范围去除外源性色斑结果

L*值范围	L*值 (n=8)		ΔL*值
	刷牙前	刷牙后	前后 L*差值
30-40	31.92±1.67	44.76±1.82	12.85±1.20
40-50	44.45±0.50	57.37±2.78	12.92±2.90
50-60	55.20±2.05	61.32±3.09	6.12±1.88

牛牙染色后 L*值[30,40]区间的ΔL*均值为 12.85，与[40,50]区间ΔL*均值非常接近，两组间差异无统计学意义(P>0.05)，表明牛牙染色后 30<L*<50 时，测试样品去除外源性色斑的能力与染色后牛牙 L*值关系不大；另一方面，牙膏处理染色的牛牙后 L*值最高到 70 左右，所以染色后 L*值区间为[50,60]时，牙齿白度的改善空间较小，该方法区分不同样品的能力则较差。一般来说，牛牙染色至 L*值[30,40]区间需要 7 天左右，而达到[40,50]

区间只需要 2-4 天左右，从节省时间的角度，染色后牛牙的 L*值范围选择 40-50 更为合适。

2.3.8 参照磨擦剂的选择

二氧化硅的来源广泛，物理化学性质稳定，是目前市售牙膏最常用的磨擦剂。美白牙膏中磨擦剂如二氧化硅主要起基础的清洁作用，进一步的美白效果归功于其中的功效成分。因此，以磨擦剂去除外源性色斑的功效作为评价牙膏去渍效果的参照物，可更科学客观地反映美白牙膏的去渍功效。

本方法收集了 4 个生产批次的赢创 Zoedent®113 二氧化硅，选取 L*值范围 40-50 的牛牙，实验前组间差异无统计学意义(P>0.05)，比较了不同生产批次二氧化硅对测试结果的影响，如表 2 所示。

表 2 不同生产批次二氧化硅去除外源性色斑结果

生产批次	L*值 (n=8)		ΔL*值
	刷牙前	刷牙后	前后 L*差值
1	43.20±1.53	54.23±1.57	11.03±2.20
2	43.22±1.31	53.95±1.10	10.73±0.91
3	42.95±1.28	55.58±4.20	12.63±3.86
4	43.31±1.16	56.70±3.36	13.39±3.32

结果表明，各个生产批次的二氧化硅组间ΔL*值结果基本一致，经统计检验发现，组间差异均无统计学意义(P>0.05)，说明该型号二氧化硅的生产工艺较为成熟，产品的技术指标相对稳定，对该方法的实验结果影响较小。

2.3.9 刷磨次数的选择

一般而言，科学的刷牙频率为早晚各一次，每次刷牙至少 3 分钟。因此，体外模拟的刷牙时间应尽量与实际情况一致，有文献提出刷磨 800 次，以机器每分钟 100 次的频率换算相当于 8 分钟，即早晚需刷牙各 4 分钟，这与大多数消费者的实际情况相去甚远。该参数条件相对缺乏合理性，因此本方法以模拟实际情况为目的，以及考虑方法的灵敏度，进行了多次刷磨与测试，其中刷磨溶液为二氧化硅浆液，挑选 L*值范围 40-50 的牛牙，刷牙前各组组间 L*值差异无统计学意义(P>0.05)，比较刷磨 100 次、200 次、600 次和 800 次的ΔL*值变化，如图 2 所示。

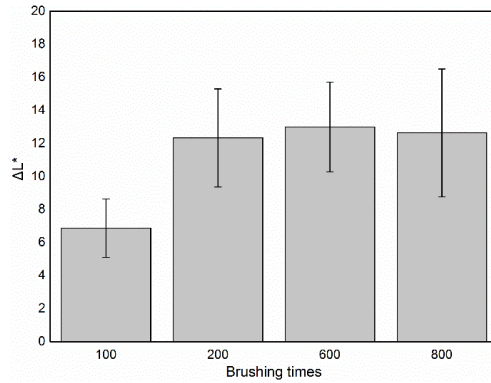


图2 刷磨不同次数所测 ΔL^* 值柱形图(n=8)

在相同的处理浆液中，刷磨过程中的往返次数是影响牙齿白度 ΔL^* 值的主要因素，但刷牙 200 次以后， ΔL^* 值基本达到最高值并保持不变，也就意味着，处理浆液不变的情况下，刷牙 600 次与刷牙 800 次去除外源性色斑的效果是一样的。结合消费者的实际情况，实验方法的刷磨次数为 600 次更具有合理性。

刷牙过程中去除外源性色斑的效果是受到多种因素综合影响，如刷牙频率、刷牙时间等。由于牙膏中美白功效成分与牙齿接触时间越长，效果可能越显著，因此长时间慢刷的色斑去除效果值得关注。为研究刷牙时间与频率的影响，本方法选用 1 款市售美白牙膏 A，挑选 L^* 值范围 40-50 的牛牙，实验前组间差异无统计学意义($P>0.05$)，进行了系列实验，实验方案设计如表 3 所示。

表3 探究刷牙时间与刷牙频率影响实验方案

方案	刷磨频率(r/min)	处理时间(min)	刷磨次数
A	80	10(刷磨)	
B	120	6.7(刷磨)	600
C	120	3.3(浸泡)+6.7(刷磨)	

在刷磨次数相同条件下，比较相同处理时间，不同刷磨频率对实验结果的影响（方案 A 与方案 C），以及相同刷磨频率，不同处理时间对实验结果的影响（方案 B 与方案 C），结果见表 4。

表4 不同实验方案去除外源性色斑结果

方案	L^* 值 (n=8)		ΔL^* 值
	刷牙前	刷牙后	前后 L^* 差值
A	43.73±0.38	65.57±3.85	21.83±3.78
B	43.71±0.58	65.75±1.25	22.04±1.53
C	43.40±0.58	64.92±2.03	21.51±1.95

三种实验方案的测试结果几乎一致， ΔL^* 均值 ≈ 22 ，经过统计检验发现，组间差异均无统计学意义($P>0.05$)，说明该方法中刷磨频率、与牙膏接触的时间两种因素对实验结果

没有显著的影响，测试样品的结果主要取决于刷磨次数。

2.3.10 刷磨设备的选择

体外模拟刷牙的过程，主要通过机器使牙刷在牙齿上往复运动以重现生活场景中的刷牙动作，为减少其他因素对结果的影响，实验前还需要测试牙刷对牙齿表面的垂直压力，保证各个样本间施加压力一致。目前行业内的刷磨设备主要为 L8-II 和 V8 两种型号，两者的刷磨平面均与水平面成 45°，刷磨频率均可调节至相同的参数。V8 机型缺点是通过弹簧施加压力且调节压力过程需要额外的测力计辅助，因此刷磨过程中压力可能改变且无法实时监测，尤其是长时间的刷磨过程，弹簧疲劳可能导致压力变化较大；而 L8-II 配备更先进的电子压力传感器与显示屏，压力感应精度更高，且可实时监测压力变化。

此外，由于刷磨设备构造不同，所配套的牙刷也不一样。L8-II 刷磨仪所用牙刷为 GB/T 35832-2018 中指定的标准牙刷，其特征是平型刷毛，刷毛长度 10mm，中毛强度。为减小牙刷导致的结果差异，V8 刷牙机选用与标准牙刷具有相似特征的牙刷，经过测试，两款牙刷技术参数结果如表 5 所示，两款牙刷刷毛的直径、磨圆率和毛束弯曲力基本一致。

表 5 不同牙刷参数比较

	刷毛长度(mm)	刷丝直径(mm)	刷毛磨圆率(%)	毛束弯曲力(N)
标准牙刷	10.90	0.20	69	6.86
普通牙刷	10.90	0.22	73	6.20

为探究牙刷对外源性色斑的去除效果，本方法比较不同牙刷的清洁效果。该实验中选取了 L*值区间[40,50]的牛牙，实验前进行随机分组且组间 L*值差异无统计学意义 (P>0.05)，刷磨溶液为去离子水，如表 6 所示。

表 6 不同牙刷去除外源性色斑结果

牙刷	L*值 (n=4)		ΔL*值	显著性
	刷牙前	刷牙后	前后 L*差值	
普通牙刷	45.78±2.11	45.87±3.00	0.09±0.93	P>0.05
标准牙刷	46.66±0.51	46.82±1.45	0.16±1.46	

结果表明，在不存在牙膏或磨擦剂的情况下，牙刷对外源性色斑的去除效果均不明显，ΔL*值接近 0，而且 2 款牙刷的结果相近，组间差异不具有统计学意义。总之，在限定牙刷刷毛技术参数的情况下，所选牙刷对实验结果的影响可以忽略不计，且该类牙刷对外源性色斑的去除效果也可以忽略不计。

进一步比较两款刷磨设备去除外源性色斑的能力，选取 L*值范围 40-50 的牛牙，实验前组间差异无统计学意义(P>0.05)，刷磨溶液为二氧化硅浆液，结果如表 7 所示。

表 7 不同刷磨设备去除外源性色斑结果

设备型号	L*值 (n=8)		ΔL*值
	刷牙前	刷牙后	前后 L*差值
V8	47.88±1.71	59.02±1.98	11.14±1.69
L8-II	48.02±1.36	60.05±3.20	12.03±2.30

结果表明，相同的刷磨溶液，V8 刷牙机的结果ΔL*均值为 11.14，L8-II 刷磨仪则为 12.03，组间差异无统计学意义(P>0.05)，说明对牛牙外源性色斑的去除效果在两种刷磨设备之间没有明显差别。

2.3.11 染色的牙磨块保存期限

若批量制备染色的牙磨块，需要将未使用的牙磨块保存于去离子水以防止牙釉质脱水干裂。然而，目前无法确定长时间浸泡是否会影响实验的测试结果。本方法同时制备了一批牙磨块，染色至 L*值范围 40-50，随机分组，实验前组间差异无统计学意义(P>0.05)，分别对不同保存时间的牙磨块进行刷磨。由表 8 可见，刷磨相同的磨擦剂，染色后牙磨块保存于水中的时间越长，ΔL*值则越大，即长时间浸泡的牙磨块的外源性色斑更容易去除。因此，染色后的牙磨块不建议保存超过 2 周。

表 8 不同保存时间牙磨块去除外源性色斑结果

保存时间	L*值 (n=8)		ΔL*值
	刷牙前	刷牙后	前后 L*差值
0 周	30.68±0.49	45.82±4.49	12.64±0.83
2 周	30.60±0.48	44.21±2.48	13.61±2.57
4 周	30.46±0.31	45.81±2.82	15.35±2.87
6 周	30.75±0.52	48.26±2.67	17.51±2.53

2.3.12 量化指标

本方法采用 PCR 值反映牙膏外源性色斑的相对清洁率。PCR 指经过刷磨后样品组牙齿的白度增量相对对照组白度增量的比率（式 1）。以 PCR 值表征牙膏去渍能力的优点在于引入参照磨擦剂作为对照，抵消了由人员操作、仪器等误差的影响，实现批次间或实验室间结果的比较。牙膏美白类功效体现在基础清洁作用之上，还具有进一步的增白效果，因此可认为 PCR>100 的牙膏具有去除外源性色斑的效果。

$$PCR(\text{样品}) = \frac{\overline{\Delta L^*}(\text{样品组})}{\overline{\Delta L^*}(\text{对照组})} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

参考文献

- [1] Andrew Joiner. Whitening toothpastes: A review of the literature[J]. Journal of Dentistry, 2010, 38e17-e24.
- [2] 裴润生. 三种美白成分对牛牙表面茶/蛋白质色渍清除效果的评价[D]. 福建医科大学, 2014.
- [3] Andrew Joiner. Review of the extrinsic stain removal and enamel/dentine abrasion by a calcium carbonate and perlite containing whitening toothpaste[J]. International dental journal, 2006, 56(4)

-); 175-180.
- [4] 陈敏珊, 李俊, 王战胜. 牙齿美白机理的研究及其应用[J]. 口腔护理用品工业, 2012, 22(05): 28-30.
- [5] G-K Stookey, Burkhard T-A, Schemehorn B-R. In vitro Removal of Stain with Dentifrices[J]. Journal of Dental Research, 1982, 61(11): 1236-1239.
- [6] P Wiilknitz. Cleaning Power and Abrasivity of European Toothpastes[J]. Advances in Dental Research, 1997, 11(4): 576-579.
- [7] 楚金普, 周学东. 人牙与牛牙用于人工龋损实验的比较病理学观察[J]. 实验动物与比较医学, 2014, 34(3): 176-180.
- [8] G-H Yassen, Platt J-A, Hara A-T. Bovine teeth as substitute for human teeth in dental research: a review of literature[J]. J Oral Sci, 2011, 53(3): 273-282.
- [9] Chaoyang Wang, Li Yining, Wang Xiaomiao, et al. The Enamel Microstructures of Bovine Mandibular Incisors[J]. Anatomical record (Hoboken, N.J. : 2007), 2012, 295(10): 1698-1706.
- [10] M Esser, Tinschert J, Marx R. Material characteristics of the hard tissues of bovine versus human teeth[J]. 1998.
- [11] R-R Lobene. Effect of dentifrices on tooth stains with controlled brushing[J]. J Am Dent Assoc, 1968, 77(4): 849-855.

2.4 解决的主要问题

本项目通过优化牙磨块的制备工艺、染色范围、刷磨次数等实验参数，采用二氧化硅作为参照磨擦剂，最终建立了一套标准化的去除外源性色斑能力测试方法，解决的主要问题包括：

- (1) 确定了前处理方法，包括底物的选择、酸蚀条件及染色范围；
- (2) 比较了刷磨设备和刷磨次数的影响，并对参照磨擦剂、染色牙磨块保存时间作出限定；
- (3) 完成了方法学的考察，包括准确性和方法稳定性。

2.5 修订标准时应列出与原标准的主要差异和水平对比

该标准属首次起草。

三、主要试验（或验证）情况分析、综述结论

3.1 试验分析

3.1.1 方法重复性

为验证本方法的重复性，多次测定 2 款牙膏外源性色斑相对清洁率 PCR 值。2 款牙膏样品分别为普通牙膏（阴性牙膏）和美白牙膏（阳性牙膏），其中普通牙膏主要含二氧化硅磨擦剂，不添加其他功效成分；美白牙膏则含有焦磷酸钠。由表 9、表 10 可知，普通牙膏的 PCR 值为 102，美白牙膏 PCR 值为 168，结果表明本方法可有效区分牙膏外源性色斑的清洁能力；此外实验批次间牙膏 PCR 值的相对标准偏差均在 10% 以内，说明本方法测定的牙膏外源性色斑相对清洁率 PCR 值具有良好的重复性。

表 9 普通牙膏 PCR 值准确性结果

实验批次	1	2	3
------	---	---	---

实验分组	对照组	样品组	对照组	样品组	对照组	样品组
ΔL^*	8.85	7.13	8.92	11.77	10.56	8.11
	8.97	11.68	10.71	8.31	9.99	13.69
	10.40	12.91	11.52	13.43	9.03	13.97
	12.65	14.70	9.54	10.87	13.34	10.68
	14.89	13.67	14.79	10.76	11.66	11.08
	13.68	15.90	9.67	11.80	13.46	12.23
	13.26	12.00	13.18	14.75	14.62	7.32
	13.51	13.75	12.62	16.83	14.61	13.45
平均值	12.03	12.72	11.37	12.32	12.16	11.32
PCR 值	106		108		93	
RSD	8%					

表 10 美白牙膏 PCR 值准确性结果

实验批次	1		2		3	
实验分组	对照组	样品组	对照组	样品组	对照组	样品组
ΔL^*	10.85	17.55	9.92	14.44	10.26	18.54
	11.97	15.58	10.71	22.52	10.99	16.78
	10.40	18.47	11.52	20.56	11.03	18.37
	12.65	16.92	10.54	21.43	13.14	16.72
	10.89	23.01	11.79	23.77	11.66	21.02
	13.58	20.13	11.67	21.17	13.48	20.53
	13.36	21.60	13.28	19.20	12.31	21.70
	12.31	23.46	12.60	21.14	13.60	22.45
平均值	12.00	19.59	11.50	20.53	12.06	19.51
PCR 值	163		179		162	
RSD	6%					

3.1.2 实际样品测定

收集具有美白类功效宣称的牙膏样品 22 批次，采用本方法进行牙膏外源性色斑相对清洁率 PCR 值的测定。表 11 结果显示，22 批次宣称美白的牙膏 PCR 值范围在 91~219 之间，其中 PCR 值在 100 以上的牙膏共 19 款，占比 86%。进一步分析发现，所测美白类牙膏中功效成分以焦磷酸盐、偏磷酸盐等为主，以第 19、20 批牙膏为例，其中含六偏磷酸钠作为去除外源性色斑的活性成分。

表 11 实际样品 PCR 值结果

序号	样品名称	功效宣称	PCR 值
1	XX 高氟防蛀焕白牙膏	防蛀、美白	143
2	XXX 美白去渍牙膏	美白	141
3	XX 美白牙膏 A	美白	91
4	XXX 精油洁齿牙膏	美白	134

5	XX 美白祛渍牙膏	美白	158
6	XXX 美白祛渍牙膏	美白	173
7	XXX 美白祛渍牙膏	美白	120
8	XX 去渍炫白牙膏	美白	172
9	XXX 美白牙膏	美白	170
10	XX 美白牙膏 B	美白	181
11	XX 益生菌美白牙膏	美白	165
12	XXX 生物溶菌牙膏	美白	92
13	XX 烟酰胺美白去渍牙膏	美白	211
14	XX 益生菌锁白牙膏	美白	160
15	XX 热感美白牙膏	美白	184
16	XXXX 烟酰胺炫白牙膏	美白	96
17	XXX 美白牙膏	美白	152
18	XXXX 小苏打益生菌炫白牙膏	美白	162
19	XXX 3D 炫白钻亮炫白牙膏	美白	196
20	XXX 3D 炫白系列热感抗糖美白牙膏	美白、抗糖	175
21	XX 防蛀去渍牙膏	美白	219
22	XX 专效焕白去渍牙膏	美白	151

3.2 验证分析

3.2.1 测试样品

测试 1 款具有美白类功效牙膏的 PCR 值，进行 5 次重复实验。

3.2.2 验证结果

邀请了广州质量监督检测研究院、好来化工（中山）有限公司、薇美姿实业（广东）股份有限公司 3 家实验室对本标准方法的精密度进行验证，结果如表 12 所示。3 家验证结果表明，验证牙膏相比参照磨擦剂具有更好的去除外源性色斑效果；3 家实验室对于验证牙膏的 PCR 值在 130~132 之间，相对标准偏差在 3%~5%之间（ $n=5$ ）。结果表明，该方法准确可靠，精密度高。

表 12 三家实验室验证结果

广州质量监督检测研究院	实验批次	1		2		3		4		5	
	实验分组	对照组	样品组	对照组	样品组	对照组	样品组	对照组	样品组	对照组	样品组
ΔL^*		15.94	21.98	18.01	20.93	17.55	22.21	15.68	14.99	16.40	23.21
		15.25	20.42	16.69	21.78	15.07	26.45	18.06	21.31	14.48	20.56
		17.47	20.46	17.26	19.38	17.24	19.05	11.72	22.27	14.34	22.64
		13.83	25.26	18.10	20.45	16.66	19.61	13.07	22.02	21.23	22.07
		15.71	24.00	17.47	24.44	14.49	21.73	13.29	22.13	18.17	20.78
		13.19	19.00	16.78	18.86	17.33	18.18	17.65	17.85	17.68	17.30
		13.60	18.82	11.53	19.20	15.72	23.50	19.65	20.29	16.09	24.93

		14.66	22.92	11.08	22.40	21.49	20.88	15.80	23.76	15.18	17.82
	平均值	14.96	21.61	15.87	20.93	16.94	21.45	15.62	20.58	16.70	21.16
	PCR 值	144		132		127		132		127	
	RSD	5%									
好来 化工 (中 山)有 限公 司	实验批次	1		2		3		4		5	
	实验分组	对照组	样品组	对照组	样品组	对照组	样品组	对照组	样品组	对照组	样品组
	ΔL^*	18.10	18.50	17.75	20.97	10.64	18.57	13.26	11.20	14.91	17.02
		19.71	25.70	14.09	20.58	14.55	15.84	13.29	13.40	14.13	23.25
		14.64	18.64	11.06	17.73	16.41	18.28	15.61	21.25	14.73	20.99
		17.53	20.20	18.30	21.08	15.85	18.42	13.49	18.79	17.64	22.30
		14.40	18.90	19.56	19.35	17.90	23.93	14.27	22.69	13.89	17.81
		18.03	23.85	18.19	20.99	16.51	20.67	10.43	20.32	13.16	22.73
		19.12	27.17	17.38	22.33	10.96	23.28	15.40	20.46	18.23	18.93
	17.28	19.10	17.14	22.13	17.77	19.02	14.30	24.35	18.08	22.43	
	平均值	17.35	21.51	16.68	20.65	15.07	19.75	13.76	19.06	15.60	20.68
PCR 值	124		124		131		139		133		
RSD	5%										
薇美 姿实 业(广 东)股 份有 限公 司	实验批次	1		2		3		4		5	
	实验分组	对照组	样品组	对照组	样品组	对照组	样品组	对照组	样品组	对照组	样品组
	ΔL^*	18.06	21.72	16.77	17.14	19.61	25.85	14.66	16.38	16.55	23.29
		16.43	23.62	11.15	25.19	18.01	23.97	16.85	16.45	17.82	25.81
		12.60	16.78	17.94	17.93	16.68	22.41	13.84	24.03	15.82	16.64
		19.14	17.71	15.01	19.44	13.82	19.11	16.23	24.70	17.10	19.48
		15.83	21.62	15.44	25.45	15.79	18.61	17.48	21.25	15.04	17.39
		16.96	22.42	17.33	18.57	14.07	23.69	15.44	19.92	12.01	18.39
		16.87	23.06	15.82	21.02	15.32	13.52	18.12	22.36	14.64	16.40
	14.70	24.61	14.56	20.36	17.56	23.42	10.68	19.11	20.03	23.79	
	平均值	16.32	21.44	15.50	20.64	16.36	21.32	15.41	20.53	16.13	20.15
PCR 值	131		133		130		133		125		
RSD	3%										

四、标准中涉及专利的情况

本标准不涉及专利问题。

五、预期达到的社会效益、对产业发展的作用等情况

我国现行的《化妆品监督管理条例》明确牙膏参照普通化妆品管理，另行拟定具体管理办法。随后发布的《牙膏监督管理办法》（征求意见稿）则明确将根据牙膏功效制定牙膏功效分类目录，其中《牙膏分类规则及分类目录》（征求意见稿）中列出的功效宣称类别包括了美白类。然而，目前国内尚未建立统一的牙膏去除外源性色斑效果实验室标准检测方法，本标准的制订将为监管部门、检验机构及牙膏生产企业实施产品质量

监控提供有力技术支持。

六、与国际、国外对比情况

本标准制定过程中未查到同类国际、国外标准。

本标准没有采用国际标准。

七、与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性标准的协调性

本标准与现行相关法律、法规、规章及相关标准协调一致。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

九、标准性质的建议说明

建议本标准的性质为推荐性国家标准。

十、贯彻标准的要求和措施建议

建议本标准批准发布 6 个月后实施。

为了贯彻实施本国家标准，待标准批准发布后，建议组织相关生产、检验等相关单位进行宣贯培训工作。

十一、废止现行相关标准的建议

无。

十二、其他应予说明的事项

无。

国家标准编制工作小组

2023 年 01 月