

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 5818 - 1994

PHẦN RÔM

HÀ NỘI - 1994

PHẤN RÔM

Heat rash powder

Tiêu chuẩn này áp dụng cho phấn rôm được sản xuất chủ yếu từ bột tan

1 Quy định chung

1.1 Phấn rôm phải đảm bảo tác dụng: Tạo mát cho da, chống nấm và sát trùng

Phấn rôm không được gây nhiễm độc cấp diễn hoặc trường diễn và không gây kích ứng cho người dùng.

1.2 Thành phần nguyên liệu chính dùng để sản xuất phấn rôm là:

1.2.1 Chất tạo mát da

- Bột tan (Magiê silicat hydrat $3\text{MgO} \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) theo TCVN 454 - 70

- Bột gạo theo TCVN 883 - 70

- Magiê stearat, magiê cact-onat, titan oxyt

1.2.2 Chất có tác dụng chống nấm, sát trùng

- Acid salisic (acid hydr. α - 2benzoic) theo TCVN 431 - 89

- Natri borat ($\text{Na}_2\text{B}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) theo TCVN 719

- Kẽm oxyt (ZnO) theo TCVN 677 - 70

1.2.3 Chất thơm

Là các hương liệu dùng trong dược phẩm và thực phẩm

1.3 Cam dụng

- Các loại bột khoáng có chứa tinh thể silic sắc nhọn, dễ cơ sát gây thương tổn và kích ứng da

- Các loại muối của chì, thủy ngân, bismut

- Các loại bột thảo mộc, có độ bám phủ da kém do tinh thể tròn thô như bột khoai tây, bột my

2 Yêu cầu kỹ thuật

Phấn rôm phải đạt các yêu cầu kỹ thuật quy định trong bảng 1

Tên chỉ tiêu	Mức
1. Trạng thái	Bột mịn, mát tay. Không vón cục, không có tạp chất lạ, không có tinh thể sắc nhọn
2. Độ mịn	100% lọt qua rây số 22 (kích thước lỗ 0,125 mm)
3. Màu sắc	Đồng nhất, màu trắng. Độ trắng không nhỏ hơn 90% so với bảng chuẩn độ trắng
4. Hàm lượng nước và chất bay hơi tính bằng % khối lượng, không lớn hơn	1
5. Lượng mất khi nung ở 750°C tính bằng % khối lượng, không lớn hơn	5
6. Độ pH dung dịch 5%	6 - 8
Hàm lượng muối Sunfat tính bằng % khối lượng, không lớn hơn	0,1
8. Hàm lượng asen tính bằng mg/kg (ppm), không lớn hơn	1
9. Hàm lượng kim loại nặng quy ra chì tính bằng mg/kg (ppm), không lớn hơn	2
10. Kích ứng da	Không được phép

3 Phương pháp thử

3.1. Lô hàng là số đơn vị bao gói sản phẩm (túi, gói, hộp, ống) có cùng nhãn sản phẩm, cùng chỉ tiêu chất lượng, cùng công thức pha chế, do cùng một cơ sở sản xuất, đóng gói trong cùng một loại bao bì và giao nhận cùng một lúc.

3.2. Tùy thuộc vào số lượng đơn vị bao gói trong lô hàng, mẫu trung bình được lấy theo TCVN 1964 - 75 với hệ số chính xác $a = 0,200$ theo bảng 2.

3.3. Nước cất dùng để phân tích phải phù hợp với TCVN 2117 - 77.

3.4. Các thuốc thử dùng trong các phép phân tích phải là loại tinh khiết hóa học hoặc tinh khiết phân tích.

Bảng 2

Số đơn vị bao gói trong lô N	Số mẫu riêng n
Nhỏ hơn hoặc bằng 15	8
Từ 16 đến 25	11
Từ 26 đến 63	16
Từ 64 đến 160	20
Từ 161 đến 250	22
Từ 251 đến 1000	24
Từ 1001 đến 1600	25
Trên 1600	25

3.5 Dùng cân phân tích có độ chính xác đến 0,0002g.

3.6 Tất cả các phép thử phải tiến hành song song trên hai mẫu.

3.7 Xác định trạng thái của lô n

3.7.1 Dụng cụ

- Bộ rây gồm có rây số 22 (kích thước lỗ 0,125mm) và khay đựng.

- Máy rung

- Chổi quét sơn

- Tủ sấy điều chỉnh được nhiệt độ

- Bình hút ẩm

3.7.2 Cách tiến hành

Lấy một ít mẫu thử cho vào lòng bàn tay và dùng tay xoa nhẹ lên mu bàn tay kia. Nhận xét trạng thái

Phẩm rôm được sấy ở nhiệt độ $105 \pm 2^{\circ}\text{C}$ trong 1h. Để nguội trong bình hút ẩm. Cân khoảng 10g mẫu thử chính xác đến 0,001g vào một mặt kính đồng hồ khô sạch. Đổ mẫu vào rây số 22. Lắp bộ rây chặt chẽ vào máy rung. Cho máy chạy khoảng 30 phút. Ngừng máy, dùng tay đập nhẹ vào thành rây và dùng chổi sơn mềm quét nhẹ mặt dưới của rây. Lắp lại máy và cho máy chạy thêm 5 phút. Dùng máy dùng tay đập nhẹ vào thành rây trước khi đổ rây ra khỏi máy rung. Cân lượng còn lại trên rây.

3.7.4 Cách tính kết quả

Độ mịn của phần rôm (X) là lượng phần rôm lọt qua rây số 22 tính bằng % theo công thức:

$$X = \frac{m_0 - m_1}{m_0} \times 100$$

Trong đó:

m_0 - Khối lượng mẫu thử, tính bằng g.

m_1 - Khối lượng mẫu thử còn lại trên rây, tính bằng g

Kết quả cuối cùng là trung bình cộng của ít nhất hai lần thử không chênh nhau tới 0,5%.

3.8 Xác định màu sắc và độ trắng.

3.8.1 Nguyên tắc

Khả năng phản xạ ánh sáng thể hiện mức độ trắng của vật liệu cần đo. Độ trắng được tính bằng %.

3.8.2 Dụng cụ

- Máy đo độ trắng có vật chuẩn phản xạ 100% ánh sáng
- Tấm kính thủy tinh phẳng, có độ dày 3mm, kích thước 100 x 150mm

3.8.3 Cách tiến hành

Lắp tế bào quang điện vào vị trí đo độ trắng. Dùng thìa lấy một ít mẫu phần rôm cho lên tấm kính, dùng một tấm kính khác dàn đều phần rôm thành một lớp mỏng phẳng và không nhìn xuyên qua được tấm kính.

Nối mạch điện vào máy và bật máy. Đặt vật trắng chuẩn của máy lên một mặt phẳng. Đặt bộ phận đo lên vật chuẩn và chỉnh kim đồng hồ về mức độ trắng 100%. Nhấc bộ phận đo ra và nhẹ nhàng đặt lên mặt phần rôm đã chuẩn bị ở trên.

Chờ cho kim đồng hồ ổn định vị trí và đọc lấy số đo. Trị số đọc được chỉnh là độ trắng của phần rôm tính bằng %.

3.9 Xác định hàm lượng nước và chất bay hơi

3.9.1 Dụng cụ

- Tủ sấy không chế được nhiệt độ
- Chén thủy tinh có nắp
- Bình hút ẩm

3.9.2 Cách tiến hành

Cân khoảng 1g phần rôm với mức chính xác đến 0,001g vào chén thủy tinh có nắp đã được xác định khối lượng sau khi sấy 30 phút ở nhiệt độ $105 \pm 2^\circ\text{C}$.

Cho chén vào tủ sấy và sấy ở nhiệt độ $105 \pm 2^{\circ}\text{C}$ trong 2 h, lấy ra để nguội trong bình hút ẩm từ 20 - 30 phút rồi đem cân. Sấy lại ở nhiệt độ $105 \pm 2^{\circ}\text{C}$ trong 1h. Để nguội và cân. Lập lại việc sấy và cân cho đến khi chênh lệch giữa hai lần cân không quá 0,001g.

3.9.3 Cách tính kết quả

Hàm lượng nước và chất bay hơi của phần rôm (X), tính bằng % theo công thức :

$$X = \frac{m - m_1}{m} \times 100$$

Trong đó:

m - Khối lượng mẫu thử, tính bằng g.

m_1 - Khối lượng mẫu thử sau khi sấy đến khối lượng không đổi, tính bằng g.

Kết quả cuối cùng là trung bình cộng hai kết quả song song mà mức chênh lệch không quá 0,02%.

3.10 Xác định hàm lượng mất khi nung ở nhiệt độ 750°C

3.10.1 Nguyên tắc

Lượng mất khi nung liên quan mật thiết đến hàm lượng chất hữu cơ có trong phần rôm. Tỷ lệ bột tan cao, lượng mất khi nung sẽ thấp.

3.10.2 Dụng cụ

- Lò nung không che được nhiệt độ
- Chén nung bằng sứ dung tích 30ml đã nung đến khối lượng không đổi.

3.10.3 Cách tiến hành

Cân khoảng 2g mẫu thử vào chén nung với mức chính xác đến 0,001g. Cho vào lò nung và nâng nhiệt độ tới 750°C và giữ ở nhiệt độ đó khoảng 30 phút. Tắt lò, để nguội đến khoảng 300°C . Lấy chén nung có mẫu ra để nguội trong bình hút ẩm khoảng 30 phút đem cân. Cho thêm vào mẫu vào nung lại tới 750°C và giữ nhiệt độ đó trong khoảng 15 phút. Lấy ra làm nguội rồi cân. Lập lại quá trình nung cho đến khi chênh lệch giữa 2 lần cân cuối cùng không quá 0,004 g.

3.10.4 Cách tính kết quả

Lượng mất khi nung của phần rôm (X) tính bằng % theo công thức :

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100$$

Trong đó:

m_1 - Khối lượng chén nung và mẫu thử trước khi nung, tính bằng g.

m_2 - Khối lượng chén nung và mẫu thử sau khi nung, tính bằng g.

m - Khối lượng mẫu thử, tính bằng g.

3.11. Xác định độ pH

3.11.1. Dụng cụ

- Máy đo pH
- Cốc thủy tinh 100ml
- Bình định mức 100ml

Nhiệt kế thủy ngân từ 0 đến 100°C

3.11.2. Cách tiến hành

Cân 5g mẫu thử với mức chính xác đến 0,001g vào cốc thủy tinh dung tích 100ml. Dùng phễu cho từ từ hết mẫu vào bình định mức 100ml. Cho một ít nước và lắc mạnh. Thêm nước đến vạch mức và lắc tiếp. Để yên một lúc và khuấy khoảng 50ml phần nước vào cốc 100ml. Dùng giấy đo pH và đo sơ bộ pH của dung dịch mẫu. Dùng nhiệt kế để xác định nhiệt độ của dung dịch mẫu.

Thiêu bị máy đo pH và các điện cực theo chỉ dẫn của máy. Tiến hành hiệu chỉnh máy theo dung dịch chuẩn của máy có độ pH nằm trong khoảng pH của dung dịch mẫu đã xác định sơ bộ bằng giấy đo pH. Điều chỉnh núm van nhiệt độ của máy trùng với nhiệt độ dung dịch mẫu đã xác định bằng nhiệt kế. Tiến hành đo pH của dung dịch mẫu.

Độ pH của mẫu thử là trung bình cộng trị số đọc được của ít nhất 2 lần đo song song mà mức chênh lệch không lớn hơn 0,1pH.

3.12. Xác định hàm lượng muối gốc sunfat

3.12.1. Nguyên tắc

Kết tủa sunfat của mẫu thử dưới dạng bari sunfat màu trắng đục. Đem so sánh với mẫu chuẩn ion sunfat cũng được kết tủa dưới dạng bari sunfat.

3.12.2. Dụng cụ và thuốc thử

- Cốc thủy tinh 250ml, 100ml
- Ống so màu
- Bình định mức 100ml, 1000ml
- Bếp cách thủy
- Axit clohydric đậm đặc ($d = 1,19$) và dung dịch 5%
- Bari clorua - dung dịch 10%
- Dung dịch ion sunfat chuẩn bị theo TCVN 1056 - 86

Dung dịch A: hòa tan bằng nước cất 1,479g natri sunfat (đã sấy ở 105°C đến khối lượng không đổi) vào cốc dung tích 100ml và đổ vào bình định mức dung tích 1000ml. Rửa cốc nhiều lần rồi đổ tiếp vào bình định mức. Thêm nước tới vạch mức và lắc đều. 1ml dung dịch chứa 1mg sunfat.

Dung dịch B. Lấy 1ml dung dịch A cho vào bình định mức 100ml

Thêm nước đến vạch mức, được dung dịch chứa 0.01mg sunfat/1ml

3.12.3. Cách tiến hành

Cân 1 g mẫu thử chính xác đến 0.001g vào cốc 250ml. Cho vào cốc 20ml nước cất rồi thêm từ từ 5ml axit clohydric đậm đặc ($d = 1.19$). Dung dịch thủy tinh khuấy đều. Đậy nắp kính đồng hồ và đun trên bếp cách thủy khoảng 30 phút. Lấy ra để nguội và lọc trên giấy lọc không tan. Rửa cốc và giấy lọc bằng dung dịch axit clohydric 5% từ 2 đến 3 lần, mỗi lần 10ml. Rửa lại bằng nước cất. Dung dịch lọc thu được cho vào bình định mức 100ml và cho nước cất tới vạch mức.

Hút chính xác 25ml dung dịch lọc cho vào ống so màu. Hút chính xác 25ml dung dịch so sánh B cho vào ống so màu khác. Cho vào mỗi ống so màu 10ml bari clorua đã được đun nóng. Khuấy đều và để yên 1 giờ. Màu được coi là đạt tiêu chuẩn nếu độ trắng đục của mẫu thử không đậm hơn mẫu so sánh.

3.13. Xác định hàm lượng asen

3.13.1. Nguyên tắc

Dựa trên việc khử hợp chất asen bằng hydro để tạo thành khí hydro asenua (AsH_3). Khí này tạo ra phức chất có màu vàng với giấy thấm thủy ngân bromua.

3.13.2. Dụng cụ và thuốc thử

- Bộ dụng cụ thủy tinh để xác định asen với ống thủy tinh tấm giấy thấm thủy ngân bromua, có đường kính trong từ 2 đến 3 mm.

- Cốc thủy tinh 100ml

- Bình định mức 50, 100ml

- Ống đong 25 ml

- Pipet 10,25ml

- Giấy thấm thủy ngân bromua chuẩn bị theo TCVN 1055 - 86

- Bông thấm chỉ axetat chuẩn bị theo TCVN 1055 - 86

- Thiếc (II) clorua dung dịch 20% trong axit clohydric. Pha chế dung dịch theo TCVN 1057 - 86 (20g thiếc II clorua hoà tan trong 80ml axit clohydric dung dịch 15%. Cho vào dung dịch vài hạt kẽm kim loại để bảo quản dung dịch)

- Axit clohydric dung dịch 25% và 15%

- Kali iodua dung dịch 20%

- Kẽm hạt có chứa hàm lượng asen nhỏ hơn $1.5 \cdot 10^{-5} \%$

- Dung dịch tiêu chuẩn chứa asen, chuẩn bị theo TCVN 1056 - 86

Khi dùng pha loãng đến 0.001mg/ml

3.13.3. Cách tiến hành

TCVN 5818 - 1994

Cân 4g mẫu với mức chính xác đến 0,001g cho vào cốc thủy tinh 100ml. Thêm vào 20ml dung dịch axit clohydric 25% và 20ml nước cất. Đun trên bếp cách thủy khoảng 30 phút. Để nguội và lọc trên giấy lọc không tan vào bình định mức 100ml. Dùng nước cất tráng rửa cốc nhiều lần và đổ tất cả nước tráng rửa cốc vào bình định mức. Thêm nước cất đến vạch mức và lắc đều.

Hút lấy 25 ml dung dịch từ bình định mức cho vào bình l của bộ xác định arsen. Thêm vào đó 20ml dung dịch kali iodua 20% và từ 10 đến 12 giọt thiếc II clorua 20% trong axit clohydric. Đun nhẹ trên bếp cách thủy khoảng 10 phút. Làm nguội đến nhiệt độ phòng. Cho vào bình 5g kẽm hạt rồi đóng ngay nút bình đã lắp các chi tiết khác của bộ dung cụ. Để yên phản ứng trong 1 giờ.

Cùng làm như trên với một bộ dung cụ khác giống như thế là 1ml dung dịch tiêu chuẩn chứa 0,001mg arsen và thêm 24ml nước cất để so sánh.

Lấy các tờ giấy lọc tấm thủy ngân bromua ra so sánh vết màu hiện lên ở trên hai tờ giấy. Mẫu thử được coi là đạt tiêu chuẩn khi vết màu của giấy thử với mẫu không được đậm hơn vết màu của giấy thử với dung dịch chuẩn.

3.14. Xác định hàm lượng kim loại nặng qui ra chì

3.14.1. Nguyên tắc

Dùng hydro sunfua kết tủa các kim loại nặng có trong phần rôm rồi đem so màu với dung dịch chuẩn của chì sunfua.

3.14.2. Dung cụ và thuốc thử

- Ống so màu có nắp
- Bình định mức 100, 500, 1000ml
- Axit clohydric dung dịch 25%
- Axit axetic dung dịch 30%
- Natri sunfua dung dịch 2%
- Dung dịch chỉ tiêu chuẩn chuẩn bị theo TCVN 1056 - 86

Dung dịch A: Hoà tan 1,831g chì axetat vào nước cất có chứa 1ml axit axetic (đong bằng). Định mức đến 1000ml. 1ml dung dịch A có 1mg chì.

Dung dịch B: Hút 1ml dung dịch A cho vào bình định mức 500ml. Thêm nước đến vạch mức, được dung dịch B chứa 0,002mg chì /ml.

3.14.3. Cách tiến hành

cân 4 g phần rôm chính xác đến 0,001g vào cốc thủy tinh dung tích 100ml. Thêm 20ml dung dịch axit clohydric 25% và 20ml nước cất. Đun trên bếp cách thủy khoảng 30 phút. Để nguội và lọc trên giấy lọc không tan vào bình định mức 100ml. Dùng nước cất tráng cốc nhiều lần và đổ hết vào phễu lọc. Thêm nước cất đến vạch mức, lắc đều.

Hút lấy 25ml dung dịch mẫu thử vừa chuẩn bị ở trên cho vào ống so màu. Hút lấy 1ml dung dịch so sánh B (chứa 0,002 mg chì/ml) và 24ml nước cất cho vào ống so màu khác. Thêm vào mỗi ống 1ml axit axetic dung dịch 30% và 0,5 ml natri sunfua dung dịch 2%. Đậy nắp, lắc đều và để yên 10 phút. Sau đó đem so màu của hai ống.

Mẫu thử được coi là đạt tiêu chuẩn khi màu của dung dịch thử không đậm hơn màu của dung dịch chỉ so sánh

3.15 Xác định mức độ kích ứng da

Đổ một ít phấn rôm vào lòng bàn tay và xoa nhẹ lên khuỷu tay của hai đến 3 người trong khoảng 2 giờ. Nếu có hiện tượng ngứa, da màu đỏ thẫm thì gửi mẫu đến Viện Y học lao động - Bộ Y tế để thử nghiệm trên da thỏ hoặc chuột bạch

4 Bao gói, ghi nhãn, vận chuyển, bảo quản.

4.1 Phấn rôm được đóng trong các bao bì bằng nhựa, nhôm, sắt hoặc vật liệu khác theo thỏa thuận giữa nhà sản xuất và người tiêu thụ.

Bao bì không được gây phản ứng với phấn rôm, không chứa các chất có thể gây dị ứng và độc hại cho người dùng.

4.2 Các sản phẩm phấn rôm được xếp trong các loại bao bì bằng các tông, gỗ, hoặc vật liệu khác đảm bảo chắc chắn và an toàn trong quá trình vận chuyển và bảo quản. Số lượng đóng gói theo thỏa thuận giữa hai bên sản xuất và tiêu thụ.

4.3 Nhãn sản phẩm phải được ghi bằng tiếng Việt. Nếu là sản phẩm xuất khẩu sang một nước khác cho phép ghi bằng tiếng nước đó hoặc bằng tiếng Anh hoặc bằng ngoại ngữ khác theo sự thỏa thuận giữa hai bên sản xuất và tiêu thụ

4.4 Mỗi một sản phẩm đều có nhãn ghi:

- Tên sản phẩm và nhãn hàng hóa đã đăng ký bản quyền (nếu có),
- Tên và địa chỉ cơ sở sản xuất
- Kỳ hiệu của loại bao bì này,
- Khối lượng sản phẩm
- Thành phần nguyên liệu,
- Hướng dẫn sử dụng
- Ký hiệu lo sản phẩm, thời hạn bảo hành

4.5 Trong quá trình vận chuyển phấn rôm được che mưa nắng và không được chống xếp qua cao tránh gây đổ vỡ, bẹp bao bì sản phẩm

4.6 Phấn rôm được bảo quản trong kho thoáng mát, sạch sẽ và tránh mưa nắng