

# 国家标准《口腔清洁护理用品用钙磷硅类材料》 报批稿编制说明

## 一、工作简况

### 1. 任务来源

本标准根据国标委发[2023]58号《国家标准化管理委员会关于下达2023年第三批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》立项，项目名称《口腔清洁护理用品用钙磷硅类材料》，项目编号为20231479-T-607。主要起草单位：北京幸福益生再生医学科技有限公司、重庆登康口腔护理用品股份有限公司、广州名俐日用化工有限公司、好来化工（中山）有限公司等。项目周期12个月，计划应完成时间2024年12月1日。

### 2. 制定背景

口腔清洁护理用品产业蓬勃发展，牙膏等产品已成为人们每天使用的日用产品，其质量安全问题的关注度日益提高。监控口腔清洁护理用品牙膏的质量安全具有重要意义。

《牙膏监督管理办法》《牙膏备案资料管理规定》已于2023年12月1日起正式实施，对牙膏的功效宣传、原料备案、名称规范等提出了具体要求。法规中规定牙膏功效分为清洁、防龋、抗牙本质敏感、抑牙菌斑和减轻牙龈问题，对功效性牙膏提出了明确的要求，功效性原料的规范标准和质量安全变的越来越重要。

牙膏原料安全性方面，我国早年即有强制性国家标准即《牙膏用原料规范》来控制牙膏成分使用的安全性。关于功效性原料的规范标准的国家标准较少，其中功效原料钙磷硅类材料（具有生物活性、能够促进牙齿再矿化）未有国家标准，尚处于空白阶段，因此，制订牙膏中功效原料钙磷硅类材料的质量安全规范标准，有助于填补国内相关领域标准的空白，健全口腔清洁护理牙膏用品中钙磷硅类材料的质量安全规范标准体系，有利于统一钙磷硅类材料的标准，保证产品质量的稳定性，提高牙膏原料行业生产厂家对钙磷硅类材料产品的质量意识，共同维护钙磷硅类材料产品的应用市场，为牙膏企业提供质量安全，品质稳定的牙膏原料，提高我国口腔清洁护理用品质量水平，切实保障消费者的健康安全和权益。

### 3. 主要工作过程

**起草阶段：**2023年12月，根据国标委发[2023]58号下达的国家标准制修订计划任务的通知，项目承担单位组建了标准编制工作小组，查询、收集和认真研究国内外标准及相关资料，初步设计钙磷硅类材料质量标准。进行产品型号分类，制定感官要求，理化指标，卫生指标，生物活性指标的技术指标，确认试验方法，规定检验规则及包装运输等内容，并组织单位进行方法验证；于XX年XX月XX日完成并提交标准征求意见稿和编制说明。

**征求意见阶段：**经标委会秘书处同意，于XX年XX月XX日，发送到行业有关单位广泛征求意见，共发函X个单位，涵盖生产、经销、使用、科研、检验及大专院校等。征求意见于XX年XX月XX日截止，收到X个单位回函，其中X个单位提出了X条意见和建议，没有回函的单位数X个。XX年XX月，待征求意见结束后，经起草小组协商，对反馈意见进行分类、归纳、整理和分析，起草小组采纳X条，未采纳X条，部分采纳X条（相关意见和建议的处理情况见《国家标准征求意见稿汇总处理表》），并对标准征求意见稿进行了补充、修改。在此基础上于XX月XX日形成标准送审稿，提交全国口腔护理用品标准化技术委员会牙膏分会（TC492/SC1）。

**审查阶段：**全国口腔护理用品标准化技术委员会牙膏分会于XX年XX月XX日在广州召开了标准审查会，标委会委员X人，参加会议X人，占全部应出席委员的X%，符合程序要求。会上组织标委会全体到会委员对本标准进行了审查，在充分讨论的基础上提出了修改建议并形成了审查意见，经过全体委员认真讨论，全部予以采纳，本标准会审结论为一致通过。要求起草工作组根据审查意见修改补充后报送标委会秘书处，经秘书处按照审查意见复核修改情况后报批。

**报批阶段：**工作组按照会议审查意见对标准送审稿作了进一步的修改、整理和完善，于XX年XX月XX日，形成了标准报批稿，报标委会秘书处。

### 4. 主要参加单位和工作组成员等

本标准由北京幸福益生再生医学科技有限公司、重庆登康口腔护理用品股份有限公司、广州名俐日用化工有限公司、好来化工（中山）有限公司……等负责联合起草。

本标准主要起草人：胡方、郭创州、陈蕴、董喜华、田冉、何亚茜……。

## 二、标准编制原则和主要内容

### 2.1. 标准编制原则

本标准的编制原则是既参考国外的最新方法技术，又考虑国内现有检测机构的检测能力和实际情况，确保方法标准的科学性、先进性、可行性和可操作性。遵循 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》。

### 2.2. 主要内容

#### 2.2.1 范围

本文件规定了口腔清洁护理用品用钙磷硅类材料的术语和定义、分类、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和保质期。

本文件适用于口腔清洁护理用品用钙磷硅类材料。

#### 2.2.2 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 23769-2009 无机化工产品 水溶液中 pH 值测定通用方法

GB/T 23774-2009 无机化工产品白度测定的通用方法

GB/T 23957-2021 牙膏工业用轻质碳酸钙

GB/T 19587-2017 气体吸附 BET 法测定固态物质比表面积

GB/T 8372-2017 牙膏

GB/T 7918.2 化妆品微生物标准检验方法 细菌总数测定

GB/T 7918.3 化妆品微生物标准检验方法 粪大肠菌群

GB/T 7918.4 化妆品微生物标准检验方法 绿脓杆菌

GB/T 7918.5 化妆品微生物标准检验方法 金黄色葡萄球菌

GB/T 7917.3 化妆品卫生化学标准检验方法 铅

GB/T 7917.2 化妆品卫生化学标准检验方法 砷

GB/T 7917.1 化妆品卫生化学标准检验方法 汞

GB/T 35828 化妆品中铬、砷、镉、锑、铅的测定 电感耦合等离子体质谱法

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 191 包装储运图示标志

GB/T 1347 钠钙硅玻璃化学分析方法

GB/T 21114 耐火材料 X 射线荧光光谱化学分析熔铸玻璃片法

GB 5009.92-2016 食品安全国家标准 食品中钙的测定

GB 5009.87-2016 食品安全国家标准 食品中磷的测定

YY/T 0964-2014 外科植入物 生物玻璃和玻璃陶瓷材料

JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则

### 2.2.3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件

#### 2.2.3.1 钙磷硅类材料 **calcium phosphorus silicon materials**

由钙、磷、硅等元素组成，具有生物活性、能够促进牙齿再矿化的磷硅酸盐基材料。

#### 2.2.3.2 生物活性 **bioactivity**

钙磷硅类材料接触体液时释放离子，在材料表面形成碳酸羟基磷灰石层（矿化层）的特性。

注：以矿化层形成的时间为指标，时间越短，生物活性越强。

#### 2.2.3.3 脱矿 **demineralization**

脱矿指牙齿的牙釉质在细菌利用糖类产酸的作用下，牙体组织内的钙、氟和磷离子大量脱离，造成组织脱矿，呈现出形态和颜色改变，通常限于釉质表面，主要表现为白垩色。

#### 2.2.3.4 再矿化 **remineralization**

牙齿的牙釉质在细菌利用糖类产酸的作用下，发生脱矿，即牙体组织内的钙、氟和磷离子大量脱离，造成组织脱矿，呈现出形态和颜色改变，通常限于釉质表面，主要表现为白垩色。

再矿化指将牙釉质表面失去的矿化离子回归于牙面，引导矿物沉积在受损的牙釉质上，一定程度的恢复牙釉质的结构和硬度。

## 2.2.4 产品分类

### 2.2.4.1 类型

本文件包含一下两种类型的钙磷硅类材料：致密型、多孔型。

#### 2.2.4.2 说明

2.2.4.2.1 致密型：指通过不同工艺合成的结构致密的钙磷硅类材料。

2.2.4.2.2 多孔型：指通过不同工艺合成的具有疏松多孔结构的钙磷硅类材料。

### 2.2.4.3 产品种类

本标准中的钙磷硅类材料为以下种类：

类型	名称
A	磷硅酸钙
B	45S5
C	52S4.6
D	S53P4

A-D的化学组成（质量分数/%）

材料	磷硅酸钙	45S5	52S4.6	S53P4
SiO <sub>2</sub>	52.5-58	45	52	53
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	6-15	6	6	4
CaO	32.5-36	24.5	21	20
CaF <sub>2</sub>	—	—	—	—
MgO	—	—	—	—
Na <sub>2</sub> O	—	24.5	21	23

## 2.2.5 技术要求

### 2.2.5.1 感官要求、理化指标

感官要求、理化指标应符合表 1 的相关规定。

表 1 感官要求、理化指标

项目		要求	
		致密型	多孔型
感官要求	外观	白色粉末，无结粒，目测无杂质	

理化指标	pH (5%水分散体)		7.0~12.0	
	白度 (WG) / (%)	≥	91	
	105°C挥发物含量/ (%)	≤	10	
	含量 (以干剂计) / (%)	≥	99	
	细度 (45μm 筛余物) / (%)	≤	2	
	比表面积/ (m <sup>2</sup> /g)		1.5~20	>20
	过硬颗粒		玻片无划痕	

### 2.2.5.2 卫生指标

卫生指标应符合表 2 的相关规定。

表 2 卫生指标

项目		要求	
		致密型	多孔型
微生物	菌落总数/ (CFU/g)	≤	100
	霉菌和酵母总数/ (CFU/g)	≤	100
	粪大肠杆菌群/g		不应检出
	金黄色葡萄球菌/g		不应检出
	绿脓杆菌/g		不应检出
有害物质	铅 (Pb)	≤	10
	砷 (As)	≤	2
	汞 (Hg)	≤	1
	镉 (Cd)	≤	5

### 2.2.5.3 生物活性指标

生物活性指标应符合表 3 的相关规定。

表 3 生物活性指标

项目		要求	
		致密型	多孔型
生物活性	羟基磷灰石衍射峰的特征峰出现时间/d	≤	7
	碳酸化羟基磷灰石特征官能团吸收峰出现时间/d	≤	7

### 2.2.6 试验方法

#### 2.2.6.1 外观

根据钙磷硅类材料的物理性质，外观状态为白色粉末，无结粒，目测无杂质。

在自然光下，于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目测法判定外观。

试样经视觉鉴定，应符合外观要求。

### 2.2.6.2 pH

根据钙磷硅类材料的作用机理，其遇水会有金属离子溶出，因此一般呈弱碱性。

检测方法：精密称取本品约  $2.50\text{g}\pm 0.01\text{g}$  置于 100 ml 烧杯中，加入  $47.50\pm 0.01\text{g}$  蒸馏水，摇匀，在 20 °C 下用已校正过酸度计测定。pH 值应在 7.0~12.0 之间。

#### 2.2.6.2.1 试剂或材料

无二氧化碳的水

#### 2.2.6.2.2 仪器设备

2.2.6.2.2.1 酸度计：分度值为 0.02，配有玻璃电极和饱和甘汞电极。

2.2.6.2.2.2 磁力搅拌器和搅拌子

#### 2.2.6.2.3 试验步骤

称取  $2.50\pm 0.01\text{g}$  试样，置于 100mL 烧杯中，加入  $47.50\pm 0.01\text{g}$  无二氧化碳的水，充分搅拌 10min 后，以下按 GB/T 23769-2009 第 8 章进行测定。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.1。

### 2.2.6.3 白度

按 GB/T 23774-2009 规定的方法进行测定。

根据材料形态及应用领域参照同领域行业标准 GB/T 23774-2009 《无机化工产品白度测定的通用方法》相关要求及检测方法，白度应大于等于 91。

### 2.2.6.4 105°C挥发物含量

按 GB/T 23957-2021 规定的方法进行测定。

因该类材料一般具备多孔结构，因此会吸附少部分水分；因此，在 105°C 测试其挥发物，其检测方法参照 GB/T 23957-2021 《牙膏工业用轻质碳酸钙》执行，根据参照标准规定及实际测量，挥发物含量不得超过 10%。

### 2.2.6.5 含量

见附录 1

该类材料由含钙、磷、硅等元素的氧化物组成的复盐，根据合成工艺钙磷硅类材料均经过高温熔融或高温煅烧过程，因此其中没有有机组分残留，其组成以各元素氧化物表示；检测方法参照玻璃及陶瓷成分分析的方法；参照标准

GB/T21114-2019《耐火材料 X 射线荧光光谱化学分析—熔铸玻璃片法》及 GB/T1347-2008《钠钙玻璃化学分析方法》；上述两标准均能满足钙磷硅类材料成分分析的要求，本标准选用熔铸玻璃片法，因为相比化学分析法该方法减少人为操作误差，具有更高准确性；根据材料合成工艺无其他副产物生成，因此材料有效含量以干剂计应大于 99%。

#### **2.2.6.6 细度（45 $\mu\text{m}$ 筛余物）**

按 GB/T 23957-2021 规定的方法进行测定。

设定材料粒度标准是由于材料作用于牙膏等产品时对细度有要求，参照 GB/T 23957-2021《牙膏工业用轻质碳酸钙》中对细度的检测方法；据参照标准规定及实际测量，细度（45 $\mu\text{m}$  筛余物）不得超过 2%。

#### **2.2.6.7 比表面积**

按 GB/T 19587-2017 规定的方法进行测定。

本标准之所以将比表面积定为仲裁标准之一，是因为该类材料为生物活性材料且大部分具有微孔或介孔结构，比表面积是界定其与体液接触程度的指标之一，比表面积越大，生物活性越强，但尚未行业内相关标准可依据；本标准中依据材料微观结构的不同，以比表面积为主要指标依据，将材料分为两类，分别为致密型和多孔型。通过对同类材料广泛检测，结果显示不具有微孔结构的致密型材料在粒度达到标准要求时，比表面积的下限值为 1.8-2.0，因此，该标准定为比表面积 $\geq 1.5 \text{ m}^2/\text{g}$ ，指标具有普遍性；对于通过溶胶凝胶等化学合成工艺制备的多孔型材料，其比表面积普遍 $>20 \text{ m}^2/\text{g}$ ；因此本标准设定指标为：致密型 1.5-20  $\text{m}^2/\text{g}$ 、多孔型  $>20 \text{ m}^2/\text{g}$ 。

#### **2.2.6.8 过硬颗粒**

按 GB/T 8372-2017 规定的方法进行测定。

设定材料过硬颗粒标准是由于材料作用于牙膏等产品时对过硬颗粒有要求，参照 GB/T 8372-2017《牙膏》中对过硬颗粒的指标和检测方法；过硬颗粒指标设置为玻片无划痕。

#### **2.2.6.9 微生物**

微生物指标的确定和检测，按 GB/T 7918.2《化妆品微生物标准检验方法 细菌总数测定》、GB/T 7918.3《化妆品微生物标准检验方法 粪大肠菌群》、GB/T 7918.4



《化妆品微生物标准检验方法 绿脓杆菌》、GB/T 7918.5《化妆品微生物标准检验方法 金黄色葡萄球菌》、GB/T 23957-2021《牙膏工业用轻质碳酸钙》（霉菌与酵母菌总数）规定进行测定。因产品本身为粉体材料，且具有一定抑菌能力故标准要求高于《化妆品安全技术规范》2015版。设定为：菌落总数（CFU/g） $\leq 100$ ；霉菌与酵母菌总数（CFU/g） $\leq 100$ ；粪大肠菌群、绿脓杆菌、金黄色葡萄球菌不得检出；

菌落总数的测定

按 GB/T 7918.2 的规定进行测定。

粪大肠杆菌群的测定

按 GB/T 7918.3 的规定进行测定。

绿脓杆菌的测定

按 GB/T 7918.4 的规定进行测定。

金黄色葡萄球菌的测定

按 GB/T 7918.5 的规定进行测定。

霉菌与酵母菌总数的测定

按 GB/T 23957-2021 的规定进行测定。

#### **2.2.6.10 有害物质**

有害物以重金属为主，重金属铅、砷、汞、镉的含量分别按 GB/T 7917.3《化妆品卫生化学标准检验方法 铅》、GB/T 7917.2《化妆品卫生化学标准检验方法 砷》、GB/T 7917.1《化妆品卫生化学标准检验方法 汞》、GB/T 35828《化妆品中铬、砷、镉、锑、铅的测定 电感耦合等离子体质谱法》的检测方法进行检测，指标限量按《化妆品安全技术规范》2015版中的相关要求执行。

铅（Pb）

按 GB/T 7917.3 的规定进行测定。

砷（As）

按 GB/T 7917.2 的规定进行测定。

汞（Hg）

按 GB/T 7917.1 的规定进行测定。

镉 (Cd)

按 GB/T 35828 的规定进行测定。

#### **2.2.6.11 羟基磷灰石衍射峰的特征峰出现时间**

按 YY/T 0964-2014 附录 C 规定的方法进行测定。无机生物活性材料，生物活性检测现行可参照的检测方法为检测其体外沉积羟基磷灰石的能力，检测方法依据 YY/T 0964-2014《外科植入物 生物玻璃和玻璃陶瓷材料》附录 C 相关方法检测，具体方法为将材料浸泡于 SBF 模拟体液中若干时间后，通过 X 射线衍射 (XRD) 测试，若图谱显示出现羟基磷灰石衍射的特征峰，则表明材料具备生物活性；而生物活性的强弱则是通过羟基磷灰石形成的时间为指标表征。但具体指标目前尚无可依的行标及国标，通过公开发表的文献资料及对同类产品检测发现材料从接触体液开始即进行离子释放及矿化过程，活性较强的材料在几小时就能形成矿化，但形成能通过 X 射线衍射 (XRD) 检测的完整的矿化层一般需要 24h-14d 不等，根据材料在口腔应用中的机理：1.进行离子释放刺激细胞活性、抑菌及牙周修复；2.材料进入牙小管进行再矿化与牙小管内壁键合镶嵌、永久封堵；因此对牙齿再矿化修复而言沉积羟基磷灰石的速度越快越有利于修复。根据以公开的文献资料及实际检测发现，本标准中形成 XRD 检测明显特征峰的时间：致密型(72-120h)、多孔型(24-48h)；为了指标具有普遍性将指标稍微放宽，本标准中矿化层形成时间的指标定为：致密型 $\leq 7d$ ，多孔型 $\leq 3d$ 。

#### **2.2.6.12 碳酸化羟基磷灰石特征官能团吸收峰出现时间**

按 YY/T 0964-2014 附录 C 规定的方法进行测定。

按 YY/T 0964-2014 附录 C 规定的方法进行测定。无机生物活性材料，生物活性检测现行可参照的检测方法为检测其体外沉积羟基磷灰石的能力，检测方法依据 YY/T 0964-2014《外科植入物 生物玻璃和玻璃陶瓷材料》附录 C 相关方法检测，具体方法为将材料浸泡于 SBF 模拟体液中若干时间后，通过红外光谱 (FTIR) 测试，若图谱显示出现碳酸化羟基磷灰石的特征官能团的吸收峰，则表明材料具备生物活性；而生物活性的强弱则是通过羟基磷灰石形成的时间为指标表征。但具体指标目前尚无可依的行标及国标，通过公开发表的文献资料及对同类产品检测发现材料从接触体液开始即进行离子释放及矿化过程，活性较强的材料在几小时就能形成矿

化,但形成能通过红外光谱(FTIR)测试检测的完整的矿化层一般需要 24h-14d 不等,根据材料在口腔应用中的机理:1.进行离子释放刺激细胞活性、抑菌及牙周修复;2.材料进入牙小管进行再矿化与牙小管内壁键合镶嵌、永久封堵;因此对牙齿再矿化修复而言沉积羟基磷灰石的速度越快越有利于修复。根据以公开的文献资料及实际检测发现,本标准中形成红外光谱(FTIR)检测特征官能团的吸收峰的时间:致密型(72-120h)、多孔型(24-48h);为了指标具有普遍性将指标稍微放宽,本标准中矿化层形成时间的指标定为:致密型 $\leq 7d$ ,多孔型 $\leq 3d$ 。

#### **2.2.6.13 净含量**

按照 JJF 1070 中规定的方法进行检测。

### **2.2.7 检验规则**

#### **2.2.7.1 组批、抽样和采样**

##### **2.2.7.1.1 组批**

同一批投料,同一批规格产出、同级别生产环境和条件下的产品组成为一个批次。

##### **2.2.7.1.2 抽样**

净含量检验按照 JJF 1070 中的规定确定抽样数目,其他检验按 GB/T 6678 中的相关规定确定抽样数目。

##### **2.2.7.1.3 采样**

微生物检验用样的采样按无菌操作要求进行;其他检验用样将采样器斜插入采样单元料层的 3/4 处采取样品。采出的样品经混匀、缩分等制作步骤,按每份 500g 分装于两只清洁、干燥的磨塞瓶或塑料袋中,微生物检验用样的制样按无菌操作要求进行。样品容器应粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、生产批号、采样日期和采样者姓名。样品一份用于检验,另一份保存 3 个月备查。样品应置室温阴凉、干燥处密闭保存。

#### **2.2.7.2 出厂检验**

**2.2.7.2.1** 出厂检验由生产厂质检部门按照本文件规定进行,保证所有出厂产品符合本文件要求,对每批产品出具检测报告并注明所采取的标准编号。

**2.2.7.2.2** 检验项目：感官要求、理化指标及菌落总数、霉菌和酵母菌总数。

### **2.2.7.3 型式检验**

**2.2.7.3.1** 型式检验每年至少进行 1 次，有下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 新产品与老产品转厂生产的试制定型鉴定；
- b) 正常生产后，如原材料（含原材料供应商改变）、生产工艺、配方有重大改变，可能影响产品性能时；
- c) 产品停产半年以上，恢复生产时；
- d) 入库检验结果与上次型式检验结果有明显差异时；
- e) 国家质量监督管理机构提出进行型式检验要求时。

7.3.2 型式检验项目为本文件第 5 章规定的全部项目。

### **2.2.7.4 接收检验**

顾客有权按照供需双方所签合同的有关条款及本文件的规定对所收到的产品进行验收。

### **2.2.7.5 判定规则**

检验结构按 GB/T 8170 修约至规定位数，对照要求限定值确定检验的产品是否合格；检验结果如不符合要求，应重新自两倍的包装中采样复检，复检仍不符合要求时，则判定整批产品不合格。

### **2.2.7.6 仲裁**

如交收双方对产品检验结果发生异议时，双方协商解决，必要时可共同选定仲裁机构按本文件规定检验仲裁。

## **2.2.8 标志、包装、运输、贮存、保质期**

### **2.2.8.1 标志**

按 GB/T 191 的规定执行。

### **2.2.8.2 包装**

应用适宜的材质包装，保证包装牢固、防水、无泄漏；适合长途运输和贮存。

### **2.2.8.3 运输**

产品运输过程中应避免雨淋、挤压、碰撞、应有防雨防油污措施，严禁与有毒、有害、有异味或可能产生不良影响的货物混运。

#### 2.2.8.4 贮存

产品应贮存于干燥、通风良好的仓库中，堆放应离地、离墙 10cm 以上，且应防止阳光直射，应有良好的防鼠防虫措施，严禁与有毒有害物品混存、防止污染。

#### 2.2.8.5 保质期

在符合本文件规定的运输和贮存条件下，在密闭的原始容器内该产品的保质期为 24 个月。

附录 1

检测方法

#### 第一法 化学分析法

依据 GB/T 1347《钠钙硅玻璃化学分析方法》进行检测

- (1) 按照标准要求进行试样制备；
- (2) 按照标准要求测试样品烧失量；
- (3) 按照标准要求选择适合的方法，测定二氧化硅、氧化钙、五氧化二磷的含量；
- (4) 对于含有其他元素的特殊型号依照标准中相应方法进行含量检测。

#### 第二法 X 射线荧光光谱化学分析法

依据 GB/T 21114《耐火材料 X 射线荧光光谱化学分析熔铸玻璃片法》进行检测

- (1) 按照要求进行样品制备；
- (2) 按照标准要求检测样品烧失量；
- (3) 试样熔制及玻璃片铸造；
- (4) 校正及元素含量检测；
- (5) 记录及结果计算。

定量分析

#### 第一法 钙元素含量测试法

适用范围

适用于组成成分已知的样品，且组成成分中除硅酸盐基生物活性材料外其他组分无钙元素引入；以钙元素为标定测量硅酸盐基生物活性材料含量。

待测样品钙含量检测

依照 GB 5009.92-2016《食品安全国家标准 食品中钙的测定》中相关方法或其他等效方法测定样品中钙含量（ $W_{Ca2}$ ）。

硅酸盐基生物活性材料中钙含量

根据生产商提供化学组成确定硅酸盐基生物活性材料钙含量，并换算为钙元素含量（ $W_{Ca1}$ ）；或取原料样品，依照（2）中同等方法测定钙元素含量（ $W_{Ca1}$ ）。

待测样品中硅酸盐基生物活性材料含量计算

样品中硅酸盐基生物活性材料含量（ $w_R$ ）按如下公式计算

$$W_R = \frac{W_{Ca2}}{W_{Ca1}} * 100$$

$w_R$ ——样品中硅酸盐基生物活性材料含量，%；

$W_{Ca1}$ ——硅酸盐基生物活性材料中钙元素含量，%；

$W_{Ca2}$ ——待测样品中钙元素含量，%；

结果表述

利用样品中钙含量与硅酸盐基生物活性材料钙含量比值，计算出样品中硅酸盐基生物活性材料含量，结果用百分比表示。

## 第二法 磷元素含量测试法

适用范围

适用于组成成分已知的样品，且组成成分中除硅酸盐基生物活性材料外其他组分无磷元素引入；以磷元素为标定测量硅酸盐基生物活性材料含量。

待测样品磷含量检测

依照 GB 5009.87-2016《食品安全国家标准 食品中磷的测定》中相关方法或其他等效方法测定样品中磷元素含量（ $w_{P2}$ ）。

硅酸盐基生物活性材料中钙含量

根据生产商提供化学组成确定硅酸盐基生物活性材料磷含量，并换算为磷元素

含量 ( $w_{P1}$ )，或取原料样品，依照 (2) 中同等方法测定磷元素含量 ( $w_{P1}$ )。

含量计算

样品中硅酸盐基生物活性材料含量 ( $w_R$ ) 按如下公式计算

$$w_R = \frac{w_{P2}}{w_{P1}} * 100$$

式中：

$w_R$ ——样品中硅酸盐基生物活性材料含量，%；

$w_{P1}$ ——硅酸盐基生物活性材料中磷元素含量，%；

$w_{P2}$ ——待测样品中磷元素含量，%；

结果表述

利用样品中磷含量与硅酸盐基生物活性材料磷含量比值，计算出样品中硅酸盐基生物活性材料含量，结果用百分比表示。

### 第三法 二氧化硅含量测试法

适用范围

适用于组成成分已知的样品，且组成成分中除硅酸盐基生物活性材料外其他组分无硅元素引入；以二氧化硅含量为标定测量硅酸盐基生物活性材料含量。

待测样品二氧化硅含量检测

#### ①烧失量的测定

称取一定量 ( $m_1$ ) 试样 (根据固含量预估，保证灼烧后残渣余量约为 1.0g)，精确至 0.0001g。若试样为液态或半固态，则在 105°C 进行干燥恒重；将固态试样或干燥后试样置于已恒量 (两次灼烧称量的差值小于等于 0.0002g) 的铂坩埚或瓷坩埚中盖上盖，并稍留缝隙，放入高温炉内，从低温升至 550°C，保温 1h，取出稍冷，即放入干燥器中，冷至室温，称量。重复灼烧 (每次 15min)，称量，直至恒量 (当烧失量小于等于 1% 时，2 次灼烧称量的差值小于等于 0.0002g；当烧失量大于 1% 时，2 次灼烧称量的差值小于等于 0.0005g，即为恒量)；测试完成后灼烧残渣保留，用于二氧化硅含量检测。

烧失量计算：

烧失量的质量分数( $w_{L.O.I}$ )按如下公式计算:

$$w_{L.O.I} = \frac{m_1 - m_2}{m_1} * 100$$

式中:

$w_{L.O.I}$ ——烧失量的质量分数, %;

$m_1$ ——试样质量, 单位为克(g);

$m_2$ ——灼烧后试样的质量, 单位为克(g)。

#### ②灼烧残渣二氧化硅含量测定

取①中灼烧残渣为检测样品, 按照 GB/T 1347-2008《钠钙硅玻璃化学分析方法》中二氧化硅含量的检测方法或其他等效方法测试灼烧残渣中二氧化硅含量。

试样中硅酸盐基生物活性材料含量的计算

样品中硅酸盐基生物活性材料含量 ( $w_R$ ) 按如下公式计算

$$w_R = \frac{w_{S2} * (1 - w_{L.O.I})}{w_{S1}} * 100$$

式中:

$w_R$ ——样品中硅酸盐基生物活性材料含量, %;

$w_{L.O.I}$ ——样品烧失量的质量分数, %;

$w_{S1}$ ——硅酸盐基生物活性材料中二氧化硅含量, %;

$w_{S2}$ ——待测样品中二氧化硅含量, %;

**注:**  $w_{S1}$  值参照生产商提供《产品技术说明书》等资料, 或取原料样品依照 GB/T 1347-2008《钠钙硅玻璃化学分析方法》及等效方法测定二氧化硅含量。

#### 结果表述

利用样品中二氧化硅含量与硅酸盐基生物活性材料中二氧化硅含量比值, 计算出样品中硅酸盐基生物活性材料含量, 结果用百分比表示。

## 2.4 解决的主要问题



本研究对产品型号分类，感官要求，理化指标，卫生指标，生物活性指标的技术指标，试验方法，规定检验规则及包装运输等内容进行规定，最终建立了一套标准性的钙磷硅材料质量标准，解决的主要问题包括：

- (1) 确立了钙磷硅材料的定义及型号分类；
- (2) 确定了钙磷硅材料感官要求，理化指标，卫生指标，生物活性指标；
- (3) 完成了钙磷硅材料指标的试验方法，包括 pH、比表面积、微生物、有害物质、羟基磷灰石衍射峰的特征峰出现时间等；
- (4) 完成了钙磷硅材料的检验规则、标志、包装、运输、贮存、保质期等内容。

## **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，无与原标准的主要差异和水平对比。

## **三、主要试验（或验证）的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效益、社会效益和生态效益**

### **3.1 验证情况**

**XXX**

### **3.2 市售样品分析**

**XXX**

### **3.3.技术经济论证，预期的经济效益、社会效益和生态效益**

国家标准“口腔清洁护理用品用钙磷硅类材料”系统的建立了口腔清洁用品中钙磷硅材料质量标准，补充了 GB 22115-2008《牙膏用料规范》，并协调一致。该标准的发布实施一方面可以提升行政监管部门监管口腔清洁用品质量安全的履职能力，有效的监测口腔清洁用品的安全性，极大的规范贸易市场，保障消费者的健康安全和权益；另一方面健全口腔清洁护理牙膏用品中钙磷硅类材料的质量规范，统一钙磷硅类材料的标准，保证产品质量的稳定性，提高牙膏原料行业生产厂家对钙磷硅类材料产品的质量意识，共同维护钙磷硅类材料产品的应用市场。

## **四、采用国际标准和国外先进标准情况，与国际、国外同类标准水平的对比情况，国内外关键指标对比分析与测试的国外样品、样机的相关数据对比情况**

据查证，目前尚无该产品国际标准或国外先进标准。

**五、以国际标准为基础的起草情况，以及是否合规引用或者采用国际国外标准，并说明未采用国际标准的原因**

据查证，目前尚无相关国际标准或国外先进标准。

**六、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**

本标准技术指标符合我国现行相关法律、法规、规章及相关标准要求。

**七、重大分歧意见与处理经过与依据**

本标准在制定时对制造商、供应商、市场的流通与销售以及消费者等各方面的权益均作出了分析和考虑。

**八、涉及专利的有关说明**

本标准不涉及专利。

**九、实施国家标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议等措施建议**

建议本标准以推荐性国家标准的形式发布。建议本标准于发布日期 6 个月后实施。全国口腔护理用品标准化技术委员会牙膏分技术委员会负责组织该项标准的宣传贯彻工作。该标准属首次起草，无废止现行相关标准的建议。

**十、其他应予说明的事项**

无。