ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

ГОСТ 7983-2016

ПАСТЫ ЗУБНЫЕ

Общие технические условия

ПАСТЫ ЗУБНЫЯ

Агульныя тэхнічныя ўмовы

Издание официальное



Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены».

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)

2 ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации по переписке (протокол № 89-П от 27 июля 2016 г.)

За принятие стандарта проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 19 августа 2016 г. № 66 непосредственно в качестве государственного стандарта Республики Беларусь с 1 апреля 2017 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 7983—99

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных (государственных) органов по стандартизации.

© Госстандарт, 2016

Настоящий стандарт не может быть воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Технические требования 2
3.1 Характеристики 2
3.2 Требования к сырью 3
3.3 Маркировка 3
3.4 Упаковка 3
4 Требования безопасности 4
5 Правила приемки 4
6 Методы испытаний 4
6.7 Определение водородного показателя pH 4
6.8 Определение массовой доли фторида 5
6.9 Определение содержания токсичных элементов 10
6.10 Определение микробиологических показателей 10
7 Транспортирование и хранение 10
8 Гарантии изготовителя 11
Библиография 12

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

ПАСТЫ ЗУБНЫЕ
Общие технические условия

ПАСТЫ ЗУБНЫЯ
Агульныя тэхнічныя ўмовы

Toothpastes
General specifications

Дата введения — 2017-04-01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на зубные пасты, предназначенные для ухода за зубами и полостью рта.

Настоящий стандарт не распространяется на жидкие и порошкообразные средства гигиены полости рта.

Требования, обеспечивающие безопасность, изложены в 3.1.3 (водородный показатель, массовая доля фторида (в пересчете на молярную массу фтора)), 3.1.5, 3.2, разделе 4, к маркировке — в 3.3.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие технические нормативные правовые акты в области технического нормирования и стандартизации (далее — ТНПА):

ГОСТ 8.579—2002 * Государственная система обеспечения единства измерений. Требования к количеству фасованных товаров в упаковках любого вида при их производстве, расфасовке, продаже и импорте

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 199—78 Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ ISO 3696—2013 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4214—78 Реактивы. Кислота кремневая водная. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4463—76 Реактивы. Натрий фтористый. Технические условия

ГОСТ 5962—2013 ** Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8682—93 (ИСО 383—76) Посуда лабораторная стеклянная. Шлифы конические взаимозаменяемые

ГОСТ 10652—73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ ISO 18416—2013 Продукция парфюмерно-косметическая. Микробиология. Обнаружение Candida albicans

ГОСТ ISO 21148—2013 Продукция парфюмерно-косметическая. Микробиология. Общие требования к микробиологическому контролю.

---

* На территории Республики Беларусь действует СТБ 8019—2002.

** На территории Республики Беларусь действует СТБ 1334—2003.

Издание официальное

ГОСТ ISO 21149—2013 Продукция парфюмерно-косметическая. Микробиология. Подсчет и обнаружение мезофильных аэробных микроорганизмов

ГОСТ ISO 21150—2013 Продукция парфюмерно-косметическая. Микробиология. Обнаружение Escherichia coli

ГОСТ 22280—76 Реактивы. Натрий лимоннокислый 5,5-водный. Технические условия

ГОСТ ISO 22717—2013 Продукция парфюмерно-косметическая. Микробиология. Обнаружение Pseudomonas aeruginosa

ГОСТ ISO 22718—2013 Продукция парфюмерно-косметическая. Микробиология. Обнаружение Staphylococcus aureus

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 28303—89 Изделия парфюмерно-косметические. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29188.0—2014 Продукция парфюмерно-косметическая. Правила приемки, отбор проб, методы органолептических испытаний

ГОСТ 29188.2—2014 Продукция парфюмерно-косметическая. Метод определения водородного показателя pH

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 31676—2012 Продукция парфюмерно-косметическая. Колориметрические методы определения массовых долей ртути, свинца, мышьяка, кадмия

ГОСТ 32117—2013 Продукция парфюмерно-косметическая. Информация для потребителя. Общие требования

ГОСТ 32936—2014 Продукция парфюмерно-косметическая. Инверсионно-вольтамперометрический метод определения ртути

ГОСТ 32937—2014 Продукция парфюмерно-косметическая. Инверсионно-вольтамперометрический метод определения свинца

ГОСТ 32938—2014 Продукция парфюмерно-косметическая. Инверсионно-вольтамперометрический метод определения мышьяка

ГОСТ 33021—2014 Продукция парфюмерно-косметическая. Определение массовой доли мышьяка методом атомной абсорбции с генерацией гидридов

ГОСТ 33022—2014 Продукция парфюмерно-косметическая. Определение массовой доли ртути методом беспламенной атомной абсорбции

ГОСТ 33023—2014 Продукция парфюмерно-косметическая. Определение массовой доли свинца методом атомной абсорбции с электротермической атомизацией

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ТНПА по каталогу, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году.

Если ссылочные ТНПА заменены (изменены), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющими (измененными) ТНПА. Если ссылочные ТНПА отменены без замены, то положение, в котором дана ссылка на них, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Технические требования

3.1 Характеристики

3.1.1 Зубные пасты — косметическая продукция, предназначенная для гигиенического и/или профилактического ухода за зубами и полостью рта с применением зубной щетки с целью их очищения, ароматизации, изменения внешнего вида, защиты и поддержания в хорошем состоянии.

Зубные пасты могут содержать: абразивные вещества, влагоудерживающие вещества, связующие вещества, поверхностно-активные вещества, парфюмерную (ароматическую) композицию, антикариесные и другие ингредиенты, обеспечивающие заявленные потребительские свойства.

3.1.2 Зубные пасты должны соответствовать требованиям настоящего стандарта и изготавливаться по техническим документам (рецептурам, технологическим регламентам, инструкциям) с соблюдением требований [1] и/или соблюдением нормативных документов, действующих на территории государства, принявшего стандарт.

3.1.3 По органолептическим и физико-химическим показателям зубные пасты должны соответствовать требованиям, указанным в таблице 1. Значения показателей для зубных паст конкретного названия должны быть приведены в техническом документе изготовителя (рецептуре и/или технологическом регламенте (инструкции)).

Таблица 1

Наименование показателя	Характеристика и норма
1 Внешний вид и консистенция	Однородная масса кремообразной, пастообразной или гелеобразной консистенции (за исключением случаев, когда неоднородность массы и иная консистенция обусловлены рецептурой или заявлены изготовителем)
2 Цвет	Свойственный цвету пасты данного названия
3 Запах	Свойственный запаху пасты данного названия
4 Вкус	Свойственный вкусу пасты данного названия
5 Водородный показатель, pH	4,5–10,5
6 Массовая доля фторида (в пересчете на молярную массу фтора), %, не более	0,15
Примечание 1 — Массовая доля фторида регламентирована для фторидсодержащих зубных паст.	

3.1.4 Рекомендуемая массовая доля фторида (в пересчете на молярную массу фтора) во фторидсодержащих зубных пастах для детей от 6 мес до 2 лет составляет 0,05 %, для детей от 2 до 6 лет — 0,1 %, для детей старше 6 лет — 0,145 %.

3.1.5 Содержание токсичных элементов (свинца, мышьяка, ртути) и микробиологические показатели зубных паст должны соответствовать нормам, установленным [1] и/или нормативными документами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

3.2 Требования к сырью

3.2.1 Сырье для изготовления зубных паст — в соответствии с требованиями [1] и/или нормативных документов, действующих на территории государства, принявшего стандарт.

3.2.2 Запрещается использовать в качестве ингредиента зубной пасты сахарозу и другие легкоферментируемые углеводы. Соответствие данному требованию устанавливается при отсутствии таких соединений в рецептуре.

3.2.3 Для изготовления зубных паст должны использоваться абразивные наполнители, показатели абразивности которых известны, обеспечивающие выполнение требований по 4.2.

3.3 Маркировка

3.3.1 Маркировка потребительской тары с зубными пастами — в соответствии с ГОСТ 32117, [1] и/или нормативными документами государства, принявшего стандарт.

3.3.2 Маркировка транспортной тары — по ГОСТ 28303.

3.3.3 Маркировка должна выполняться на государственном (ых) языке (ах) государств, в которых осуществляется реализация зубных паст. Название зубной пасты, наименование и местонахождение изготовителя могут быть приведены с использованием букв латинского алфавита. Список ингредиентов может быть предоставлен в соответствии с международной номенклатурой косметических ингредиентов (INCI) с использованием букв латинского алфавита.

3.3.4 Для зубных паст, содержащих фторид в концентрации от 0,1 % до 0,15 % (в пересчете на молярную массу фтора), если они не замаркированы как противопоказанные для детей (например, «только для взрослых»), в маркировке должны быть приведены следующие предупреждения: «Детям до 6 лет чистить зубы под контролем взрослых количеством пасты размером с горошину, чтобы минимизировать проглатывание. В случае использования других фторидсодержащих средств гигиены полости рта требуется консультация стоматолога или педиатра.

3.4 Упаковка

3.4.1 Зубные пасты фасуют в потребительскую тару, обеспечивающую безопасность и сохранность зубной пасты в течение срока годности.

3.4.2 Первичная упаковка должна соответствовать требованиям [2] и/или нормативных документов, действующих на территории государства, принявшего стандарт.

3.4.3 Номинальное количество зубной пасты в первичной упаковке должно соответствовать установленному в технической документации на конкретное название зубной пасты. Для зубных паст с номинальной массой (объемом) более 5 г (5 мл) допускаемое отрицательное отклонение содержимого упаковки от номинального количества должно соответствовать ГОСТ 8.579 (приложение А).

3.4.4 Требования к допускаемым положительным отклонениям массы зубной пасты в первичной упаковке от номинального количества устанавливает изготовитель в технических документах на данную продукцию.

3.4.5 Транспортная тара — в соответствии с требованиями ГОСТ 28303.

4 Требования безопасности

4.1 По клиническим (клинико-лабораторным) и токсикологическим показателям зубные пасты должны соответствовать требованиям [1] и/или нормативных документов, действующих на территории государства, принявшего стандарт.

4.2 Зубные пасты не должны повреждать эмаль зубов и мягкие ткани полости рта.

4.3 Зубные пасты, водородный показатель (pH) которых ниже 5,5, должны иметь подтверждение отсутствия деминерализующего действия.

4.4 Производство зубных паст должно соответствовать требованиям [1] и/или нормативных документов, действующих на территории государства, принявшего стандарт.

5 Правила приемки

5.1 Зубные пасты принимают по ГОСТ 29188.0.

5.2 Для проверки соответствия зубных паст требованиям настоящего стандарта проводят приемо-сдаточные и периодические испытания.

5.3 Приемо-сдаточные испытания проводят по показателям: внешний вид и консистенция, цвет, запах, вкус, водородный показатель, количество зубной пасты в упаковочной единице.

5.4 Микробиологические показатели определяют периодически. Периодичность контроля устанавливает изготовитель в программе производственного контроля, но не реже одного раза в квартал.

5.5 Массовую долю фторида, содержание токсичных элементов определяют периодически. Периодичность контроля устанавливает изготовитель в программе производственного контроля.

5.6 Клинические (клинико-лабораторные), токсикологические показатели безопасности определяют при постановке на производство, при изменениях рецептуры зубных паст, приводящих к изменениям показателей безопасности.

6 Методы испытаний

6.1 Отбор проб проводят по ГОСТ 29188.0 (раздел 4).

6.1.1 Для проведения испытаний масса объединенной пробы должна быть не менее 300 г.

Для составления объединенной пробы зубную пасту из первичной упаковки помещают в банку, тщательно перемешивают шпателем и плотно закрывают крышкой.

6.1.2 Для проведения испытаний по физико-химическим показателям из пробы отбирают навески.

6.1.3 Для определения микробиологических показателей масса объединенной пробы должна быть не менее 40 г.

6.2 Отбор проб для определения микробиологических показателей проводят с учетом требований ГОСТ ISO 21148.

6.3 Определение внешнего вида и консистенции — по ГОСТ 29188.0 (раздел 5).

6.4 Определение цвета — по ГОСТ 29188.0 (раздел 5).

6.5 Определение запаха — по ГОСТ 29188.0 (раздел 5).

6.6 Определение вкуса — органолептически.

6.7 Определение водородного показателя pH

Определение водородного показателя (pH) проводят по ГОСТ 29188.2 в водной суспензии с массовой долей зубной пасты 25 %.

6.8 Определение массовой доли фторида

Массовую долю фторида определяют потенциометрическим методом с фторидным электродом: после обработки зубной пасты раствором кислоты по 6.8.1 и 6.8.2 (арбитражный метод), в зубной пасте, содержащей ионизируемые фториды, — по 6.8.4.

6.8.1 Определение массовой доли фторида после обработки зубной пасты раствором кислоты

6.8.1.1 Аппаратура и реактивы

6.8.1.1.1 Весы лабораторные — по ГОСТ OIML R 76-1, высокого класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

6.8.1.1.2 pH-метр-милливольтметр-иономер с погрешностью измерения не более ±0,25 мВ.

6.8.1.1.3 Ионселективный фторидный электрод «Эком-F».

6.8.1.1.4 Лабораторный стеклянный электрод ЭСЛ-43-87.

6.8.1.1.5 Хлорсеребряный электрод сравнения ЭВЛ-1М^3.

6.8.1.1.6 Магнитная мешалка.

6.8.1.1.7 Водяная баня.

6.8.1.1.8 Колбы 2-100-2, 2-500-2, 2-1000-2 — по ГОСТ 1770.

6.8.1.1.9 Колба П-1-100-29/32 ТХС — по ГОСТ 25336.

6.8.1.1.10 Стакан Н-2-50 ТХС, Н-2-1000 ТХС — по ГОСТ 25336.

6.8.1.1.11 Пипетка 1-1-2-10, 1-1-1-25 — по ГОСТ 29227.

6.8.1.1.12 Полиэтиленовые сосуды вместимостью 100 и 1000 см^3.

6.8.1.1.13 Воздушный холодильник, трубка с конусом КШ 29 — по ГОСТ 8682, диаметром 10–15 мм, длиной 100–110 см.

6.8.1.1.14 Полулогарифмическая бумага.

6.8.1.1.15 Серная кислота — по ГОСТ 4204, раствор концентрацией $c(1/2\ H_2SO_4)$ = 0,5 моль/дм^3 (0,5 н).

6.8.1.1.16 Хлорная кислота, раствор концентрацией $c(HClO_4)$ = 0,5 моль/дм^3 (0,5 н).

6.8.1.1.17 Натрий уксуснокислый 3-водный — по ГОСТ 199.

6.8.1.1.18 Динатриевая соль этилендиамин-N, N, N_1, N_1-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) — по ГОСТ 10652.

6.8.1.1.19 Кислота уксусная — по ГОСТ 61.

6.8.1.1.20 Натрий фтористый — по ГОСТ 4463, предварительно высушенный до постоянной массы при 105 °С.

6.8.1.1.21 Натрий хлористый — по ГОСТ 4233.

6.8.1.1.22 Натрий лимоннокислый 5,5-водный — по ГОСТ 22280.

6.8.1.1.23 Натрия гидроксид — по ГОСТ 4328, раствор концентрацией $c(NaOH)$ = 5,0 моль/дм^3 (5 н).

6.8.1.1.24 Вода дистиллированная — по ГОСТ 6709 или вода для лабораторного анализа — по ГОСТ ISO 3696, [3].

Примечание — Допускается применение других аналогичных средств измерений, вспомогательного оборудования с метрологическими и техническими характеристиками, а также реактивов по качеству не ниже, чем у вышеуказанных.

6.8.1.2 Подготовка к испытанию

6.8.1.2.1 Приготовление буферного раствора pH 5,0–5,5

В мерную колбу вместимостью 500 см^3 помещают 52,00 г уксуснокислого натрия, 29,20 г хлористого натрия, 3,00 г лимоннокислого натрия, 0,30 г трилона Б и 8 см^3 уксусной кислоты. Добавляют 200–300 см^3 дистиллированной воды и перемешивают. pH раствора определяют потенциометрическим методом и при необходимости доводят до требуемого значения раствором гидроксида натрия или уксусной кислотой.

Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде. Срок хранения — 6 мес.

6.8.1.2.2 Приготовление основного градуировочного раствора фтористого натрия концентрацией фторид-иона 2000 мг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 4,422 г фтористого натрия, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до метки. Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде с плотно закрытой пробкой. Срок хранения — 6 мес.

6.8.1.2.3 Приготовление рабочих градуировочных растворов фтористого натрия концентрацией фторид-иона 200 мг/дм^3, 20 мг/дм^3 и 2 мг/дм^3

Для приготовления раствора фтористого натрия концентрацией фторид-иона 200 мг/дм^3 10 см^3 основного градуировочного раствора фтористого натрия концентрацией фторид-иона 2000 мг/дм^3 помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Градуировочные растворы концентрацией фторид-иона 20 мг/дм^3 и 2 мг/дм^3 готовят аналогично последовательным разбавлением предыдущих растворов.

Все рабочие градуировочные растворы готовят в день построения и проверки градуировочного графика.

6.8.1.2.4 Подготовка к работе фторидного электрода

Новый электрод следует предварительно выдержать в растворе фтористого натрия концентрацией фторид-иона 20 мг/дм3 в течение суток, затем тщательно промыть дистиллированной водой. Когда работу с электродом проводят ежедневно, его хранят, погрузив в раствор фтористого натрия концентрацией фторид-иона 2 мг/дм3. При длительных перерывах в работе электрод хранят в сухом состоянии.

Правильность работы фторидного электрода проверяют при построении градуировочного графика. Потенциал рабочих градуировочных растворов (от раствора к раствору) должен изменяться на величину (56 ± 6) мВ при температуре (20 ± 5) °С. Если такая зависимость не соблюдается, то фторидный электрод следует регенерировать вымачиванием в течение суток в растворе фтористого натрия концентрацией фторид-иона 20 мг/дм^3, затем тщательно отмыть дистиллированной водой.

6.8.1.2.5 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика измеряют электродный потенциал каждого приготовленного градуировочного раствора фтористого натрия, начиная с раствора, имеющего наименьшую концентрацию фторид-иона.

В стакан вместимостью 50 см^3 помещают 10 см^3 градуировочного раствора концентрацией фторид-иона 2 мг/дм^3, 10 см^3 буферного раствора для устранения мешающего влияния алюминия и железа, магнит от магнитной мешалки и тщательно перемешивают. В раствор погружают фторидный и хлорсеребряный (ЭВЛ) электроды и через 3 мин измеряют значение потенциала. После этого электроды несколько раз тщательно промывают в дистиллированной воде. Далее аналогичным образом измеряют потенциалы электрода в градуировочных растворах концентрацией фторид-иона 20 и 200 мг/дм^3.

При выполнении измерений необходимо следить, чтобы на поверхности мембраны фторидного электрода не налипали пузырьки воздуха.

Все измерения проводят при одинаковой температуре растворов.

На основании полученных результатов строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс с логарифмическими делениями соответствующие концентрации фторид-иона в миллиграммах на кубический дециметр, а на оси ординат — значение потенциала в милливольтах.

Градуировочный график следует проверять каждый раз перед работой по двум-трем градуировочным растворам.

В случае если измерительный прибор позволяет выполнять построение градуировочного графика автоматически, измерения и построение градуировочного графика проводятся в соответствии с эксплуатационной документацией на прибор.

6.8.1.3 Проведение испытания

Взвешивают с точностью до четвертого знака после запятой навеску зубной пасты массой 0,5 г, помещают в колбу (6.8.1.1.9), добавляют 25 см^3 дистиллированной воды и 25 см^3 раствора серной или хлорной кислоты концентрацией 0,5 моль/дм^3.

Соединяют колбу с обратным холодильником и нагревают на кипящей водяной бане в течение 1 ч. После охлаждения до комнатной температуры содержимое количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. 10 см^3 приготовленного раствора помещают в стакан вместимостью 50 см^3, приливают 10 см^3 буферного раствора, перемешивают и через 3 мин измеряют электродный потенциал, как описано в 6.8.1.2.5. Измерив потенциал, по градуировочному графику определяют концентрацию фторид-иона в растворе.

Измерение электродного потенциала для раствора выполняют дважды.

Проводят два параллельных определения.

6.8.1.4 Обработка результатов

Массовую долю фторида X_3, %, в пересчете на молярную массу фтора вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{c \cdot 100}{1000 \cdot 1000 \cdot m} \cdot 100, \quad (1)$$

где $\frac{c}{1000 \cdot 1000}$ — среднеарифметическое значение концентрации фторид-иона, г/см^3;

100 — вместимость мерной колбы, см^3;

m — масса навески зубной пасты, г.

В случае если измерительный прибор позволяет считывать показания непосредственно в единицах концентрации фторид-иона, вышеуказанные вычисления концентрации не проводят.

За результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 0,02 %, расхождение между результатами определений в двух лабораториях не должно превышать 0,04 %, абсолютная погрешность измерения — ±0,02 % при доверительной вероятности P = 0,95.

6.8.2 Определение массовой доли фторида после обработки зубной пасты хлорной кислотой (арбитражный метод)

Метод основан на измерении концентрации фторид-иона с помощью фторидного электрода в растворе после обработки зубной пасты хлорной кислотой.

6.8.2.1 Аппаратура и реактивы

6.8.2.1.1 pH-метр-милливольтметр-иономер типа pH/ISE-metre ORION, модель 920A, АНИОН-410 или аналогичный.

6.8.2.1.2 Фторидный электрод (простой или комбинированный) ORION, модель 9409, 9609, Элит-221 или аналогичный.

6.8.2.1.3 Хлорсеребряный электрод сравнения ORION, модель 9001, ЭВЛ-1М^3 или аналогичный.

6.8.2.1.4 Весы лабораторные — по ГОСТ OIML R 76-1, высокого класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

6.8.2.1.5 Термостат, обеспечивающий температуру 60 °С.

6.8.2.1.6 Водяная баня.

6.8.2.1.7 Магнитная мешалка.

6.8.2.1.8 Секундомер.

6.8.2.1.9 Термометр — по ГОСТ 28498, диапазон измерения — 0 °С — 100 °С, цена деления — 1 °С.

6.8.2.1.10 Колбы 2-25-2, 2-100-2, 2-1000-2 — по ГОСТ 1770.

6.8.2.1.11 Пипетки 1-1-1-0,5, 1-1-2-2, 1-1-2-5, 1-1-1-25 — по ГОСТ 29227.

6.8.2.1.12 Полиэтиленовые сосуды вместимостью 1000 см^3.

6.8.2.1.13 Полиэтиленовые стаканы вместимостью 30 см^3.

6.8.2.1.14 Цилиндры 1-25, 3-25 — по ГОСТ 1770.

6.8.2.1.15 Чашки Петри — по ГОСТ 25336.

6.8.2.1.16 Кислота уксусная ледяная — по ГОСТ 61.

6.8.2.1.17 Хлорная кислота, раствор массовой долей 57 %.

6.8.2.1.18 Натрий лимоннокислый 5,5-водный — по ГОСТ 22280.

6.8.2.1.19 Натрий хлористый — по ГОСТ 4233.

6.8.2.1.20 Натрий фтористый — по ГОСТ 4463, предварительно высушенный до постоянной массы при 105 °С.

6.8.2.1.21 Натрия гидроксид — по ГОСТ 4328.

6.8.2.1.22 Натрия гидроксид — по ГОСТ 4328, спиртовой раствор концентрацией c(NaOH) = 5 моль/дм^3 (5 н).

6.8.2.1.23 ЦДТА (комплексон IV) — циклогексилендинитрило-тетрауксусная кислота или 1,2-диаминциклогексан-N, N, N, N-тетрауксусная кислота.

6.8.2.1.24 Вода дистиллированная — по ГОСТ 6709 или вода для лабораторного анализа — по ГОСТ ISO 3696, [3].

6.8.2.1.25 Спирт этиловый ректификованный — по ГОСТ 5962.

Примечание — Допускается применение других аналогичных средств измерений, вспомогательного оборудования с метрологическими и техническими характеристиками, а также реактивов по качеству не ниже, чем у вышеуказанных.

6.8.2.2 Подготовка к испытанию

6.8.2.2.1 Приготовление буферного раствора, регулирующего общую ионную силу (БРОИС) pH 5,0–5,5

В колбу мерную вместимостью 1000 $см^3$ помещают 58,0 г хлористого натрия, 57 $см^3$ ледяной уксусной кислоты, добавляют 4,0 г ЦДТА (комплексона IV) или 0,3 г лимоннокислого натрия и 500 $см^3$ дистиллированной воды, перемешивают на магнитной мешалке и добавляют 5 н раствор гидроксида натрия до достижения значения pH в пределах 5,0–5,5 (с охлаждением на ледяной бане). Объем содержимого колбы доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде. Срок хранения — 12 мес.

6.8.2.2.2 Приготовление основного раствора фтористого натрия концентрацией фторид-иона 1000 мг/$дм^3$

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ помещают 2,211 г фтористого натрия, растворяют в дистиллированной воде, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде с плотно закрытой пробкой. Срок хранения — 6 мес.

6.8.2.2.3 Приготовление рабочих градуировочных растворов фтористого натрия концентрацией фторид-иона 100, 10, 1,0 мг/$дм^3$

Для приготовления раствора фтористого натрия концентрацией фторид-иона 100 мг/$дм^3$ в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ помещают 100 $см^3$ основного раствора фтористого натрия, доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Для приготовления раствора фтористого натрия концентрацией фторид-иона 10 мг/$дм^3$ в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ помещают 100 $см^3$ рабочего градуировочного раствора фтористого натрия концентрацией фторид-иона 100 мг/$дм^3$, доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Для приготовления раствора фтористого натрия концентрацией фторид-иона 1 мг/$дм^3$ в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ помещают 100 $см^3$ рабочего градуировочного раствора фтористого натрия концентрацией фторид-иона 10 мг/$дм^3$, доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Растворы хранят в холодильнике в полиэтиленовых сосудах с плотно закрытой пробкой. Срок хранения — 6 мес.

6.8.2.2.4 Приготовление спиртового раствора гидроксида натрия концентрацией 0,25 моль/$дм^3$

10,0 г гидроксида натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, растворяют в этиловом спирте с объемной долей 96 % при постоянном перемешивании на магнитной мешалке. После растворения гидроксида натрия объем доводят до метки этиловым спиртом.

Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде с плотно закрытой пробкой. Срок хранения — 12 мес.

6.8.2.2.5 Градуировка измерительного устройства

Подготавливают электроды и pH-метр-милливольтметр-иономер в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

Градуировка заключается в последовательном измерении отклика иономера (мВ) при погружении фторидного и хлорсеребряного электродов в рабочие градуировочные растворы концентрацией фторид-иона 1, 10 и 100 мг/$дм^3$, предварительно смешанные с буферным раствором БРОИС в объемном соотношении 1 : 1.

В ходе измерений растворы постоянно перемешивают на магнитной мешалке. Показания милливольтметра регистрируют через 3 мин после погружения электродов. Перед каждым измерением электроды тщательно промывают дистиллированной водой до постоянного значения потенциала, характерного для отмытого электрода. Мембрану фторидного электрода осторожно высушивают впитывающей бумагой или тканью.

Все измерения проводят при постоянной температуре растворов, равной (25 ± 1) °С.

Крутизна градуировочной (электродной) функции в интервале концентрации фторид-иона 1–10 и 10–100 мг/$дм^3$ должна составлять 52–60 мВ.

6.8.2.2.6 Подготовка зубной пасты к испытанию

К навеске зубной пасты массой 2,50 г добавляют 50 $см^3$ дистиллированной воды и тщательно перемешивают в течение 3 мин на магнитной мешалке. Смесь количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

В крышку чашки Петри вносят 0,3 $см^3$ 0,25 н спиртового раствора гидроокиси натрия и дают возможность спирту испариться на воздухе. В нижнюю часть чашки Петри вносят 2,0 $см^3$ смеси из мерной

колбы и добавляют 4,0 см^3 раствора массовой долей хлорной кислоты 57 %. Немедленно закрывают чашку Петри крышкой и помещают в термостат при температуре 60 °С на 15–20 ч.

Через 15–20 ч вынимают чашку Петри из термостата и немедленно снимают крышку. Крышку чашки промывают 3–5 раз дистиллированной водой объемом 2–3 см^3. Промывные воды собирают в отдельную мерную колбу вместимостью 25 см^3, доводят объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают (при этом конечное суммарное разведение составляет 1 : 500).

6.8.2.3 Проведение испытания

Отбирают 5 см^3 раствора, полученного по 6.8.2.2.6, добавляют 5 см^3 буферного раствора и через 3 мин после погружения электродов регистрируют показания милливольтметра, как указано в 6.8.2.2.5.

Показания милливольтметра для раствора регистрируют три раза.

Проводят два параллельных определения.

6.8.2.4 Обработка результатов

Концентрацию фторид-иона в пробе c_f, мг/дм^3, определяют по уравнению Нернста (по результатам измерения разности потенциалов):

$$c_f = c(1) \cdot 10^{(\Delta E_1 / S_1)} = 1 \cdot 10^{(\Delta E_1 / S_1)}, \quad (2)$$

где $c(1)$ — концентрация фторид-иона 1 мг/дм^3;

ΔE_1 — разность потенциалов пробы разведения и рабочего градуировочного раствора концентрацией фторид-иона 1 мг/дм^3, мВ;

S_1 — крутизна градуировочной (электродной) функции в интервале концентраций фторид-иона 1 и 10 мг/дм^3, мВ.

Вычисляют среднеарифметическое значение концентрации фторид-иона в пробе c_f.

Массовую долю фторида X_1, мг/кг, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{c_f \cdot V_1 \cdot V_2}{m_1 \cdot V_3} = c_f \cdot 500, \quad (3)$$

где c_f — среднеарифметическое значение концентрации фторид-иона, мг/дм^3;

V_1 — вместимость мерной колбы, V_1 = 0,025 дм^3;

V_2 — вместимость мерной колбы, V_2 = 0,1 дм^3;

V_3 — объем раствора пробы, внесенного в чашку Петри, V_3 = 0,002 дм^3;

m_1 — масса взятой навески зубной пасты, m_1 = 0,0025 кг.

В случае если измерительный прибор позволяет считывать показания непосредственно в единицах концентрации фторид-иона, вышеуказанные вычисления концентрации не проводят.

Массовую долю фторида X_1^1, %, в зубной пасте вычисляют по формуле

$$X_1^1 = \frac{X_1}{10^4}. \quad (4)$$

За результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 0,02 %, относительное расхождение между результатами определений в двух лабораториях не должно превышать 0,04 %, абсолютная погрешность измерения — ±0,02 % при доверительной вероятности P = 0,95.

6.8.3 Определение массовой доли фторида в зубной пасте, содержащей ионизируемые фториды

Метод заключается в измерении концентрации фторид-иона с помощью фторидного электрода в зубных пастах, содержащих соединения фторида, образующие в водной среде свободные ионы фтора.

6.8.3.1 Аппаратура и реактивы — по 6.8.1.1, а также центрифуга (10 тыс. об./мин).

6.8.3.2 Подготовка к испытанию — по 6.8.1.2.

6.8.3.3 Проведение испытания

Взвешивают с точностью до четвертого знака после запятой в стакане вместимостью 100 см^3 навеску зубной пасты массой от 1,0 до 2,0 г. Добавляют в стакан 60 см^3 дистиллированной воды и интенсивно перемешивают на магнитной мешалке в течение 10 мин. Содержимое стакана количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем дистиллированной водой до метки, перемешивают и оставляют для осаждения на 5 ч или центрифугируют в течение 10 мин.

От 5 до 10 см^3 полученного прозрачного раствора помещают в стакан вместимостью 50 см^3, добавляют равный объем буферного раствора и перемешивают на магнитной мешалке. Показания милливольтметра регистрируют через 3 мин после погружения электродов.

Показания милливольтметра для раствора регистрируют три раза.

Проводят два параллельных определения.

6.8.3.4 Обработка результатов

Концентрацию фторид-иона в пробе определяют по формуле (2).

Массовую долю фторид-иона X_2, мг/кг, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{c_f \cdot V}{m_2}, \quad (5)$$

где c_f — среднеарифметическое значение концентрации фторид-иона в испытуемой надосадочной жидкости, мг/дм^3;

V — вместимость мерной колбы, V = 0,1 дм^3;

m_2 — масса взятой навески зубной пасты, кг.

Массовую долю фторида X_2^1, %, в зубной пасте вычисляют по формуле

$$X_2^1 = \frac{X_2}{10^4}. \quad (6)$$

За результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 0,02 %, относительное расхождение между результатами определений в двух лабораториях не должно превышать 0,04 %, абсолютная погрешность измерения — ±0,02 % при доверительной вероятности P = 0,95.

6.9 Определение содержания токсичных элементов

6.9.1 Массовую долю свинца определяют по ГОСТ 32937, или ГОСТ 33023, или ГОСТ 31676.

6.9.2 Массовую долю мышьяка определяют по ГОСТ 32938, или ГОСТ 33021, или ГОСТ 31676.

6.9.3 Массовую долю ртути определяют по ГОСТ 33022, или ГОСТ 32936, или ГОСТ 31676.

6.9.4 Метод контроля, указанный первым, является арбитражным.

6.10 Определение микробиологических показателей

6.10.1 Общее количество мезофильных аэробных микроорганизмов определяют по ГОСТ ISO 21149 или по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

6.10.2 Содержание Candida albicans определяют по ГОСТ ISO 18416 или по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

6.10.3 Содержание Escherichia coli определяют по ГОСТ ISO 21150 или по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

6.10.4 Содержание Staphylococcus aureus определяют по ГОСТ ISO 22718 или по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

6.10.5 Содержание Pseudomonas aeruginosa определяют по ГОСТ ISO 22717 или по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

6.11 Токсикологические и клинико-лабораторные показатели определяют по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

6.12 Количество зубной пасты в упаковочной единице изготовитель определяет по методу, установленному в технологической документации.

7 Транспортирование и хранение

7.1 Зубные пасты транспортируют всеми видами транспорта в крытых транспортных средствах, обеспечивающих сохранность продукции, в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на транспорте данного вида.

7.2 Зубные пасты хранят при температуре не ниже 0 °С и не выше 25 °С в крытых складских помещениях.

Не допускается хранить зубные пасты под непосредственным воздействием солнечного света и вблизи отопительных приборов.

8 Гарантии изготовителя

8.1 Изготовитель гарантирует соответствие зубных паст требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

8.2 Срок годности зубной пасты каждого конкретного названия устанавливает изготовитель и указывает в техническом документе.

Библиография

[1] ТР ТС 009/2011 О безопасности парфюмерно-косметической продукции

[2] ТР ТС 005/2011 О безопасности упаковки

[3] ГОСТ Р 52501—2005 Вода для лабораторного анализа. Технические условия

УДК 668.583.44:006.354(083.74)(476) МКС 11.120.10
Ключевые слова: зубные пасты, технические требования, требования безопасности, сырье, маркировка, упаковка, правила приемки, методы испытания, транспортирование, хранение
ОКП РБ 20.42.18.500

Ответственный за выпуск *Н. А. Баранов*

Сдано в набор 14.12.2016. Подписано в печать 28.12.2016. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 2,09 Уч.-изд. л. 0,90 Тираж 2 экз. Заказ 2311

Издатель и полиграфическое исполнение:
Научно-производственное республиканское унитарное предприятие
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
Свидетельство о государственной регистрации издателя, изготовителя, распространителя печатных изданий
№ 1/303 от 22.04.2014
ул. Мележа, 3, комн. 406, 220113, Минск.

gost.e-ecolog.ru