

TCVN 5720 : 2001

Soát xét lần 2

BỘT GIẶT TỔNG HỢP GIA DỤNG

Powder synthetic detergent for home laundering

HÀ NỘI - 2001

Lời nói đầu

TCVN 5720 : 2001 thay thế cho TCVN 5720 - 1993.

TCVN 5720 : 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.

Bột giặt tổng hợp gia dụng

Powder synthetic detergent for home laundering

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này áp dụng cho bột giặt tổng hợp gia dụng dùng nguyên liệu là các chất hoạt động bề mặt dễ bị phân huỷ sinh học và một số chất phụ gia khác.

2 Tiêu chuẩn viện dẫn

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 - Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.

3 Yêu cầu kỹ thuật

3.1 Bột giặt tổng hợp gia dụng có chất lượng 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	Hỗn hợp đồng nhất ở dạng bột hoặc hạt, tơi xốp, không vón cục.
2. Màu	Màu trắng hoặc cho phép điểm các hạt phụ gia xanh nhạt hoặc màu
3. Mùi	Có mùi thơm 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.	20,0
2. pH của dung dịch bột giặt 1% trong nước	9 - 11
3. Hàm lượng phốt pho (theo P_2O_5), tính bằng phần trăm khối lượng, không nhỏ hơn.	5
4. Hàm lượng chất không tan trong nước(ở 25°C), tính bằng phần trăm khối lượng, không lớn hơn	3
5. Hàm lượng nước và các chất bay hơi, tính bằng phần trăm khối lượng, không lớn hơn.	12
6. 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 0,001g.

4.2 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu theo TCVN 5454 : 1999 và TCVN 5491 : 1991. Khối lượng mẫu thí nghiệm không nhỏ hơn 500 g.

Mẫu thí nghiệm được cho vào bình 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 g mẫu vào cốc thuỷ tinh không màu dung tích 500 ml. Quan sát mẫu bằng mắt thường, ở nơi có đủ ánh sáng, tránh ánh sáng chói. Không để mẫu bị ảnh hưởng của màu sắc khác và mùi lạ ở gần. 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.

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 bột giặt bằng etanol và được tính sau khi trừ đi những thành phần khác cũng tan trong etanol như natri clorua, natri cacbonat.

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

Chuẩn độ muối natri cacbonat bằng axit theo chỉ thị metyl da cam.

4.4.2 Hoá chất và thuốc thử:

- etanol 96°;
- bạc nitrat, dung dịch 0,1 N;
- kali cromat, dung dịch 10 %;
- axit nitric, dung dịch 1 : 4 và 0,1 N;
- metyl da cam, dung dịch 0,1 %;
- magie nitrat, dung dịch 20 %.

4.4.3 Thiết bị và dụng cụ:

- tủ sấy duy trì ở nhiệt độ $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$;
- bếp cách thuỷ;
- bình hút ẩm;
- bình tam giác dung tích 100 ml;
- cốc thuỷ tinh, dung tích 250 ml;
- buret 25 ml;
- giấy lọc thường hoặc băng trắng.

4.4.4 Cách tiến hành

4.4.4.1 Xác định tổng hàm lượng chất tan trong etanol

Cân khoảng 2 g mẫu (chính xác đến 0,001 g) vào cốc thuỷ tinh dung tích 250 ml, thêm vào đó 40 ml etanol. Đặt cốc bằng mặt kính đồng hồ, đun nóng trên bếp cách thuỷ và khuấy cho mẫu phân tán hoàn toàn. Lọc mẫu qua giấy lọc vào bình tam giác 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 cô nhẹ bình này trên bếp cách thuỷ cho đến khi chỉ còn lại cặn. Sấy bình tam giác này ở nhiệt độ 105°C đến khối lượng không đổi. Để nguội bình trong bình hút ẩm, sau 30 phút đem cân (chính xác đến 0,001 g) được giá trị m_1 .

4.4.4.2 Xác định hàm lượng natri cacbonat tan trong etanol

Hoà tan phần cặn sau khi xác định chất tan trong etanol (4.4.4.1) trong 30 ml nước cất nóng, để nguội, thêm vài giọt chỉ thị metyl da cam và chuẩn độ bằng axit nitric 0,1 N đến khi mẫu của dung dịch chuyển từ vàng sáng sang da cam, thể tích chuẩn độ là V . Dung dịch sau khi chuẩn độ giữ lại để xác định clorua.

4.4.4.3 Xác định hàm lượng muối clorua tan trong etanol

Dung dịch sau khi xác định natri cacbonat ở điều 4.4.4.2, điều chỉnh đến pH = 6 - 8, thêm 10 ml magie nitrat, rồi đun nóng trên bếp cách thuỷ đến khi xuất hiện kết tủa, lọc và rửa kỹ kết tủa, thu hồi dung dịch lọc vào bình tam giác, thêm vào 1 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 với mẫu trắng với đầy đủ các thuốc thử nhưng không có mẫu, thể tích chuẩn độ là V_0 .

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

$(m_1 - m_0)$ là khối lượng của cặn ở trong bình, tính bằng gam;

m_0 là khối lượng của bình, tính bằng gam;

m là khối lượng mẫu thử, tính bằng gam.

4.4.5.2 Hàm lượng natri cacbonat tan trong etanol

Hàm lượng natri cacbonat tan trong etanol (X_2), tính bằng phần trăm khối lượng, theo công thức sau:

$$X_2 = \frac{V \times 0,0053 \times 100}{m}$$

trong đó

V là thể tích axit nitric 0,1 N dùng để chuẩn độ mẫu thử, tính bằng mililit;

0,0053 là lượng gam natri cacbonat tương ứng với 1 ml axit nitric 0,1N;

m là khối lượng mẫu thử, tính bằng gam.

4.4.5.3 Hàm lượng muối clorua tan trong etanol

Hàm lượng muối clorua tan trong etanol (X_3), quy ra NaCl, tính bằng phần trăm khối lượng, theo công thức sau:

$$X_3 = \frac{(V_1 - V_0) \times 0,0058 \times 100}{m}$$

trong đó

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

V_0 là thể tích bạc nitrat 0,1N 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.

4.4.5.4 Tổng hàm lượng chất hoạt động bề mặt tan trong etanol

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 %;

X_2 là hàm lượng natri cacbonat tan trong etanol, tính bằng %;

X_3 là hàm lượng natri clorua 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 phân tích, sử dụng cùng loại thiết bị không được 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 được vượt quá 0,5 % chất hoạt động bề mặt.

4.5 Xác định tổng hàm lượng phospho oxit (V)

4.5.1 Nguyên tắc

Các muối phosphat trong bột giặt được chuyển sang dạng octophosphat bằng axit clohidric và được chuẩn độ bằng natri hidroxit theo chỉ thị phenolftalein.

4.5.2 Hoá chất và thuốc thử:

- axit clohidric d = 1,19 (1 + 1);
- natri hidroxit, dung dịch không có cacbonat 30 % và 0,1 N;
- metyl da cam, dung dịch 0,1 %;
- phenolphtalein, dung dịch 0,1 % pha trong etanol.

4.5.3 Dụng cụ:

- bát sứ 50 ml;
- lò nung có điều chỉnh nhiệt độ 550 °C;
- cốc, dung tích 250 ml;
- bình định mức, dung tích 250 ml;
- mặt kính đồng hồ.

4.5.4 Cách tiến hành

Cân khoảng 5 g mẫu (chính xác đến 0,001 g) vào bát sứ, đốt trên bếp điện cho đến khi phần lớn chất cháy được cháy hết, chuyển bát sứ vào lò nung, nung ở 550 °C trong khoảng 10 - 15 phút, chất còn lại có màu tro xám. Để nguội, thêm cẩn thận 20 ml axit clohidric (1 + 1) vào bát sứ rồi

chuyển sang cốc dung tích 250 ml, tráng bát sứ bằng nước cất, gộp vào cốc và thêm nước đến khoảng 100 ml. Đậy mặt kính đồng hồ, đun sôi nhẹ trong 30 phút. Để nguội, chuyển vào bình định mức dung tích 250 ml, định mức đến vạch và lắc kỹ. Lọc qua phễu lọc và giấy lọc khô. Tráng bỏ phần nước lọc đầu. Lấy 50 ml dung dịch lọc vào cốc dung tích 250 ml, thêm 1 đến 2 giọt metyl da cam, trung hoà lúc đầu bằng natri hidroxit 30 % đến gần chuyển màu rồi thêm từng giọt natri hidroxit 0,1 N đến khi mẫu dung dịch chuyển từ da cam sang vàng sáng. Thêm tiếp vào dung dịch 4 đến 5 giọt phenolphthalein, chuẩn độ với natri hidroxit 0,1 N đến khi mẫu của của dung dịch chuyển sang hồng, thể tích chuẩn độ này là V_4 (ml).

4.5.5 Tính kết quả

Hàm lượng phospho (quy ra P_2O_5) X_4 , tính bằng % theo công thức:

$$X_4 = \frac{V_4 \times 0,0071}{m} \times \frac{250}{50} \times 100$$

trong đó

V_4 là thể tích của dung dịch NaOH 0,1 N tiêu tốn khi chuẩn độ, tính bằng millilit;

0,0071 là lượng gam P_2O_5 tương ứng với 1 ml dung dịch NaOH 0,1 N;

m là khối lượng mẫu cân, tính bằng gam.

4.5.6 Độ chụm của phương pháp

4.5.6.1 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% P_2O_5 .

4.5.6.2 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% P_2O_5 .

4.6 Xác định độ pH

Theo TCVN 5458 – 91.

4.7 Xác định chất không tan trong nước

4.7.1 Nguyên tắc

Mẫu sau khi hoà tan trong nước ở 25 °C được lọc, phần cặn không tan được xác định bằng phương pháp trọng lượng sau khi đã sấy ở 135 °C.

4.7.2 Thiết bị và dụng cụ:

- cốc thuỷ tinh, dung tích 500 ml;
- máy khuấy từ, tốc độ 150 - 300 vòng/phút và que khuấy từ (con từ);
- chén lọc xốp, có lỗ kích thước 125 µm;
- tủ sấy duy trì ở nhiệt độ 135 °C.

4.7.3 Cách tiến hành

Cân khoảng 1 g mẫu (chính xác đến 0,001 g) vào cốc dung tích 500 ml, thêm 200 ml nước cất ở nhiệt độ 25°C. Hoà tan mẫu trên máy khuấy liên tục trong hai phút, lọc mẫu qua chén lọc xốp đã được sấy khô ở 135°C đến khối lượng không đổi m_0 và cân chính xác đến 0,001 g. Chuyển hết phần cặn không tan vào chén lọc. Rửa chén lọc bằng nước đến hết bọt. Sấy chén lọc ở 135°C trong 1,5 giờ. Để nguội chén lọc trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng rồi đem cân với độ chính xác đến 0,001 g được giá trị m_1 .

4.7.4 Tính kết quả

Hàm lượng chất không tan trong nước (X_s), tính bằng phần trăm khối lượng, theo công thức sau:

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

trong đó

- m_0 là khối lượng của chén lọc, tính bằng gam;
- m_1 là khối lượng của cặn và chén lọc, tính bằng gam;
- m là khối lượng mẫu thử, tính bằng gam.

4.7.5 Độ chụm của phương pháp

4.7.5.1 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 phân tích, sử dụng cùng loại thiết bị không được vượt quá 0,3% khối lượng cặn.

4.7.5.2 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 % khối lượng căn.

4.8 Hàm lượng nước và các chất bay hơi

4.8.1 Nguyên tắc

Hàm lượng nước và chất bay hơi là phần mẫu bị mất đi sau khi sấy ở 105°C đến khối lượng không đổi.

4.8.2 Thiết bị và dụng cụ:

- bình hút ẩm;
- tủ sấy điều chỉnh ở nhiệt độ 105 °C;
- hộp cân, đường kính 50 - 70 mm.

4.8.3 Cách tiến hành

Cân khoảng 2 g mẫu (chính xác đến 0,001 g) vào hộp cân đã được sấy và cân đến khối lượng không đổi m_0 chính xác đến 0,001 g. Cho mẫu vào tủ sấy ở nhiệt độ 105 °C đến khối lượng không đổi, lấy mẫu ra, để nguội trong bình hút ẩm đến nhiệt độ phòng, đem cân với độ chính xác đến 0,001 g được giá trị m_1 .

4.8.4 Tính kết quả

Hàm lượng chất không tan trong nước (X_6), tính bằng phần trăm khối lượng, theo công thức sau:

$$X_6 = \frac{(m_2 - m_1) \times 100}{m}$$

trong đó

m_2 là khối lượng của hộp cân và mẫu trước khi sấy, tính bằng gam;

m_1 là khối lượng của hộp cân và mẫu sau khi sấy, tính bằng gam;

m là khối lượng mẫu thử, tính bằng gam.

4.8.5 Độ chụm của phương pháp

4.8.5.1 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 % khối lượng của nước và chất bay hơi.

4.8.5.2 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 % khối lượng của nước và chất bay hơi .

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:

- các thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ 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

Bột giặt được đóng trong các bao bì bằng hộp giấy hoặc bằng túi chất dẻo. Các túi, hộp bột giặt được xếp trong các thùng các tông hoặc bao bì khác đảm bảo an toàn cho sản phẩm khi vận chuyển. Số lượng đóng gói theo thỏa thuận, nhưng sai lệch khối lượng đơn vị bao gói theo đúng qui định hiện hành.

6.2 Ghi nhãn

Trên mỗi túi hoặc hộp đựng bột giặt phải có nhãn ghi:

- tên hàng hoá;
- tên và địa chỉ cơ sở sản xuất;
- thành phần và hàm lượng nguyên liệu chính;
- khối lượng tịnh;
- hướng dẫn sử dụng;
- ngày sản xuất.

Trên các thùng các tông có nhãn ghi:

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

6.3 Vận chuyển và bảo quản

Bột giặt được vận chuyển bằng mọi phương tiện thông dụng, nhưng phải được che mưa nắng đảm bảo không ảnh hưởng đến chất lượng sản phẩm.

Bảo quản bột giặt trong kho có mái che, khô thoáng, tránh bảo quản chung với hàng hoá khác.