QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA

QCVN 12-3 : 2011/BYT

VỀ VỆ SINH AN TOÀN ĐỐI VỚI BAO BÌ, DỤNG CỤ BẰNG KIM LOẠI TIẾP XÚC TRỰC TIẾP VỚI THỰC PHẨM

National technical regulation on safety and hygiene for metalic containers in direct contact with foods

HÀ NỘI - 2011

Lời nói đầu

QCVN 12-3:2011/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 KIM LOẠI TIẾP XÚC TRỰC TIẾP VỚI THỰC PHẨM

National technical regulation on safety and hygiene for metalic containers 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 kim loại tiếp xúc trực tiếp với thực phẩm (sau đây gọi tắt là bao bì, dụng cụ kim loại).

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 kim loại.

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

Thử thôi nhiễm			
Chỉ tiêu kiểm tra	**Điều kiện ngâm thôi**	**Dung dịch ngâm thôi**	**Giới hạn tối đa**
Arsen	60^0C trong 30 phút[5]	Nước[3]	0,2 µg/ml
	60^0C trong 30 phút	Dung dịch acid citric 0.5%[4]	
Cadimi	60^0C trong 30 phút[5]	Nước[3]	0,1 µg/ml
	60^0C trong 30 phút	Dung dịch acid citric 0.5%[4]	
Chì	60^0C trong 30 phút[5]	Nước[3]	0,4 µg/ml
	60^0C trong 30 phút	Dung dịch acid citric 0.5%[4]	

Phenol	60^0C trong 30 phút[5]	Nước	5 µg/ml [8]
Formaldehyd			Âm tính [8]
Cặn khô	25^0C trong 1 giờ	Heptan[1] , [6]	30 µg/ml [8]
	60^0C trong 30 phút	Ethanol 20% [2]	
	60^0C trong 30 phút[5]	Nước[3] , [7]	
		Acid acetic 4% [4]	
Epichlorohydrin	25^0C trong 2 giờ	Pentan	0,5 µg/ml [8] , [9]
Vinylchlorid	Không quá 5^0C trong 24h	Ethanol 20%	0,05 µg/ml [8]

Ghi chú

[1] Mẫu dùng để chứa đựng chất béo, dầu ăn và thực phẩm chứa chất béo.

[2] Mẫu dùng để chứa đựng đồ uống có cồn.

[3] Mẫu dùng để chứa đựng thực phẩm có độ pH lớn hơn 5.

[4] Mẫu dùng để chứa đựng thực phẩm có độ pH nhỏ hơn hoặc bằng 5.

[5] Đối với dụng cụ sử dụng ở nhiệt độ lớn hơn 100^0C điều kiện ngâm 95^0C trong 30 phút.

[6] Hàm lượng cặn khô không quá 90 µg/ml trong trường hợp mẫu là đồ hộp đã được phủ bên trong một lớp phủ có nguyên liệu chính là các loại dầu tự nhiên hoặc chất béo và hàm lượng của kẽm oxyd trong lớp phủ lớn hơn 3%.

[7] Số lượng một chất hòa tan trong cloroform (giới hạn đến 30µg/ml hoặc ít hơn) được xác định khi một mẫu có thể được sử dụng tương tự như [6] và số lượng vượt quá 30µg/ml.

[8] Không áp dụng đối với các bao bì, dụng cụ kim loại không phủ 1 lớp nhựa tổng hợp tiếp xúc trực tiếp với thực phẩm.

[9] Dung dịch rửa giải đã được cô đặc 5 lần, mặc dù nồng độ trong dung dịch rửa giải không quá 25µg/ml.

III. PHƯƠNG PHÁP THỬ VÀ LẤY MẪU

Phương pháp thử và lấy mẫu được quy định tại phụ lục hành kèm theo quy chuẩn này.

IV. YÊU CẦU QUẢN LÝ

1. Công bố hợp quy

1.1 Các sản phẩm bao bì, dụng cụ kim loại 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 kim loại

Việc kiểm tra nhà nước đối với các sản phẩm bao bì, dụng cụ kim loại 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 kim loại 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, dụng cụ kim loại 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

PHƯƠNG PHÁP THỬ THÔI NHIỄM

1. Chuẩn bị dung dịch thử:

- Rửa sạch mẫu bằng nước cất, xử lý mẫu để thử thôi nhiễm theo hướng dẫn cụ thể sau:

+ Đối với mẫu có thể đựng chất lỏng, cho dung dịch ngâm thôi vào trong lòng mẫu.

+ Đối với mẫu không thể chứa đựng chất lỏng, ngâm mẫu ngập trong dung dịch ngâm thôi theo tỷ lệ 2 ml/cm2 diện tích bề mặt mẫu thử.

- Sử dụng dung dịch ngâm thôi và điều kiện ngâm thôi theo hướng dẫn tại mục II. Quy định kỹ thuật.

2. Xác định hàm lượng chì và cadmi

2.1 Chuẩn bị dung dịch chuẩn

2.1.1 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 cadmi chuẩn gốc, và thêm dung dịch làm dung dịch ngâm thôi, định mức đến đủ 100 ml. Nồng độ dung dịch cadmi chuẩn làm việc 0,1 µg/ml.

2.1.2 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 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.

2.2 Tiến hành

Xác định chì và cadmi trong dung dịch thử bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử hoặc quang phổ phát xạ plasma.

3. Xác định Arsen

3.1 Chuẩn bị dung dịch chuẩn gốc:

- Chuẩn bị dung dịch chuẩn gốc:

Nghiền mịn arsen trioxyd, 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 acid sulfuric (1 → 20), thêm 10 ml acid sulfuric dư (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.

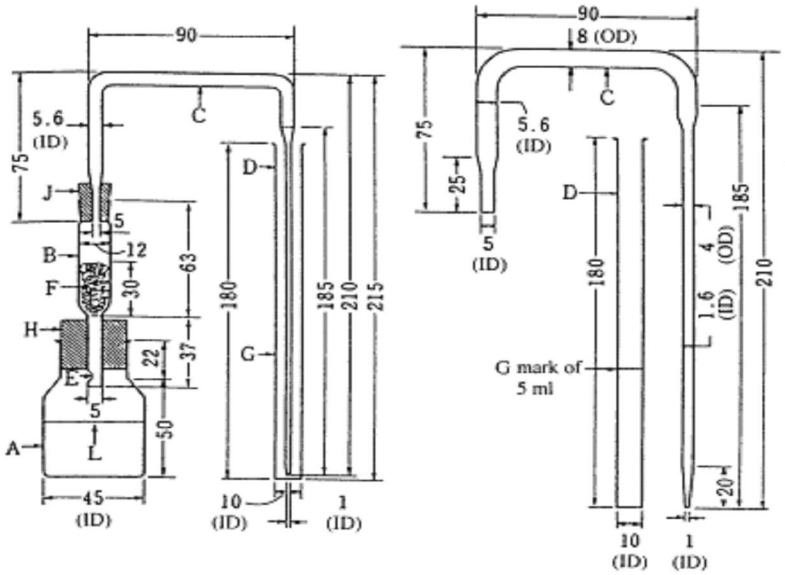
- Chuẩn bị dung dịch chuẩn làm việc :

Lấy 10 ml dung dịch arsen chuẩn gốc, thêm 10 ml acid 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.

3.2 Dung dịch hấp thụ arsen hòa tan 0,5 g bạc N,N – diethyldithylocarbamat đến vừa đủ 100ml bảo quản dung dịch này trong lọ thủy tinh mầu nút nhám ở chỗ mát

3.3 Bình phản ứng



A. Bình phản ứng (dung tích đến vai của nó khoảng 70ml)

B. Ống dẫn hơi

C. Ống thủy tinh (đường kính trong 5,6 mm); đường kính trong của đầu chuôi của phần cắm vào ống hấp thụ là 1mm.

D. ống hấp thụ (đường kính trong 10mm)

E. Một lỗ nhỏ trên ống B

F. Bông thủy tinh (khoảng 0,2 g)

G. Vạch chia độ 5ml trên ống hấp thụ

H và J nút thủy tinh

L. Vạch chia độ 40ml trên bình A

3.4 Tiến hành

- Phép thử được tiến hành trên thiết bị được mô tả như trên, cho một ít bông thủy tinh vào ống dẫm hơi B đến độ cao khoảng 30ml. sau khi làm ẩm đênuf bằng hỗn hợp đồng thể tích của thuốc thử chì acetat và nước, ndùng một lực hút nhẹ đê rloại bỏ giọt chất lỏng thừa. napws ống đẫn hơi thangwr đứng qua tâm của nút tcao su H vào bình phản ứng A sao cho lỗ nhỏ E vừa ở phía dưới của nút cao su. nắp chạt nút cao su J vào miệng ống B. nắp ống thủy tinh C thẳng đứng qua nút J. Náp ống dẫn hơi C qua nút cao su J.

- Rót dung dịch thử vào bình phản ứng và thêm một giọt thuốc thử bromophenol blue, sau đó trung hòa bằng dung dịch amoniac hoặc thuốc thử amoniac. Nếu dung dịch ngâm thôi là nước thì có thể bỏ qua bước trung hòa. Thêm vào dung dịch này 5 ml acid clohydric (1/2) và 5 ml kali iodid. Đợi 2-3 phút, thêm 5 ml thiếc(II) clorid và để 10 phút ở nhiệt độ phòng. Thêm nước đến đủ 40ml, thêm 2 g kẽm (loại dùng để thử arsen) 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 arsen.

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 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 dich chuẩn như đối với dung dịch thử. Đặt cùng một lượng dung dịch thôi nhiễm như với dung dịch thử và 2,0 ml dung dịch arsen chuẩn vào bình phản ứng. Màu sắc biểu hiện bởi dung dịch hấp thụ là màu chuẩn.

4. Xác định hàm lượng Phenol

4.1 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.

4.2 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

4.3 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 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 ; độ hấp thụ quang của mẫu thử không được lớn hơn độ hấp thụ quang của mẫu chuẩn.

5. Formaldehyd

5.1 Tiến hành

Cho vào ống đong có chia vạch 200 ml một lượng 10 ml dung dịch mẫu 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 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 acetylaceton. 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 thử phảo không tối mầu hơn dung dịch so sánh.

6. Cặn khô

6.1 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 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

Ngoài ra, nếu dùng nước làm dung dịch ngâm thôi mà lượng cặn khô lớn hơn 30 µg/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 chén 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 chén và cặn 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 chất tan trong chloroform

Lượng chất tan trong chloroform (µg/ml) = [(a-b) x1,000] / thể tích dung dịch thử ban đầu(ml)

b (mg) = mẫu trắng

7. Epiclorohydrin

7.1 Chuẩn bị dung dịch epichlorohydrin chuẩn

- Hòa tan 100 mg epichlorohydrin 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 epichlorohydrin chuẩn có nồng độ 0,5 µg/ml.

7.2 Tiến hành

- Lấy 5 µl mỗi loại, dung dịch mẫu và dung dịch chuẩn epichlorohydrin. Chạy sắc ký khí theo hướng dẫn được mô tả dưới đây.

Cột sắc ký	Sử dụng cột bằng thủy tinh silicat dài 30 m đường kính trong 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 buồng tiêm mẫu	200^0C
Thiết bị đo	Sử dụng detector ion hóa ngọn lửa hydro. Vận hành ở nhiệt độ khoảng 220^0C. 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 epichlorohydrin xuất hiện trong khoảng 7 phút

8. Vinyl chlorid

8.1 Chuẩn bị dung dịch vinyl chlorid chuẩn

- Lấy khoảng 190 ml ethanol vào bình định mức 200 ml, đậy bình bằng nút cao su silicon và cân khối lượng. Làm lạnh bình định mức bằng methanol băng khô và tiêm vào 200 mg vinyl clorid 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.

8.2 Tiến hành

- Rót 50 µl dung dịch chuẩn vinyl clorua vào bình thủy tinh có nút đậy đã có 2,5 ml N, N dimethylacetamid, 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 của píc trong sắc ký đồ của dung dịch thử và dung dịch chuẩn Vinyl chlorid.

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	200^0C
Detector	Sử dụng detector ion hóa bằng ngọn lửa hydro. Vận hành ở nhiệt độ khoảng 250^oC. 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 vinyl chlorid xuất hiện trong khoảng 5 phút

Diện tích píc vinyl clorid của mẫu thử không được lớn hơn diện tích píc vinyl clorid của dung dịch chuẩn