

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 6971 : 2001

NƯỚC RỬA TỔNG HỢP DÙNG CHO NHÀ BẾP

Synthetic detergent for kitchen

HÀ NỘI - 2001

Lời nói đầu

TCVN 6971 : 2001 do Ban Kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC 91 “Chất hoạt động bề mặt” biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng xét duyệt, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường ban hành.

Nước rửa tổng hợp dùng cho nhà bếp

Synthetic detergent for kitchen

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này áp dụng cho nước rửa tổng hợp dùng để rửa rau, quả và đồ dùng cho ăn uống trong nhà bếp, sử dụng nguyên liệu và chất hoạt động bề mặt dễ bị phân huỷ sinh học và một số phụ gia được Bộ Y Tế cho phép sử dụng trong thực phẩm.

2 Tiêu chuẩn viện dẫn

TCVN 1056 - 86 Thuốc thử. Phương pháp chuẩn bị các thuốc thử dung dịch và hỗn hợp phụ dùng trong phân tích trắc quang và phân tích đực khuếch tán.

TCVN 3778 - 82 Thuốc thử. Phương pháp xác định asen.

TCVN 4851 - 89 (ISO 3696 - 1987) Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm. Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.

TCVN 5454 : 1999 (ISO 607 - 1980) Chất hoạt động bề mặt và chất tẩy rửa – Phương pháp phân chia mẫu.

TCVN 5456 - 91 Chất tẩy rửa tổng hợp. Phương pháp xác định chỉ số nồng độ ion hidro (độ pH).

TCVN 5491 - 91 (ISO 8212 - 1986) Chất hoạt động bề mặt và chất tẩy rửa. Lấy mẫu trong sản xuất.

TCVN 6969 : 2001 Phương pháp thử độ phân huỷ sinh học của chất tẩy rửa tổng hợp.

3 Yêu cầu kỹ thuật

3.1 Nước rửa dùng cho nhà bếp phải phù hợp với các quy định trong bảng 1 và bảng 2.

Bảng 1 - Các chỉ tiêu ngoại quan

| Tên chỉ tiêu | Yêu cầu |
|---------------|---|
| 1. Trạng thái | Lỏng sánh, đồng nhất, không phân lớp và kết tủa ở nhiệt độ nhỏ hơn 20°C |
| 2. Mầu | Đồng nhất và theo mầu đăng ký |
| 3. Mùi | Không mùi hoặc có mùi dễ chịu |

Bảng 2 - Các chỉ tiêu chất lượng

| Tên chỉ tiêu | Mức chất lượng |
|--|-----------------|
| 1. Hàm lượng chất hoạt động bề mặt , tính bằng phần trăm khối lượng, không nhỏ hơn | 10 |
| 2. pH của dung dịch sản phẩm | 6 - 8 |
| 3. Hàm lượng metanol, tính bằng mg/kg không lớn hơn | 1000 |
| 4. Hàm lượng asen, tính bằng mg/kg, không lớn hơn | 1 |
| 5. Hàm lượng kim loại nặng, qui ra chì, tính bằng mg/kg, không lớn hơn | 2 |
| 6. Chất làm sáng huỳnh quang | không được phép |
| 7. Độ phân huỷ sinh học, tính bằng phần trăm khối lượng, không nhỏ hơn | 90 |

4 Phương pháp thử

4.1 Quy định chung

Hoá chất dùng để phân tích là loại TKPT hoặc TKHH

Nước cất sử dụng theo TCVN 4851 - 89 (ISO 3696 - 1987).

Cân phân tích có độ chính xác 0,001 g .

4.2 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu theo TCVN 5454 : 1999 và TCVN 5491 - 1991 với lượng mẫu không ít hơn 1000 g, dùng để thí nghiệm và lưu.

Mẫu thí nghiệm/mẫu lưu được cho vào bình riêng biệt đảm bảo sạch, khô, có nút kín, ngoài bình có ghi nhãn:

- tên chất tẩy rửa;
- tên nơi sản xuất;
- ngày sản xuất ;
- ngày và nơi lấy mẫu.

4.3 Đánh giá ngoại quan sản phẩm

Lấy khoảng 200 ml mẫu vào cốc thủy tinh dung tích 500 ml. Quan sát mẫu bằng mắt thường, ở nơi có đủ ánh sáng, tránh ánh sáng chói, không bị ảnh hưởng của màu sắc khác và mùi lạ. Quan sát các đặc tính sau:

- trạng thái: mô tả trạng thái quan sát được, đặc biệt lưu ý về tính đồng nhất của sản phẩm;
- màu sắc: mô tả màu sắc quan sát được;
- mùi: mô tả mùi cảm nhận được.

Thử mẫu ở nhiệt độ nhỏ hơn 20 °C: Lấy khoảng 200 g mẫu vào cốc thủy tinh dung tích 250 ml và đặt trong bình ổn nhiệt ở nhiệt độ 20 °C. Sau 10 phút mẫu đạt ở nhiệt độ này, lấy ra quan sát.

Đánh giá mẫu thử theo các yêu cầu qui định ở điều 3.1 bảng 1.

4.4 Xác định hàm lượng chất hoạt động bề mặt

4.4.1 Nguyên tắc

Các chất hoạt động bề mặt được tách khỏi nước rửa dùng cho nhà bếp bằng etanol và được tính sau khi trừ đi những thành phần khác cũng tan trong etanol như clorua, glycerin.

Chuẩn độ muối clorua (quy ra NaCl) bằng bạc nitrat với chỉ thị mẫu kali cromat.

Dựa vào phản ứng oxy hoá khử của glycerin với kali periodat trong môi trường axit, lượng periodat dư tác dụng với kali iodua giải phóng iot. Định lượng iot mới sinh bằng natri thiosunfat và tính ra hàm lượng glycerin.

4.4.2 Hoá chất và thuốc thử

- etanol 99 %;
- bạc nitrat, dung dịch 0,1 N;
- kali cromat, dung dịch 10 %;
- axit nitric, dung dịch 1 : 4;

TCVN 6971 : 2001

- methyl đỏ, dung dịch 0,1% pha trong etanol;
- axit clohidric, $d = 1,19$ và dung dịch 1 + 1;
- natri thiosunfat, dung dịch 0,1 N;
- kali periodat, dung dịch 0,1 N;
- kali iodua, dung dịch 10 %;
- hồ tinh bột, dung dịch 1 %.

4.4.3 Thiết bị và dụng cụ

- Tủ sấy duy trì ở nhiệt độ 105 °C;
- bếp cách thủy;
- bình tam giác, dung tích 100 ml;
- bình tam giác có nút nhám, dung tích 250 ml;
- cốc thủy tinh, dung tích 250 ml;
- buret 25 ml.

4.4.4 Cách tiến hành

4.4.4.1 Xác định tổng hàm lượng chất tan trong etanol

Cân khoảng 5 g mẫu (chính xác đến 0,001 g) vào cốc thủy tinh dung tích 250 ml, thêm vào đó 40 ml etanol. Đặt cốc bằng mặt kính đồng hồ, đun nóng trên bếp cách thủy và khuấy cho mẫu phân tán hoàn toàn. Lọc mẫu qua giấy lọc vào bình tam giác dung tích 100 ml đã được sấy khô và cân trước đến khối lượng không đổi m_0 (chính xác đến 0,001 g).

Tiếp tục quá trình hoà tan trên hai lần nữa, mỗi lần với 20 ml etanol. Thu gộp tất cả dung dịch lọc vào bình tam giác trên, và cố nhẹ bình này trên bếp cách thủy cho đến khi chỉ còn lại cặn. Sấy bình tam giác này ở nhiệt độ 105 °C trong một giờ. Để nguội bình trong bình hút ẩm, sau 30 phút đem cân là giá trị m_1 (chính xác đến 0,001 g).

Lặp lại giá trị sấy này đến khi chênh lệch giữa hai lần cân liên tiếp không lớn 0,001 g.

4.4.4.2 Xác định hàm lượng muối clorua tan trong etanol

Hoà tan phần cặn sau khi xác định chất tan trong etanol (4.4.4.1) trong 20 ml nước cất và thêm hai giọt methyl đỏ. Nếu dung dịch có màu vàng thì trung hoà bằng axit nitric 1 + 4 đến màu hồng. Thêm 2,5 ml dung dịch kali cromat 10 %. Chuẩn độ bằng dung dịch bạc nitrat 0,1 N đến khi xuất hiện màu đỏ gạch, thể tích chuẩn độ là V_1 . Đồng thời tiến hành thí nghiệm mẫu trắng với đầy đủ các thuốc thử nhưng không có mẫu, thể tích chuẩn độ là V_2 .

4.4.4.3 Xác định hàm lượng glycerin tan trong etanol

Hoà tan phần cặn chất tan trong etanol (4.4.4.1) trong khoảng 25 ml nước và 5 ml dung dịch HCl (1 + 1), chuyển dung dịch vào bình tam giác có nút nhám dung tích 250 ml, thêm chính xác 25 ml dung dịch kali periodat, đậy nút, lắc đều mẫu, để yên 15 phút. Lấy mẫu ra, cho thêm 20 ml dung dịch axit clohidric (1 + 1) và 20 ml dung dịch kali iodua. Đậy nút, lắc tròn, để yên trong bóng tối 5 phút. Sau đó chuẩn độ dung dịch bằng natri thiosunfat đến mầu vàng nhạt, thêm vào đó 1 ml dung dịch hồ tinh bột và tiếp tục chuẩn độ đến khi mất mầu xanh của dung dịch, thể tích chuẩn độ này là V_4 . Đồng thời tiến hành thí nghiệm mẫu trắng, thể tích chuẩn độ là V_3 .

4.4.5 Tính kết quả

4.4.5.1 Tổng hàm lượng chất tan trong etanol

Tổng hàm lượng chất tan trong etanol (X_1), tính bằng phần trăm khối lượng, theo công thức sau:

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_0) \times 100}{m}$$

trong đó

m_0 là khối lượng bình, tính bằng gam;

m_1 là khối lượng của cặn và bình, tính bằng gam;

m là khối lượng mẫu thử, tính bằng gam.

4.4.5.2 Hàm lượng muối clorua tan trong etanol

Hàm lượng muối clorua tan trong etanol (X_2), quy ra NaCl, tính bằng phần trăm khối lượng, theo công thức sau:

$$X_2 = \frac{(V_1 - V_2) \times 0,0058 \times 100}{m}$$

trong đó

V_1 là thể tích bạc nitrat 0,1 N dùng để chuẩn độ mẫu thử, tính bằng mililit;

V_2 là thể tích bạc nitrat 0,1 N dùng để chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit;

m là khối lượng mẫu thử, tính bằng gam;

0,0058 là lượng gam natri clorua tương ứng với 1 ml bạc nitrat 0,1 N.

4.4.5.3 Hàm lượng glycerin tan trong etanol

Hàm lượng glycerin tan trong etanol (X_3), tính bằng phần trăm khối lượng, theo công thức sau:

$$X_3 = \frac{(V_3 - V_4) \times 0,0023 \times 100}{m}$$

trong đó

V_3 là thể tích natri thiosunfat 0,1 N dùng để chuẩn độ mẫu thử, tính bằng mililit;

V_4 là thể tích natri thiosunfat 0,1 N dùng để chuẩn độ mẫu trắng, tính bằng mililit;

m là khối lượng mẫu thử, tính bằng gam;

0,0023 là lượng gam glycerin tương ứng 1 ml natri thiosunfat 0,1 N.

4.4.5.4 Tổng hàm lượng chất hoạt động bề mặt tan trong etanol (X), tính bằng phần trăm khối lượng, theo công thức sau:

$$X = X_1 - (X_2 + X_3)$$

trong đó

X_1 là tổng hàm lượng chất tan trong etanol, tính bằng phần trăm khối lượng;

X_2 là hàm lượng muối natri clorua tan trong etanol, tính bằng phần trăm khối lượng;

X_3 là hàm lượng glycerin tan trong etanol, tính bằng %.

4.4.6 Độ chụm của phương pháp

4.4.6.1 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả xác định song song tiến hành trên cùng một mẫu thử hoặc được thực hiện liên tiếp, do cùng một người thao tác, sử dụng cùng loại thiết bị, không vượt quá 0,3 % chất hoạt động bề mặt.

4.4.6.2 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thu được trên cùng một mẫu thử ở hai phòng thí nghiệm, không vượt quá 0,5 % chất hoạt động bề mặt .

4.5 Xác định hàm lượng asen và kim loại nặng

4.5.1 Chuẩn bị dung dịch thử

Cân khoảng 10 g mẫu (chính xác đến 0,01 g) vào bình tam giác chịu nhiệt dung tích 250 ml. Thêm 10 ml axit sunfuric đặc và đun nhẹ trên bếp điện, sau đó tăng dần nhiệt độ để mẫu cháy thành dung dịch sánh màu nâu đen. Để nguội dung dịch và thêm dần từng giọt khoảng 5 ml axit nitric đặc và tiếp tục đun sôi nhẹ đến khi dung dịch trở thành trong suốt. Để nguội dung dịch và tráng

thành bình bằng khoảng 20 ml nước cất, thêm 5 ml dung dịch axit axetic, đun sôi lại dung dịch một lần nữa. Dung dịch trong bình trong suốt, không mẫu là đạt. Để nguội chuyển dung dịch vào bình định mức dung tích 100 ml, thêm nước đến vạch mức và lắc kỹ. Dung dịch này dùng để xác định arsen và kim loại nặng.

4.5.2 Xác định hàm lượng kim loại nặng, tính theo chì

4.5.2.1 Nguyên tắc

Các ion kim loại nặng tạo với dung dịch natri sunfua kết tủa màu đen hay nâu trong môi trường axit axetic pH = 3,5 - 4. So sánh mẫu của dung dịch mẫu với mẫu của dung dịch tiêu chuẩn chì.

4.5.2.2 Hoá chất và thuốc thử

- axit sunfuric, d = 1,84;
- axit nitric, d = 14,3
- axit axetic, dung dịch 30 % và (1 + 15);
- natri sunfua, dung dịch 2 %;
- amoniac, dung dịch 25 % và (1 + 2);
- dung dịch chì tiêu chuẩn A (1 mg/ml), chuẩn bị theo TCVN1056-86;
- dung dịch chì tiêu chuẩn B (0,010 mg/ml), lấy 10 ml dung dịch A cho vào bình định mức 1000 ml, định mức tới vạch bằng nước và lắc kỹ;
- dung dịch chì tiêu chuẩn C (0,0001 mg/ml), lấy 10 ml dung dịch B cho vào bình định mức 1000 ml, định mức tới vạch bằng nước và lắc kỹ.

Dung dịch B và C chỉ pha trước khi dùng.

4.5.2.3 Dụng cụ

- ống so mẫu Nessler 50 ml;
- bình định mức dung tích 100 ml, 1000 ml.

4.5.2.4 Cách tiến hành

Hút 10 ml mẫu ở điều 4.5.1 vào ống so mẫu Nessler. Đồng thời lấy 20 ml dung dịch chì tiêu chuẩn C vào ống so mẫu khác. Trung hoà dung dịch mẫu và dung dịch tiêu chuẩn bằng dung dịch amoniac (1 + 2) theo chỉ thị phenolphtalein đến phớt hồng. Thêm vào mỗi ống thử 1 ml axit axetic và 0,5 ml dung dịch natri sunfua. Đậy nút và lắc đều. Sau 1 phút so sánh mẫu của ống dung dịch thử không được đậm màu hơn dung dịch của ống so sánh. Khi so sánh mẫu phải nhìn từ trên xuống dưới, trên nền trắng.

TCVN 6971 : 2001

4.5.3 Xác định hàm lượng asen

Lấy 10 ml dung dịch ở điều 4.5.1 và xác định asen theo TCVN 3778 - 82.

Sa sánh màu giấy của mẫu với màu giấy của dung dịch tiêu chuẩn có 0,001 mg As.

4.6 Xác định hàm lượng metanol

4.6.1 Nguyên tắc

Metanol trong mẫu được hoà tan trong dung dịch nền 2-propanol và được xác định bằng phương pháp sắc ký khí, sử dụng cột nhồi là chất cao phân tử và detector ion hoá ngọn lửa (FID).

4.6.2 Hoá chất và thuốc thử

- 2-propanol 99 %, hàm lượng metanol nhỏ hơn 0,005 %;
- metanol 99 %.

4.6.3 Thiết bị và dụng cụ

4.6.3.1 Máy sắc ký khí bao gồm:

- buồng bơm mẫu, giữ nhiệt độ cao hơn buồng cột 50 °C, cột có đường kính 3 - 4 mm, dài 2 - 3 m, làm bằng thủy tinh Bo;
- detector FID;
- máy ghi: chiều cao thế 2 mV là cực đại, độ rộng của giấy ghi tối thiểu là 150 mm , tốc độ bút cho toàn chiều cao là 3 giây, tốc độ giấy ghi tối thiểu 10 mm/phút và có khả năng điều chỉnh lớn hơn;
- thiết bị điều chỉnh độ nhạy;
- bình khí: nitơ hay heli;
- bơm mẫu: micro xylanh, dung tích 10 µl, phân chia vạch từ 0,1 - 1µl;
- bình định mức, dung tích 100 ml và 1000 ml;
- cốc dung tích 250 ml;
- cột nhồi, chất được nhồi là các hạt cao phân tử có lỗ và kích thước hạt 170 µm - 300 µm như Porapak-Q.

4.6.4 Chuẩn bị mẫu thử và dung dịch tiêu chuẩn

- Dung dịch mẫu thử: Cân 10 g mẫu lỏng (chính xác đến 0,1 g) và 10,0 g 2-propanol vào bình định mức dung tích 100 ml. Thêm nước tới vạch và lắc kỹ.
- Dung dịch tiêu chuẩn: Cân 10 g metanol (chính xác đến 0,01 g) vào bình định mức dung tích 1000 ml. Thêm nước tới vạch bằng và lắc kỹ. Hút 10 ml dung dịch này vào bình định mức dung tích 100 ml đã cân trước 10,0 g 2-propanol. Thêm nước đến vạch và lắc kỹ.
- Dung dịch nền 2-propanol: Cân 10,0 g 2-propanol vào bình định mức dung tích 100 ml. Thêm nước tới vạch và lắc kỹ.

4.6.5 Cách tiến hành

4.6.5.1 Tuân thủ theo qui trình của máy sắc ký khí:

- Nối ống dẫn khí vào máy sắc ký khí, điều chỉnh van áp suất 300 - 500 kPa, rồi điều chỉnh khí dẫn vào khoảng 100 kPa.
- Nối máy sắc ký khí với máy ghi, đặt buồng cột ở chế độ 130 - 150 °C, đặt nhiệt độ ở buồng bơm mẫu và ở detector cao hơn buồng cột 50 °C.
- Điều chỉnh độ nhạy cực đại, bắt đầu ghi và khẳng định đường nền thẳng cố định (nếu cột mới nhồi thì phải tăng nhiệt độ ở buồng cột lên 10 - 20 °C).
- Bơm nhanh 1 μ l dung dịch 2-propanol vào buồng bơm mẫu, đặt bút vào điểm xuất phát trên trục thời gian của giấy ghi. Điều chỉnh tốc độ khí mang và nhiệt độ buồng cột sao cho pic 2-propanol xuất hiện vào khoảng sau 8 - 10 phút, điều chỉnh độ nhạy của máy và tốc độ giấy sao cho chiều cao của pic 2-propanol không thấp hơn 50 % và không cao hơn 90 % độ rộng giấy ghi.

4.6.5.2 Đo mẫu

- Bơm nhanh 1 μ l dung dịch tiêu chuẩn vào buồng bơm mẫu và thực hiện tiếp tương tự như phần 4.6.5.1. Ghi sắc ký đồ, pic metanol xuất hiện sau khoảng 2 - 2,5 phút và pic 2-propanol sau khoảng 8 - 10 phút. Tỷ số diện tích của hai pic metanol và 2-propanol của dung dịch tiêu chuẩn là A_{tc} .
- Bơm nhanh 1 μ l dung dịch mẫu thử vào buồng bơm mẫu và thực hiện tiếp như ở dung dịch tiêu chuẩn, trong điều kiện hoàn toàn giống nhau. Ghi sắc ký đồ. Tỷ số diện tích của hai pic metanol và 2-propanol ở mẫu thử là A_m .

4.6.6 Tính kết quả

So sánh hai tỷ số diện tích A_m và A_{tc} ($A_m \leq A_{tc}$).

Chú thích - Pic etanol không gây ảnh hưởng đến kết quả.

TCVN 6971 : 2001

4.7 Chất làm sáng huỳnh quang

4.7.1 Nguyên tắc

Chiếu đèn cực tím vào giấy lọc đã được nhúng vào dung dịch mẫu thử và xác định sự có mặt của chất làm sáng huỳnh quang trong mẫu.

4.7.2 Dụng cụ

- đèn chiếu tia cực tím, sử dụng ở bước sóng khoảng 360 nm;
- giấy lọc định tính (giấy lọc thường), kích thước lỗ 20 - 25 μm , kích thước giấy 25 mm x 50 mm;
- cốc thuỷ tinh, dung tích 250 ml;

4.7.3 Cách tiến hành

Hoà tan 2,0 gam mẫu vào 100 ml nước nóng ở 40 °C. Nhúng giấy lọc vào dung dịch trong khoảng 30 phút. Sau đó nhúng dải giấy lọc này vào 100 ml nước nóng ở 40 °C trong 5 phút, lặp lại quá trình này một lần nữa. Đồng thời làm giấy mẫu trắng để so sánh, giấy này chỉ nhúng trong nước. Để khô giấy và dùng đèn tia cực tím chiếu giấy trong buồng tối, đặt giấy cách đèn 20 - 30 cm.

4.7.4 Tính kết quả

So sánh giấy có nhúng vào mẫu và giấy nhúng vào mẫu trắng.

4.8 Xác định độ pH

Theo TCVN 5456-91.

4.9 Xác định độ phân huỷ sinh học

Theo TCVN 6969 : 2001.

5 Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả gồm các thông tin sau:

- cách nhận biết về mẫu thử;
- các phương pháp sử dụng (theo tiêu chuẩn này);
- các kết quả thu được và cách biểu thị các kết quả;
- các chi tiết của mọi thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này hoặc các tiêu chuẩn khác, hoặc bất kỳ thao tác tùy ý nào cũng như các sự cố xảy ra ảnh hưởng đến kết quả.

6 Bao gói, ghi nhãn, vận chuyển và bảo quản sản phẩm

6.1 Bao gói

Nước rửa dùng cho nhà bếp được đóng trong các chai bằng nhựa.

Các chai nước rửa dùng trong nhà bếp được xếp trong các thùng bằng các tông hoặc bao bì khác đảm bảo chắc chắn và an toàn trong quá trình vận chuyển và bảo quản. Số lượng đóng gói theo thoả thuận nhưng sai lệch khối lượng đơn vị bao gói theo đúng qui định hiện hành.

6.2 Ghi nhãn

Trên mỗi chai nước rửa dùng cho nhà bếp đều có nhãn ghi:

- tên hàng hoá;
- tên và địa chỉ cơ sở sản xuất;
- thành phần nguyên liệu chính;
- dung tích mỗi chai;
- Chỉ tiêu chất lượng chính;
- hướng dẫn sử dụng;
- ngày sản xuất;
- hạn sử dụng;

Trên mỗi thùng các tông có nhãn ghi:

- tên hàng hoá;
- tên và địa chỉ cơ sở sản xuất;
- số lượng chai;
- hướng dẫn bảo quản (ký hiệu che mưa, nắng);
- ngày sản xuất.

6.3 Vận chuyển và bảo quản

Nước rửa dùng cho nhà bếp được vận chuyển bằng phương tiện thông dụng nhưng không được chống, xếp quá cao tránh gây đổ vỡ, bẹp bao bì sản phẩm và phải được che mưa nắng.

Bảo quản nước rửa dùng cho nhà bếp trong kho khô mát.