QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA

QCVN 12-1:2011/BYT

VỀ AN TOÀN VỆ SINH ĐỐI VỚI BAO BÌ, DỤNG CỤ BẰNG NHỰA TỔNG HỢP TIẾP XÚC TRỰC TIẾP VỚI THỰC PHẨM

National technical regulation on safety and hygiene for synthetic resin Implement, container and packaging in direct contact with foods

HÀ NỘI – 2011

Lời nói đầu

QCVN 12-1:2011/BYT do Ban soạn thảo Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về bao bì và các vật liệu tiếp xúc trực tiếp với thực phẩm biên soạn, Cục An toàn vệ sinh thực phẩm trình duyệt và được ban hành theo Thông tư số 34/2011/TT-BYT ngày 30 tháng 8 năm 2011 của Bộ trưởng Bộ Y tế.

QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA

VỀ VỆ SINH AN TOÀN ĐỐI VỚI BAO BÌ, DỤNG CỤ BẰNG NHỰA TỔNG HỢP TIẾP XÚC TRỰC TIẾP VỚI THỰC PHẨM

National technical regulation on safety and hygiene for synthetic resin implement, container and packaging in direct contact with foods

I. 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 vệ sinh an toàn đối với bao bì, dụng cụ bằng nhựa tổng hợp tiếp xúc trực tiếp với thực phẩm (sau đây gọi tắt là bao bì, dụng cụ nhựa).

2. Đối tượng áp dụng

Quy chuẩn này áp dụng đối với:

2.1. Tổ chức, cá nhân nhập khẩu, sản xuất, buôn bán và sử dụng các sản phẩm bao bì, dụng cụ nhựa.

2.2. Cơ quan quản lý nhà nước và các tổ chức cá nhân có liên quan khác.

3. Giải thích từ ngữ

3.1 Dung dich ngâm thôi: là dung dịch dùng để ngâm mẫu thử.

II. YÊU CẦU KỸ THUẬT

1. Yêu cầu kỹ thuật đối với bao bì, dụng cụ nhựa

Các bao bì, dụng cụ nhựa phải đạt các yêu cầu chung quy định tại bảng 1:

Bảng 1. Yêu cầu chung đối với bao bì, dụng cụ nhựa

Thử vật liệu		Thử thôi nhiễm			
Chỉ tiêu kiểm tra	**Giới hạn tối đa**	**Chỉ tiêu kiểm tra**	**Điều kiện ngâm thôi**	**Dung dịch ngâm thôi**	**Giới hạn tối đa**

Chì	100 µg/g	Kim loại nặng	60^0C trong 30 phút [7]	Acid acetic 4%	1 µg/ml
		Lượng $KMnO_4$ sử dụng[1]		Nước	10 µg/ml
Cadmi	100 µg/g				

2. Yêu cầu kỹ thuật đối với bao bì, dụng cụ từ nhựa Phenol, Melamin và Ure

Ngoài các yêu cầu kỹ thuật quy định tại khoản II, mục 1, các bao bì, dụng cụ từ nhựa Phenol, Melamin và Ure phải đạt các yêu cầu quy định tại bảng 2:

Bảng 2: Yêu cầu đối với bao bì, dụng cụ từ nhựa Phenol, Melamin và Ure

Thử thôi nhiễm			
Chỉ tiêu kiểm tra	**Điều kiện ngâm thôi**	**Dung dịch ngâm thôi**	**Giới hạn tối đa**
Phenol	60^0C trong 30 phút[7]	Nước	5 µg/ml
Formaldehyd			Âm tính
Cặn khô	25^oC trong 1 giờ	Heptan	30 µg/ml
	60^0C trong 30 phút	Ethanol 20% [4]	
	60^0C trong 30 phút[7]	Nước	
		Acid acetic 4%	

3. Yêu cầu kỹ thuật đối với bao bì, dụng cụ từ nhựa Formaldehyd

Ngoài các yêu cầu kỹ thuật quy định tại khoản II, mục 1, các bao bì, dụng cụ từ nhựa Formaldehyd phải đạt các yêu cầu quy định tại bảng 3:

Bảng 3: Yêu cầu đối với bao bì, dụng cụ từ nhựa Formaldehyd

Thử thôi nhiễm			
Chỉ tiêu kiểm tra	**Điều kiện ngâm thôi**	**Dung dịch ngâm thôi**	**Giới hạn tối đa**
Phenol	60^0C trong 30 phút[7]	Nước	Âm tính
Formaldehyd			Âm tính
Cặn khô		Acid acetic 4%	30 µg/ml

4. Yêu cầu kỹ thuật đối với bao bì, dụng cụ từ nhựa Polyvinyl Clorid (PVC)

Ngoài các yêu cầu kỹ thuật quy định tại khoản II, mục 1, các bao bì, dụng cụ từ nhựa Polyvinyl Clorid (PVC) phải đạt các yêu cầu quy định tại bảng 4:

Bảng 4: Yêu cầu đối với bao bì, dụng cụ từ nhựa Polyvinyl Clorid (PVC)

Thử vật liệu		**Thử thôi nhiễm**			
Chỉ tiêu kiểm tra	**Giới hạn tối đa**	**Chỉ tiêu kiểm tra**	**Điều kiện ngâm thôi**	**Dung dịch ngâm thôi**	**Giới hạn tối đa**

Vinyl clorid	1µg/g	Cặn khô	25^{o}C trong 1 giờ	Heptan[3]	150 µg/ml
			60^{0}C trong 30 phút	Ethanol 20% [4]	30 µg/ml
Cresyl phosphat	1µg/g				
Các hợp chất dibutyl thiếc	50µ/g		60^{0}C trong 30 phút	Nước[5]	
				Acid acetic 4%	

5. Yêu cầu kỹ thuật đối với bao bì, dụng cụ từ nhựa Polyethylen và Polypropylen (PE và PP)

Ngoài các yêu cầu kỹ thuật quy định tại khoản II, mục 1, các bao bì, dụng cụ từ nhựa Polyethylen và Polypropylen (PE và PP) phải đạt các yêu cầu quy định tại bảng 5:

Bảng 5: Yêu cầu đối với bao bì, dụng cụ từ nhựa Polyethylen và Polypropylen (PE và PP)

Thử thôi nhiễm			
Chỉ tiêu kiểm tra	**Điều kiện ngâm thôi**	**Dung dịch ngâm thôi**	**Giới hạn tối đa**
Cặn khô	25^{o}C trong 1 giờ	Heptan[3]	30 µg/ml [a]
	60^{0}C trong 30 phút	Ethanol 20% [4]	30 µg/ml
	60^{0}C trong 30 phút[7]	Nước[5]	
		Acid acetic 4%[6]	

6. Yêu cầu kỹ thuật đối với bao bì, dụng cụ từ nhựa Polystyren (PS)

Ngoài các yêu cầu kỹ thuật quy định tại khoản II, mục 1, các bao bì, dụng cụ từ nhựa Polystyren (PS) phải đạt các yêu cầu quy định tại bảng 6:

Bảng 6: Yêu cầu đối với bao bì, dụng cụ từ nhựa Polystyren (PS)

Thử vật liệu		**Thử thôi nhiễm**			
Chỉ tiêu kiểm tra	**Giới hạn tối đa**	**Chỉ tiêu kiểm tra**	**Điều kiện ngâm thôi**	**Dung dịch ngâm thôi**	**Giới hạn tối đa**
▪Tổng số chất bay hơi(styren, tuluen, ethybenzen, n-propyl benzen)	5mg/g	Cặn khô	25^{o}C trong 1 giờ	Heptan[3]	240 µg/ml
Polylstyren trương nở(khi dùng nước	2mg/g		60^{0}C trong 30 phút	Ethanol 20% [4]	30 µg/ml

sôi)			60^0C trong 30 phút[7]	Nước[5]	
Styren và Ethybenzen	1mg/g			Acid acetic 4%[6]	

7. Yêu cầu kỹ thuật đối với bao bì, dụng cụ từ nhựa Polyvinyliden Clorid (PVDC)

Ngoài các yêu cầu kỹ thuật quy định tại khoản II, mục 1, các bao bì, dụng cụ từ nhựa Polyvinylden Clorid (PVDC) phải đạt các yêu cầu quy định tại bảng 7:

Bảng 7: Yêu cầu đối với bao bì, dụng cụ từ nhựa Polyvinyliden Clorid (PVDC)

Thử vật liệu		**Thử thôi nhiễm**			
Chỉ tiêu kiểm tra	**Giới hạn tối đa**	**Chỉ tiêu kiểm tra**	**Điều kiện ngâm thôi**	**Dung dịch ngâm thôi**	**Giới hạn tối đa**
Bari	100 µg/g	Cặn khô	25^oC trong 1 giờ	Heptan[3]	30 µg/ml
Vinyliden Clorid	Không quá 6 µg/g		60^0C trong 30 phút	Ethanol 20% [4]	
			60^0C trong 30 phút[7]	Nước[5]	
				Acid acetic 4%[6]	

8. Yêu cầu kỹ thuật đối với bao bì, dụng cụ từ nhựa Polyethylen terephthalat (PET)

Ngoài các yêu cầu kỹ thuật quy định tại khoản II, mục 1, các bao bì, dụng cụ từ nhựa Polyethylen terephthalat (PET) phải đạt các yêu cầu quy định tại bảng 8:

Bảng 8: Yêu cầu đối với bao bì, dụng cụ từ nhựa Polyethylen terephthalat (PET)

Thử thôi nhiễm			
Chỉ tiêu kiểm tra	**Điều kiện ngâm thôi**	**Dung dịch ngâm thôi**	**Giới hạn tối đa**
Antimony	60^0C trong 30 phút[7]	Acid acetic 4%	0,05 µg/ml
Germani			0,1 µg/ml
Cặn khô	25^oC trong 1 giờ	Heptan[3]	30 µg/ml
	60^0C trong 30 phút	Ethanol 20% [4]	
	60^0C trong 30 phút[7]	Nước[5]	
		Acid acetic 4%[6]	

9. Yêu cầu kỹ thuật đối với bao bì, dụng cụ từ nhựa Polymethyl Metacrylat (PMMA)

Ngoài các yêu cầu kỹ thuật quy định tại khoản II, mục 1, các bao bì, dụng cụ từ nhựa Polymethyl Metacrylat (PMMA) phải đạt các yêu cầu quy định tại bảng 9:

Bảng 9: Yêu cầu đối với bao bì, dụng cụ từ nhựa Polymethyl Metacrylat (PMMA)

Thử thôi nhiễm			
Chỉ tiêu kiểm tra	**Điều kiện ngâm thôi**	**Dung dịch ngâm thôi**	**Giới hạn tối đa**

Methyl methacrylat	60^0C trong 30 phút	Ethanol 20%	15 µg/ml
Cặn khô	25^oC trong 1 giờ	Heptan[3]	30 µg/ml
	60^0C trong 30 phút	Ethanol 20% [4]	
	60^0C trong 30 phút[7]	Nước[5]	
		Acid acetic 4%[6]	

10. Yêu cầu kỹ thuật đối với bao bì, dụng cụ từ nhựa Nylon (PA)

Ngoài các yêu cầu kỹ thuật quy định tại khoản II, mục 1, các bao bì, dụng cụ từ nhựa Nylon phải đạt các yêu cầu quy định tại bảng 10:

Bảng 10: Yêu cầu đối với bao bì, dụng cụ từ nhựa Nylon (PA)

Thử thôi nhiễm			
Chỉ tiêu kiểm tra	**Điều kiện ngâm thôi**	**Dung dịch ngâm thôi**	**Giới hạn tối đa**
Caprolactam	60^0C trong 30 phút	Ethanol 20%	15 µg/ml
Cặn khô	25^oC trong 1 giờ	Heptan[3]	30 µg/ml
	60^0C trong 30 phút	Ethanol 20% [4]	
	60^0C trong 30 phút[7]	Nước[5]	
		Acid acetic 4%[6]	

11. Yêu cầu kỹ thuật đối với bao bì, dụng cụ từ nhựa Polymethyl Penten (PMP)

Ngoài các yêu cầu kỹ thuật quy định tại khoản II, mục 1, các bao bì, dụng cụ từ nhựa Polymethyl Penten (PMP) phải đạt các yêu cầu quy định tại bảng 11:

Bảng 11: Yêu cầu đối với bao bì, dụng cụ từ nhựa Polymethyl Penten (PMP)

Thử thôi nhiễm			
Chỉ tiêu kiểm tra	**Điều kiện ngâm thôi**	**Dung dịch ngâm thôi**	**Giới hạn tối đa**
Cặn khô	25^oC trong 1 giờ	Heptan[3]	120 µg/ml
	60^0C trong 30 phút	Ethanol 20% [4]	30 µg/m l
	60^0C trong 30 phút[7]	Nước[5]	
		Acid acetic 4%[6]	

12. Yêu cầu kỹ thuật đối với bao bì, dụng cụ từ nhựa Polycarbonat (PC)

Ngoài các yêu cầu kỹ thuật quy định tại khoản II, mục 1, các bao bì, dụng cụ từ nhựa Polycarbonat phải đạt các yêu cầu quy định tại bảng 12:

Bảng 12: Yêu cầu đối với bao bì, dụng cụ từ nhựa Polycarbonat (PC)

Thử vật liệu	**Thử thôi nhiễm**

Chỉ tiêu kiểm tra	Giới hạn tối đa	Chỉ tiêu kiểm tra	Điều kiện ngâm thôi	Dung dịch ngâm thôi	Giới hạn tối đa
Bis-phenol A (Phenol,P-t-butylphenol)[8]	Không quá 500µg/g	Bisphenol A (Phenol,P-t-butylphenol)	25°C trong 1 giờ	Heptan[3]	2,5 µg/ml
			60°C trong 30 phút	Ethanol 20% [4]	
			60°C trong 30 phút[7]	Nước[5]	
				Acid acetic 4%[6]	
Diphenyl carbonat	Không quá 500µg/g	Cặn khô	25°C trong 1 giờ	Heptan[3]	30 µg/ml
			60°C trong 30 phút	Ethanol 20% [4]	
			60°C trong 30 phút[7]	Nước[5]	
				Acid acetic 4%[6]	
Amin(triethylamin và tributylamin)	Không quá 1µg/g				

13. Yêu cầu kỹ thuật đối với bao bì, dụng cụ từ nhựa Polylactic Acid (PLA)

Ngoài các yêu cầu kỹ thuật quy định tại khoản II, mục 1, các bao bì, dụng cụ từ nhựa Polylactic Acid (PLA) phải đạt các yêu cầu quy định tại bảng 13:

Bảng 13: Yêu cầu đối với bao bì, dụng cụ từ nhựa Polylactic Acid (PLA)

Thử thôi nhiễm			
Chỉ tiêu kiểm tra	**Điều kiện ngâm thôi**	**Dung dịch ngâm thôi**	**Giới hạn tối đa**
Acid lactic tổng số	60°C trong 30 phút	Nước	30 µg/ml
Cặn khô	25°C trong 1 giờ	Heptan[3]	30 µg/ml
	60°C trong 30 phút	Ethanol 20% [4]	
	60°C trong 30 phút[7]	Nước[5]	
		Acid acetic 4%[6]	

14. Yêu cầu kỹ thuật đối với bao bì, dụng cụ từ nhựa Polyvinyl Alcol (PVA)

Ngoài các yêu cầu kỹ thuật quy định tại khoản II, mục 1, các bao bì, dụng cụ từ nhựa Polyvinyl Acol (PVA) phải đạt các yêu cầu quy định tại bảng 14:

Bảng 14: Yêu cầu đối với bao bì, dụng cụ từ nhựa Polyvinyl Alcol (PVA)

Thử thôi nhiễm			
Chỉ tiêu kiểm tra	**Điều kiện ngâm thôi**	**Dung dịch ngâm thôi**	**Giới hạn tối đa**
Cặn khô	25°C trong 1 giờ	Heptan[3]	30 µg/ml

	60^0C trong 30 phút	Ethanol 20% [4]	
	60^0C trong 30 phút[7]	Nước[5]	
		Acid acetic 4%[6]	

Ghi chú

[1] Ngoại trừ bao bì, dụng cụ có thành phần chính là nhựa Phenol, nhựa Melamin và nhựa Ure.

[2] Áp dụng với dụng cụ nấu ăn, bộ đồ ăn uống.

[3] Áp dụng với bao bì, dụng cụ chứa đựng chất béo, dầu ăn và thực phẩm chứa chất béo.

[4] Áp dụng với bao bì, dụng cụ chứa đựng đồ uống có cồn.

[5] Áp dụng với bao bì, dụng cụ chứa đựng thực phẩm có độ pH lớn hơn 5.

[6] Áp dụng với bao bì, dụng cụ chứa đựng thực phẩm có độ pH nhỏ hơn hoặc bằng 5.

[7] Áp dụng với dụng cụ sử dụng ở nhiệt độ lớn hơn 100^0C và điều kiện ngâm là 95^0C trong 30 phút.

[8] Không có trong bao bì, dụng cụ nhựa dành cho trẻ nhỏ.

III. PHƯƠNG PHÁP THỬ VÀ LẤY MẪU

Phương pháp thử và lấy mẫu được quy định tại các phụ lục ban hành kèm theo quy chuẩn này như sau:

1. Phụ lục 1: Phương pháp thử đối với vật liệu.

2. Phụ lục 2: Phương pháp thử thôi nhiễm.

IV. YÊU CẦU QUẢN LÝ

1. Công bố hợp quy

1.1 Các sản phẩm là bao bì, dụng cụ nhựa nhập khẩu, sản xuất, buôn bán và sử dụng trong nước phải được công bố hợp quy phù hợp với các quy định tại Quy chuẩn này.

1.2 Phương thức, trình tự, thủ tục công bố hợp quy được thực hiện theo *Quy định về chứng nhận hợp chuẩn, chứng nhận hợp quy và công bố hợp chuẩn, công bố hợp quy* được ban hành kèm theo Quyết định số 24/2007/QĐ BKHCN ngày 28 tháng 09 năm 2007 của Bộ trưởng Bộ Khoa học và Công nghệ và các quy định của pháp luật.

2. Kiểm tra nhà nước đối với bao bì, dụng cụ nhựa

Việc kiểm tra nhà nước đối với các sản phẩm bao bì, dụng cụ nhựa phải được thực hiện theo qui định của pháp luật.

V. TRÁCH NHIỆM CỦA TỔ CHỨC, CÁ NHÂN

1. Tổ chức, cá nhân nhập khẩu, sản xuất các sản phẩm bao bì, dụng cụ nhựa 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.

2. Tổ chức cá nhân chỉ được phép nhập khẩu, sản xuất, buôn bán và sử dụng các sản phẩm bao bì nhựa sau khi hoàn tất đăng ký bản công bố hợp quy và bảo đảm chất lượng, vệ sinh an toàn phù hợp với các quy định của pháp luật.

VI. 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.

PHỤ LỤC 1

PHƯƠNG PHÁP THỬ ĐỐI VỚI VẬT LIỆU NHỰA

1. Xác định Chì và Cadmi trong vật liệu nhựa

1.1 Chuẩn bị dung dịch thử

Cân 1,0 g mẫu (chính xác đến mg) 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 hydrocloric (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.

1.2 Chuẩn bị dung dịch chuẩn

1.2.1 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.

1.2.2 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.

1.3 Tiến hành

Dùng quang phổ hấp thụ nguyên tử hoặc quang phổ phát xạ plasma để xác định cadmi và chì trong dung dịch thử.

2. Xác định các hợp chất dibutyl thiếc

2.1 Chuẩn bị dung dịch thử

Cân 0,5g mẫu (đã được cắt hoặc nghiền nhỏ) cho vào bình thủy tinh có mài. Thêm 20ml hỗn hợp aceton và hexan tỷ lệ 3:7 và một giọt acid hydrochloric, đậy chặt nắp bình và để qua đêm ở khoảng 40^0C, 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 40^0C. Sau đó, dùng hexan chuyển vào bình định mức 25ml, thêm hexan đến 25 ml. Ly tâm hỗn hợp trong khoảng 10 phút với tốc độ 2500 vòng/phút và sử dụng lớp trên làm dung dịch thử. Thêm aceton và 2-3 giọt acid hydrocloric vào 100ml dibutyl thiếc diclorid và hòa tan, sau đó thêm aceton đến vừa đủ 100ml. Lấy 1ml dung dịch này, thêm hexan và 2-3 giọt acid hydrocloric đến vừa đủ 1000ml, dung dịch chuẩn dibutyl thiếc có nồng độ 1 µg/ml.

2.2 Tiến hành

Lấy 2ml mỗi loại dung dich thử và dung dịch chuẩn dibutyltin, thêm 5 ml dung dịch đệm acid acetic-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 hexan. Dùng 1µl dung dịch này, chạy sắc ký khí và khối phổ theo hướng dẫn dưới đây.

Cột sắc ký	Sử dụng cột bằng thủy tinh silicat dài 30 m đường kính trong 0,25 mm được phủ một lớp dày 0,25 µm dimethylpolysiloxan chứa diphenylpolysiloxan 5%
Nhiệt độ cột	Làm nóng cột đến 45°C trong 4 phút, sau đó tăng tốc độ gia nhiệt 15°C/phút cho đến khi đạt 300°C ,duy trì nhiệt độ này trong 10 phút.
Nhiệt độ buồng tiêm mẫu	250^0C
Detector	Dùng Detector khối phổ cài đặt số khối là 263
Khí mang	Sử dụng khí Heli.Điều chỉnh tốc độ dòng khí để dibutyltin xuất hiện ở thời điểm khoảng 13 phút.

3. Xác định Tricresyl phosphat trong nhựa PVC

3.1 Chuẩn bị dung dịch thử

Cân 0,5g mẫu (đã được cắt hoặc nghiền nhỏ) và cho vào bình thủy tinh có nút mài. Thêm 15ml acetonitril, đậy chặt nút bình và để qua đêm ở khoảng 40^0C. 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 silica gel đã được octadecyl silyl hóa, luyện cột bằng 5ml acetonitril và 5ml hỗn hợp acetonitril : nước (1 :1)

Lấy 5ml dịch chiết acetonitril và 5ml nước trộn đều và nạp vào đầu cột đã luyện ở trên.

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

3.2 Chuẩn bị dung dịch chuẩn

Cân chính xác 100 mg tricresyl phosphat, thêm acetonitril hòa tan và định mức đến đủ 100 ml. Lấy 1 ml dung dịch với 60 ml acetonitril, sau đó thêm nước và định mức đến đủ 100 ml. Dung dịch chuẩn tricresyl phosphate có nồng độ 10 µg/ ml.

3.3 Tiến hành

Lấy 20 µl mỗi loại, dung dịch thử và dung dịch chuẩn tricresyl phosphat. Chạy sắc ký lỏng theo điều kiện dưới đây.

Cột sắc ký	Cột thép không gỉ dài 250mm có đường kính 4,6 mm
Nhiệt độ cột	50^0C
Detector	Detector quang phổ tử ngoại, hoạt động ở bước sóng 264 nm.
Pha động	Dùng hỗn hợp acetonitril và nước trộn với tỷ lệ 2:1. Điều chỉnh tốc độ dòng chảy để tricresyl phosphat xuất hiện ở thời điểm khoảng 9 phút.

4. Xác định Vinyl clorid trong nhựa PVC

4.1 Chuẩn bị dung dịch thử

Cân 0,5g mẫu đã được (cắt mỏng) và cho vào bình thủy tinh dung tích 20ml có nắp kín. Sau đó, thêm 2,5ml N,N-dimethyl acetamid và đậy nắp ngay, lắc đều được dung dịch thử. 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.

4.2 Dung dịch vinyl clorid 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 tiêm vào 200 mg vinyl clorua đã được hoá lỏng. Tiêm 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 vinyl clorid chuẩn 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.

4.3 Tiến hành

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 điều kiện dưới đây.

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 divinylbenzen styren
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	200^0C
Detector	Detector 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 khí để các vinyl chloride xuất hiện ở thời điểm khoảng 5 phút

5. Xác định các chất bay hơi trong nhựa PS

5.1 Chuẩn bị dung dịch thử

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 dung dịch thử diethylbenzen và thêm tetrahydrofuran định mức cho đủ 20 ml.

5.2 Chuẩn bị dung dịch chuẩn

Cho 90 ml dung dịch tetrahydrofuran vào bình định mức 100 ml. Cân chính xác 50 mg mỗi loại các chất sau : styren, toluen, ethylbenzen, isopropyl benzen, và propyl benzen. 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 diethylbenzen, sau đó thêm dung dịch tetrahydrofuran định mức đến đủ 20 ml.

5.3 Dung dịch thử diethylbenzen

Cho tetrahydrofuran vào 1 ml diethylbenzen, định mức đến đủ 100 ml. Lấy 10 ml dung dịch này và thêm tetrahydrofuran tiếp tục định mức đến đủ 100 ml.

5.4 Xây dựng đường chuẩn

Lấy 1 µl mỗi dung dịch chuẩn, chạy sắc ký khí theo hướng dẫn mô tả dưới đây. Sử dụng sắc ký đồ thu được để tính các tỷ lệ diện tích pic của styren, toluen, Ethylbenzen, isopropyl benzen và propyl benzen với diện tích pic của diethylbenzen, sau đó vẽ đường chuẩn.

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 polyethylen glycol
Nhiệt độ cột	Đun nóng cột từ 60 ^{o}C sau đó tăng nhiệt độ từ từ, cứ 4°C mỗi phút cho đến khi đạt 100°C, và tiếp tục tăng 10 ^{o}C mỗi phút cho đến khi đạt 150^{o}C
Nhiệt độ buồng tiêm mẫu	220^0C
Detector	Detector ion hóa bằng ngọn lửa hydro. Vận hành nhiệt độ khoảng 220°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 khí để các diethylbenzen xuất hiện ở thời điểm khoảng 11 phút

5.5 Tiến hành

Dùng 1 ml dung dịch thử, chạy sắc ký khí theo hướng dẫn mô tả như trên. Sử dụng sắc ký đồ thu được để tính các tỷ lệ diện tích pic của các chất với diện tích pic của diethylbenzen. Tiếp theo, sử dụng các đường chuẩn tương ứng để xác định nồng độ styren, toluen, ethylbenzen, isopropyl benzen và propyl benzen, sau đó sử dụng các phương trình sau đây để xác định hàm lượng của từng chất.

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

6. Xác định bari trong nhựa PVDC

6.1 Chuẩn bị dung dịch thử

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

6.2 chuẩn bị dung dich bari chuẩn

- 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.

6.3 Tiến hành

Phân tích Bari trong dung dịch thử bằng quang phổ hấp thụ nguyên tử hoặc quang phổ phát xạ plasma

7. Xác định vinyliden chloride trong nhựa PVDC

7.1 Chuẩn bị dung dịch thử

Cắt nhỏ mẫu, cân 0,5g và cho vào bình thủy tinh 20ml có nắp đậy. Sau đó, thêm 2,5ml N,N-dimethyl acetamide và đóng nắp ngay.

7.2 Dung dịch chuẩn

Cho khoảng 98 ml dung dịch N,N-dimethyl acetamid vào bình định mức 100 ml có nút cao su silicon. Tiêm 250 ml vinyliden clorid vào bình. Sau đó tiêm N,N-dimethyl acetamid qua nút cao su silicon định mức đến đủ 100 ml. Tiếp tục lấy 1 ml dung dịch này và thêm N, N-dimethyl acetamid định mức đến đủ 50 ml. Nồng độ của Vinyliden Clorid trong dung dịch chuẩn làm việc là 60 μg/ml. Dung dịch vinyliden Clorid chuẩn làm việc có nồng độ là 60 μg/ml.

7.3 Tiến hành

Rót 50 μl dung dịch vinyliden 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 điều kiện dưới đây.

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 divinylbenzen styren
Nhiệt độ cột	Làm nóng cột đến 80 °C trong 1 phút, tăng nhiệt độ với tốc độ gia nhiệt 10°C/phút cho đến khi đạt 250°C, duy trì trong 10 phút.

Nhiệt độ buồng tiêm mẫu	200^0C
Detector	Detector ion hóa 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 khí để vinyliden clorid xuất hiện ở thời điểm khoảng 9 phút

8. Xác định bisphenol A trong nhựa PC

8.1 Chuẩn bị dung dịch thử

Lấy 1.0 g mẫu, cho vào bình nón 200ml và thêm 20 ml dicloromethan. 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.

8.2 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 định mức 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 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).

8.3 Vẽ đường chuẩn

Sử dụng 20 µ l các dung dịch chuẩn, chạy sắc ký lỏng theo điều kiện dưới đây. Sử dụng sắc ký đồ thu được để tính toán chiều cao và diện tích các pic của bisphenol A, phenol, và p-tert-butylphenol, sau đó vẽ đường chuẩn cho từng chất.

Chất nhồi	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^oC
Detector	Detector quang phổ ngoại. Vận hành ở bước sóng 217 nm
Pha động	A = acetonitril ; B= nước cất
Chương trình dung môi	Gradient dung môi tuyến tính với tỷ lệ A :B từ 30 :70 đến 100 :0 trong thời gian 35 phút ; sau đó duy trì dung môi A thêm 10 phút nữa

8.4 Tiến hành

Sử dụng 20 µl dung dịch mẫu, chạy sắc ký lỏng theo điều kiện ở trên, dùng đường chuẩn để xác định nồng độ của bisphenol A, phenol, và p-tert-butylphenol trong dung dịch mẫu thử, sau đó sử dụng phương trình đưới đây tính hàm lượng các chất.

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

9. Xác định diphenyl carbonat trong nhựa PC

9.1 Chuẩn bị dung dich 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 µm.

9.2 Chuẩn bị dung dịch chuẩn

Cân chính xác 10 mg diphenyl carbonat cho vào bình định mức 100 ml, và thêm methanol 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 đến đủ 20 ml.

9.3 Xây dựng đường chuẩn

Sử dụng 20 µl các dung dịch chuẩn, chạy sắc ký lỏng theo điều kiện dưới đây. Sử dụng sắc ký đồ thu được để tính toán chiều cao và diện tích pic của diphenyl carbonat, sau đó vẽ đường chuẩn.

Chất nhồi	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^{o}C
Detector	Sử dụng Detector quang phổ tử ngoại. Vận hành ở bước sóng 217 nm
Pha động	A = acetonitril ; B= nước cất
Chương trình dung môi	Sau khi tiến hành gradien nồng độ theotỷ lệ A: B từ (3:07) đến (100:0) trong 35 phút, để cho dòng chảy acetonitrile trong 10 phút.

9.4 Tiến hành

Dùng 20 µl dung dịch thử, chạy sắc ký lỏng theo điều kiện ở trên. Sử dụng sắc ký đồ để tính chiều cao và diện tích các píc. Tiếp theo dùng đường chuẩn để xác định nồng độ của diphenyl carbonat trong dung dịch thử, sau đó sử dụng phương trình dưới đây tính hàm lượng các chất này:

Hàm lượng (µg/g) = Nồng độ trong dung dịch mẫu thử (µg/ml) × 20 (ml) / khối lượng mẫu thử (g)

10. Xác định các Amin trong nhựa PC

10.1 Chuẩn bị dung dịch thử

Lấy 1,0 g mẫu, cho vào bình nón 200ml và thêm 20 ml diclorometan. 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)

10.2 Chuẩn bị dung dịch chuẩn

Cân chính xác các chất triethylamin và tributylamin 10 mg mỗi loại. Cho vào bình định mức 100 ml, sau đó thêm dichloroethan định mức đến đủ 100 ml. Tiếp theo, lấy ra 4 ml dung dịch này vào bình định mức 100 ml, và thêm dichloroethan 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).

10.3 Xây dựng đường chuẩn

Sử dụng 1µl các dung dịch chuẩn, chạy sắc ký khí theo điều kiện dưới đây. Sử dụng sắc ký đồ thu được để tính chiều cao và diện tích các pic của triethylamin và tributylamin, sau đó vẽ đường chuẩn cho từng chất.

Cột sắc ký	Sử dụng cột thủy tinh silicat dài 30 m đường kính 0,32 mm được phủ một lớp dimethylpolysiloxan 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	200^{0}C

mẫu	
Detector	Detector nhiệt ion ngọn lửa kiềm hoặc một detector nitơ-phosphor 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 khí để triethylamin xuất hiện ở thời điểm khoảng 3 đến 4 phút

10.4 Tiến hành

Dùng 1 ml dung dịch thử, thực hiện sắc ký khí theo điều kiện ở trên. Sử dụng sắc ký đồ thu được để tính toán chiều cao và diện tích của mỗi pic. Tiếp theo, sử dụng các đường chuẩn tương ứng để xác định nồng độ triethylamin và tributylamin, sau đó sử dụng các phương trình sau đây để xác định hàm lượng của từng chất:

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

PHỤ LỤC 2

PHƯƠNG PHÁP THỬ THÔI NHIỄM

1. Xác định hàm lượng kim loại nặng trong nhựa

10.1 Chuẩn bị dung dịch thử

Rửa sạch mẫu bằng nước cất, ngâm trong dung dịch ngâm thôi theo tỷ lệ 2ml /1cm^2 mẫu

- Sử dụng dung dịch ngâm và điều kiện ngâm : Theo hướng dẫn trong phần quy định kỹ thuật.

10.2 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.

10.3 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. Dung dịch trong ống thử không được thẫm màu hơn dung dịch trong ống so sánh.

2. Xác định lượng $KmnO_4$ tiêu tốn trong nhựa

2.1 Chuẩn bị dung dịch thử

- Rửa sạch mẫu bằng nước cất, ngâm thôi mẫu trong dung dịch theo tỷ lệ 2ml/1cm^2 mẫu.

- Sử dụng dung dịch ngâm và điều kiện ngâm : Theo hướng dẫn trong phần quy định kỹ thuật.

2.2 Tiến hành

Cho 100 ml nước, 5 ml acid sulfuric (1 → 3), và 5ml dung dịch $KMnO_4$ 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 dung dịch $KMnO_4$ 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 mất màu dung dịch. Chuẩn độ với dung dịch $KMnO_4$ 0,002 mol/l cho đến khi có màu phớt đỏ bền.

Tiến hành với mẫu trắng và tính lượng kali permanganat tiêu thụ bằng cách sử dụng công thức sau.

Lượng $KMnO_4$ tiêu thụ (µg/ml) = [(a – b)x0,316xfx 1,000]/100

Trong đó

a = lượng (ml) dung dịch $KMnO_4$ 0,002 mol/l dùng tiến hành với mẫu thử

b = lượng (ml) dung dịch $KMnO_4$ 0,002 mol/l dùng tiến hành với mẫu trắng

f = hệ số hiệu chỉnh của dung dịch $KMnO_4$ 0,002 mol/l

3. Xác định phenol trong nhựa phenol, melamin và ure

3.1 Chuẩn bị dung dịch thử

Rửa sạch mẫu bằng nước cất, ngâm thôi trong dung dịch ngâm theo tỷ lệ 2ml/1cm^2 mẫu

- Sử dụng dung dịch ngâm và điều kiện ngâm : Theo hướng dẫn trong phần quy định kỹ thuật.

3.2 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.

Dung dịch chuẩn làm việc : Lấy chính xác 1ml dung dịch chuẩn trung gian vào bình định mức 20ml và thêm nước đến vạch. Dung dịch chuẩn làm việc có nồng độ 5 µg/ml.

3.3 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: Hòa 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

3.4 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 dung dịch antipyrin 4-amin và 2,5 ml dung dịch kali fericyanid 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.

4. Xác định formaldehyd trong nhựa

4.1 Chuẩn bị dung dịch thử

Rửa sạch mẫu bằng nước cất, ngâm thôi mẫu trong dung dịch ngâm tỷ lệ 2ml/1cm^2 mẫu

Sử dụng dung dịch ngâm và điều kiện ngâm : Theo hướng dẫn trong phần quy định kỹ thuật.

4.2 Tiến hành

Cho vào ống đo có chia vạch 200 ml một lượng 10 ml dung dịch mẫu thử với 1 ml acid phosphoric 20%, sau đó thêm 5-10 ml nước và tiến hành cất kéo 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 acetylaceton. Khuấy đều và gia nhiệt trong cách thủy sôi 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 acetylaceton. Khuấy đều và gia nhiệt trong cách thủy sôi 10 phút.

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

5. Xác định cặn khô

5.1 Chuẩn bị dung dịch thử:

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

Sử dụng dung dịch ngâm và điều kiện ngâm : Theo hướng dẫn trong phần quy định kỹ thuật.

5.2 Tiến hành:

Lấy 200-300 ml dung dịch thử (nếu sử dụng heptan là dung dịch ngâm thôi, thì chuyển 200-300 ml dung dịch thử vào một bình hình quả lê, cô chân không đến còn một vài ml, chuyển phần dịch cô vào một chén bạch kim, thạch anh, hoặc cốc thủy tinh chịu nhiệt (đã gia nhiệt tới 105^0C và cân bì) sau đó tráng bình cất hai lần, mỗi lần với khoảng 5 ml heptan và gộp dịch rửa vào dịch cô đặc. 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 105^0C, để nguội trong bình hút ẩm, cân chén và cặn để xác định khối lượng cặn (sự chênh lệch khối lượng chén và cặn với khối 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:

Cặn khô (µg/ml) = [(a-b) x1,000] / thể tích dung dịch thử (ml)

Trong đó:

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

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

6. Xác định Antimon

6.1 Chuẩn bị dung dịch thử

Rửa sạch mẫu bằng nước cất, ngâm trong dung dịch ngâm theo tỷ lệ 2ml /1cm^2 mẫu

Sử dụng dung dịch ngâm và điều kiện ngâm : Theo hướng dẫn trong phần quy định kỹ thuật.

6.2 Chuẩn bị dung dịch chuẩn gốc Antimon

Cân chính xác 1,874 g triclorua 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 độ1 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.

6.3 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 thử và dung dịch Antimon chuẩn làm việc, so sánh kết quả với nhau.

7. Xác định Germani

7.1 Chuẩn bị dung dịch thử

Rửa sạch mẫu bằng nước cất, ngâm trong dung dịch ngâm theo tỷ lệ 2ml/1cm^2 mẫu.

- Sử dụng dung dịch ngâm và điều kiện ngâm: Theo hướng dẫn trong phần quy định kỹ thuật.

7.2 Chuẩn bị dung dịch chuẩn

- Cân chính xác 144 mg germani dioxyd cho vào một chén nung bạch kim, thêm 1g Natri carbonat 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 acid hydrochloric nữa và sau đó thêm nước định mức đến đủ 100 ml. Nồng độ germani trong dung dịch này là 1 mg/ ml.

- Lấy 1ml dung dịch chuẩn germani cho vào bình định mức 100ml thêm dung dịch acid acetic 4% cho đến vạch. Lấy 1ml dung dịch này pha loãng bằng dung dịch ací ace tic 4% đến 100ml trong bình định mức. Dung dịch germani chuẩn làm việc có nồng độ 1 µg/ml.

7.3 Tiến hành

Dùng quang phổ hấp thụ nguyên tử hoặc quang phổ phát xạ plasma để xác định Germani trong dung dịch thử

8. Xác định methyl methacrylat

8.1 Chuẩn bị dung dịch thử

Rửa sạch mẫu bằng nước cất, ngâm trong dung dịch ngâm thôi theo tỷ lệ 2ml /1cm^2 mẫu

- Sử dụng dung dịch ngâm và điều kiện ngâm : Theo hướng dẫn trong phần quy định kỹ thuật.

8.2 Dung dịch chuẩn có nồng độ methyl methacrylat là 15 µg/ml.

8.3 Tiến hành

Sử dụng 1µl dung dịch thử và 1µl dung dịch chuẩn methyl methacrylat, chạy sắc ký khí theo hướng dẫn mô tả dưới đây.

Cột sắc ký	Sử dụng cột bằng thủy tinh silicat dài 30 m đường kính trong 0,32 mm được phủ một lớp dimethylpolysiloxan dày 5 µm
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^{0}C
Detector	Detector 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 khí để methyl methacrylat xuất hiện ở thời điểm khoảng 4 đến 5 phút

9. Caprolactam

9.1 Chuẩn bị dung dịch thử

Rửa sạch mẫu bằng nước cất, ngâm trong dung dịch ngâm thôi theo tỷ lệ 2ml /1cm^2 mẫu

- Sử dụng dung dịch ngâm và điều kiện ngâm : Theo hướng dẫn trong phần quy định kỹ thuật.

9.2 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 có nồng độ caprolactam là 15 µg/ml.

9.3 Tiến hành

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 sắc ký đồ của dung dịch thử và thời gian lưu của caprolactam trong sắc ký đồ 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 dimethylpolysiloxan dày 5 µm

Nhiệt độ cột	240^{o}C.
Nhiệt độ buồng tiêm mẫu	240^{0}C
Detector	Detector ion hóa bằng ngọn lửa hydro. Vận hành ở nhiệt độ khoảng 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 khí để caprolactam xuất hiện ở thời điểm khoảng 5 phút

10. Bisphenol A (phenol và p-tert-butylphenol)

10.1 Chuẩn bị dung dịch thử

Rửa kỹ mẫu bằng nước, sử dụng dung dịch ngâm với tỷ lệ 2ml/cm^2 diện tích bề mặt mẫu.

- Sử dụng dung dịch ngâm và điều kiện ngâm : Theo hướng dẫn trong phần quy định kỹ thuật.

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.

10.2 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 định mức 100 ml, sau đó thêm methanol 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) .

10.3 Vẽ đường chuẩn

Sử dụng 100µ l các dung dịch chuẩn làm việc, chạy sắc ký lỏng theo điều kiện dưới đây. Sử dụng sắc ký đồ thu được để tính chiều cao và diện tích píc của bisphenol A, phenol, và p-tert-butylphenol, sau đó vẽ đường chuẩn 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^{o}C
Detector	Sử dụng detector quang phổ tử ngoại. Vận hành ở bước sóng 217 nm
Pha động	A = acetonitril ; B= nước cất
Chương trình dung môi	gradien dung môi tuyến tính với tỷ lệ A:B từ (30:70) đến (100:0) trong thời gian 35 phút, sau đó duy trì dòng dung môi A thêm 10 phút nữa.

10.4 Tiến hành

Sử dụng 20 µl dung dịch thử, chạy sắc ký lỏng theo điều kiện ở trên. Sử dụng sắc ký đồ thu được để tính chiều cao và diện tích các píc. Tiếp theo dùng đường chuẩn để xác định nồng độ của bisphenol A, phenol, và p-tert-butylphenol trong dung dịch mẫu thử, sau đó sử dụng công thức dưới đây tính hàm lượng các chất:

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

11. Tổng Acid lactic

11.1 Chuẩn bị dung dịch thử

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

- Sử dụng dung dịch ngâm và điều kiện ngâm : Theo hướng dẫn trong phần quy định kỹ thuật.

11.2 Dung dịch chuẩn có nồng độ acid lactic là 30 µg/ml

11.3 Tiến hành

Lấy 1 ml dung dịch thử và 1 ml dung dịch acid lactic chuẩn vào cột, thêm vào mỗi cột 100 µl natri hydroxyd 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 µl acid phosphoric 0,2 mol/l. Sử dụng 100 µl mỗi dung dịch, chạy sắc ký lỏng theo điều kiện dưới đây.

Chất nhồi cột	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
Detector	Detector quang phổ tử ngoại. Vận hành ở bước sóng 210 nm
Pha động	Sử dụng dung dịch acid phosphoric, acetonitril và nước với tỉ lệ 0,1:1:99. Điều chỉnh tốc độ dòng chảy để acid lactic xuất hiện ở thời điểm khoảng 5 phút