



# 团 体 标 准

T/COCIA 46—2024

## 牙膏相容性测试复合软管评价规范

Evaluation method and standard of package material for compatibility test of  
laminated tube for toothpastes

2024 - 12 - 27 发布

2024 - 12 - 27 实施



# 目 次

前言 .....	II
引言 .....	III
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 基本要求 .....	2
5 试验 .....	3
5.1 重点试验项目 .....	3
5.2 试验方法 .....	3
5.3 相容性评估 .....	5
6 结果评价 .....	5
6.1 评估过程 .....	5
6.2 报告和评价 .....	5

## 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。

本文件由中国口腔清洁护理用品工业协会提出。

本文件由全国口腔护理用品标准化技术委员会牙膏分技术委员会（SAC/TC492/SC1）归口。

本文件起草单位：爱索尔（广州）包装有限公司、深圳小阔科技有限公司、重庆登康口腔护理用品股份有限公司、柳州两面针股份有限公司、扬州市金鹏软管日化有限公司、福建爱洁丽日化有限公司、上海美加净日化有限公司、狮王日用化工（青岛）有限公司。

本文件主要起草人：刘伟军、尹阔、陆瑜、黄柳云、王鹏、蔡丽萍、施裔磊、刘婧、韩金豆、陈欣。  
本文件为首次发布。

## 引 言

牙膏用复合软管对于保证牙膏稳定性起着重要的作用，将影响牙膏的质量和使用的安全。直接接触包装材料、容器是牙膏的一部分，由于包装材料和容器所选择的原料及生产工艺不同，可能会导致其材料中的添加成分或配方成分迁移，或吸附内容物的有效成分，甚至发生化学反应，使内容物失效，有的还会产生严重的副反应。因此，牙膏开发时要评估直接接触包装材料或容器与内容物的相互作用和对内容物稳定性的影响，评估在长期的储存过程中，在不同的环境条件下（如温度、湿度、光线等）的相容性。它是保证牙膏质量和安全性的一个重要环节，也是牙膏研发、生产的一项重要内容。



# 牙膏相容性测试复合软管评价规范

## 1 范围

本文件规定了牙膏用复合软管与内容物相容性试验的基本要求、试验方法与结果评价。  
本文件适用于牙膏用复合软管与内容物相容性的考察和评估,对复合软管与牙膏是否适用作出判断。

## 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 4806.1 食品安全国家标准 食品接触材料及制品通用安全要求  
GB 4806.7 食品安全国家标准 食品接触用塑料材料及制品  
GB 4806.9 食品安全国家标准 食品接触用金属材料及制品  
GB 4806.13 食品安全国家标准 食品接触用复合材料及制品  
GB/T 8372 牙膏  
GB/T 10004 包装用塑料复合膜、袋 干法复合、挤出复合  
GB/T 31354 包装件和容器氧气透过性测试方法 库仑计检测法  
GB/T 31355 包装件和容器水蒸气透过性测试方法 红外传感器法  
GB 31604.1 食品安全国家标准 食品接触材料及制品 迁移试验通则  
GB 31604.60 食品安全国家标准 食品接触材料及制品 溶剂残留量的测定  
QB/T 2901 牙膏用铝塑复合软管  
QB/T 4192 牙膏用全塑复合软管  
YY/T 0681.1 无菌医疗器械包装试验方法 第1部分:加速老化试验指南  
T/CNPPA 3017 塑料和橡胶类药包材自身稳定性研究指南  
T/GDCQMA 002 化妆品包装材料相容性试验评估指南

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**牙膏 Toothpaste**

是指以摩擦的方式,施用于人体牙齿表面,以清洁为主要目的的膏状产品。

### 3.2

**相容性 Compatibility**

是指直接接触牙膏的复合软管与牙膏内容物间的相互作用不足以使内容物或者包装发生不可接受的改变。

### 3.3

**牙膏用复合软管 Laminated tube for toothpaste**

由聚烯烃、铝箔、镀铝膜、镭射膜等材料复合制成、供牙膏用的软管。

注：通常由金属铝箔阻隔材料与聚烯烃复合制成的软管称作铝塑复合管，由塑料阻隔性能材料与聚烯烃材料复合制成的软管称作全塑复合管。

### 3.4

#### 加速试验 Accelerated test

将样品贮存在某一较高的温度，以缩短时间来模拟实际时间的老化试验。

### 3.5

#### 长期试验 Long-term test

在接近牙膏用复合软管的实际贮存条件下进行，其目的是为加速试验研究结果提供真实依据，并为制定牙膏用复合软管的质量稳定期限提供支持。

注：定义参考T/CNPPA 3017 3.3 长期试验。

### 3.6

#### 可提取物 Extractables

存在于牙膏用复合软管中并可以通过模拟物从中提取出来的物质，包括牙膏用复合软管中的添加剂、残留单体、降解产物等。

### 3.7

#### 迁移试验 Migration test

在规定条件下，为测定复合软管的组分迁移到与之接触的牙膏等测试介质中的量而进行的试验。

### 3.8

#### 吸附性试验 Absorption test

考察牙膏的活性成分或其它特定成分是否会被吸附或浸入复合软管中，而进行的试验。

### 3.9

#### 失重试验 Weight loss test

牙膏膏体失重试验是指在特定环境条件下，通过测量牙膏膏体重量随时间的变化，来评估其稳定性质量变化的一种测量方法。

## 4 基本要求

4.1 复合软管在推荐的使用条件下与内容物接触时，迁移到牙膏中的物质水平不应危害人体健康，不应造成牙膏成分、结构或色香味等特性发生改变。

注：该要求参考GB 4806.1。

4.2 复合软管，组合材料和带有印刷工艺的各类材质材料，如有相同项目的限量时，整体应符合相应限量的权重加和值；当无法计算权重加和值时，取该项目的最小限量值。

注：该要求参考GB 4806.1。

### 4.3 测试要求

#### 4.3.1 相容性试验

一般进行感官试验，以考察牙膏及复合软管的感官是否劣变（膏体感官指标按照GB/T 8372 感官指标执行）；进行迁移物质检测，以考察有害物质迁移风险；进行吸附性试验，以评估与包材的牙膏相互作用；基于风险开展相容性研究，以考察未知安全性风险。综合上述试验结果对牙膏用复合软管相容性进行评估。

注：该要求参考T/GDCQMA 002-2023《化妆品包装材料相容性试验评估指南》拟定。

4.3.2 牙膏用复合软管重金属应满足相关国家、行业标准要求，如：GB/T 10004 等。

4.3.3 溶剂残留应满足 GB/T 10004 的要求。溶剂残留量总量 $\leq 5.0\text{mg}/\text{m}^2$ ，其中苯类溶剂不得检出。测

试方法按照 GB 31604.60 进行。

4.3.4 迁移物质测试参考食品安全国家标准 GB 4806.7, GB 4806.13。

4.3.5 牙膏用复合软管阻隔性应满足表 1 的指标要求。

表 1 牙膏用复合软管阻隔性能指标

项 目	标 准	测试方法
氧气透过率	$< 1 \text{ cm}^3/(\text{pkg} \cdot \text{d})$	ASTM F1307-07
水蒸气透过率	$< 2 \text{ g}/(\text{pkg} \cdot \text{d})$	ASTM F1249-06
注: pkg: package的简写, 适用于包装物的数量单位, 这里表示“支”。		

## 5 试验

### 5.1 重点试验项目

#### 5.1.1 塑料

重点考察水蒸气的透过、氧气的渗入; 水分、挥发性内容物的透出; 脂溶性内容物、抑菌剂向塑料的转移; 塑料对内容物的吸附; 内容物与塑料的作用; 塑料中添加剂、加工时分解产物对内容物的影响等问题。检测项目包括但不限于增塑剂、双酚A; 应关注抗氧化剂、溶剂残留、残留单体、着色剂及重金属等物质的风险。

#### 5.1.2 金属

与内容物直接接触的金属层, 重点考察内容物对金属的腐蚀; 金属离子对内容物稳定性的影响; 金属涂层在试验前后的完整性等。检测项目按照GB 4806.9进行。

#### 5.1.3 复合材质

重点考察复合层是否剥离, 是否起泡; 其他项目根据所含材质按照5.2对应材质项目进行试验。

### 5.2 试验方法

#### 5.2.1 感官试验

##### 5.2.1.1 加速试验

样品可置于(两种放置方向: 直立和倒置), 优先按照温度  $(40\sim 50)^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ , 相对湿度  $(75\% \pm 5\%)$  RH试验条件对其进行加速试验, 并于加速试验结束时(即第3个月)取出, 每隔一段时间(如第0, 7, 15, 30, 60, 90天)取出, 将包材与内容物分离, 分别进行试验。根据实际情况也可选择  $(60 \pm 2)^\circ\text{C}$ , 相对湿度  $(75\% \pm 5\%)$  RH试验条件对其进行加速试验, 并于加速试验结束时(即1个月)取出, 每隔一段时间(如第0, 7, 15, 30天)取出, 将包材与内容物分离, 分别进行试验。

需要时, 加速试验方案可参考YY/T 0681.1 进行确定。

##### 5.2.1.2 长期试验

可根据复合软管的经验选择进行长期试验。样品可置于(两种放置方向: 直立和倒置), 按照大货产品库存温度, 湿度放置进行长期试验, 并于试验结束时(第6个月时)取出, 每隔一段时间(如第0, 7, 15, 30, 60, 90, 120, 180天)取出, 将包材与内容物分离, 分别进行试验。

样品数量按照上述测试中取出样品观察的频率，每次至少2支。过程监控有利于开发者早期发现问题，最终判定以试验结束时的样品为准。

### 5.2.1.3 观察判断

取出内容物，内容物与室温保存样品比较，其香味，色泽应正常。当内容物有异常时，应排除内容物本身原因导致。

采用适当的方法去除内容物（通常用水清除后擦拭干净便于观察即可），观察包装材料或容器中是否有内容物溶入、渗出、添加剂释出及包装材料是否变形、生锈、软化、腐蚀、应力开裂，外观上是否变色、失去光泽、涂层脱落等。

对部分使用前不接触内容物的包材，应模拟使用方式，完全涂布内容物再行试验。

### 5.2.2 迁移物质检测

根据复合软管材质和特性，结合膏体性质，选择相应的迁移物质和适当检测方法进行测定。

示例：典型试验条件见表2。

表2 典型条件

模拟物	试验条件
10%（体积分数）乙醇或水	40℃ 10d
注：试验条件参考GB 31604.1-2023 5.2.1。	

### 5.2.3 吸附性试验

考察活性成分或其它特定成分是否会被吸附或浸入包装材料，导致牙膏膏体质量变少。通过包装材料的吸附率ADS（吸附重量增加比率）进行考核，吸附率应≤5%。

测试前将包材放在干燥器中24h后，称重为 $w_0$ 。经加速或长期试验后，采用适当的方法去除内容物，将包材洗干净后，放入干燥器中24h后，称重为 $w_1$ ，通过公式1可得到吸附率。

$$ADS = \frac{w_1 - w_0}{w_0} \times 100 \quad (1)$$

式中：

ADS——吸附率，包材与膏体接触一段时间，吸附膏体后重量增加的百分比(%)；

$w_0$ ——测试前包材重量，单位为克(g)；

$w_1$ ——加速试验或长期试验后包装材料重量，单位为克(g)。

### 5.2.4 失重测试

可根据产品及复合软管的经验选择进行失重试验，根据实际情况可选择膏体的质量损失率WL≤3%。灌装后对罐装牙膏称重为 $w_2$ ，经过加速或者长期试验后，再次称重 $w_3$ ，失重率按式2进行计算。

$$WL = \frac{w_2 - w_3}{w_2} \times 100 \quad (1)$$

式中：

WL——质量损失率，单位为质量百分比(%)；

$w_2$ ——灌装后样品质量，单位为克(g)；

$w_3$ ——经过加速或者长期试验后样品质量，单位为克(g)。

### 5.2.5 剥离试验

经过加速试验或长期试验后的复合软管：

外层粘合层/阻隔层：剥离强度 $\geq 1\text{N}/15\text{mm}$ ，如果剥离不开，判定合格。

阻隔层/内层粘合层：剥离强度 $\geq 1\text{N}/15\text{mm}$ ，如果剥离不开，判定合格。

剥离试验方法按照QB/T 2901，QB/T 4192进行。

### 5.3 相容性评估

考虑复合软管材料的多样性，当采用新材料的复合软管开展相容性试验时，基于风险评估，得到复合软管可提取物、浸出物及吸附效果信息，以及相应风险物质检测结果以对风险物质进行安全性风险评估；必要时开展毒理学研究。评估相容性测试后的软管应符合《化妆品与包材相容性测试评估技术指南》中有关包材的相应条款。

## 6 结果评价

### 6.1 评估过程

#### 6.1.1 简述包装和复合软管特性

简述复合软管情况，如材料的组成，结构、生产工艺过程，包括管身，管肩，封口膜，管盖等。复合软管特性可使用复合片材的MSDS，TDS等资料。

#### 6.1.2 实验结果评估

采用相容性的感观试验结果，或采用加速稳定性试验结果对复合软管与牙膏相容性进行评估。如果试验出现内容物颜色加深、pH显著变化等现象，应分析原因。如有以考察迁移物质为目的的风险物质检测报告可同时附上并进行评估。实验结果的评估应按照谨慎保守原则，揭示最大风险的原则进行。

### 6.2 报告和评价

将上述结果汇总分析，评估复合软管与牙膏相容性、并出具报告。根据评估结果，如果上述变化已达到不可接受的程度，且为复合软管材料所致，应考虑采用其它结构包装；如果是其他原因所致，应对产品生产过程进行优化，如完善配方和工艺等，以使产品符合相关质量要求。

中国口腔清洁护理用品工业协会  
团体标准  
牙膏相容性测试复合软管评价规范

T/COCIA 46—2024

\*

中国口腔清洁护理用品工业协会  
地址：北京市西城区阜外大街乙 22 号

邮政编码：100833

电话：(010) 68396721

网址：[http:// www.cocia.org](http://www.cocia.org)

Email：[cocia@126.com](mailto:cocia@126.com)

\*

版权所有 侵权必究

印数：100 册 定价：60.00 元