



CỘNG HOÀ XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

QCVN.... : 2010/BYT

**QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA
VỀ VỆ SINH AN TOÀN ĐỐI VỚI BAO BÌ LÀM BẰNG KIM
LOẠI TIẾP XÚC TRỰC TIẾP VỚI THỰC PHẨM**

*National technical regulation on the safety
of Metal cans 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 BAO BÌ LÀM BẰNG KIM LOẠI TIẾP XÚC TRỰC TIẾP VỚI THỰC PHẨM

*National technical regulation on the safety
of Metal cans direct contact with food product*

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 chất lượng, vệ sinh an toàn đối với bao bì làm bằng kim loại 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 bao bì làm bằng kim loại 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 bao bì làm bằng kim loại 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 bao bì làm bằng kim loại tiếp xúc trực tiếp với thực phẩm.

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 BAO BÌ LÀM BẰNG KIM LOẠI TIẾP XÚC TRỰC TIẾP VỚI THỰC PHẨM

1. Yêu cầu kỹ thuật

<i>Asen</i>	Hàm lượng Asen trong mẫu không được quá 0,2 µg/ml
<i>Chì</i>	Hàm lượng Chì trong mẫu không được quá 0,4 µg/ml
<i>Cadmi</i>	Hàm lượng Cadmi trong mẫu không được quá 0,1 µg/ml
<i>Phenol</i> (*)	Hàm lượng phenol trong mẫu không được quá 5 µ/ml
<i>Formaldehyd</i> (*)	Hàm lượng Formaldehyd trong mẫu thử phải đạt yêu cầu như đã mô tả trong phần phương pháp thử
<i>Cặn khô</i> (*)	Cặn khô còn lại sau khi cho bay hơi dung dịch thử không được quá 30 µg/ml. Trường hợp khác được quy định trong phần phương pháp thử.
<i>Epiclorohydrin</i> (*)	Hàm lượng <i>Epiclorohydrin</i> trong mẫu không được quá 0,5 µg/ml.
<i>Vinyl chlorid</i> (*)	Hàm lượng Vinyl chloride trong mẫu không được quá 0,05 µg/ml.

2. Phương pháp thử

2.1. Chuẩn bị dung dịch thử

Rửa sạch mẫu bằng nước và sử dụng dịch ngâm theo quy định của từng phương pháp thử, thực hiện như sau:

Đối với mẫu có thể đựng chất lỏng, đựng dịch ngâm ở nhiệt độ 60⁰C, bao kín bằng kính thủy tinh và để trong 30 min ở 60⁰C.

Đối với mẫu không thể chứa đựng chất lỏng, đun nóng một lượng dịch ngâm tương đương 2ml với mỗi cm² diện tích bề mặt đến 60⁰C, ngâm ngập mẫu trong đó và để ở 60⁰C trong 30 min. Tuy nhiên, nếu mẫu được sử dụng ở nhiệt độ lớn hơn 100⁰C thì sử dụng nước làm dịch ngâm và để ở 95⁰C trong 30 min và khi sử dụng heptan hoặc pentan thì để 1 giờ ở 25⁰C.

2.2 Phép thử

Chì và Cadmi

- Đối với các vật dụng chứa đựng bằng kim loại dùng để chứa các sản phẩm thực phẩm có pH lớn hơn 5: như phần 2.1 - phương pháp thử . Dùng dung dịch ngâm thôi là nước, nhỏ thêm 5 giọt acid nitric.

- Đối với các vật dụng chứa đựng bằng kim loại dùng để chứa các sản phẩm thực phẩm có pH nhỏ hơn hoặc bằng 5: như phần 2.1 - phương pháp thử . Dùng dung dịch ngâm thôi là acid citric 0.5%

- Chuẩn bị dung dịch chuẩn :

Cadmi:

- Dung dịch Cadmi chuẩn 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 Cadmi chuẩn làm việc:

Lấy chính xác 2 ml dung dịch cadmium chuẩn gốc, và thêm dung dịch làm dung dịch ngâm thôi, định mức đến đủ 100 ml.

Nồng độ dung dịch cadmium chuẩn làm việc 0,1 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 8 ml dung dịch Chì chuẩn gốc, thêm dung dịch làm dung dịch ngâm thôi và định mức đến đủ 100 ml. Dung dịch chì chuẩn làm việc có nồng độ 0,4 µg/ml.

- 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.

Asen

Chuẩn bị dung dịch thử :

- Đối với các vật dụng chứa đựng bằng kim loại dùng để chứa các sản phẩm thực phẩm có pH lớn hơn 5: như phần 2.1 - phương pháp thử . Dùng dung dịch ngâm thôi là nước, nhỏ thêm 5 giọt acid nitric.

- Đối với các vật dụng chứa đựng bằng kim loại dùng để chứa các sản phẩm thực phẩm có pH nhỏ hơn hoặc bằng 5: như phần 2.1 - phương pháp thử . Dùng dung dịch ngâm thôi là acid citric 0.5%

- Chuẩn bị dung dịch chuẩn gốc:

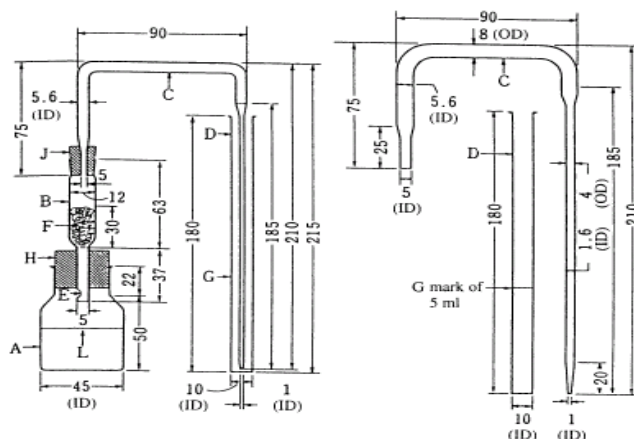
Nghiền mịn asen trioxit, sấy khô trong 4 giờ ở 105°C, cân 0,10g, thêm 5ml dung dịch NaOH (1 → 5) và hòa tan. Trung hòa dung dịch này bằng axit sulfuric (1 → 20), thêm 10 ml axit sulfuric dư (1 → 20), thêm nước vừa được đun sôi và để nguội, định mức đến đủ 1.000 ml. Nồng độ dung dịch chuẩn gốc là 0.1 mg/ml.

- Chuẩn bị dung dịch chuẩn làm việc :

Lấy 10 ml dung dịch asen chuẩn gốc, thêm 10 ml axit sulfuric (1 → 20), thêm nước vừa đun sôi và để nguội, định mức đến đủ 1.000 ml. Nồng độ dung dịch chuẩn làm việc là 0.1 µg /ml.

Chỉ chuẩn bị dung dịch chuẩn làm việc ngay trước khi sử dụng và lưu trữ trong một bình kín.

Tiến hành :



Rót dung dịch thử vào bình phản ứng và thêm một giọt bromophenol màu xanh, sau đó trung hòa bằng nước amoniac hoặc thuốc thử amoniac. Bước trung hòa có thể được bỏ qua khi chất thôi nhiễm là nước. Thêm vào dung dịch này 5 ml axit clohydric (1 → 2) và 5 ml kali iodua. Đợi 2-3 phút, thêm 5 ml thiếc clorua (II) và để trong 10 phút ở nhiệt độ phòng. Tiếp theo, thêm nước định mức đến đủ 40ml, thêm 2 g kẽm (loại dùng để thử asen) và ngay lập tức đóng nút cao su nối ống thoát khí và ống thủy tinh. Đưa mũi hẹp của ống thủy tinh gần chạm đáy ống hấp thụ, trong ống hấp thụ đã chứa sẵn 5 ml dung dịch hấp thụ asen.

Tiếp theo, đặt bình phản ứng trong nước ngập đến vai bình ở 25°C và để lại trong 1 giờ. Tháo ống hấp thụ và nếu cần thiết, thêm pyridin định mức đến đủ 5 ml. Dung dịch hấp thụ của dung dịch thử không được xuất hiện đậm màu hơn so với các màu dung dịch hấp thụ của dung dịch chuẩn.

Để xác định màu chuẩn, thực hiện các bước tương tự với dung dịch chuẩn như đã làm với dung dịch thử. Đặt cùng một lượng dung dịch thôi nhiễm như với dung dịch thử và 2,0 ml dung dịch asen chuẩn vào bình phản ứng. Màu sắc biểu hiện bởi dung dịch hấp thụ là màu chuẩn.

Phenol

- Chuẩn bị dung dịch thử: Như mô tả phần 2.1 - phương pháp thử. Dùng dung dịch ngâm thôi là nước.

- 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 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: 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

- 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 : như phần 2.1 - phương pháp thử . Dùng dung dịch ngâm thô là nước.

-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 thô theo hướng dẫn sau:

Mục đích sử dụng	Dung dịch ngâm thô
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 thô theo tỷ lệ 2ml/cm².

- Điều kiện ngâm:

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

Nếu mẫu sử dụng ở nhiệt độ trên 1000C đồng thời sử dụng dung dịch ngâm thô là acid axetic 4% hoặc heptan thì điều kiện ngâm thô 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, 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 105⁰ 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 thế 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.

-Tuy nhiên, trong trường hợp mẫu được tráng bên trong một lớp có thành phần chính là các loại dầu tự nhiên hoặc chất béo với hàm lượng oxit kẽm trong lớp phủ lớn hơn 3%, và dùng hep tan làm dung dịch ngâm thô, lượng cặn khô phải không quá 90 $\mu\text{g/ml}$. Ngoài ra, nếu dùng nước làm dung dịch ngâm thô mà lượng cặn khô lớn hơn 30 $\mu\text{g/ml}$ thì kết quả phải theo phương pháp thử sau đây .

Thêm 30 ml cloroform vào phần cặn khô thu được, gia nhiệt, lọc và sau đó cân chất lỏng thu được sau lọc trong một đĩa thạch anh, bạch kim, hoặc thủy tinh chịu nhiệt đã biết khối lượng. Hơn nữa, rửa cặn khô vừa lọc hai lần, sử dụng 10 ml chloroform mỗi lần, gia nhiệt, lọc, đưa chất lỏng được lọc vào bể bay hơi cách thủy. Sau khi làm nguội, 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 thế tích dung dịch thử bằng thể tích nước cất tương đương.

sử dụng công thức sau để tính lượng dung môi chloroform: phải có không quá 30 $\mu\text{g} / \text{ml}$.

Epiclorohydrin

- Chuẩn bị dung dịch thử: như phần 2.1- phương pháp thử dùng pentan làm dung dịch ngâm thối.

- Chuẩn bị dung dịch epiclorohydrin chuẩn: Hòa tan 100 mg epiclorohydrin trong Pentan, thêm pentan định mức đến đủ 100 ml, lấy 1 ml dung dịch này và thêm Pentan định mức đến đủ 100 ml. Sau đó lấy 5 ml dung dịch này và thêm Pentan định mức đến 100 ml. Dung dịch epiclorohydrin chuẩn có nồng độ 0,5 µg/ml.

- Tiến hành:

Lấy 5 µl mỗi loại, dung dịch mẫu và dung dịch chuẩn epiclorohydrin. 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 epiclorohydrin.

Cột sắc ký	Sử dụng cột bằng thủy tinh silicat dài 30 m đường kính 0,53 mm được phủ một lớp dày 1 µm polyethelyne
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 cấp vào dung dịch thử	200 ⁰ C
Thiết bị đo	Sử dụng một máy đo ion hóa bằng ngọn lửa hydro. Vận hành ở 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 chảy để các epiclorohydrin chảy ra trong khoảng 7 phút

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

Vinyl chlorid

- Chuẩn bị dung dịch thử: Đối với mẫu có thể chứa đựng chất lỏng, đựng ethanol đã làm lạnh về 5⁰C hoặc thấp hơn, đậy nắp và để trong 24 giờ ở 5⁰C hoặc thấp hơn.

Đối với mẫu không thể chứa đựng chất lỏng, sử dụng đựng ethanol đã làm lạnh về 5⁰C hoặc thấp hơn với tỷ lệ 2 ml trên mỗi cm² diện tích bề mặt và để mẫu trong một vật chứa đậy kín trong 24 giờ ở 5⁰C hoặc thấp hơn. Lấy 10 ml dung dịch đã chuẩn bị ở trên vào bình thủy tinh và đậy kín.

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 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 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 90⁰C, 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 dịch thử	200 ⁰ C
Thiết bị đo	Sử dụng một máy đo ion

	hóa bằng ngọn lửa hydro.
Khí mang	Sử dụng khí nitơ hoặc heli. Điều chỉnh tốc độ dòng chảy để các vinyl chloride cháy 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.

() áp dụng với các dụng cụ được bao bọc bằng màng nhựa tổng hợp tiếp xúc trực tiếp với thực phẩm*