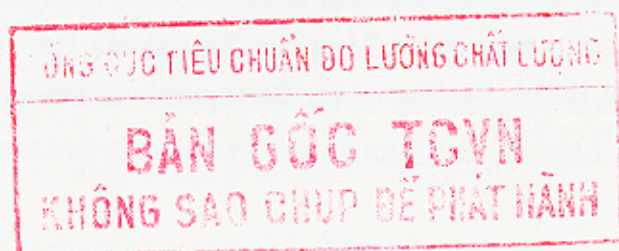


TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

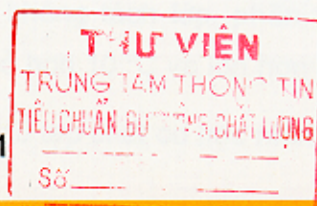
TCVN 6970 : 2001



KEM GIẶT TỔNG HỢP GIA DỤNG

Paste synthetic detergent for home laundering

HÀ NỘI - 2001



Lời nói đầu

TCVN 6970 : 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.

Kem giặt tổng hợp gia dụng

Paste synthetic detergent for home laundering

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này áp dụng cho kem giặt tổng hợp gia dụng sử dụng 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.

3 Yêu cầu kỹ thuật

3.1 Kem 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 ở dạng kem đồng nhất, không tách lớp, phân tầng, kết tinh hay chảy nước khi biến đổi nhiệt độ nhỏ hơn 10 °C và lớn hơn 45°C
2. Màu	Màu trắng hoặc xanh nhạt, không có tạp chất cơ học nhìn thấy được
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.	15
2. pH của dung dịch bột giặt 1% trong nước	9 -11
3. Hàm lượng phospho (theo P_2O_5), tính bằng phần trăm khối lượng, không nhỏ hơn	5
4. Hàm lượng chất không tan trong nước, tính bằng phần trăm khối lượng, không lớn hơn	6
5. 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 đến 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 là 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 nhãn ghi:

- 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 dung tích 500 ml. Quan sát mẫu bằng mắt thường, ở nơi có đủ ánh sáng, tránh ánh sáng chói và 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 10 °C : Lấy khoảng 200 g mẫu vào cốc thuỷ tinh dung tích 250 ml và đặt ở bình ổn nhiệt 10 °C, sau một tuần lấy mẫu ra quan sát.

Thử mẫu ở nhiệt độ lớn hơn 45 °C : Lấy khoảng 200 g mẫu vào cốc thuỷ tinh dung tích 250 ml và đặt ở bình ổn nhiệt 45 °C, sau hai ngày lấy mẫu 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 kem 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 với chỉ thị mẫu kali cromat.

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

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 và 0,1 N;
- methyl 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 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- bếp cách thủy;
- bình hút ẩm;
- bình tam giác dung tích 100 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 2 g mẫu (chính xác đến 0,001 g) vào cốc thủy tinh dung tích 250 ml, thêm vào đó 50 ml etanol. Đậy 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 băng vàng 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 cô nhẹ bình này trên bếp cách thủy cho đến khi chỉ còn lại cặn. Sấy bình tam giác này ở nhiệt độ $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến khối lượng không đổi. Để nguội đến nhiệt độ phòng và 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 ở điều 4.4.4.1 trong 30 ml nước nóng, để nguội, thêm vài giọt chỉ thị metyl da cam và chuẩn độ bằng axit nitric 0,1 N đến khi màu của dung dịch chuyển từ vàng sáng sang da cam, 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 được điều chỉnh đến pH = 6 - 8 bằng dung dịch axit nitric 1+4, thêm 10 ml magie nitrat, đun nóng trên bếp cách thủy 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 một mẫu trắng, thể tích là V_2 .

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 của bình, tính bằng gam;

$(m_1 - m_0)$ là khối lượng của cặn ở trong 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 mililít;

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

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:

$$X_3 = \frac{(V_1 - V_2) \times 0,0058 \times 100}{m}$$

trong đó

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

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

m là khối lượng mẫu thử, tính bằng gam;

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

TCVN 6970 : 2001

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 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 tổng hàm lượng phospho oxit (V)

4.5.1 Nguyên tắc

Các muối phosphat trong kem giặt được chuyển sang dạng octophosphat và được chuẩn độ bằng natri hidroxit theo chỉ thị phenolphtalein.

4.5.2 Hoá chất và thuốc thử:

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

4.5.3 Dụng cụ:

- chén sứ hoặc bát sứ 50 ml;
- lò nung có điều chỉnh nhiệt độ;
- 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 chén sứ, đốt trên bếp điện cho đến khi phần lớn chất cháy được cháy hết, chuyển chén sứ sang 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), rồi chuyển sang cốc dung tích 250 ml, tráng chén sứ bằng nước cất, gộp vào cốc, 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 dung dịch qua phễu lọc và giấy lọc khô. Tráng bỏ phần nước lọc đầu. Hút 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 màu dung dịch chuyển từ da cam sang vàng sáng. Thêm tiếp vào dung dịch 4 đến 5 giọt phenolphtalein, chuẩn độ với natri hidroxit 0,1 N đến khi màu 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 mililít;

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

m là khối lượng mẫu cân, tính bằng gam.

4.5.6 Độ chụmcủa 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;
- chén lọc xốp, có kích thước lỗ 125 μ m;
- tủ sấy điều chỉnh 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 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 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_5), tính bằng phần trăm khối lượng, theo công thức sau:

$$X_5 = \frac{(m_1 - m_0) \times 100}{m}$$

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 thao tác, sử dụng cùng loại thiết bị, không 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 cặn.

4.8 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 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

Kem giặt được đóng trong các hộp bằng nhựa hoặc bằng các vật liệu khác đảm bảo không bị rách, vỡ trong quá trình vận chuyển.

Các hộp kem giặt được xếp trong các thùng các tông, 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 qui định hiện hành.

6.2 Ghi nhãn

Trên mỗi hộp nhựa đều có nhãn ghi:

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

Trên mỗi thùng các tông có nhãn ghi:

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

6.3 Vận chuyển và bảo quản

Kem giặt được vận chuyển bằng mọi phương tiện thông dụng, nhưng không được chồng xếp quá cao tránh gây đổ vỡ, bẹp bao bì sản phẩm và phải được che mưa nắng.

Bảo quản kem giặt trong kho khô mát.
