

TỔNG CỤC TIÊU CHUẨN ĐO LƯỜNG QUỐC GIA
KEM ĐÁNH RĂNG

BẢN GỐC TCVN

Tooth pastes

KHÔNG SẠO CHỤP ĐỂ PHÁT HÀNH

Tiêu chuẩn này áp dụng cho kem đánh răng được sản xuất từ chất tạo bọt Lauryl sunfat, canxi cacbonat, glycerin và các chất phụ gia khác.

1 Yêu cầu kỹ thuật

Kem đánh răng phải đạt được những yêu cầu kỹ thuật qui định trong bảng 1 :

Bảng 1

Tên các chỉ tiêu	Mức và yêu cầu
1. Ngoại quan 1.1 Hình dạng bên ngoài 1.2 Mùi 1.3 Vị 1.4 Màu sắc	Thể kem đồng nhất, bóng mịn, không vón cục, không tách nước, không có các tạp chất khác. Thơm nhẹ, dễ chịu, đặc trưng cho từng loại sản phẩm. Cay nhẹ, hơi ngọt hoặc hơi mặn, không được có vị lạ. Đồng đều, đặc trưng cho từng loại sản phẩm.
2 Các chỉ tiêu vệ sinh và an toàn 2.1 Độ pH của dung dịch 2%	7,0 ÷ 9,0
2.2 Hàm lượng kim loại nặng (qui ra chì), tính bằng ppm, không lớn hơn	3
2.3 Hàm lượng asen, tính bằng ppm, không lớn hơn	2
3 Các chỉ tiêu hóa lý	
3.1 Tính ổn định ở điều kiện nhiệt độ 40 ÷ 45°C trong 48 giờ	Thể kem phải đồng đều, bóng mịn bóp thành thời mềm, có lỗ thoát bọt, không bị khô, không chảy nước, giữ được mùi thơm tự nhiên đặc trưng.
3.2 Hàm lượng glycerin, tính bằng %, không lớn hơn	15
3.3 Hàm lượng nước, tính bằng %	40 ÷ 50
3.4 Hàm lượng cacbonat, tính theo canxi cacbonat, tính bằng %, không nhỏ hơn	30
3.5 Thể tích cật bọt của dung dịch 1%, tính bằng ml, không nhỏ hơn	200

2 Phương pháp thử

2.1 Qui định chung

- 2.1.1 Nước cất dùng để phân tích phải phù hợp với TCVN 2117 - 77.
- 2.1.2 Thuốc thử dùng trong các phép phân tích phải là loại tinh-khiết phân tích (TKPT).
- 2.1.3 Tất cả các phép thử đều phải cân trên cân phân tích có độ chính xác 0,0002g.

2.2 Lấy mẫu

Lấy mẫu theo TCVN 1694 - 75. Chọn hệ số $a = 0,25$, cụ thể như sau bảng 2:

Bảng 2

Số đơn vị bọ gói trong lô N	Số mẫu riêng n
Dưới 15	6
16 - 25	9
26 - 63	12
64 - 160	14
161 - 250	15
251 trở lên	16

2.3 Kiểm tra ngoại quan

2.3.1 Dụng cụ

- Phiến kính cỡ 10x15 cm ;
- Bàn chải đánh răng TCVN 1579 - 86 ;
- Nước sinh hoạt TCVN 5502 - 1991

2.3.2 Chuẩn bị mẫu

Lấy từ 3 - 5 đơn vị sản phẩm tùy theo lượng mẫu phân tích lấy được theo TCVN 1694 - 75.

Trước mỗi lần kiểm nghiệm bỏ đi 1 phần khoảng 3 cm. Dùng tay nhẹ nhàng bóp kem đánh răng thành từng thỏi dài trên những phiến kính khô, sạch.

2.3.3 Kiểm tra thể trạng

Dùng mẫu đã được chuẩn bị ở trên quan sát thể trạng của kem, nhận xét về độ đồng nhất, bóng mịn của kem. Quan sát tạp chất lạ trên bề mặt của thỏi kem. Sau đó dùng tay miết nhẹ quan sát sạn than và những tạp chất lạ khác. Nhận xét về mức độ sạn than, sự vón cục và các tạp chất lạ của kem đánh răng.

2.3.4 Kiểm tra mùi

Dùng mẫu đã được chuẩn bị ở trên kiểm tra mùi thơm đặc trưng của từng loại sản phẩm. Nếu thấy mùi lạ hoặc khó chịu phải kiểm tra lại trên phiếu kính khô, sạch khác với cùng mẫu sản phẩm.

2.3.5 Kiểm tra vị

Dùng lưỡi để kiểm tra vị đặc trưng của từng loại sản phẩm. Nếu có vị lạ phải kiểm tra lại trên cùng một mẫu sản phẩm. Nếu lần thứ hai không đạt coi như mẫu không đạt về mùi và vị.

2.3.6 Kiểm tra màu sắc

Dùng mẫu đã được chuẩn bị ở trên quan sát màu sắc của kem dưới ánh sáng ban ngày trên nền trắng. Nhận xét về độ đồng nhất của màu và cường độ màu.

2.3.7 Sau khi kiểm tra riêng rẽ từng chỉ tiêu trên, dùng bàn chải đánh răng lấy khoảng 2 gam kem đánh răng đánh thử bằng nước sinh hoạt. Cho nhận xét cuối cùng về các chỉ tiêu trên.

2.4 Xác định độ pH của dung dịch

2.4.1 Dụng cụ

- Máy đo pH;
- Cốc thủy tinh 100ml, bình định mức 100ml

2.4.2 Chuẩn bị mẫu

Cân khoảng 2g mẫu chính xác tới 0,001g vào cốc thủy tinh 100ml. Hòa tan mẫu bằng một ít nước cất rồi chuyển dung dịch vào bình định mức 100ml. Tráng rửa cốc, dồn toàn bộ dịch rửa vào bình. Thêm nước cất tới vạch. Lắc kỹ.

2.4.3 Tiến hành đo

Dùng giấy chỉ thị vạn năng đo sơ bộ dung dịch vừa chuẩn bị rồi tiến hành xác định pH của dung dịch theo phương pháp đo điện thế TCVN 987 : 70.

2.5 Xác định hàm lượng kim loại nặng qui theo chì

2.5.1 Nguyên tắc

Loại kim loại nặng tạo với dung dịch natri sunfua một tủa đen hoặc nâu tùy theo nồng độ kim loại nặng có trong dung dịch.

2.5.2 Dụng cụ và thuốc thử

- Bình định mức 50ml;
- Axit sunfuric $d = 1,84$;
- Natri sunfua, dung dịch 20%;
- Axit axêtic, dung dịch 30%;
- Hydrogen peoxit, dung dịch 10%;
- Natri hydroxit, 10%;
- Dung dịch chì tiêu chuẩn : 1mg Pb/ml, pha theo tiêu chuẩn.

Dung dịch B : Lấy 5ml dung dịch tiêu chuẩn trên (chứa 5mg Pb) cho vào bình định mức 1000ml. Thêm nước cất vừa đủ được dung dịch chứa 0,005 mg Pb/ml.

TCVN 5816 - 1994

Dung dịch C : Lấy 1ml dung dịch B (chứa 0,005 mg Pb). Thêm nước cất vừa đủ 10ml thì được dung dịch so sánh C.

Dung dịch B và C chỉ pha khi thử mẫu.

2.5.3 Chuẩn bị mẫu

1 - Cân 5g kem đánh răng với độ chính xác 0,0002g vào cốc thủy tinh dung tích 100ml. Thêm 5ml dung dịch axit HCl 1/1, đun nhẹ trên bếp cách thủy cho tan hết mẫu. Để nguội, chuyển mẫu vào bình định mức dung tích 50ml. Thêm nước cất tới vạch mức. Lắc đều. Lọc bằng giấy lọc không tàn. Nếu dung dịch vẫn vẫn đục thì phải tiến hành phá mẫu theo phương pháp 2.

2 - Cân 5g mẫu chính xác tới 0,0002g vào giấy lọc không tàn rồi chuyển vào bình thủy tinh chịu nhiệt. Thêm 10ml axit sunfuric đặc. Đun nhẹ dung dịch trên bếp điện, sau đó tăng dần nhiệt độ để mẫu cháy thành than hoàn toàn (thời gian đun ít nhất là 40 phút). Thêm dần từng giọt khoảng 4 - 5 ml nước hydrogen peoxit và tiếp tục đun sôi nhẹ đến khi dung dịch trở nên trong suốt. Để nguội bình và thêm khoảng 20ml nước cất, đun sôi lại dung dịch lần nữa. Dung dịch trong bình trong suốt, không màu là đạt. Để nguội rồi đem lọc vào bình định mức 50ml.

Dung dịch này còn dùng để xác định hàm lượng asen.

2.5.4 Tiến hành xác định

Hút 10ml dung dịch mẫu vừa chuẩn bị ở trên cho vào ống so màu nút mài. Trung hòa mẫu bằng dung dịch natri hydroxit 10% với chỉ thị phenol phtalein đến khi dung dịch phớt hồng.

Đồng thời lấy 10ml dung dịch so sánh C chứa 0,0005 mg Pb/ml. Thêm nước cho 2 ống có thể tích bằng nhau. Thêm vào mỗi ống thử 1ml axit axêtic và 2 giọt natri sunfua. Đậy nút và lắc đều. Sau 1 phút so sánh 2 dung dịch. Dung dịch thử phải không được có màu đậm hơn màu của dung dịch mẫu so sánh. Khi so màu phải nhìn từ trên xuống dưới trên nền trắng.

Trong 2 dung dịch chỉ được phép đục nhẹ do lưu huỳnh phát sinh ra từ natri sunfua.

2.6 Xác định hàm lượng asen

2.6.1 Nguyên tắc

Các hợp chất của asen dưới tác dụng của kẽm và axit clohydric chuyển thành hydroasenua. Chất này tiếp xúc với giấy tẩm thủy ngân diclorua làm cho giấy có màu nâu sẫm hay đen tùy theo lượng asen.

2.6.2 Dụng cụ và thuốc thử

- Bộ dụng cụ xác định asen;
- Bình định mức dung tích 100ml;
- Axit clohydric, dung dịch 10%;
- Kali iodua, dung dịch 10%;
- Thiếc diclorua, dung dịch 2% pha theo TCVN 1000 - 70;
- Kẽm hạt không có asen;
- Bông hoặc giấy tẩm chì axêtat theo TCVN 1057 - 71;
- Giấy tẩm thủy ngân diclorua theo TCVN 1057 - 71;
- Dung dịch asen tiêu chuẩn pha theo TCVN 1055 - 71 : Dung dịch A chứa 1mg As/ml;

- Từ dung dịch A gốc pha loãng bằng nước cất được các dung dịch B, C như sau :

Hút 10 ml dung dịch A pha loãng bằng nước cất trong bình định mức nước 100ml được dung dịch B chứa 0,01mgAs/ml.

Hút 5ml dung dịch B pha loãng bằng nước cất trong bình định mức nước 100ml được dung dịch C chứa 0,001mgAs/ml.

- Kẽm hạt không có As được xử lý trước như sau :

Lấy những hạt kẽm rửa sạch với axit clohydric để loại các vết bẩn trên bề mặt rồi rửa sạch bằng nước cất.

Giữ những hạt kẽm trong nước.

2.6.3 Tiến hành thí nghiệm

Lấy 10 ml dung dịch mẫu ở phần 2.5.3 (chứa 1g mẫu) cho vào bình A của bộ thử nghiệm arsen.

Đồng thời lấy 10ml dung dịch arsen chuẩn C (1ml chứa 0,001mg As) vào bình A của bộ thử arsen khác. Thêm vào mỗi bình A 12 giọt dung dịch thiếc diclorua, 5 ml dung dịch axit clohydric và 2 g kẽm hạt không chứa arsen rồi đậy nút bình thật nhanh bằng nút đã lắp sẵn phần dụng cụ ở phía trên. Ngâm bình trong nước để cho hỗn hợp bên trong không vượt quá 40°C. Thỉnh thoảng lắc nhẹ bình.

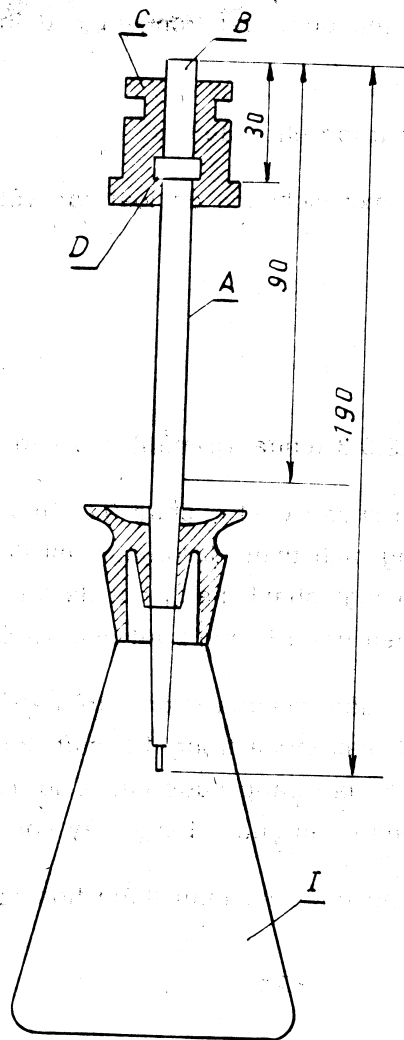
Sau 1 giờ khi băng giấy tẩm thủy ngân diclorua ở phía trên không đổi màu nữa. Lấy 2 băng giấy ở 2 bình trên ngâm hẳn vào dung dịch kali iodua trong 10 phút, thỉnh thoảng lắc nhẹ. Nhấc băng giấy ra khỏi cốc có kali iodua và rửa lại vài lần bằng nước cất. Cuối cùng lấy các băng giấy ra, đem ép khô giữa 2 tờ giấy lọc. Đem so sánh màu đen của 2 băng giấy với nhau.

Băng giấy bên dung dịch thử không được có màu thâm hơn màu của băng giấy bên dung dịch mẫu chuẩn.

Dụng cụ xác định arsen bao gồm :

- Bình phản ứng I dung tích 100ml;

- 2 ống thủy tinh A và B đường kính trong 10mm. Ống A đựng bông tẩm chì axetat. Giấy tẩm thủy ngân diclorua được kẹp giữa A và B nhờ bộ phận C và D.



Dụng cụ xác định Asen

2.7 Kiểm tra tính ổn định ở nhiệt độ $40 \pm 50^\circ\text{C}$

2.7.1 Dụng cụ

- Tủ ẩm có điều nhiệt ở 60°C ;
- Tấm kính phẳng có kích thước 10x15 cm.

2.7.2 Tiến hành thử

Lấy khoảng 5-6 ống kem đánh răng để nguyên cả nút cho vào tủ ẩm có nhiệt độ $40 \pm 45^\circ\text{C}$ trong 48 giờ. Lấy mẫu ra, để nguội đến nhiệt độ phòng. Mở nút bóp nhẹ cho kem chảy ra tấm kính. Quan sát thể, hình dạng của kem theo yêu cầu ở mục ngoại quan, phần 1.

2.8 Xác định hàm lượng glycerin

- Nguyên tắc : Dựa vào phản ứng oxy hóa khử của glycerin với kali periodat trong môi trường axit. Lượng periodat dư tác dụng với kali iodua giải phóng iod. Định lượng iod mới sinh bằng natri thiosunfat, tính ra hàm lượng glycerin.

2.8.1 Dụng cụ và thuốc thử

- Bếp cách thủy;
- Axit clohydric $d = 1,11$ và dung dịch 1/1;
- Natri thiosunfat dung dịch 0,1N;
- Kali periodat, dung dịch 0,1N;
- Kali iodua, dung dịch 10%;
- Hồ tinh bột, dung dịch 1%.

2.8.2 Tiến hành

Cân khoảng 1g mẫu kem đánh răng với độ chính xác 0,0002g vào 1 cốc thủy tinh 250ml. Thêm 5ml dung dịch axit clohydric 1/1. Dùng đũa thủy tinh dầm mẫu và đun nhẹ trên bếp cách thủy cho mẫu tan hoàn toàn. Để nguội chuyển mẫu vào bình định mức 500ml. Dùng nước cất trắng rửa cốc nhiều lần, dồn toàn bộ nước tráng vào bình. Thêm nước cất đến vạch. Lắc đều. Dung dịch này cũng dùng để xác định hàm lượng canxi cacbonat.

Dùng pipet hút chính xác 25ml dung dịch trên cho vào bình nón nút nhám 250 ml. Thêm chính xác 25 ml dung dịch kali periodat, lắc đều mẫu, để yên 15 phút. Lấy mẫu ra cho thêm 20ml dung dịch axit clohydric 1/1, 20ml dung dịch kali iodua. Lắc tròn, đậy nút, để yên trong bóng tối 5 phút. Sau đó dùng nước cất trắng từ cổ bình xuống. Dùng dung dịch natri thiosunfat 0,1N chuẩn độ cho đến khi dung dịch có màu vàng nhạt. Thêm 1ml dung dịch hồ tinh bột 1% và tiếp tục chuẩn độ đến khi mất màu xanh của dung dịch.

Đồng thời tiến hành một mẫu trắng song song với lượng dung dịch kali periodat đúng 25 ml và những điều kiện như mẫu xác định.

2.8.3 Tính kết quả

Hàm lượng glycerin (X) tính bằng % theo công thức

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,002302 \cdot 500 \cdot 100}{25 m} = 4,604 \frac{V_1 - V_2}{m}$$

trong đó :

V_1 - thể tích dung dịch natri thiosunfat 0,1N tiêu tốn khi chuẩn mẫu trắng, tính bằng ml;

V_2 - thể tích dung dịch natri thiosunfat 0,1N tiêu tốn khi chuẩn mẫu thử, tính bằng ml;

m - khối lượng mẫu thử, tính bằng gam;

0,002302 - lượng glycerin tương ứng với 1 ml dung dịch natri thiosunfat 0,1N, tính bằng gam.

2.9 Xác định hàm lượng nước và các chất bay hơi

2.9.1 Nguyên tắc

Dùng phương pháp sấy mẫu trong tủ sấy ở điều kiện nhiệt độ ổn định đến khối lượng không đổi.

2.9.2 Dụng cụ

- Tủ sấy có khoảng nhiệt độ điều chỉnh từ 0 đến 250°C;
- Chén cân có nắp $\Phi = 4\text{cm}$

2.9.3 Tiến hành xác định

2 gam mẫu kem đánh răng với độ chính xác 0,0002 g vào chén cân có khối lượng không đổi. Dem sấy trong tủ sấy có nhiệt độ 100 - 105°C trong 3 giờ. Lấy mẫu ra, để nguội đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm 30 phút. Cân mẫu và lặp lại quá trình sấy và cân (mỗi lần sấy sau thời gian sấy mẫu là 1 giờ) đến khi đạt khối lượng không đổi.

2.9.4 Tính kết quả

Hàm lượng nước (X_2) tính bằng % theo công thức

$$X_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100$$

trong đó :

- m_1 - khối lượng mẫu trước khi sấy tính bằng gam;
- m_2 - khối lượng mẫu sau khi sấy tính bằng gam;
- m - khối lượng mẫu cân, tính bằng gam.

2.10 Xác định từng lượng cacbonat qui ra canxi cacbonat

2.10.1 Nguyên tắc

Dựa trên cơ sở tạo thành phức chất ít phân kỳ của canxi và magiê với trilon B ở môi trường pH = 10 với chỉ thị eriocrom đen T.

2.10.2 Dụng cụ và thuốc thử

- Bếp cách thủy
- Chỉ thị hỗn hợp eriocrom đen T 1% với natri clorua;
- Axit clohydric, dung dịch 1/1;
- Natri hydroxit, dung dịch 10%;
- Dung dịch pH = 9,5 - 10 pha theo TCVN 1055 - 71;
- Dung dịch trilon B 0,01M.

2.10.3 Tiến hành xác định

Dùng pipet hút chính xác 25 ml dung dịch ở mục 2.8.2 vào bình nón 250ml. Thêm vào đó 10ml dung dịch đệm pH = 10, 0,1g hỗn hợp chỉ thị erocrom T đen và chuẩn độ bằng dung dịch trilon B cho đến khi dung dịch chuyển từ màu đỏ nho sang xanh lam.

2.10.4 Tính kết quả

Hàm lượng canxi và magiê cacbonat (X_3) qui ra canxi cacbonat tính bằng % theo công thức :

$$X_3 = \frac{V \cdot 0,001 \cdot 500 \cdot 100}{25 \cdot m} = 2 \frac{V}{m}$$

trong đó :

V - thể tích dung dịch trilonB tiêu tốn trong phép chuẩn độ, tính bằng ml;

m - khối lượng mẫu thử, tính bằng gam;

0,001 - lượng canxi cacbonat tương ứng với 1ml dung dịch trilon B 0,01M, tính bằng gam.

2.11 Thể tích cột bọt của dung dịch 2%

2.11.1 Dụng cụ và thuốc thử

- Ống thủy tinh dài 70 cm, đường kính trong 2 - 0,2 mm. Mặt cắt đầu cùng của ống phải vuông góc với trục và mài nhẵn (ống A);

- Phễu thủy tinh dung tích 1000ml có chia độ, khoá của phễu có đường kính lỗ chảy không lớn hơn 3mm. Phễu chiết này có ống chảy dưới dài 35 - 40mm. Đường kính trong của phễu phải phù hợp với đường kính ngoài của ống thủy tinh A;

- Ống đong hình trụ dung tích 1000ml, có vạch chia độ 10ml, đường kính trong 63mm (theo TCVN 1610 - 75);

- Nhiệt kế

- Đồng hồ bấm giây

2.11.2 Cách tiến hành xác định

Dụng cụ đo phải được lắp sao cho trục của phễu chiết trùng với trục của ống đong hình trụ. Đầu của ống thủy tinh A cách bề mặt dung dịch ống đong là 450mm.

Cân 20g mẫu thử chính xác đến 0,001g vào cốc thủy tinh 1000ml. Thêm 200ml nước cất để hòa tan mẫu, đun nóng nhẹ dung dịch vừa đun vừa khuấy nhẹ dung dịch cho mẫu tan hoàn toàn. Thêm nước cất vừa đủ 1000ml và nâng nhiệt độ của dung dịch thử lên $50 \pm 2^\circ\text{C}$. Dung dịch thử được chuẩn bị trước khi thử ít nhất là 30 phút và không để quá 2 giờ.

Đổ cân thận qua thành ống đong 50ml dung dịch mẫu thử vừa chuẩn bị (tránh tạo bọt). Sau đó đổ nhẹ nhàng phần dung dịch còn lại vào phễu chiết. Mở van phễu chiết sao cho lỗ chảy của van thẳng đứng và dòng chảy của dung dịch đúng tâm của ống đong. Cho chảy đủ 450ml dung dịch thử. Khóa van phễu chiết. Bấm đồng hồ giây. Sau 60 giây đọc thể tích cột bọt.

Cách đọc thể tích cột bọt như sau :

Vi bề mặt của cột bọt không được phẳng nên phải đọc cột cao nhất và cột thấp nhất mà bọt tạo thành. Kết quả cộng lại chia trung bình.

2.11.3 Tính kết quả

- Thể tích của cột bọt tính bằng ml theo công thức :

$$V = V_1 - 50 - 450$$

trong đó :

V_1 - thể tích ban đầu của cột bọt, tính bằng ml

50 - thể tích dung dịch có sẵn trong ống đong, tính bằng ml

450 - thể tích dung dịch thử chảy từ phễu chiết xuống, tính bằng ml.

3 Bao gói, ghi nhãn, bảo quản, vận chuyển

3.1 Bao gói

Kem đánh răng phải được đựng trong các ống tuýp bằng nhôm hoặc bằng nhựa nút xoáy. Bên ngoài được sơn phủ, trang trí theo mẫu đã đăng ký bản quyền.

- Các ống kem được đựng trong hộp bìa cứng, có in nhân, trang trí theo đăng ký bản quyền.
- Các hộp kem đánh răng được đựng trong hộp cactông hoặc hòm gỗ. Mỗi hòm không quá 300 ống.

3.2 Ghi nhãn

Hàng hóa phải được đăng ký với các cơ quan có thẩm quyền. Trên mỗi ống cần ghi rõ :

- Tên cơ sở sản xuất;
- Tên sản phẩm;
- Tháng năm sản xuất.

Trên mỗi hộp cần ghi rõ

- Tên cơ sở sản xuất;
- Tên sản phẩm;
- Nhân hiệu hàng hóa;
- Tiêu chuẩn hiện hành.

Trên mỗi hòm các tông, hòm gỗ cần ghi rõ :

- Tên cơ sở sản xuất;
- Tên sản phẩm;
- Số lượng sản phẩm;
- Ngày tháng năm sản xuất.

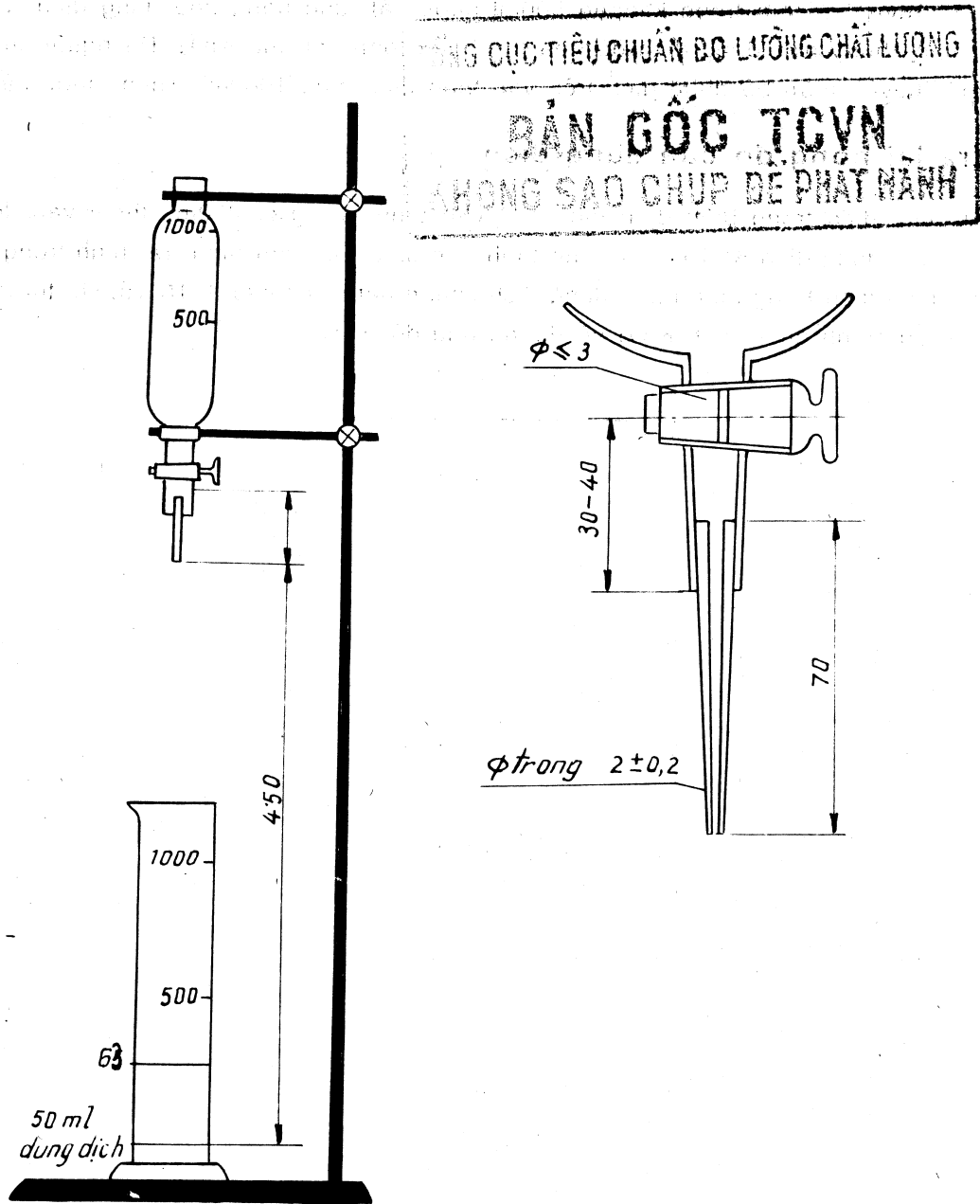
3.3 Bảo quản

Các hòm gỗ chứa kem đánh răng phải được đóng đinh, kẹp nẹp.

Các hòm giấy được dán kín bằng giấy. Các hòm chứa kem đánh răng phải được để trên các kệ gia, không được chồng cao để tránh bẹp hòm và sản phẩm chứa bên trong.

Các hòm có chứa kem đánh răng phải được bảo quản trong kho thoáng mát, sạch sẽ, nhiệt độ không quá 30°C.

Thời gian lưu hành 6 tháng kể từ ngày sản xuất.



Dụng cụ đo cột bột