



中华人民共和国国家标准

GB/T 23957—2021

代替 GB/T 23957—2009

牙膏工业用轻质碳酸钙

Light calcium carbonate for tooth-paste industry

2021-08-20 发布

2022-03-01 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。

本文件代替 GB/T 23957—2009《牙膏工业用轻质碳酸钙》，与 GB/T 23957—2009 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 更改了 pH 和铁含量的指标（见 5.2，2009 年版的 4.2）；
- 增加了吸水量指标和测定方法（见 5.2、6.18）；
- 删除了砷含量测定方法中的砷斑法（见 2009 年版的 5.15）；
- 删除了铅含量测定方法中的双硫脲比色法（见 2009 年版的 5.16）。

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。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会（SAC/TC 63/SC 1）归口。

本文件起草单位：浙江天石纳米科技股份有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司、深圳市中润水工业技术发展有限公司、深圳市长隆科技有限公司、浙江绿野净水剂科技股份有限公司。

本文件主要起草人：田伟、李凯、范浩、俞佳情、周新民、陈春玉、王莹。

本文件于 2009 年首次发布，本次为第一次修订。

牙膏工业用轻质碳酸钙

1 范围

本文件规定了牙膏工业用轻质碳酸钙的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本文件适用于牙膏工业用轻质碳酸钙。

注：该产品在牙膏中用作摩擦剂。

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 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲罗啉分光光度法

GB/T 5009.18—2003 食品中氟的测定

GB/T 6003.1—2012 试验筛 技术要求和检验 第1部分：金属丝编织网试验筛

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

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 7918.5 化妆品微生物标准检验方法 金黄色葡萄球菌

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 19281—2014 碳酸钙分析方法

GB/T 23769—2009 无机化工产品 水溶液中 pH 值测定通用方法

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第1部分：标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第2部分：杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第3部分：试剂及制品的制备

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分子式和相对分子质量

分子式： CaCO_3

相对分子质量：100.09（按 2018 年国际相对原子质量）

5 要求

5.1 外观:白色或灰白色粉末。

5.2 牙膏工业用轻质碳酸钙按本文件规定的试验方法检测应符合表 1 的规定。

表 1

项 目	指 标
碳酸钙(CaCO_3) $w/\%$	≥ 98.5
pH(20%悬浊液)	9.0~10.0
白度/度	≥ 94.0
细度(45 μm 筛余物) $w/\%$	≤ 0.2
105 $^{\circ}\text{C}$ 挥发物 $w/\%$	≤ 0.5
盐酸不溶物 $w/\%$	≤ 0.2
铁(Fe) $w/\%$	≤ 0.02
镁(Mg) $w/\%$	≤ 0.3
氟化物(以 F 计) $w/\%$	≤ 0.005
沉降体积/(mL/g)	1.7~2.1
钡(Ba) $w/\%$	≤ 0.03
重金属(以 Pb 计) $w/\%$	≤ 0.001
砷(As) $w/\%$	$\leq 0.000\ 3$
铅(Pb) $w/\%$	$\leq 0.000\ 3$
硫化物	通过试验
吸水量/(mL/15 g)	供需双方协商
细菌总数/(个/g)	≤ 300
粪大肠菌群	不应检出
金黄色葡萄球菌	不应检出
霉菌及酵母菌总数/(个/g)	≤ 100

6 试验方法

警示——本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作者应小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。使用易燃品时,严禁使用明火加热。

6.1 一般规定

本文件所用的试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用的标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂和制品,在没有注明其他规定时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

6.2 外观检验

在自然光下,于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

6.3 碳酸钙含量的测定

按 GB/T 19281—2014 中 3.3 规定的方法进行测定。

6.4 pH 的测定

6.4.1 试剂或材料

无二氧化碳的水。

6.4.2 仪器设备

6.4.2.1 酸度计:分度值为 0.02,配有玻璃电极和饱和甘汞电极。

6.4.2.2 磁力搅拌器和搅拌子。

6.4.3 试验步骤

称取 20.0 g±0.1 g 试样,置于 150 mL 烧杯中,加入无二氧化碳的水至 100 mL,充分搅拌 10 min 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为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.1。

6.5 白度的测定

按 GB/T 19281—2014 中 3.23 规定的方法进行测定。

6.6 细度的测定

6.6.1 仪器设备

6.6.1.1 试验筛:R20/3 系列,φ200×50—0.045/0.032;GB/T 6003.1—2012。

6.6.1.2 玻璃砂坩埚:滤板孔径 5 μm~15 μm。

6.6.1.3 电热恒温干燥箱:可控温度在 105℃±2℃。

6.6.2 试验步骤

称取约 20.0 g 试样,精确至 0.1 g,置于 800 mL 烧杯中,先加适量的水,用带橡皮头的玻璃棒搅动助其分散,把分散的悬浮液倒至试验筛中,将留在筛上的剩余物用水冲回至烧杯中,并再次用同样数量的水进行分散,如前所述倒至试验筛中,再重复此操作两次。用水冲出烧杯全部的剩余物,直至洗液澄清为止,将剩余物洗至预先于 105℃±2℃的电热恒温干燥箱内干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚中抽滤,于 105℃±2℃的电热恒温干燥箱内干燥至质量恒定,精确至 0.000 2 g。

6.6.3 试验数据处理

细度以筛余物的质量分数 w_1 计,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——试验中筛余物质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.03%。

6.7 105 ℃挥发物的测定

按 GB/T 19281—2014 中 3.13 规定的方法进行测定。

6.8 盐酸不溶物含量的测定

按 GB/T 19281—2014 中 3.15 规定的方法进行测定。

6.9 铁含量的测定

6.9.1 原理

同 GB/T 3049—2006 第 3 章。

6.9.2 试剂或材料

6.9.2.1 盐酸溶液:1+1。

6.9.2.2 其他试剂同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

6.9.3 仪器设备

分光光度计:配有 4 cm 的比色皿。

6.9.4 试验步骤

6.9.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 中 6.3 的规定,使用 4 cm 比色皿,绘制铁含量质量为 0.01 mg~0.1 mg 工作曲线。

6.9.4.2 试验

称取约 1 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 水、5 mL 盐酸溶液,加热煮沸 2 min,取下冷却至室温。全部转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。干过滤,弃去 20 mL 初始滤液,保留滤液。用移液管移取 20 mL 滤液,置于 100 mL 容量瓶中,以下按 GB/T 3049—2006 中 6.4 的规定,从“必要时,加水至 60 mL……”开始进行操作。同时同样处理空白试验溶液。从工作曲线上查出相应的铁的质量。

6.9.5 试验数据处理

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_2 计,按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times 20/100} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.002%。

6.10 镁含量的测定

按 GB/T 19281—2014 中 3.4 规定的方法进行测定。

6.11 氟含量的测定

称取 $1.0\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样,置于烧杯中,用水润湿。然后按 GB/T 5009.18—2003 的第三法氟离子选择电极法中 13.1 “加 10 mL 盐酸(1+1),……”及其以下步骤操作并计算。

6.12 沉降体积的测定

按 GB/T 19281—2014 中 3.22 规定的方法进行测定。

6.13 钡含量的测定

按 GB/T 19281—2014 中 3.12 规定的方法进行测定。

6.14 重金属含量的测定

6.14.1 原理

在微酸性介质中,重金属离子与硫离子反应,生成褐色沉淀悬浮于溶液中,与标准比色液比色。

6.14.2 试剂或材料

6.14.2.1 抗坏血酸。

6.14.2.2 乙酸溶液:300 g/L。

6.14.2.3 硫化钠溶液。

6.14.2.4 盐酸溶液:1+3。

6.14.2.5 氨水溶液:1+1。

6.14.2.6 铅标准溶液:1 mL 溶液含铅(Pb)0.01 mg,移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的铅标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.14.2.7 酚酞指示液:10 g/L。

6.14.3 试验步骤

称取 $1.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样,置于烧杯中,用少量水湿润,加 5 mL 盐酸溶液,加热溶解,冷却(必要时过滤)后移入比色管中,加 20 mL 水和 1 滴酚酞指示液,用氨水溶液中和至微红色,加 0.5 mL 乙酸溶液和 0.5 g 抗坏血酸,摇匀后再加入 1 滴硫化钠溶液,摇匀。于暗处放置 10 min,其颜色不应深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备:移取 1 mL 铅标准溶液,除不加试样外,其余与试样同样处理。

6.15 砷含量的测定

6.15.1 原理

见 GB 5009.76—2014 第 2 章。

6.15.2 试剂或材料

见 GB 5009.76—2014 第 3 章。

6.15.3 仪器设备

见 GB 5009.76—2014 第 4 章。

6.15.4 试验步骤

称取 $2.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样,置于锥形瓶中,用水润湿。用移液管移取 6 mL 砷标准使用溶液 ($1\text{ }\mu\text{g/mL}$)作为标准,置于另一只锥形瓶中。各加入 5 mL 盐酸溶液(1+3),使试样完全溶解。以下操作步骤见 GB 5009.76—2014 中 6.2。

6.16 铅含量的测定

按 GB/T 19281—2014 中 3.30 规定的方法进行测定。

6.17 硫化物的测定

6.17.1 原理

试样中的硫化物与稀盐酸作用产生硫化氢气体,硫化氢与乙酸铅试纸作用,使乙酸铅试纸的颜色发生变化。

6.17.2 试剂或材料

6.17.2.1 盐酸溶液:1+9。

6.17.2.2 乙酸铅试纸。

6.17.3 试验步骤

称取 1 g 试样,精确至 0.1 g,置于锥形瓶中加 10 mL 水和 10 mL 盐酸溶液,装上带有玻璃管的塞子,玻璃管内事先装好乙酸铅试纸,加热至沸,并保持 5 min。取下玻璃管,冷却至室温,取出乙酸铅试纸,试纸上无任何痕迹即为通过试验。

6.18 吸水量的测定

6.18.1 原理

在试样上滴加水,搅拌使其完全湿润后,将玻璃烧杯倒置倾斜 45° 时,试样缓慢向下流到杯壁上且无结块时,即达到样品流动终点。

6.18.2 仪器设备

6.18.2.1 玻璃烧杯:250 mL。

6.18.2.2 滴定管:50 mL,刻度为 0.1 mL。

6.18.3 实验步骤

称取 $15\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样,置于干燥的 250 mL 玻璃烧杯中,用滴定管滴加 2 mL~3 mL 水使试样均匀吸收,并同时用玻璃棒不断搅拌,重复操作上述步骤后将玻璃杯倒置倾斜 45° 时,试样缓慢向下流到杯壁上且无结块时,即达到样品流动终点。所消耗水的体积(mL)即为所测定的该试样的吸水量。整个试验过程所用时间不超过 20 min。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.5 mL。

6.19 细菌总数的测定

按 GB/T 7918.2 的规定进行测定。

6.20 粪大肠菌群的测定

按 GB/T 7918.3 的规定进行测定。

6.21 金黄色葡萄球菌的测定

按 GB/T 7918.5 的规定进行测定。

6.22 霉菌与酵母菌总数的测定

6.22.1 试剂或材料

6.22.1.1 灭菌生理盐水。称取 8.5 g 氯化钠,加水至 1 000 mL,溶解后,分装到加玻璃珠的三角瓶内,每瓶 90 mL,于 103.43 kPa(121 °C,15 lb)高压灭菌 20 min。

6.22.1.2 灭菌虎红培养基。分别将 5 g 蛋白胨、10 g 葡萄糖、1 g 磷酸二氢钾、0.5 g 七水硫酸镁和 20g 琼脂加入 1 000 mL 蒸馏水中溶解,再加入 100 mL 虎红溶液(1/3 000)。分装后,于 103.43 kPa(121 °C 15 lb)高压灭菌 20 min,另用少量乙醇溶解 100 mg 氯霉素,过滤溶解后加入培养基中。

6.22.2 仪器设备

6.22.2.1 培养箱:能控温在 $28\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ 。

6.22.2.2 振荡器。

6.22.2.3 试管: $\phi 15\text{ mm} \times 150\text{ mm}$ 。

6.22.2.4 灭菌平皿:直径 9 cm。

6.22.2.5 灭菌吸管:1 mL、10 mL。

6.22.2.6 高压灭菌器。

6.22.3 试验步骤

6.22.3.1 试验溶液的配制

以无菌操作称取 10 g 样品,精确至 0.1 g。加入 90 mL 灭菌生理盐水中,充分振荡混匀,使其分散形成均匀的悬乳液,静置后,取上清液,此溶液为 1+10 的稀释液。移取 1 mL(1+10)的稀释液,加入 9 mL 灭菌生理盐水中,此溶液为 1+100 的稀释液。移取 1 mL(1+100)的稀释液,加入 9 mL 灭菌生理盐水中,此溶液为 1+1 000 的稀释液。每个稀释度应换一支吸管。

6.22.3.2 测定

移取上述 1+10、1+100、1+1 000 的稀释液各 1 mL 分别注入灭菌平皿内,每个稀释度各用 2 个平皿,注入融化并冷至 $45\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ 左右的虎红培养基,充分摇匀。凝固后,翻转平板,置于 $28\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ 下培养 72 h,计数平板内生长的霉菌和酵母菌数。若有霉菌蔓延生长,为避免影响其他霉菌和酵母菌的计数时,应于 48 h 将此平板取出计数。

6.22.3.3 试验数据的处理

数出每个平板上生长的霉菌和酵母菌菌落数,求出每个稀释度的平均菌落数。选取菌落数在 5 个~50 个范围内的平皿计数,乘以稀释倍数后,即为每克样品中所含的霉菌和酵母菌数。

7 检验规则

7.1 本文件规定的所有指标项目为出厂检验项目,应逐批检验。

7.2 生产企业用相同材料,基本相同的生产条件,连续生产或同一班组生产的牙膏工业用轻质碳酸钙为一批。每批产品不超过 60 t。

7.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时,将采样器自袋的中心垂直插入至料层深度的 3/4 处采样。将采出的样品混匀,用四分法缩分至不少于 500 g。将样品分装于两个清洁、干燥的容器中,密封,并粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一份供检验用,另一份保存备查,保存时间根据生产企业需求确定。

7.4 检验结果如有指标不符合本文件要求,应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果即使只有一项指标不符合本文件的要求时,则整批产品为不合格。

7.5 采用 GB/T 8170 规定修约值比较法判断检验结果是否符合本文件。

8 标志、标签

8.1 牙膏工业用轻质碳酸钙包装袋上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、净含量、批号或生产日期、保质期、本文件编号及 GB/T 191—2008 第 2 章中规定的“怕雨”“怕晒”标志。

8.2 每批出厂的牙膏工业用轻质碳酸钙产品都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、净含量、批号或生产日期、保质期及本文件编号。

9 包装、运输、贮存

9.1 牙膏工业用轻质碳酸钙包装采用单层包装或双层包装。单层包装为复膜包装袋。双层包装的内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,用维尼龙绳或其他质量相当的绳人工扎口,或用与其相当的其他方式封口;外包装采用塑料编织袋,用维尼龙绳或其他质量相当的线牢固缝口。或内外袋袋口对齐,折边缝合,用维尼龙绳或其他质量相当的线牢固缝口。每袋净含量为 25 kg。也可根据用户要求进行包装。

9.2 牙膏工业用轻质碳酸钙在运输过程中,防止雨淋、受热、受潮。不应与酸类物品混运。

9.3 牙膏工业用轻质碳酸钙应贮存在通风、阴凉、干燥的库房内,防止雨淋、受潮。不应与酸类物品混贮。

9.4 牙膏工业用轻质碳酸钙在符合本文件规定的包装、运输和贮存条件下,自生产之日起保质期不少于 12 个月。

参 考 文 献

- [1] GB 5009.76—2014 食品安全国家标准 食品添加剂中砷的测定
-