



CỘNG HOÀ XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

QCVN : 2010/BYT

**QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA
VỀ VỆ SINH AN TOÀN ĐỐI VỚI DỤNG CỤ, VẬT CHỨA
ĐỰNG, BAO BÌ LÀM BẰNG NHỰA TỔNG HỢP TIẾP XÚC
TRỰC TIẾP VỚI THỰC PHẨM**

*National technical regulation on the safety
of Synthetic resin Implement, Container and Packaging direct contact
with food product*

HÀ NỘI - 2010

Lời nói đầu

QCVN:2010/BYT do do Ban soạn thảo Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về ô nhiễm hóa học và sinh học do bao bì trong thực phẩm biên soạn biên soạn, Cục An toàn vệ sinh thực phẩm trình duyệt và được ban hành theo Thông tư số /2010/TT-BYT ngày tháng năm 2010 của Bộ trưởng Bộ Y tế.

QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA VỀ VỆ SINH AN TOÀN ĐỐI VỚI DỤNG CỤ, VẬT CHỨA ĐỰNG, BAO BÌ LÀM BẰNG NHỰA TỔNG HỢP TIẾP XÚC TRỰC TIẾP VỚI THỰC PHẨM

*National technical regulation on the safety
of Synthetic resin Implement and Container, packaging direct contact
with food product*

1. QUY ĐỊNH CHUNG

1. Phạm vi điều chỉnh

Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia (sau đây gọi tắt là Quy chuẩn) này quy định các yêu cầu kỹ thuật và quản lý về chất lượng, vệ sinh an toàn đối với dụng cụ, vật chứa đựng bao bì làm bằng nhựa tổng hợp tiếp xúc trực tiếp với thực phẩm.

2. Đối tượng áp dụng

Quy chuẩn này áp dụng đối với:

2.1. Tổ chức, cá nhân nhập khẩu, xuất khẩu, sản xuất, buôn bán và sử dụng các sản phẩm thực phẩm có sử dụng dụng cụ vật, chứa đựng, bao bì làm bằng nhựa tổng hợp tiếp xúc trực tiếp với thực phẩm.

2.2. Cơ quan quản lý nhà nước có liên quan.

3. Giải thích từ ngữ và chữ viết tắt:

II. YÊU CẦU KỸ THUẬT, PHƯƠNG PHÁP THỬ VÀ LẤY MẪU

1. Yêu cầu kỹ thuật đối với dụng cụ, vật chứa đựng, bao bì làm bằng nhựa tổng hợp tiếp xúc trực tiếp với thực phẩm được quy định tại các phụ lục ban hành kèm theo Quy chuẩn này như sau:

1.1. Phụ lục 1: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với dụng cụ, vật chứa đựng, bao bì làm bằng nhựa tổng hợp tiếp xúc trực tiếp với thực phẩm có thành phần chính là Phenol, nhựa Melamin và nhựa Urea

1.2. Phụ lục 2: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với dụng cụ, vật chứa đựng, bao bì làm bằng nhựa tổng hợp tiếp xúc trực tiếp với thực phẩm có thành phần chính là Formadehyde

1.3. Phụ lục 3: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với dụng cụ, vật chứa đựng, bao bì làm bằng nhựa tổng hợp tiếp xúc trực tiếp với thực phẩm có thành phần chính là Polyvinyl Clorid (PVC)

1.4. Phụ lục 4: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với dụng cụ, vật chứa đựng, bao bì làm bằng nhựa tổng hợp tiếp xúc trực tiếp với thực phẩm có thành phần chính là Polyethylen hoặc Polypropylen (PE, PP)

1.5. Phụ lục 5: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với dụng cụ, vật chứa đựng, bao bì làm bằng nhựa tổng hợp tiếp xúc trực tiếp với thực phẩm có thành phần chính là Polystyrenm (PS)

1.6. Phụ lục 6: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với dụng cụ, vật chứa đựng, bao bì làm bằng nhựa tổng hợp tiếp xúc trực tiếp với thực phẩm có thành phần chính là Polyvinyliden Chlorid (PVDC)

1.7. Phụ lục 7: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với dụng cụ, vật chứa đựng, bao bì làm bằng nhựa tổng hợp tiếp xúc trực tiếp với thực phẩm có thành phần chính là Polyethylen Terephthalat (PET)

1.8. Phụ lục 8: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với dụng cụ, vật chứa đựng, bao bì làm bằng nhựa tổng hợp tiếp xúc trực tiếp với thực phẩm có thành phần chính là Polymethyl Metacrylat (PMMA)

1.9. Phụ lục 9: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với dụng cụ, vật chứa đựng, bao bì làm bằng nhựa tổng hợp tiếp xúc trực tiếp với thực phẩm có thành phần chính là Nylon

1.10. Phụ lục 10: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với dụng cụ, vật chứa đựng, bao bì làm bằng nhựa tổng hợp tiếp xúc trực tiếp với thực phẩm có thành phần chính là Polymethyl Penten (PMP)

1.11. Phụ lục 11: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với dụng cụ, vật chứa đựng, bao bì làm bằng nhựa tổng hợp tiếp xúc trực tiếp với thực phẩm có thành phần chính là Polycarbonat

1.12. Phụ lục 12: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với dụng cụ, vật chứa đựng, bao bì làm bằng nhựa tổng hợp tiếp xúc trực tiếp với thực phẩm có thành phần chính là Polyvinyl Acol (PA)

1.13. Phụ lục 13: Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử đối với dụng cụ, vật chứa đựng, bao bì làm bằng nhựa tổng hợp tiếp xúc trực tiếp với thực phẩm có thành phần chính là Polylactic Acid (PLA)

III. YÊU CẦU QUẢN LÝ

IV. TRÁCH NHIỆM CỦA TỔ CHỨC, CÁ NHÂN

1. Tổ chức, cá nhân phải công bố hợp quy phù hợp với các quy định kỹ thuật tại Quy chuẩn này, đăng ký bản công bố hợp quy tại Cục An toàn vệ sinh thực phẩm và bảo đảm chất lượng, vệ sinh an toàn theo đúng nội dung đã công bố.

V. TỔ CHỨC THỰC HIỆN

1. Giao Cục An toàn vệ sinh thực phẩm chủ trì, phối hợp với các cơ quan chức năng có liên quan hướng dẫn triển khai và tổ chức việc thực hiện Quy chuẩn này.

2. Căn cứ vào yêu cầu quản lý, Cục An toàn vệ sinh thực phẩm có trách nhiệm kiến nghị Bộ Y tế sửa đổi, bổ sung Quy chuẩn này.

3. Trường hợp hướng dẫn của quốc tế về phương pháp thử và các quy định của pháp luật viện dẫn trong Quy chuẩn này được sửa đổi, bổ sung hoặc thay thế thì áp dụng theo văn bản mới.

Phụ lục 1

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI CÁC DỤNG CỤ, VẬT CHỨA ĐỰNG, BAO BÌ LÀM BẰNG NHỰA TỔNG HỢP CÓ THÀNH PHẦN CHÍNH LÀ NHỰA PHENOL, NHỰA MELAMIN, NHỰA UREA

1. Yêu cầu kỹ thuật

1.1. Đối với vật liệu

Chì Không được quá 100 µg/g

Cadmi Không được quá 100 µg/g

1.2. Độ thôi nhiễm

Kim loại nặng Hàm lượng kim loại nặng trong mẫu không được quá 1 µg/ml tính theo Chì

Phenol Hàm lượng phenol trong mẫu không được quá 5 µg/ml

Formaldehyd Hàm lượng Formaldehyd trong mẫu thử phải đạt yêu cầu như đã mô tả trong phần phương pháp thử

Cặn khô Cặn khô còn lại sau khi cho bay hơi dung dịch thử không được quá 30 µg/ml.

2. Phương pháp thử

2.1. Thử vật liệu

Chì và Cadmi

- Chuẩn bị dung dịch thử:

Cân 1,0 g (chính xác đến mg) mẫu cho vào đĩa bay hơi bằng bạch kim, thạch anh hoặc thủy tinh chịu nhiệt, thêm 2ml acid sulfuric, gia nhiệt từ từ cho đến khi hết khói trắng bay ra từ acid sulfuric và phần lớn mẫu đã bị than hóa. Sau đó, cho đĩa vào nung trong lò điện tại 450°C để quá trình than hóa xảy ra hoàn toàn, lặp lại quá trình thêm acid sulfuric và nung đối với cặn trên đĩa, để nguội. Thêm vào cặn 5ml acid hydrochloric (1/2), trộn đều, và cho bay hơi trên bể cách thủy. Sau khi để nguội, thêm 20 ml acid nitric 0,1 mol/l, hòa tan, lọc và loại bỏ phần không tan, thu phần dịch lọc làm dung dịch thử.

- Chuẩn bị dung dịch chuẩn:

Cadmi:

➤ Dung dịch chuẩn Cadmi gốc:

Cân 100 mg cadmi, hòa tan trong 50 ml acid nitric 10%, cô trên bếp cách thủy. Sau đó thêm acid nitric 0,1 mol/l để hòa tan và định mức đến đủ 100 ml. Dung dịch chuẩn cadmi gốc này có nồng độ 1 mg/ml.

➤ Dung dịch chuẩn Cadmi làm việc:

Lấy chính xác 1 ml dung dịch chuẩn cadmi gốc, thêm acid nitric 0,1 mol/l đến đủ 200 ml. Dung dịch chuẩn làm việc này có nồng độ 5 µg/ml.

Chì :

➤ Dung dịch chuẩn Chì gốc:

Hòa tan 159,8 mg chì (II) nitrat trong 10 ml acid nitric 10%, và thêm nước cất định mức đến đủ 100 ml. Dung dịch chuẩn chì gốc này có nồng độ 1 mg/ml.

➤ Dung dịch chuẩn chì làm việc:

Lấy chính xác 1 ml dung dịch chuẩn chì gốc, thêm acid nitric 0,1 mol/l định mức đến đủ 200 ml. Dung dịch chuẩn làm việc này có nồng độ 5 µg/ml.

- Tiến hành : Dùng quang phổ hấp thụ nguyên tử hoặc quang phổ phát xạ plasma để xác định cadimi và chì trong dung dịch thử.

2.2 Thử thôi nhiễm

Kim loại nặng

- Chuẩn bị dung dịch thử:

Rửa sạch mẫu bằng nước cất, ngâm trong dung dịch ngâm thôi acid acetic 4% theo tỷ lệ 2ml /1cm² mẫu, điều kiện ngâm 60°C trong 30 phút.

- Nếu mẫu sử dụng ở nhiệt độ trên 100°C dùng dung dịch ngâm thôi là axit axetic 4% ở 95°C trong 30 phút

- Chuẩn bị dung dịch chuẩn chì:

➤ Dung dịch chuẩn Chì gốc:

Hòa tan 159,8 mg chì (II) nitrat trong 10 ml acid nitric 10%, và thêm nước cất định mức đến đủ 100 ml. Dung dịch chuẩn chì gốc này có nồng độ 1 mg/ml.

➤ Dung dịch chuẩn chì làm việc:

Lấy chính xác 1 ml dung dịch chuẩn chì gốc, thêm acid nitric 0,1 mol/l định mức đến đủ 100 ml. Dung dịch chuẩn làm việc này có nồng độ 10 µg/ml.

- Tiến hành:

Ống thử: Cho 20ml dung dịch thử vào ống Nessler, thêm nước cất đến đủ 50ml.

Ống so sánh: Tiến hành đồng thời với 1 ống Nessler khác, cho 2ml dung dịch chuẩn chì, thêm 20ml dung dịch acid acetic 4%, thêm nước cất đến đủ 50ml.

Nhỏ vào mỗi ống 2 giọt thuốc thử Natri sulfid, để yên trong 5 phút, sau đó quan sát cả 2 ống trên nền trắng. Màu của ống thử không được đậm hơn màu của ống chuẩn.

- Chuẩn bị dung dịch thử:

Rửa sạch mẫu bằng nước cất, ngâm thôi trong nước cất theo tỷ lệ 2ml/1cm² mẫu, điều kiện ngâm 60°C trong 30 phút.

- Chuẩn bị dung dịch phenol chuẩn:

Dung dịch chuẩn phenol gốc: Cân chính xác 1,0 g phenol, hòa tan trong 100 ml nước.

Dung dịch chuẩn trung gian: Lấy chính xác 1 ml dung dịch chuẩn gốc vào bình định mức và thêm nước cất đến đủ 100 ml.

Phenol

Dung dịch chuẩn làm việc: Lấy chính xác 1 ml dung dịch chuẩn trung gian thêm nước cất đến đủ 20 ml. Dung dịch chuẩn làm việc có nồng độ 5 µg/ml.

- Chuẩn bị dung dịch đệm acid boric:

Chuẩn bị 2 dung dịch

- Dung dịch số 1: Hoà tan 4,0 g NaOH trong nước, thêm nước định mức đến đủ 100 ml.
- Dung dịch số 2: Hoà tan 6,2 g acid boric trong nước, thêm nước định mức đến đủ 100 ml.

Lấy mỗi dung dịch một lượng bằng nhau rồi lắc đều

- Tiến hành:

Lấy chính xác 20 ml dung dịch thử, thêm 3 ml dung dịch đệm acid boric và trộn đều, sau đó thêm 5 ml antipyrin 4-amin và 2,5 ml kali hexacyanoferrat (III) và nước để đủ 100 ml. Trộn đều và để yên trong 10 phút ở nhiệt độ phòng.

Tiến hành tương tự với 20 ml dung dịch chuẩn làm việc thay cho 20 ml dung dịch thử.

Đo độ hấp thụ quang của 2 hỗn hợp ở bước sóng 510 nm. Độ hấp thụ quang của dung dịch thử không được vượt quá độ hấp thụ quang của dung dịch chuẩn làm việc.

Formaldehyd

Chuẩn bị dung dịch thử : Rửa sạch mẫu bằng nước cất, ngâm thối mẫu trong nước theo tỷ lệ 2ml/1cm² mẫu, điều kiện ngâm 60⁰C trong 30 phút.

Tiến hành: Cho vào ống đo có chia vạch 200 ml một lượng 10 ml dung dịch mẫu với 1 ml acid photphoric 20%, sau đó thêm 5-10 ml nước và tiến hành chưng cất hơi nước với ống sinh hàn ngập trong nước. Khi chưng cất được khoảng 190 ml thì ngừng và thêm nước định mức đủ 200 ml. Lấy 5 ml dung dịch này cho vào ống nghiệm có đường kính 15 mm và thêm 5 ml thuốc thử acetylacetone. Khuấy đều và gia nhiệt cách thủy trên bể nước sôi trong 10 phút.

Dung dịch so sánh: Một ống nghiệm có đường kính 15 mm khác, cho vào 5 ml nước và 5 ml thuốc thử acetylacetone. . Khuấy đều và gia nhiệt cách thủy trên bể nước sôi trong 10 phút.

Quan sát các ống nghiệm trên nền trắng, dung dịch mẫu phải không tối màu hơn dung dịch so sánh.

Cặn khô

- Chuẩn bị dung dịch thử:

Tùy thuộc vào mục đích sử dụng của bao bì chứa đựng thực phẩm, lựa chọn dung dịch ngâm thối theo hướng dẫn sau:

Mục đích sử dụng	Dung dịch ngâm thối
Dầu, thức ăn béo	heptan
Đồ uống có cồn	20% ethanol
Không phải thực phẩm có dầu hoặc chất béo và đồ uống có cồn	
Thực phẩm có độ pH trên 5	Nước
Thực phẩm có độ pH nhỏ hơn hoặc bằng 5	4% axit axetic

Chuẩn bị dung dịch thử theo quy trình sau, trừ những phương pháp có hướng dẫn cụ thể :

Rửa sạch các mẫu bằng nước cất, sau đó ngâm mẫu trong dung dịch ngâm thổi theo tỷ lệ 2ml/cm².

- Điều kiện ngâm:

Gia nhiệt tới 60⁰C giữ nhiệt đó trong 30 phút.

Nếu mẫu sử dụng ở nhiệt độ trên 100⁰C đồng thời sử dụng dung dịch ngâm thổi là acid axetic 4% hoặc heptan thì điều kiện ngâm thổi như sau:

- Đối với acid axetic 4% gia nhiệt tới 95⁰C trong 30 phút
- Đối với heptane gia nhiệt tới 25⁰C trong 60 phút

- Tiến hành:

Lấy 200-300 ml dung dịch thử (nếu sử dụng heptan là dung dịch ngâm thổi, thì chuyển 200-300 ml dung dịch thử vào một bình hình quả trứng, cô chân không đến còn một vài ml, chuyển phần dịch cô vào một đĩa bạch kim khô, thạch anh, hoặc cốc thủy tinh chịu nhiệt (đã cân bì và gia nhiệt tới 105⁰C) sau đó tráng bình cất hai lần, mỗi lần với khoảng 5 ml heptan và gộp dịch rửa vào dịch cô đã. Cho bay hơi trên bể cách thủy đến khi bốc hơi hết dung dịch và còn lại cặn cứng.

Sấy khô cặn trong 2 giờ ở 105 °C, để nguội trong bình hút ẩm, cân đĩa và cặn xác định khối lượng cặn (sự chênh lệch trọng lượng đĩa và cặn với trọng lượng bì).

Tiến hành đồng thời mẫu trắng, trong đó thay thể tích dung dịch thử bằng thể tích nước cất tương đương.

sử dụng công thức sau để tính lượng cặn:

$$\text{Cặn khô } (\mu\text{g/ml}) = [(a-b) \times 1,000] / \text{thể tích dung dịch thử}$$

Trong đó:

a (mg) = sự chênh lệch khối lượng giữa đĩa có cặn và bì trong thử nghiệm với dung dịch thử.

b (mg) = sự chênh lệch khối lượng giữa đĩa có cặn và bì trong thử nghiệm với mẫu trắng.

Phụ lục 2

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI CÁC CÁC DỤNG CỤ, VẬT CHỨA ĐỰNG, BAO BÌ LÀM BẰNG NHỰA TỔNG HỢP CÓ THÀNH PHẦN CHÍNH LÀ NHỰA FROMALDEHYDE

1. Yêu cầu kỹ thuật

1.1. Đối với vật liệu

Chì Không được quá 100 µg/g

Cadmi Không được quá 100 µg/g

1.2. Độ thôi nhiễm

Kim loại nặng Hàm lượng kim loại nặng trong mẫu không được quá 1 µg/ml tính theo Chì

Lượng KMnO₄ tiêu tốn Không được quá 10 µg/ml

Formaldehyd Hàm lượng Formaldehyd trong mẫu thử phải đạt yêu cầu như đã mô tả trong phần phương pháp thử

Cặn khô Cặn khô còn lại sau khi cho bay hơi dung dịch thử không được quá 30 µg/ml.

2. Phương pháp thử

2.1. Thử vật liệu

Chì và Cadmi Như phần 2.1 Thử vật liệu Phụ lục 1

2.2 Thử thôi nhiễm Như phần 2.2 Phép thử thôi nhiễm, Phụ lục 2

Kim loại nặng Như phần 2.2 Phép thử thôi nhiễm, Phụ lục 1

Lượng KMnO₄ tiêu tốn Chuẩn bị dung dịch thử : Rửa sạch mẫu bằng nước cất, ngâm thôi mẫu trong nước theo tỷ lệ 2ml/1cm² mẫu, điều kiện ngâm 60°C trong 30 phút.

Tiến hành : Cho 100 ml nước, 5 ml acid sulfuric (1 → 3), và 5ml KMnO₄ 0,002 mol / l. Đun sôi khoảng 5 phút, sau đó loại bỏ dung dịch và rửa bình bằng nước. Cho vào bình tam giác đó 100 ml dung dịch thử, 5 ml acid sulfuric (1 → 3), và 10ml KMnO₄ 0,002 mol/l và đun sôi trong 5 phút. Ngay sau khi ngừng làm nóng, thêm 10 ml dung dịch natri oxalat 0,005 mol/l để làm nhạt màu dung dịch. Chuẩn độ với dung dịch KMnO₄ 0,002 mol/l cho đến khi có màu phớt đỏ bền màu. Tiến hành với mẫu trắng và tính lượng kali permanganat tiêu thụ bằng cách sử dụng công thức sau.

Lượng KMnO₄ tiêu thụ (µg/ml) = [(a – b)x0.316xfx 1,000]/100

Trong đó

a = lượng KMnO₄ ,002 mol/l dùng tiến hành với mẫu thử

b = lượng KMnO₄ ,002 mol/l dùng tiến hành với mẫu trắng

f = hệ số KMnO₄ ,002 mol/l

Formaldehyd

Chuẩn bị dung dịch thử : Rửa sạch mẫu bằng nước cất, ngâm thoi mẫu trong nước theo tỷ lệ 2ml/1cm² mẫu, điều kiện ngâm 60⁰C trong 30 phút.

Tiến hành: Cho vào ống đo có chia vạch 200 ml một lượng 10 ml dung dịch mẫu với 1 ml acid photphoric 20%, sau đó thêm 5-10 ml nước và tiến hành chưng cất hơi nước với ống sinh hàn ngập trong nước. Khi chưng cất được khoảng 190 ml thì ngừng và thêm nước định mức đủ 200 ml. Lấy 5 ml dung dịch này cho vào ống nghiệm có đường kính 15 mm và thêm 5 ml thuốc thử acetylacetone. Khuấy đều và gia nhiệt cách thủy trên bể nước sôi trong 10 phút.

Dung dịch so sánh: Một ống nghiệm có đường kính 15 mm khác, cho vào 5 ml nước và 5 ml thuốc thử acetylacetone. . Khuấy đều và gia nhiệt cách thủy trên bể nước sôi trong 10 phút.

Quan sát các ống nghiệm trên nền trắng, dung dịch mẫu phải không tối màu hơn dung dịch so sánh.

Cặn khô

Như phần 2.1 Thử vật liệu Phụ lục 1

Phụ lục 3

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI CÁC CÁC DỤNG CỤ, VẬT CHỨA ĐỰNG, BẢO BÌ LÀM BẰNG NHỰA TỔNG HỢP CÓ THÀNH PHẦN CHÍNH LÀ NHỰA POLYVINYL CHLORIDE (PVC)

1. Yêu cầu kỹ thuật

1.1. Đối với vật liệu

Chì Không được quá 100 µg/g

Cadmi Không được quá 100 µg/g

Dibutyltin Không quá 50 µg/g

Tricresyl phosphat Không quá 1 mg/g

Vinyl chloride Không quá 1 µg/g

1.2. Độ thôi nhiễm

Kim loại nặng Hàm lượng kim loại nặng trong mẫu không được quá 1 µg/ml tính theo Chì

Lượng KMnO₄ tiêu tốn Không được quá 10 µg/ml

Cặn khô Không được quá 30 µg/ml

Không quá 150 µg/ml nếu sử dụng heptane làm dung dịch ngâm thôi

2. Phương pháp thử

2.1. Thử vật liệu

Chì và Cadmi Như phần 2.1 Thử vật liệu Phụ lục 1

Dibutyltin

- Chuẩn bị dung dịch thử :

Cân 0,5g mẫu đã được (thái hoặc nghiền kỹ) và cho vào bình định mức có nút. Thêm 20ml hỗn hợp acetone và hexan tỷ lệ 3:7 và một giọt acid hydrochloric, đậy chặt nắp bình và để qua đêm ở khoảng 40⁰C, thỉnh thoảng lắc để trộn đều. Sau khi làm nguội, lọc lấy dịch, thu dịch lọc và dịch rửa, cô đến khoảng 1ml trên máy cô quay chân không ở nhiệt độ không quá 40⁰C. Sau đó, dùng hexan chuyển toàn bộ vào bình định mức 25ml, thêm hexan đến 25,0 ml. Ly tâm hỗn hợp trong khoảng 10 phút với tốc độ 2500 vòng/phút và sử dụng lớp trên làm dung dịch thử .

- Chuẩn bị dung dịch chuẩn :

Lấy chính xác 100 mg dibutyltin dichloride hòa tan với acetone và hai hoặc ba giọt acid hydrochloric, sau đó thêm acetone định mức đến đủ 100 ml. Lấy 1 ml này với hai hoặc ba giọt axit hydrochloric thêm định mức đến đủ 1000 ml. Dung dịch chuẩn dibutyltin có nồng độ 1 µg/ml

- Tiến hành :

Lấy 2ml mỗi loại dung dịch thử và dung dịch chuẩn

dibutyltin, thêm 5 ml dung dịch đệm acid axetic-natri acetat và 1 ml thuốc thử natri tetraethylborate, sau đó đóng nút ngay lập tức và lắc mạnh trong 20 phút. Để yên hỗn hợp trong khoảng 1 giờ ở nhiệt độ phòng, và loại bỏ lớp hexane. Dùng 1µl dung dịch này, chạy sắc ký khí và khối phổ theo hướng dẫn được mô tả dưới đây, sau đó so sánh thời gian lưu trong phổ sắc ký khí của dung dịch thử và dung dịch chuẩn dibutyltin.

Cột sắc ký	Sử dụng cột bằng thủy tinh silicat dài 30 m đường kính 0,25 mm được phủ một lớp dày 0,25 µm dimethylpolysiloxane chứa diphenylpolysiloxane 5%
Cột nhiệt độ	Đun nóng cột đến 45 ° C trong 4 phút, sau đó tăng nhiệt độ từ từ, cứ 15 ° C mỗi phút cho đến khi đạt 300 ° C , duy trì tại đó nhiệt độ này trong 10 phút.
Nhiệt độ buồng tiêm mẫu	250 ⁰ C
Thiết bị đo	Dùng máy phổ khối cài đặt số khối nguyên tử là 263
Khí mang	Sử dụng Helium.Điều chỉnh tốc độ dòng chảy để dibutyltin chảy ra trong khoảng 13 phút.

Nếu thời gian lưu trong phổ sắc ký khí của dung dịch thử tương ứng với thời gian lưu trong phổ sắc ký lỏng của dung dịch chuẩn . Xác định diện tích vùng lưu dibutyltin trong dung dịch thử. Diện tích vùng lưu này không được lớn hơn vùng lưu trên phổ sắc ký lỏng của dung dịch chuẩn dibutyltin.

Tricresyl phosphat

- Chuẩn bị dung dịch thử :

Cân 0,5g mẫu đã được (thái hoặc nghiền kỹ) và cho vào bình định mức có nút. Thêm 15ml acetonitril, đậy chặt nắp bình và để qua đêm ở khoảng 40⁰C. Sau đó, lọc lấy dịch, thu dịch lọc và dịch rửa, thêm acetonitril đến 25 ml và sử dụng dịch này là dịch chiết acetonitril.

Lấy cột mini nhồi sẵn gel oxitsilic sylyl hóa Octadecyl hoạt hóa cột bằng 5ml acetonitril ; 5ml hỗn hợp acetonitril : nước (1 :1)

Lấy 5ml dịch chiết acetonitril và 5ml nước trộn đều và nạp vào đầu cột đã hoạt hóa

Rửa giải bằng hỗn hợp acetonitril:nước tỷ lệ 2:1 và thu lấy 10ml dịch rửa giải là dung dịch thử.

- Chuẩn bị dung dịch chuẩn :

Cân chính xác 100 mg phosphate tricresyl, thêm acetonitrile hòa tan và định mức đến đủ 100 ml. Lấy 1 ml

dung dịch với 60 ml acetonitrile, sau đó thêm nước và định mức đến đủ 100 ml. Dung dịch chuẩn phosphate tricresyl có nồng độ 10 µg/ ml.

- Tiến hành :

Lấy 20 µl mỗi loại, dung dịch mẫu và dung dịch chuẩn phosphate tricresyl. Chạy sắc ký lỏng theo hướng dẫn được mô tả dưới đây, sau đó so sánh thời gian lưu trong phổ sắc ký lỏng của dung dịch thử và dung dịch chuẩn phosphate tricresyl.

Cột sắc ký	Dùng ống dài 250mm có đường kính 4.6 mm làm bằng thép không gỉ
Nhiệt độ cột	50°C
Thiết bị đo	Dùng máy dò quang phổ tia cực tím. Hoạt động ở bước sóng 264 nm.
Pha động	Dùng hỗn hợp acetonitrile và nước trộn với tỷ lệ 2:1. Điều chỉnh tốc độ dòng chảy để phosphate tricresyl chảy ra trong khoảng 9 phút.

Nếu thời gian lưu trong phổ sắc ký lỏng của dung dịch thử tương ứng với thời gian lưu trong phổ sắc ký lỏng của dung dịch chuẩn phosphate tricresyl. Xác định diện tích vùng lưu phosphate tricresyl trong dung dịch thử. Diện tích vùng lưu này không được lớn hơn vùng lưu trên phổ sắc ký lỏng của dung dịch chuẩn phosphate tricresyl.

Vinyl chloride

Chuẩn bị dung dịch thử: Cân 0,5g mẫu đã được (thái mỏng) và cho vào lọ thủy tinh dung tích 20ml có nắp kín. Sau đó, thêm 2,5ml N,N-dimethyl acetamide và đậy nắp ngay. Tuy nhiên, đối với các mẫu không dễ dàng hòa tan thì sau khi đậy nắp, cần lắc kỹ để trộn đều ở nhiệt độ phòng, để qua đêm và sử dụng làm dung dịch thử.

Chuẩn bị dung dịch Vinyl chloride chuẩn: Lấy khoảng 190 ml Ethanol vào bình định mức 200 ml, đậy bình bằng nút cao su silicon và cân trọng lượng. Làm lạnh bình định mức bằng methanol băng khô và thêm vào 200 mg vinyl clorua đã được hoá lỏng. Thêm ethanol đã được làm lạnh bằng methanol băng khô vào bình, định mức đến đủ 200 ml. Tiếp tục làm lạnh bình bằng methanol băng khô. Lấy 1 ml dung dịch trên, và thêm ethanol đã được làm lạnh bằng methanol băng khô, định mức đến đủ 100 ml và bảo quản trong methanol băng khô. Dung dịch thu được có nồng độ 10 µg/ ml.

Ethanol (99,5) dùng trong thí nghiệm không được chứa những chất có ảnh hưởng đến các chất dùng trong phép thử.

Tiến hành:

Định tính:

Rót 50 µl dung dịch chuẩn vinyl clorua vào bình thủy tinh có nút đậy đã có 2,5 ml N, N dimethylacetamide, và đậy nắp ngay. Làm tương tự với mẫu thử. Sau đó, đun nóng bình chứa dung dịch mẫu và bình chứa dung dịch chuẩn trong 1 giờ, duy trì ở nhiệt độ 90°C, thỉnh thoảng lắc đều bình. Tiếp theo, lấy 0,5 ml hơi trong mỗi bình, chạy sắc ký khí theo hướng dẫn được mô tả dưới đây, sau đó so sánh thời gian lưu trong phổ sắc ký khí của dung dịch thử và dung dịch chuẩn Vinyl chloride.

Cột sắc ký	Sử dụng cột bằng thủy tinh silicat dài 25 m đường kính 0,25 mm được phủ một lớp dày 3 µm nhựa xốp divinylbenzene styrene
Nhiệt độ cột	Đun nóng cột đến 80 °C trong 1 phút, sau đó tăng nhiệt độ từ từ, cứ 10°C mỗi phút cho đến khi đạt 250°C, duy trì trong 10 phút.
Nhiệt độ buồng tiêm mẫu	200°C
Thiết bị đo	Sử dụng một máy đo ion hóa bằng ngọn lửa hydro. Vận hành ở nhiệt độ khoảng 250°C. Điều chỉnh lưu lượng của không khí và hydro sao cho độ nhạy phát hiện tối đa
Khí mang	Sử dụng khí nitơ hoặc heli. Điều chỉnh tốc độ dòng chảy để các vinyl chloride chảy ra trong khoảng 5 phút

Định lượng: Tính diện tích vùng lưu Vinyl chloride trong phổ sắc ký khí của dung dịch thử và dung dịch chuẩn. Yêu cầu diện tích vùng lưu Vinyl chloride trong phổ sắc ký khí của dung dịch thử không được lớn hơn trong phổ sắc ký khí của dung dịch chuẩn.

2.2 Thử thôi nhiễm

Kim loại nặng

Như phần 2.2 Phép thử thôi nhiễm, Phụ lục 2

Lượng KMnO₄ tiêu tốn

Như phần 2.2 Phép thử thôi nhiễm, Phụ lục 1

Cặn khô

Như phần 2.1 Thử vật liệu Phụ lục 1

Phụ lục 4

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI CÁC CÁC DỤNG CỤ, VẬT CHỨA ĐỰNG, BẢO BÌ LÀM BẰNG NHỰA TỔNG HỢP CÓ THÀNH PHẦN CHÍNH LÀ NHỰA POLYETHYLENE HOẶC POLYPROPYLENE (PE, PP)

1. Yêu cầu kỹ thuật

1.1. Đối với vật liệu

Chì Không được quá 100 µg/g

Cadmi Không được quá 100 µg/g

1.2. Độ thôi nhiễm

Kim loại nặng Hàm lượng kim loại nặng trong mẫu không được quá 1 µg/ml tính theo Chì

Lượng KMnO₄ tiêu tốn Không được quá 10 µg/ml

Cặn khô Không được quá 30 µg/ml

Không quá 150 µg/ml nếu mẫu sử dụng ở nhiệt độ không quá 100⁰C và dùng heptane làm dung dịch ngâm thôi

2. Phương pháp thử

2.1. Thử vật liệu

Chì và Cadmi Như phần 2.1 Thử vật liệu Phụ lục 1

2.2 Thử thôi nhiễm

Cặn khô Như phần 2.1 Thử vật liệu Phụ lục 1

Phụ lục 5

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI CÁC DỤNG CỤ, VẬT CHỨA ĐỰNG, BẢO BÌ LÀM BẰNG NHỰA TỔNG HỢP CÓ THÀNH PHẦN CHÍNH LÀ NHỰA POLYSTYRENE (PS)

1. Yêu cầu kỹ thuật

1.1. Đối với vật liệu

<i>Chì</i>	Không được quá 100 µg/g
<i>Cadmi</i>	Không được quá 100 µg/g
<i>Các chất dễ bay hơi</i>	- Hàm lượng tổng Styren, toluen, ethy Benzen, Isopropy benzen và propyl benzen không quá 5mg/g - Polylstyren trương nở(khi dùng nước sôi) các thành phần không quá 2mg/g, Styren và Ethy Benzen không quá 1mg/g

1.2. Độ thôi nhiễm

<i>Kim loại nặng</i>	Hàm lượng kim loại nặng trong mẫu không được quá 1 µg/ml tính theo Chì
Lượng KMnO ₄ tiêu tốn	Không được quá 10 µg/ml
<i>Cặn khô</i>	Không được quá 30 µg/ml Không được quá 240 µg/ml. Sử dụng heptane làm dung dịch ngâm thôi

2. Phương pháp thử

2.1. Thử vật liệu

<i>Chì và Cadmi</i>	Như phần 2.1 Thử vật liệu Phụ lục 1
<i>Các chất bay hơi</i>	<p><i>Chuẩn bị dung dịch thử</i> : Cân chính xác khoảng 0,5g mẫu, cho vào bình định mức 20ml và thêm một lượng thích hợp tetrahydrofuran. Sau khi hòa tan hết mẫu, thêm 1ml diethylbenzen và thêm tetrahydrofuran định mức cho đủ 20 ml.</p> <p><i>Chuẩn bị dung dịch chuẩn</i> : Cho 90 ml dung dịch tetrahydrofuran vào bình định mức 100 ml. Cân chính xác 50 mg mỗi loại các chất sau : styren, toluen, Ethylbenzene, isopropyl benzen, và propyl benzene. Sau đó thêm tetrahydrofuran định mức đến đủ 100 ml. Lấy 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml, và 5 ml dung dịch trên lần lượt cho vào các bình định mức 20 ml riêng biệt và thêm vào mỗi bình 1 ml dung dịch thử diethylbenzene, sau đó thêm dung dịch tetrahydrofuran định mức đến đủ 20 ml. Đây là những dung dịch chuẩn.</p> <p><i>Dung dịch thử diethylbenzene</i> : Cho tetrahydrofuran vào 1 ml dung dịch diethylbenzene, định mức đến đủ 100 ml. Lấy 10 ml dung dịch này và thêm tetrahydrofuran tiếp tục định mức đến đủ 100 ml.</p> <p><i>Xây dựng đường cong phân tích</i> : Lấy 1 µl mỗi dung dịch</p>

chuẩn, chạy sắc ký khí theo hướng dẫn mô tả dưới đây. Sử dụng kết quả phổ sắc ký khí để tính toán tỷ lệ diện tích vùng lưu của styren, toluen, Ethylbenzene, isopropyl benzen và propyl benzen với diện tích vùng lưu của diethylbenzene, sau đó vẽ đường cong phân tích.

Cột sắc ký	Sử dụng cột bằng thủy tinh silicat dài 30 m đường kính 0,5 mm được phủ một lớp dày 0,5 μm polyethylene glycol
Nhiệt độ cột	Đun nóng cột từ 60 $^{\circ}\text{C}$ sau đó tăng nhiệt độ từ từ, cứ 4 $^{\circ}\text{C}$ mỗi phút cho đến khi đạt 100 $^{\circ}\text{C}$, và tiếp tục tăng 10 $^{\circ}\text{C}$ mỗi phút cho đến khi đạt 150 $^{\circ}\text{C}$
Nhiệt độ buồng tiêm mẫu	220 $^{\circ}\text{C}$
Thiết bị đo	Sử dụng một máy đo ion hóa bằng ngọn lửa hydro. Vận hành nhiệt độ khoảng 220 $^{\circ}\text{C}$. Điều chỉnh lưu lượng của không khí và hydro sao cho độ nhạy phát hiện tối đa
Khí mang	Sử dụng khí nitơ hoặc heli. Điều chỉnh tốc độ dòng chảy để các diethylbenzene chảy ra trong khoảng 11 phút

Tiến hành: Dùng 1 ml dung dịch thử, chạy sắc ký khí theo hướng dẫn mô tả như trên. Sử dụng kết quả phổ sắc ký khí để tính toán tỷ lệ diện tích vùng lưu của các chất với diện tích vùng lưu của diethylbenzene. Tiếp theo, sử dụng các đường phân tích tương ứng để xác định nồng độ styren, toluen, Ethylbenzene, isopropyl benzen và propyl benzen, sau đó sử dụng các phương trình sau đây để xác định hàm lượng của từng chất:

$$\text{Hàm lượng } (\mu\text{g/g}) = \text{Nồng độ chất trong dung dịch mẫu } (\mu\text{g} / \text{ml}) \times 20 (\text{ml}) / \text{khối lượng mẫu (g)}$$

2.2 Thử thôi nhiễm

Kim loại nặng

Như phần 2.2 Phép thử thôi nhiễm, Phụ lục 2

Lượng KMnO_4 tiêu tốn

Như phần 2.2 Phép thử thôi nhiễm, Phụ lục 1

Cặn khô

Như phần 2.1 Thử vật liệu Phụ lục 1

Phụ lục 6

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI CÁC CÁC DỤNG CỤ, VẬT CHỨA ĐỰNG, BẢO BÌ LÀM BẰNG NHỰA TỔNG HỢP CÓ THÀNH PHẦN CHÍNH LÀ NHỰA POLYVILYDENE CHLORIDE (PVDC)

1. Yêu cầu kỹ thuật

1.1. Đối với vật liệu

<i>Chì</i>	Không được quá 100 µg/g
<i>Cadmi</i>	Không được quá 100 µg/g
<i>Bari</i>	Không quá 100 µg /g
<i>Vinylidene Chloride</i>	Không quá 6 µg /g

1.2. Độ thôi nhiễm

<i>Kim loại nặng</i>	Hàm lượng kim loại nặng trong mẫu không được quá 1 µg/ml tính theo Chì
Lượng KMnO ₄ tiêu tốn	Không được quá 10 µg/ml
<i>Cặn khô</i>	Không được quá 30 µg/ml

2. Phương pháp thử

2.1. Thử vật liệu

Chì và Cadmi Như phần 2.1 Thử vật liệu Phụ lục 1

Bari **Dung dịch thử:** Cân 0,5g mẫu, cho vào đĩa nung bằng platin, thạch anh hoặc thủy tinh chịu nhiệt; vô cơ hóa từ từ trực tiếp trên ngọn lửa ở khoảng 300°C, sau đó nung ở khoảng 450°C để chuyển thành tro. Thêm 50ml dung dịch acid nitric 0,1 mol/l vào cặn và hòa tan.

Dung dịch Bari chuẩn gốc : Hòa tan 190,3 mg bari nitrat trong acid nitric 0,1 mol/l định mức đến đủ 100 ml. Nồng độ của bari trong dung dịch chuẩn gốc là 1 mg/ml.

Dung dịch Bari chuẩn làm việc :

Lấy 1 ml dung dịch bari chuẩn gốc và thêm acid nitric 0,1 mol/l định mức đến đủ 1.000 ml. Nồng độ của bari trong dung dịch chuẩn làm việc là 1 µg/ml.

Tiến hành: Khi phân tích Bari trong dung dịch thử bằng quang phổ hấp thụ nguyên tử hoặc quang phổ phát xạ plasma, kết quả cần so sánh với dung dịch chuẩn làm việc.

Vinylidene Chloride **Dung dịch thử:** Thái nhỏ mẫu, cân 0,5g và cho vào lọ nhựa 20ml có nắp đậy. Sau đó, thêm 2,5ml N,N-dimethyl acetamide và đóng nắp ngay.

Dung dịch chuẩn: Cho khoảng 98 ml dung dịch N,N-dimethyl acetamide vào bình định mức 100 ml có nút cao su silicon. Tiêm 250 ml vinylidene clorua vào bình. Sau đó tiêm N,N-dimethyl acetamide qua nút cao su silicon định

mức đến đủ 100 ml. Tiếp tục lấy 1 ml dung dịch này và thêm N, N-dimethyl acetamide định mức đến đủ 50 ml. Nồng độ của Vinylidene Chloride trong dung dịch chuẩn làm việc là 60 µg/ml.

Tiến hành:

Định tính: Rót 50 µl dung dịch vinylidene clorua chuẩn vào một chai thủy tinh có nút đậy đã chứa 2,5 ml dung dịch N,N-dimethylacetamide, và đậy nắp ngay. Làm tương tự với mẫu thử. Sau đó, đun nóng bình chứa dung dịch mẫu và bình chứa dung dịch chuẩn trong 1 giờ, duy trì ở nhiệt độ 90°C, thỉnh thoảng lắc đều bình. Tiếp theo, lấy 0,5 ml hơi trong mỗi bình, chạy sắc ký khí theo hướng dẫn được mô tả dưới đây, sau đó so sánh thời gian lưu trong phổ sắc ký khí của dung dịch thử và dung dịch chuẩn Vinylidene chloride.

Cột sắc ký	Sử dụng cột bằng thủy tinh silicat dài 25 m đường kính 0,25 mm được phủ một lớp dày 3 µm nhựa xốp divinylbenzene styrene
Nhiệt độ cột	Đun nóng cột đến 80 °C trong 1 phút, sau đó tăng nhiệt độ từ từ, cứ 10°C mỗi phút cho đến khi đạt 250°C, duy trì trong 10 phút.
Nhiệt độ buồng tiêm mẫu	200°C
Thiết bị đo	Sử dụng một máy đo ion hóa bằng ngọn lửa hydro. Vận hành ở nhiệt độ khoảng 250°C. Điều chỉnh lưu lượng của không khí và hydro sao cho độ nhạy phát hiện tối đa
Khí mang	Sử dụng khí nitơ hoặc heli. Điều chỉnh tốc độ dòng chảy để các vinylidene chloride chảy ra trong khoảng 9 phút

Định lượng: Tính diện tích vùng lưu Vinylidene chloride trong phổ sắc ký khí của dung dịch thử và dung dịch chuẩn. Yêu cầu diện tích vùng lưu Vinylidene chloride trong phổ sắc ký khí của dung dịch thử không được lớn hơn trong phổ sắc ký khí của dung dịch chuẩn

2.2 Thử thôi nhiễm

Kim loại nặng

Như phần 2.2 Phép thử thôi nhiễm, Phụ lục 2

Lượng KMnO_4 tiêu tốn

Như phần 2.2 Phép thử thôi nhiễm, Phụ lục 1

Cặn khô

Như phần 2.1 Thử vật liệu Phụ lục 1

Phụ lục 7

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI CÁC CÁC DỤNG CỤ, VẬT CHỨA ĐỰNG, BẢO BÌ LÀM BẰNG NHỰA TỔNG HỢP CÓ THÀNH PHẦN CHÍNH LÀ NHỰA POLYETHYLENE TEREPHTHALATE (PET)

1. Yêu cầu kỹ thuật

1.1. Đối với vật liệu

Chì Không được quá 100 µg/g

Cadmi Không được quá 100 µg/g

1.2. Độ thôi nhiễm

Kim loại nặng Hàm lượng kim loại nặng trong mẫu không được quá 1 µg/ml tính theo Chì

Lượng KMnO₄ tiêu tốn Không được quá 10 µg/ml

Antimon Không quá 0.05 µg/ml

Germani Không quá 0.1 µg/ml

Cặn khô Không được quá 30 µg/ml

2. Phương pháp thử

2.1. Thử vật liệu

Chì và Cadmi Như phần 2.1 Thử vật liệu Phụ lục 1

2.2 Thử thôi nhiễm

Kim loại nặng Như phần 2.2 Phép thử thôi nhiễm, Phụ lục 2

Lượng KMnO₄ tiêu tốn Như phần 2.2 Phép thử thôi nhiễm, Phụ lục 1

Antimon Chuẩn bị dung dịch thử : Rửa sạch mẫu bằng nước cất, ngâm trong dung dịch ngâm thời acid acetic 4% theo tỷ lệ 2ml /1cm² mẫu, điều kiện ngâm 60°C trong 30 phút.

- Nếu mẫu sử dụng ở nhiệt độ trên 100°C dùng dung dịch ngâm thời là axit axetic 4% ở 95°C trong 30 phút

Chuẩn bị dung dịch chuẩn gốc Antimon: Cân chính xác 1,874 g trichlorua antimon và hòa tan trong một ít acid hydrochloric (1 → 2), sau đó thêm acid clohydric (1 → 10) để định mức đến đủ 1.000 ml. Dung dịch chuẩn Antimon có nồng độ 1 mg/ml.

Chuẩn bị dung dịch Antimon chuẩn làm việc : Lấy 1 ml dung dịch antimon chuẩn gốc, thêm acid axetic 4% định mức đến đủ 100 ml, lấy 1 ml dung dịch này và thêm acid axetic 4% định mức đến đủ 200 ml. Dung dịch Antimon chuẩn làm việc có nồng độ 0,05 µg/ml.

Tiến hành : Thực hiện phép phân tích antimon bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử hoặc quang phổ phát xạ plasma với dung dịch Antimon thử và dung

dịch Antimon chuẩn làm việc, so sánh kết quả với nhau.

Germani

Chuẩn bị dung dịch thử : Rửa sạch mẫu bằng nước cất, ngâm trong dung dịch ngâm thối acid acetic 4% theo tỷ lệ 2ml /1cm² mẫu, điều kiện ngâm 60°C trong 30 phút.

- Nếu mẫu sử dụng ở nhiệt độ trên 100°C dùng dung dịch ngâm thối là axit axetic 4% ở 95°C trong 30 phút.

Chuẩn bị dung dịch chuẩn gốc: Cân chính xác 144 mg Germanium dioxide cho vào một chén nung bạch kim, thêm 1g Natri cacbonat và trộn đều. Gia nhiệt làm tan chảy hỗn hợp, sau đó làm lạnh và thêm nước để hòa tan. Trung hòa dung dịch bằng acid hydrochloric, thêm 1 ml axit hydrochloric và sau đó thêm nước định mức đến đủ 100 ml. Nồng độ Germanium trong dung dịch này là 1 mg/ ml.

Chuẩn bị dung dịch chuẩn làm việc : lấy 1 ml dung dịch chuẩn gốc và thêm acid acetic 4%, định mức đến đủ 100 ml. Tiếp tục lấy 1 ml dung dịch này, thêm acid acetic 4%, định mức đến đủ 100 ml. Nồng độ Germanium trong dung dịch này là 1 µg/ml.

Tiến hành : Dùng quang phổ hấp thụ nguyên tử hoặc quang phổ phát xạ plasma để xác định Germanium trong dung dịch thử

Cặn khô

Như phần 2.1 Thử vật liệu Phụ lục 1

Phụ lục 8

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI CÁC DỤNG CỤ, VẬT CHỨA ĐỰNG, BAO BÌ LÀM BẰNG NHỰA TỔNG HỢP CÓ THÀNH PHẦN CHÍNH LÀ NHỰA POLYMETHYL METHACRYLATE (PMMA)

1. Yêu cầu kỹ thuật

1.1. Đối với vật liệu

Chì Không được quá 100 µg/g

Cadmi Không được quá 100 µg/g

1.2. Độ thôi nhiễm

Kim loại nặng Hàm lượng kim loại nặng trong mẫu không được quá 1 µg/ml tính theo Chì

Lượng KMnO₄ tiêu tốn Không được quá 10 µg/ml

Methyl methacrylate Không quá 15 µg/ml

Cặn khô Không được quá 30 µg/ml. Sử dụng dung dịch ngâm thôi đối với phép thử cặn khô

2. Phương pháp thử

2.1. Thử vật liệu

Chì và Cadmi Như phần 2.1 Thử vật liệu Phụ lục 1

2.2 Thử thôi nhiễm

Kim loại nặng Như phần 2.2 Phép thử thôi nhiễm, Phụ lục 2

Lượng KMnO₄ tiêu tốn Như phần 2.2 Phép thử thôi nhiễm, Phụ lục 1

Methyl methacrylate **Chuẩn bị dung dịch thử:** Rửa sạch mẫu bằng nước cất, ngâm trong dung dịch ngâm thôi acid acetic 4% theo tỷ lệ 2ml /1cm² mẫu, điều kiện ngâm 60°C trong 30 phút.

- Nếu mẫu sử dụng ở nhiệt độ trên 100°C dùng dung dịch ngâm thôi là axit axetic 4% ở 95°C trong 30 phút

Chuẩn bị dung dịch chuẩn: Cân 1,5 g methyl methacrylate, hòa tan trong ethanol 20% định mức đến 1.000 ml. Tiếp tục lấy 1 ml dung dịch này và thêm ethanol 20% định mức đến 100 ml. Dung dịch chuẩn có nồng độ methyl methacrylate là 15 µg/ml.

Tiến hành:

Định tính : Sử dụng 1 μ l dung dịch thử và 1 μ l dung dịch chuẩn methyl methacrylate, chạy sắc ký khí theo hướng dẫn mô tả dưới đây, sau đó so sánh thời gian lưu trong phổ sắc ký khí của dung dịch thử và thời gian lưu của methyl methacrylate trong phổ sắc ký khí của dung dịch methyl methacrylate chuẩn

Cột sắc ký	Sử dụng cột bằng thủy tinh silicat dài 30 m đường kính 0,32 mm được phủ một lớp dimethylpolysiloxane dày 5 μ m
Nhiệt độ cột	Đun nóng cột đến 120 °C trong 1 phút, sau đó tăng nhiệt độ từ từ, cứ 5°C mỗi phút cho đến khi đạt 170°C.
Nhiệt độ buồng tiêm mẫu	200°C
Thiết bị đo	Sử dụng một máy đo ion hóa bằng ngọn lửa hydro. Vận hành ở nhiệt độ gần 250°C. Điều chỉnh lưu lượng của không khí và hydro sao cho độ nhạy phát hiện tối đa
Khí mang	Sử dụng khí nitơ hoặc heli. Điều chỉnh tốc độ dòng chảy để các methyl methacrylate chảy ra trong khoảng 4 đến 5 phút

Định lượng: Tính diện tích vùng lưu methyl methacrylate trong phổ sắc ký khí của dung dịch thử và dung dịch chuẩn. Yêu cầu diện tích vùng lưu methyl methacrylate trong phổ sắc ký khí của dung dịch thử không được lớn hơn trong phổ sắc ký khí của dung dịch chuẩn

Cặn khô

Như phần 2.1 Thử vật liệu Phụ lục 1

Phụ lục 9

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI CÁC CÁC DỤNG CỤ, VẬT CHỨA ĐỰNG, BAO BÌ LÀM BẰNG NHỰA TỔNG HỢP CÓ THÀNH PHẦN CHÍNH LÀ NHỰA NYLON

1. Yêu cầu kỹ thuật

1.1. Đối với vật liệu

Chì Không được quá 100 µg/g

Cadmi Không được quá 100 µg/g

1.2. Độ thôi nhiễm

Kim loại nặng Hàm lượng kim loại nặng trong mẫu không được quá 1 µg/ml tính theo Chì

Lượng KMnO₄ tiêu tốn Không được quá 10 µg/ml

Caprolactam không được quá 15 µg/ml

Cặn khô Không được quá 30 µg/ml

2. Phương pháp thử

2.1. Thử vật liệu

Chì và Cadmi Như phần 2.1 Thử vật liệu Phụ lục 1

2.2 Thử thôi nhiễm

Kim loại nặng Như phần 2.2 Phép thử thôi nhiễm, Phụ lục 2

Lượng KMnO₄ tiêu tốn Như phần 2.2 Phép thử thôi nhiễm, Phụ lục 1

Caprolactam

Chuẩn bị dung dịch thử : Rửa sạch mẫu bằng nước cất, ngâm trong dung dịch ngâm thời ethanol 20% theo tỷ lệ 2ml /1cm² mẫu, điều kiện ngâm 60°C trong 30 phút.

Chuẩn bị dung dịch chuẩn : Cân 1,5 g caprolactam và hòa tan trong ethanol 20% định mức đến đủ 1.000 ml. Tiếp tục lấy 1 ml dung dịch này và thêm ethanol 20% định mức đến đủ 100 ml. Dung dịch chuẩn này có nồng độ caprolactam là 15 µg/ml.

Tiến hành :

Định tính : Sử dụng 1µl dung dịch thử và 1µl dung dịch chuẩn caprolactam, chạy sắc ký khí theo hướng dẫn mô tả dưới đây, sau đó so sánh thời gian lưu trong phổ sắc ký khí của dung dịch thử và thời gian lưu của caprolactam trong phổ sắc ký khí của dung dịch caprolactam chuẩn.

Cột sắc ký	Sử dụng cột bằng thủy tinh silicat dài 30 m đường kính 0,32 mm được phủ một lớp dimethylpolysiloxane dày 5 µm
Nhiệt độ cột	240°C.

Nhiệt độ buồng tiêm mẫu	240°C
Thiết bị đo	Sử dụng một máy đo ion hóa bằng ngọn lửa hydro. Vận hành ở nhiệt độ gần 240°C. Điều chỉnh lưu lượng của không khí và hydro sao cho độ nhạy phát hiện tối đa
Khí mang	Sử dụng khí nitơ hoặc heli. Điều chỉnh tốc độ dòng chảy để các caprolactam chảy ra trong khoảng 5 phút

Định lượng: Tính diện tích vùng lưu caprolactam trong phổ sắc ký khí của dung dịch thử và dung dịch chuẩn. Yêu cầu diện tích vùng lưu caprolactam trong phổ sắc ký khí của dung dịch thử không được lớn hơn trong phổ sắc ký khí của dung dịch chuẩn.

Cặn khô

Như phần 2.1 Thử vật liệu Phụ lục 1

Phụ lục 10

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI CÁC CÁC DỤNG CỤ, VẬT CHỨA ĐỰNG, BẢO BÌ LÀM BẰNG NHỰA TỔNG HỢP CÓ THÀNH PHẦN CHÍNH LÀ NHỰA POLYMETHY PENTEN (PMP)

1. Yêu cầu kỹ thuật

1.1. Đối với vật liệu

Chi Không được quá 100 µg/g

Cadmi Không được quá 100 µg/g

1.2. Độ thôi nhiễm

Kim loại nặng Hàm lượng kim loại nặng trong mẫu không được quá 1 µg/ml tính theo *Chi*

Lượng KMnO₄ tiêu tốn Không được quá 10 µg/ml

Cặn khô Không được quá 30 µg/ml

Không được quá 120 µg/ml. Sử dụng heptan làm dung dịch ngâm thôi

2. Phương pháp thử

2.1. Thử vật liệu

Chi và Cadmi Như phần 2.1 Thử vật liệu Phụ lục 1

2.2 Thử thôi nhiễm

Kim loại nặng Như phần 2.2 Phép thử thôi nhiễm, Phụ lục 2

Lượng KMnO₄ tiêu tốn Như phần 2.2 Phép thử thôi nhiễm, Phụ lục 1

Cặn khô Như phần 2.1 Thử vật liệu Phụ lục 1

Phụ lục 11

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI CÁC CÁC DỤNG CỤ, VẬT CHỨA ĐỰNG, BAO BÌ LÀM BẰNG NHỰA TỔNG HỢP CÓ THÀNH PHẦN CHÍNH LÀ NHỰA POLYCARBONATE

1. Yêu cầu kỹ thuật

1.1. Đối với vật liệu

<i>Chì</i>	Không được quá 100 µg/g
<i>Cadmi</i>	Không được quá 100 µg/g
<i>Bisphenol A (phenol và p-tert-butylphenol)</i>	Tổng hàm lượng không được quá 500 µg/g
<i>Diphenyl cacbonat</i>	Không được quá 500 µg/g
<i>Các Amin</i>	Không được quá 1 µg/g

1.2. Độ thôi nhiễm

<i>Kim loại nặng</i>	Hàm lượng kim loại nặng trong mẫu không được quá 1 µg/ml tính theo Chì
<i>Lượng KMnO4 tiêu tốn</i>	Không được quá 10 µg/ml
<i>Bisphenol A (phenol và p-tert-butylphenol)</i>	Không được quá 2,5µg/ml
<i>Cặn khô</i>	Không được quá 30 µg/ml

2. Phương pháp thử

2.1. Thử vật liệu

<i>Chì và Cadmi</i>	Như phần 2.1 Thử vật liệu Phụ lục 1
<i>Bisphenol A (phenol và p-tert-butylphenol)</i>	<i>Chuẩn bị dung dịch thử</i> : Lấy 1.0 g mẫu, cho vào bình nón 200ml và thêm 20 ml diclometan. Sau khi mẫu hòa tan hoàn toàn, thêm 100 ml aceton bằng dụng cụ nhỏ giọt, vừa thêm vừa lắc kỹ, ly tâm hỗn hợp trong 10 phút với tốc độ 3000 vòng/phút, cô lớp trên đến khoảng 2ml bằng máy cô quay chân không. Sau đó, thêm 10ml acetonitril và thêm nước đến 20ml. Lấy 1ml dịch này và lọc qua màng lọc với đường kính lỗ lọc không lớn hơn 0,5 µm.

Chuẩn bị dung dịch chuẩn : Cân chính xác 10 mg mỗi loại các chất sau : bisphenol A, phenol, và p-tert-butylphenol vào một bình đo 100 ml, sau đó thêm methanol định mức đến đủ 100 ml. Lấy 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml, và 5 ml dung dịch trên lần lượt cho vào các bình định mức 20 ml riêng biệt và thêm nước định mức đến đủ 20 ml. Đây là những dung dịch chuẩn (5 µg / ml, 10 µg / ml, 15 µg / ml, 20 µg / ml, và 25 µg / ml).

Vẽ đường cong phân tích :

Sử dụng 20 μ l các dung dịch chuẩn, chạy sắc ký lỏng theo hướng dẫn được mô tả dưới đây. Sử dụng kết quả phổ sắc ký lỏng để tính toán chiều cao và diện tích các vùng lưu của bisphenol A, phenol, và p-tert-butylphenol, sau đó vẽ một đường cong phân tích cho từng chất.

Cột nạp	Sử dụng gel silica octadecylsilyl
Cột sắc ký	Sử dụng cột bằng thép không gỉ dài 250 mm có đường kính trong là 4,6 mm
Nhiệt độ cột	40°C
Thiết bị đo	Sử dụng máy dò quang phổ tia cực tím. Vận hành ở bước sóng 217 nm
Pha động	A = acetonitrile ; B= water
Nồng độ tuyến tính	Sau khi tiến hành một đường nồng độ tuyến tính với tỷ lệ A: B từ (3:07) đến (100:0) trong 35 phút, để cho dòng chảy acetonitrile trong 10 phút.

Tiến hành:

Sử dụng 20 μ l dung dịch mẫu, chạy sắc ký lỏng theo hướng dẫn được mô tả ở trên. Sử dụng kết quả phổ sắc ký lỏng để tính toán chiều cao và diện tích các vùng lưu. Tiếp theo dùng đường phân tích để xác định nồng độ của bisphenol A, phenol, và p-tert-butylphenol trong dung dịch mẫu, sau đó sử dụng phương trình dưới đây tính hàm lượng các chất :

Hàm lượng (μ g/g) = Nồng độ các chất trong dung dịch mẫu (μ g/ml) \times 20 (ml) / trọng lượng mẫu (g)

Diphenyl cacbonat

Chuẩn bị dung dịch thử :Lấy 1.0 g mẫu, cho vào bình nón 200ml và thêm 20 ml diclometan. Sau khi mẫu hòa tan hoàn toàn, thêm 100 ml aceton bằng dụng cụ nhỏ giọt, vừa thêm vừa lắc kỹ, ly tâm hỗn hợp trong 10 phút với tốc độ 3000 vòng/phút, cô lớp trên đến khoảng 2ml bằng máy cô quay chân không. Sau đó, thêm 10ml acetonitril và thêm nước đến 20ml. Lấy 1ml dịch này và lọc qua màng lọc với đường kính lỗ lọc không lớn hơn 0,5 μ m.

Chuẩn bị dung dịch chuẩn: Cân chính xác 10 mg diphenyl cacbonat cho vào bình định mức 100 ml, và

thêm methanol định mức đến đủ 100 ml. Lấy 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml, và 5 ml dung dịch trên lần lượt cho vào các bình định mức 20 ml riêng biệt và thêm nước định mức đến đủ 20 ml. Đây là những dung dịch chuẩn.

Xây dựng đường cong phân tích

Sử dụng 20 μ l các dung dịch chuẩn, chạy sắc ký lỏng theo hướng dẫn được mô tả dưới đây. Sử dụng kết quả phổ sắc ký lỏng để tính toán chiều cao và diện tích các vùng lưu của cacbonat diphenyl, sau đó vẽ một đường cong phân tích.

Cột nạp	Sử dụng gel silica octadecylsilyl
Cột sắc ký	Sử dụng cột bằng thép không gỉ dài 250 mm có đường kính trong là 4,6 mm
Nhiệt độ cột	40°C
Thiết bị đo	Sử dụng máy dò quang phổ tia cực tím. Vận hành ở bước sóng 217 nm
Pha động	A = acetonitrile ; B= water
Nồng độ tuyến tính	Sau khi tiến hành một đường nồng độ tuyến tính với tỷ lệ A: B từ (3:07) đến (100:0) trong 35 phút, để cho dòng chảy acetonitrile trong 10 phút.

Dùng 20 µl dung dịch thử, chạy sắc ký lỏng theo hướng dẫn được mô tả ở trên. Sử dụng kết quả phổ sắc ký lỏng để tính toán chiều cao và diện tích các vùng lưu. Tiếp theo dùng đường phân tích để xác định nồng độ của cacbonat diphenyl trong dung dịch thử, sau đó sử dụng phương trình dưới đây tính hàm lượng các chất :

Hàm lượng (µg/g) = Nồng độ các chất trong dung dịch mẫu (µg/ml) × 20 (ml) / trọng lượng mẫu (g)

Các Amin

Chuẩn bị dung dịch thử : Lấy 1.0 g mẫu, cho vào bình nón 200ml và thêm 20 ml diclometan. Sau khi mẫu hòa tan hoàn toàn, thêm 100 ml aceton bằng dụng cụ nhỏ giọt, vừa thêm vừa lắc kỹ, ly tâm hỗn hợp trong 10 phút với tốc độ 3000 vòng/phút, cô lớp trên đến khoảng 2ml bằng máy cô quay chân không. Sử dụng dịch này làm dung dịch thử (chỉ áp dụng với triethylamin và tributylamin)

Chuẩn bị dung dịch chuẩn :Cân chính xác các chất triethylamine và tributylamine 10 mg mỗi loại. Cho vào bình định mức 100 ml, sau đó thêm dichloroethane định mức đến đủ 100 ml. Tiếp theo, lấy ra 4 ml dung dịch này vào bình định mức 100 ml, và thêm dichloroethane định mức đến đủ 100 ml. Lấy 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml, và 5 ml dung dịch trên lần lượt cho vào các bình định mức 20 ml riêng biệt và thêm nước định mức đến đủ 20 ml. Đây là những dung dịch chuẩn (0,2 µ g/ml, 0,4 µ/g ml, 0,6 µ/g ml, 0,8 µ g/ml, và 1,0 µg/ml).

Xây dựng đường cong phân tích :Sử dụng 1µl các dung dịch chuẩn, chạy sắc ký khí theo hướng dẫn được mô tả dưới đây. Sử dụng kết quả phổ sắc ký khí để tính chiều cao và diện tích các vùng lưu của triethylamine và tributylamine, sau đó vẽ một đường cong phân tích cho từng chất.

Cột sắc ký	Sử dụng cột bằng thủy tinh silicat dài 30 m đường kính 0,32 mm được phủ một lớp dimethylpolysiloxane dày 5 µm
Nhiệt độ cột	Đun nóng cột đến 150 °C trong 5 phút, sau đó tăng nhiệt độ từ từ, cứ 20°C

	mỗi phút cho đến khi đạt 250°C.giữ ở nhiệt độ này trong 5 phút
Nhiệt độ buồng tiêm mẫu	200°C
Thiết bị đo	Sử dụng một máy đo nhiệt xạ bằng ngọn lửa kiềmh hoặc một máy đo nitơ photphorus độ nhạy cao. Vận hành ở nhiệt độ gần 250°C. Điều chỉnh lưu lượng của không khí và hydro sao cho độ nhạy phát hiện tối đa
Khí mang	Sử dụng khí heli. Điều chỉnh tốc độ dòng chảy để triethylamine chảy ra trong khoảng 3 đến 4 phút

Tiến hành :Dùng 1 ml dung dịch thử, thực hiện sắc ký khí theo hướng dẫn được mô tả ở trên. Sử dụng kết quả phổ sắc ký khí để tính toán chiều cao và diện tích của mỗi vùng lưu. Tiếp theo, sử dụng các đường phân tích tương ứng để xác định nồng độ styren, toluen, Ethylbenzene, isopropyl benzen và propyl benzene, sau đó sử dụng các phương trình sau đây để xác định hàm lượng của từng chất:

Hàm lượng ($\mu\text{g/g}$) = Nồng độ chất trong dung dịch mẫu ($\mu\text{g/ml}$) \times 20 (ml) / khối lượng mẫu (g)

2.2 Thử thời nhiễm

Kim loại nặng

Như phần 2.2 Phép thử thời nhiễm, Phụ lục 2

Lượng KMnO_4 tiêu tốn

Như phần 2.2 Phép thử thời nhiễm, Phụ lục 1

Bisphenol A (phenol và p-tert-butylphenol)

Chuẩn bị dung dịch thử :

<a> Dụng cụ, vật chứa đựng và bao gói dùng cho dầu, mỡ và sản phẩm thực phẩm giàu béo

Sau khi rửa kỹ mẫu bằng nước, sử dụng heptan làm dịch ngâm với tỷ lệ 2ml/cm^2 diện tích bề mặt và để ở 25°C trong 1 giờ.

Chuyển 25 ml dịch này vào phễu chiết, thêm 10 ml acetonitril, lắc kỹ để trộn đều trong 5 phút, để cho ổn định và chuyển lớp acetonitril vào bình định mức 25ml. Thêm 10ml acetonitril vào lớp heptan, thực hiện quá trình chiết như trên và lấy lớp acetonitril vào bình định mức trên. Sau đó, bổ sung acetonitril đến 25 ml.

 Dụng cụ, vật chứa đựng và bao gói không dùng cho dầu, mỡ và sản phẩm thực phẩm giàu béo

Đối với các dụng cụ, vật chứa đựng và bao gói dùng cho sản phẩm thực phẩm liệt kê trong cột 1 của bảng sau, dung dịch thử được thực hiện theo các dung môi liệt kê trong cột 2 làm dịch ngâm thời

Cột 1	Cột 2
Chất lỏng	Ethanol 20%
Sản phẩm thực phẩm trừ các loại dầu, béo và sản phẩm thực phẩm giàu béo	
Các sản phẩm có pH lớn hơn 5	Nước
Các sản phẩm có pH 5 hoặc thấp hơn	Acid acetic 4%

Chuẩn bị dung dịch chuẩn gốc : Cân chính xác 10 mg mỗi loại các chất sau : bisphenol A, phenol, và p-tert-butylphenol vào một bình đo 100 ml, sau đó thêm methanol định mức đến đủ 100 ml. Lấy 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml, và 5 ml dung dịch trên lần lượt cho vào các bình định mức 20 ml riêng biệt và thêm nước định mức đến đủ 20 ml. Đây là những dung dịch chuẩn (5 µg / ml, 10 µg / ml, 15 µg / ml, 20 µg / ml, và 25 µg / ml).

Chuẩn bị dung dịch chuẩn làm việc : lấy 2 ml của các dung dịch chuẩn gốc trên vào bình định mức 20 ml thêm nước định mức đến đủ 20 ml. Nồng độ của từng dung dịch này (0,5 µg / ml, 1,0 µg / ml, 1,5 µg / ml, 2,0 µg / ml, và 2,5 µg / ml) .

Vẽ đường cong phân tích :

Sử dụng 100µ l các dung dịch chuẩn làm việc, chạy sắc ký lỏng theo hướng dẫn được mô tả dưới đây. Sử dụng kết quả phổ sắc ký lỏng để tính toán chiều cao và diện tích các vùng lưu của bisphenol A, phenol, và p-tert-butylphenol, sau đó vẽ một đường cong phân tích cho từng chất.

Cột nạp	Sử dụng gel silica octadecylsily
Cột sắc ký	Sử dụng cột bằng thép không gỉ dài 250 mm có đường kính trong là 4,6 mm
Nhiệt độ cột	40°C
Thiết bị đo	Sử dụng máy dò quang phổ tia cực tím. Vận hành ở bước sóng 217 nm
Pha động	A = acetonitrile ; B= water
Nồng độ tuyến tính	Sau khi tiến hành một đường nồng độ tuyến tính với tỷ lệ A: B từ (3:07) đến (100:0) trong 35 phút, để cho dòng chảy acetonitrile trong 10 phút.

Tiến hành:

Sử dụng 20 µl dung dịch thử, chạy sắc ký lỏng theo hướng dẫn được mô tả ở trên. Sử dụng kết quả phổ sắc ký lỏng để tính toán chiều cao và diện tích các vùng lưu. Tiếp theo dùng đường phân tích để xác định nồng độ của bisphenol A, phenol, và p-tert-butylphenol trong dung dịch mẫu, sau đó sử dụng phương trình dưới đây tính hàm lượng các chất :

Hàm lượng (µg/g) = Nồng độ các chất trong dung dịch mẫu (µg/ml) × 20 (ml) / trọng lượng mẫu (g)

Cặn khô

Như phần 2.1 Thử vật liệu Phụ lục 1

Phụ lục 12

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI CÁC DỤNG CỤ, VẬT CHỨA ĐỰNG, BẢO BÌ LÀM BẰNG NHỰA TỔNG HỢP CÓ THÀNH PHẦN CHÍNH LÀ NHỰA POLYVINYL ACOL (PVA)

1. Yêu cầu kỹ thuật

1.1. Đối với vật liệu

Chì Không được quá 100 µg/g

Cadmi Không được quá 100 µg/g

1.2. Độ thôi nhiễm

Kim loại nặng Hàm lượng kim loại nặng trong mẫu không được quá 1 µg/ml tính theo Chì

Lượng KMnO₄ tiêu tốn Không được quá 10 µg/ml

Cặn khô Không được quá 30 µg/ml

2. Phương pháp thử

2.1. Thử vật liệu

Chì và Cadmi Như phần 2.1 Thử vật liệu Phụ lục 1

2.2 Thử thôi nhiễm

Kim loại nặng Như phần 2.2 Phép thử thôi nhiễm, Phụ lục 2

Lượng KMnO₄ tiêu tốn Như phần 2.2 Phép thử thôi nhiễm, Phụ lục 1

Cặn khô Như phần 2.1 Thử vật liệu Phụ lục 1

Phụ lục 13

YÊU CẦU KỸ THUẬT VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI CÁC CÁC DỤNG CỤ, VẬT CHỨA ĐỰNG, BAO BÌ LÀM BẰNG NHỰA TỔNG HỢP CÓ THÀNH PHẦN CHÍNH LÀ NHỰA POLYLACTIC ACID (PLA)

1. Yêu cầu kỹ thuật

1.1. Đối với vật liệu

Chì Không được quá 100 µg/g

Cadmi Không được quá 100 µg/g

1.2. Độ thôi nhiễm

Kim loại nặng Hàm lượng kim loại nặng trong mẫu không được quá 1 µg/ml tính theo Chì

Lượng KMnO₄ tiêu tốn Không được quá 10 µg/ml

Tổng Acid lactic Không vượt quá 30 µg/ml

Cặn khô Không được quá 30 µg/ml

2. Phương pháp thử

2.1. Thử vật liệu

Chì và Cadmi Như phần 2.1 Thử vật liệu Phụ lục 1

2.2. Thử thôi nhiễm

Kim loại nặng Như phần 2.2 Phép thử thôi nhiễm, Phụ lục 2

Lượng KMnO₄ tiêu tốn Như phần 2.2 Phép thử thôi nhiễm, Phụ lục 1

Tổng Acid lactic

Chuẩn bị dung dịch thử :

Rửa sạch các mẫu bằng nước cất, sau đó ngâm mẫu trong nước theo tỷ lệ 2ml/cm² mẫu. Gia nhiệt tới 60°C giữ nhiệt độ này trong 30 phút.

Chuẩn bị dung dịch chuẩn : Cân 1,07g lithium L-lactate và hòa tan nó trong nước định mức đến đủ 1.000 ml. Lấy 3 ml dung dịch này và thêm nước định mức đến đủ 100 ml. Dung dịch chuẩn có nồng độ acid lactic là 30 µg/ml

Tiến hành :

Định tính: Lấy 1 ml dung dịch thử và 1 ml dung dịch acid lactic chuẩn vào các cột nạp, thêm vào mỗi cột 100 ml natri hydroxide 0,2 mol/l, để yên ở 60°C trong 15 phút, thỉnh thoảng lắc đều. Sau đó làm nguội cột, thêm vào mỗi cột 100 ml acid phosphoric 0,2 mol/l. Sử dụng 100 ml mỗi dung dịch, chạy sắc ký lỏng theo hướng dẫn được mô tả dưới đây. Sau đó so sánh thời gian lưu trong phổ sắc ký lỏng của dung dịch thử và thời gian lưu của acid lactic trong phổ sắc ký khí của dung dịch caprolactam chuẩn.

Cột nạp	Sử dụng gel silica octadecylsilyl
Cột sắc ký	Sử dụng cột bằng thép không gỉ dài 250 mm có đường kính trong là 4,6 mm
Nhiệt độ cột	40°C
Thiết bị đo	Sử dụng máy dò quang phổ tia cực tím. Vận hành ở bước sóng 210 nm
Pha động	Sử dụng dung dịch acid phosphoric, acetonitrile và nước với tỉ lệ 0.1 : 1 : 99. Điều chỉnh tốc độ dòng chảy để axit lactic chảy ra trong khoảng 5 phút

Định lượng: Tính diện tích vùng lưu acid lactic trong phổ sắc ký lỏng của dung dịch thử và dung dịch chuẩn. Yêu cầu diện tích vùng lưu acid lactic trong phổ sắc ký khí của dung dịch thử không được lớn hơn trong phổ sắc ký khí của dung dịch chuẩn.

Cặn khô

Như phần 2.1 Thử vật liệu Phụ lục 1