

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10068-3:2013

EN 1400-3:2002

Xuất bản lần 1

**ĐỒ DÙNG TRẺ EM –
TY GIẢ CHO EM BÉ VÀ TRẺ NHỎ -
PHẦN 3: YÊU CẦU HÓA HỌC VÀ PHƯƠNG PHÁP THỬ**

Child use and care articles – Soothers for babies and young children –

Part 3: Chemical requirements and tests

HÀ NỘI – 2013

Lời nói đầu

TCVN 10068-3:2013 hoàn toàn tương đương với EN 1400-3:2002

TCVN 10068-3:2013 do Tiểu Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC181/SC1 *Đồ dùng trẻ em* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Bộ tiêu chuẩn TCVN 10068 (EN 1400), *Đồ dùng trẻ em – Ty giả cho em bé và trẻ nhỏ*, gồm các phần sau:

- TCVN 10068-1:2013 (EN 1400-1:2002), Phần 1: Yêu cầu an toàn chung và thông tin sản phẩm;
- TCVN 10068-2:2013 (EN 1400-2:2002), Phần 2: Yêu cầu cơ học và phương pháp thử;
- TCVN 10068-3:2013 (EN 1400-3:2002), Phần 3: Yêu cầu hóa học và phương pháp thử.

Lời giới thiệu

Núm ty bằng vật liệu đàn hồi hoặc cao su được điều chỉnh bởi Chỉ thị 93/11/EEC về việc giải phóng N-nitrosamin và các chất N-nitrosatable từ núm ty và ty giả làm bằng cao su và elastome.

Giới hạn giải phóng 2-mercaptobenzothiazol (MBT) đã được qui định trong tiêu chuẩn này. Giới hạn này làm giảm đáng kể mức của chất này có thể giải phóng từ ty giả. Giới hạn giải phóng MBT sẽ được xem xét thêm trong các nghiên cứu và khuyến nghị trong tương lai.

Lưu ý tất cả các chi tiết bằng chất dẻo được điều chỉnh bởi Chỉ thị 90/128/EEC.

Formaldehyt, caprolactam và các chất màu không được qui định trong tiêu chuẩn này do thiếu thông tin cần thiết để đánh giá nguy cơ tiềm ẩn thỏa đáng, hoặc phương pháp thử được công nhận để xác định mức phơi nhiễm của các chất này từ sản phẩm liên quan. Vấn đề này sẽ được xem xét lại khi có thêm thông tin quan trọng.

Với lý do tương tự, nguy cơ dị ứng với protein latex cũng không được qui định trong tiêu chuẩn này. Có tác động vô cùng nhỏ của các dị ứng protein latex với em bé và trẻ nhỏ. Tuy nhiên, các điều khoản về thông tin bao gói có chứa cao su thiên nhiên được qui định trong Phần 1 của Tiêu chuẩn này. Việc phát sinh thêm phản ứng nhạy cảm và phản ứng dị ứng tiềm ẩn từ sản phẩm bằng cao su sẽ được xem xét lại khi có thêm thông tin quan trọng.

Đồ dùng trẻ em – Ty giả cho em bé và trẻ nhỏ –

Phần 3: Yêu cầu hóa học và phương pháp thử

Child use and care articles – Soothers for babies and young children –

Part 3: Chemical requirements and tests

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định các giới hạn và phương pháp thử đối với sự giải phóng một số hóa chất từ vật liệu được sử dụng để sản xuất ty giả.

Tiêu chuẩn này áp dụng cho các sản phẩm tương tự hoặc có chức năng giống như ty giả trừ khi chúng được bán như các dụng cụ y tế.

Tiêu chuẩn này không áp dụng cho sản phẩm được sử dụng trong các ứng dụng y tế chuyên biệt, ví dụ, các sản phẩm sử dụng cho người bị hội chứng Pierre-Robin hoặc trẻ sinh non. Các trường hợp đặc biệt này được mô tả trong Phụ lục A của TCVN 10068-1:2013 (EN 1400-1:2002).

CHÚ THÍCH Khuyến nghị rằng ty giả không thuộc phạm vi của tiêu chuẩn này phải đáp ứng với các yêu cầu có thể áp dụng khác.

Tiêu chuẩn này không áp dụng cho các núm ty dùng để cho trẻ ăn.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 4851 (ISO 3696), *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*.

TCVN 10069 (EN 12868), *Đồ dùng trẻ em - Phương pháp xác định sự giải phóng N-Nitrosamine và các chất N-Nitrosatable từ núm ty và ty giả làm bằng elastome hoặc cao su*.

TCVN 6238-3 (EN 71-3)¹⁾, *An toàn đồ chơi trẻ em – Phần 3: Yêu cầu mức giới hạn sự xâm nhập của các độc tố*.

¹⁾ Tiêu chuẩn này đã bị hủy và được thay thế bằng tiêu chuẩn TCVN 6238-3 (ISO 8124-3).

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này sử dụng các thuật ngữ và định nghĩa sau:

3.1

Ty giả (soother)

Sản phẩm dùng để đáp ứng nhu cầu bú mút không-dinh dưỡng của trẻ nhỏ.

CHÚ THÍCH Ty giả cũng được gọi là núm vú giả hoặc núm vú cao su cho em bé.

3.2

Núm ty (teat)

Núm đàn hồi, là một phần của ty giả, được thiết kế để trẻ ngậm vào miệng.

3.3

Vành chặn (shield)

Cấu trúc nằm phía sau núm ty để ty giả không bị tụt vào bên trong miệng trẻ.

3.4

Vòng hoặc núm tay cầm (ring or knob)

Cấu trúc nằm sát hoặc nằm trên vành chặn để có thể dễ dàng cầm được ty giả.

CHÚ THÍCH Vòng, núm tay cầm hoặc nắp có thể được gắn đồng bộ với vành chặn hoặc nút hoặc có thể là chi tiết riêng rẽ được gắn với vành chặn hoặc nút.

3.5

Nút (plug)

Chi tiết nằm trong cổ của núm ty để có thể giữ chặt núm ty với vành chặn.

3.6

Nắp (cover)

Chi tiết ngăn việc tiếp xúc trực tiếp với nút.

3.7

Lỗ thông khí (ventilation holes)

Các lỗ hở ở trên vành chặn của ty giả, giúp lưu thông không khí, để trẻ có thể thở khi cho ty giả đột ngột vào miệng. Các lỗ này cũng làm giảm nguy cơ ty giả bị hút vào trong họng do tạo ra áp suất âm.

4 Yêu cầu hóa học

4.1 Quy định chung

Vật liệu sử dụng để sản xuất ty giả phải được chuẩn bị theo quy trình chuẩn bị mẫu trong 5.1 và được thử theo các phép thử được liệt kê trong Bảng 1.

CHỦ THÍCH 1 Thông tin bổ sung đối với sản phẩm hoàn thiện có thể sẵn có từ Chỉ thị 90/128/EEC [1] và Ủy ban Cộng đồng Châu Âu [2].

CHỦ THÍCH 2 Khuyến nghị nhà sản xuất và nhà cung cấp thực hiện TCVN ISO 9001^[3] trong quản lý chất lượng.

4.2 Tính chất hóa học

Các tác nhân lưu hóa (ví dụ MBT) và các chất chống oxy hóa được đề cập dưới đây không phải là danh sách cuối cùng. Các hóa chất khác mà không được đề cập trong tiêu chuẩn này có thể sử dụng trong ty giả khi có các dữ liệu độc tính của chất đầu hoặc sản phẩm phản ứng bất kỳ chứng minh chúng không gây nên các mối nguy hiểm không chấp nhận được và có qui trình phân tích phù hợp để xác định mức phơi nhiễm của chúng.

4.3 Yêu cầu cho vật liệu

Các vật liệu được sử dụng để sản xuất các bộ phận của ty giả phải được tiến hành các phép thử được đánh dấu x trong Bảng 1.

Bảng 1 – Các phép thử được tiến hành trên vật liệu

Vật liệu	Thử nghiệm				
	Thôi nhiễm của một số nguyên tố (xem 5.2)	Giải phóng N-Nitrosamin và các chất có khả năng chuyển hóa thành N-Nitrosamin (xem 5.3)	Giải phóng MBT (xem 5.4)	Giải phóng chất chống oxy hóa (xem 5.4)	Hàm lượng hợp chất bay hơi (xem 5.5)
Cao su lưu hóa	x	x	x	x	
Cao su silicon	x	x			x
Elastome nhiệt dẻo (TPE)	x	x			
Nhựa nhiệt dẻo	x				

4.4 Sự phơi nhiễm của một số nguyên tố

Khi được thử theo 5.2, sự phơi nhiễm của một số nguyên tố từ tất cả các vật liệu được sử dụng để sản xuất ty giả không được vượt quá các giới hạn được nêu trong Bảng 2.

Khi ty giả có các chi tiết được sản xuất từ (các) vật liệu khác nhau, hoặc màu sắc khác nhau, thì tất cả các chi tiết này phải được thử riêng rẽ. Các lớp trang trí phải được coi là một phần của vật liệu mà chúng được in lên.

Bảng 2 - Giới hạn thôi nhiễm của các nguyên tố từ ty giả

Nguyên tố	Giới hạn (mg/kg)
Antimon, Sb	15
Arsen, As	10
Bari, Ba	100
Cadmi, Cd	20
Chì, Pb	25
Crom, Cr	10
Thủy ngân, Hg	10
Selen, Se	100

CHÚ THÍCH Phương pháp phân tích được qui định trong TCVN 6238 (EN 71-3) đã được áp dụng cho ty giả trong tiêu chuẩn này. Các giới hạn có tính đến việc ngâm lâu dài nộm ty trong miệng.

4.5 Giải phóng N-Nitrosamin và các chất có khả năng chuyển hóa thành N-Nitrosamin

Khi được thử theo 5.3, tổng hàm lượng N-Nitrosamin và các chất có khả năng chuyển hóa thành N-Nitrosamin giải phóng của bất kỳ chi tiết bằng elastome hoặc cao su nào không được vượt quá giới hạn được nêu trong Bảng 3.

Bảng 3 – Giới hạn cho phép của hàm lượng N-Nitrosamin và các chất có khả năng chuyển hóa thành N-Nitrosamingiải phóng và dung sai

Chất	Giới hạn mg/kg	Dung sai mg/kg
N-Nitrosamin	0,01	0,01
Các chất có khả năng chuyển hóa thành N-Nitrosamin	0,1	0,1

4.6 Giải phóng Mecaptobenzothiazol (MBT)

Khi các chi tiết bằng elastome của ty giả được thử theo 5.4, sự thôi nhiễm của các hợp chất sau không được vượt quá 8 mg/kg.

2- mercaptobenzothiazole hoặc 2(3H)-benzothiazolethione.

Số CAS: 149-30-4.

Danh pháp IUPAC 1,3-benzothiazole-2-thiol.

4.7 Giải phóng các chất chống oxi hóa

Khi các chi tiết bằng elastome của ty giả được thử theo 5.4, sự thôi nhiễm của hợp chất sau không được vượt quá 30 µg/100 ml hoặc 60 µg/dm².

2,6-bis(1,1-dimethylethyl)-4-methylphenol (BHT)

Số CAS: 128-37-0

Danh pháp IUPAC 2,6-di-tert-butyl-*p*-cresol

Khi các chi tiết bằng elastome của ty giả được thử theo 5.4, sự thôi nhiễm của hợp chất sau không được vượt quá 15 µg/100 ml hoặc 30 µg/dm².

2,2'-methylenebis(6-(1,1-dimethylethyl)-4-methylphenol) (chất chống oxy hóa 2246)

Số CAS 119-47-1

Danh pháp IUPAC 6,6'-di-tert-butyl-2,2'-methylenedi-*p*-cresol

4.8 Hàm lượng hợp chất bay hơi

Khi các chi tiết cao su silicon của ty giả được thử theo 5.5, hàm lượng hợp chất bay hơi không được vượt quá 0,5 % (m/m).

5 Phương pháp thử

5.1 Chuẩn bị mẫu

Quá trình chuẩn bị mẫu này áp dụng cho tất cả các phép thử, trừ 5.3.

5.1.1 Trước khi điều hòa, tất cả các mẫu phải được ngâm trong nước đun sôi [Loại 3 theo TCVN 4851 (ISO 3696)] trong 10 min mà không tiếp xúc với thành bình chứa.

CHÚ THÍCH Thực hiện điều này để loại bỏ lớp phủ bề mặt được sinh ra trong quá trình sản xuất và bảo đảm vật liệu sử dụng ổn định trong nước sôi.

5.1.2 Tất cả các mẫu phải được điều hòa trước khi thử nghiệm. Thực hiện điều hòa trong ít nhất 40 h, trong môi trường chuẩn ở nhiệt độ $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$ và độ ẩm tương đối $(50 \pm 5) \%$.

Mẫu phải được giữ trong môi trường điều hòa này cho đến khi tiến hành thử. Việc thử nghiệm có thể được thực hiện trong phòng ở điều kiện bình thường.

5.1.3 Sử dụng mẫu mới, tốt nhất là từ cùng một lô cho mỗi phép thử.

5.1.4 Sử dụng găng tay phù hợp (không làm bằng cao su hoặc chất dẻo) để thao tác với mẫu và phần mẫu thử và chỉ bảo quản mẫu trong bình chứa (bằng thủy tinh) không thôi nhiễm, được đậy chặt, để trong bóng tối.

5.2 Xác định sự thôi nhiễm của một số nguyên tố

5.2.1 Nguyên tắc

Các nguyên tố tan được (antimon, arsen, bari, cadmi, crom, chì, thủy ngân và selen) được chiết từ các chi tiết riêng lẻ, tiếp xúc được của ty giả. Sử dụng điều kiện tiếp xúc mô phỏng với axit dạ dày. Nồng độ các nguyên tố tan được định lượng.

5.2.2 Thiết bị, dụng cụ

5.2.2.1 Nồi cách thủy, có thể duy trì nhiệt độ của hỗn hợp thử ở $(37 \pm 2) ^\circ\text{C}$ và có dụng cụ khuấy hỗn hợp thử.

5.2.2.2 Máy đo pH có độ chính xác $\pm 0,2$ đơn vị pH.

5.2.2.3 Phễu lọc màng, có kích cỡ lỗ $0,45 \mu\text{m}$.

5.2.2.4 Máy ly tâm, có thể ly tâm với tốc độ $(5\,000 \pm 500) \text{ rev/min}$.

5.2.3 Thuốc thử (loại phân tích trừ khi có qui định khác)

5.2.3.1 Dung dịch axit clohydric, $(0,07 \pm 0,005) \text{ mol/l}$.

5.2.3.2 Dung dịch axit clohydric, $(2,0 \pm 0,2) \text{ mol/l}$.

5.2.3.3 Nước cất.

5.2.4 Lựa chọn mẫu thử

Phần mẫu thử phải được lấy từ mỗi chi tiết riêng lẻ, tiếp xúc được của ty giả. Phải tách riêng các chi tiết nối với nhau và thử như các chi tiết riêng lẻ, ví dụ, ty giả được làm hoàn toàn từ latex thường được làm theo hai đoạn. Nút được bao kín hoàn toàn thì không cần thử.

5.2.5 Chuẩn bị phần mẫu thử

Chuẩn bị ít nhất 100 mg, tốt nhất là 1 g phần mẫu thử đại diện cho từng chi tiết riêng lẻ của ty giả. Không gia nhiệt vật liệu trong khi tách riêng các chi tiết và trong quá trình cắt chi tiết thành các mảnh nhỏ.

Chỉ cắt nũa ty một lần theo chiều dọc. Cắt tất cả các chi tiết khác thành các mảnh có chiều dài từ 4 mm đến 6 mm và chiều rộng không quá 6 mm, nếu có thể.

5.2.6 Cách tiến hành

Trộn phần mẫu thử đã được chuẩn bị (5.2.5) với một lượng dung dịch axit clohydric (5.2.3.1) gấp 50 lần khối lượng phần mẫu thử ở $(37 \pm 2) ^\circ\text{C}$ trong bình chứa có thể tích gấp từ 1,5 đến 5 lần thể tích

axit. Khuấy bình chứa (5.2.2.1) trong (60 ± 5) s và đo độ axit của hỗn hợp bằng máy đo pH. (5.2.2.2). Nếu pH $>1,5$ thì vừa khuấy vừa thêm nhỏ giọt dung dịch axit clohydric (5.2.3.2) cho đến khi pH nằm trong khoảng từ 1,0 đến 1,5. Để hỗn hợp tránh ánh sáng và tiếp tục khuấy trong điều kiện như vậy trong (60 ± 1) min nữa trước khi để ổn định trong (60 ± 1) min ở cùng nhiệt độ.

Ngay sau khi ổn định, tách riêng chất rắn ra khỏi dung dịch bằng phễu lọc màng (5.2.2.3) và, nếu cần thiết, ly tâm (5.2.2.4) với tốc độ lên đến 5 000 rev/min và không lâu hơn 10 min. Việc sử dụng máy ly tâm phải được báo cáo.

Nếu bảo quản dung dịch lâu hơn một ngày trước khi phân tích thì phải ổn định dung dịch bằng cách cho thêm axit clohydric sao cho nồng độ dung dịch được bảo quản khoảng 1 mol/l.

5.2.7 Xác định hàm lượng các nguyên tố thôi nhiễm

Sử dụng phương pháp có giới hạn phát hiện ít nhất gấp 0,1 lần giá trị của các nguyên tố cần đo để xác định hàm lượng.

CHÚ THÍCH Giới hạn phát hiện của một phương pháp được cho là gấp 3 lần độ lệch chuẩn của giá trị mẫu trắng được xác định bằng tiến hành phân tích trong phòng thí nghiệm.

5.3 Xác định sự giải phóng N-Nitrosamin và các chất có khả năng chuyển hóa thành N-Nitrosamin

Sử dụng TCVN 10069 (EN 12868) để xác định các mức của N-Nitrosamin và các chất có khả năng chuyển hóa thành N-Nitrosamin có trong ty giả.

5.4 Xác định sự giải phóng 2- Mecaptobenzothiazol (MBT) và các chất chống oxi hóa

5.4.1 Nguyên tắc

MBT và các muối kim loại của nó được xác định định lượng sau khi được chiết trong dịch nước thôi nhiễm. MBT được phát hiện và xác định bằng phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC) và bộ phát hiện UV tại bước sóng xác định, bằng cách bơm trực tiếp dịch nước thôi nhiễm, hoặc bơm dung dịch cô đặc. Việc phát hiện được khẳng định bằng cách so sánh phổ UV của pic mẫu đo phát hiện được bằng detector mảng diot với phổ của pic mẫu MBT đối chứng.

CHÚ THÍCH Phương pháp này được dựa theo công trình của G.Blosczyk và H.-j.Domling [4] và G.Blosczyk [5].

Phương pháp này cũng được sử dụng để định tính và định lượng các chất chống oxi hóa 2,6-bis(1,1-dimethylethyl)-4-methylphenol (BHT) và 2,2'-methylenebis(6-(1,1-dimethylethyl)-4-methylphenol) (chất chống oxi hóa 2246). Cả hai chất này cùng được phát hiện và xác định bằng HPLC và bộ phát hiện UV tại bước sóng xác định. Việc phát hiện được khẳng định bằng cách so sánh phổ UV của pic mẫu đo phát hiện được bằng detector mảng diot với phổ của pic mẫu đối chứng. Đối với các mẫu chưa biết, có thể thực hiện xác định thêm bằng cách sử dụng sắc ký lớp mỏng (TLC) hoặc sắc ký khí lỏng (GLC).

5.4.2 Thiết bị, dụng cụ

5.4.2.1 HPLC với vòng bơm 20 µl và detector mảng điốt được kết nối với máy tích phân hoặc máy tính cá nhân có cài phần mềm sắc ký.

5.4.2.2 Cột HPLC có thể tách MBT và các chất chống oxi hóa và phân giải toàn bộ các chất chống oxi hóa sao cho các pic không bị chồng lên nhau quá 1 % diện tích pic của các chất khác và của nhiễu sinh ra từ các thành phần khác trong mẫu.

5.4.3Thuốc thử: Hóa chất (loại phân tích trừ khi có qui định khác)

5.4.3.1 Nước (loại dùng cho HPLC).

5.4.3.2 Axetonitril (loại dùng cho HPLC).

5.4.3.3 Nước cất.

5.4.3.4Điclotetan (loại phân tích cận).

5.4.3.5 Natri sulphat khan.

5.4.3.6 Axit axetic (100 %).

5.4.3.7 Axit axetic (3 %).

5.4.4Thuốc thử: Mẫu đối chứng (độ tinh khiết lớn hơn 98 %).

5.4.4.1 2-Mercaptobenzothiazole (MBT).

5.4.4.2 2,6-bis(1,1-dimethylethyl)-4-methylphenol (BHT)

5.4.4.3 2,2'-methylenebis(6-(1,1-dimethylethyl)-4-methylphenol) (chất chống oxi hóa 2246).

5.4.5Thuốc thử: Dung dịch chuẩn

5.4.5.1Dung dịch MBT chuẩn

Chuẩn bị sáu dung dịch chuẩn có chứa ví dụ: 1,0 mg hoặc 2,0 mg hoặc 5,0 mg hoặc 10,0 mg hoặc 15,0 mg và 20,0 mg MBT (5.4.4.1) trong 1 lít axetonitril (5.4.3.2).

5.4.5.2 Dung dịch chống oxi hóa chuẩn

Chuẩn bị dung dịch có chứa hai chất chống oxi hóa gồm 30 µg chất chống oxi hóa BHT (5.4.4.2) và 15 µg chất chống oxi hóa 2246 (5.4.4.3) trong 5 ml axetonitril (5.4.3.2).

5.4.6 Cách tiến hành

Cần 1 dm² hoặc nếu không đủ 1 dm² thì lấy vùng diện tích lớn nhất có thể của mẫu đã được xử lý sơ bộ và cắt thành càng ít mảnh càng tốt. Số lượng của các mảnh được xác định bởi kích cỡ cổ của bình dung tích 250 ml. Diện tích mẫu là tổng diện tích mặt trong và mặt ngoài của mẫu.

CHÚ THÍCH 1 Đối với nôm ty thường cắt thành hai mảnh.

CHÚ THÍCH 2 Để trợ giúp cho việc đo diện tích, nên cắt các phần elastome thành vài mảnh và phác thảo lên giấy kẻ ô milimét. Tổng số ô vuông sẽ cho biết diện tích cần đo.

Ngâm mẫu 24 h trong dịch nước thôi nhiễm (nước để mô phỏng sữa và axit axetic 3 % để mô phỏng nước hoa quả) ở 40 °C trong tủ sấy với tỉ lệ 1 cm²/2 ml dịch nước thôi nhiễm.

Sau khi lấy ra các phần rắn:

Hoặc

- 1) lắc dịch nước thôi nhiễm hai lần, mỗi lần với 50 ml dung dịch diclometan (5.4.3.4). Gộp các pha hữu cơ và làm khô bằng natri sulphat khan (5.4.3.5) và để bay hơi hoàn toàn đến khi khô hẳn. Sau đó hòa tan cặn còn lại trong 5 ml axetonitril (5.4.3.2);

CHÚ THÍCH Có thể sử dụng cột làm giàu thay cho việc lắc với diclometan.

Hoặc

- 2) Thêm 2,0 ml axit axetic (5.4.3.6) vào dịch nước thôi nhiễm và duy trì ở 4 °C cho đến khi phân tích bằng cách bơm trực tiếp dung dịch vào HPLC.

5.4.7 Tính toán

5.4.7.1 MBT

Mỗi dung dịch chuẩn (5.4.5.1) phải được bơm ba lần vào HPLC (5.4.2.1) với cột HPLC (5.4.2.2). Sử dụng mười tám giá trị để xây dựng đường chuẩn biểu thị mg MBT/kg vật liệu.

Bơm từng dung dịch thử (5.4.6) vào HPLC. Sử dụng đường chuẩn để xác định hàm lượng MBT của dung dịch thử, bằng phương pháp thủ công hoặc sử dụng phần mềm xử lý số liệu. Phải thu được giới hạn phát hiện ≤ 0,1 µg MBT/ml dung dịch mẫu thử.

CHÚ THÍCH 1 Cột HPLC và phương pháp phù hợp cùng số liệu độ tái lập của phương pháp này được mô tả trong Phụ lục A.

CHÚ THÍCH 2 Không cần thiết phải thực hiện toàn bộ qui trình hiệu chuẩn cho mỗi dãy xác định. Thông thường chỉ cần chạy một lần, tiếp theo là hiệu chuẩn lại đồ thị bằng phần mềm sắc ký là đủ.

5.4.7.2 Chất chống oxi hóa

Bơm dung dịch chuẩn (5.4.5.2) vào HPLC (5.4.2.1) với cột HPLC (5.4.2.2). Bơm từng dung dịch thử (5.4.6) theo cách tương tự. Xác định lượng chất chống oxi hóa thôi nhiễm, tính bằng microgam chất chống oxi hóa/đềximét vuông vật liệu, bằng cách so sánh diện tích pic trong sắc ký đồ dung dịch chuẩn và dung dịch mẫu, bằng phương pháp thủ công hoặc sử dụng phần mềm xử lý số liệu.

Nếu diện tích pic của chất chống oxi hóa trong dung dịch thử lớn hơn diện tích pic chuẩn, chuẩn bị và thu nhận sắc ký đồ của dung dịch chuẩn bổ sung để xây dựng đường chuẩn phù hợp. Từ đường chuẩn này sẽ tính được hàm lượng chất chống oxi hóa thôi nhiễm.

CHÚ THÍCH Cột HPLC và phương pháp phù hợp được mô tả trong Phụ lục A.

5.5 Xác định hàm lượng chất bay hơi

Cắt khoảng 10 g mẫu thành các mảnh nhỏ xấp xỉ 2 cm². Bảo quản mẫu 48 h trong bình hút ẩm ở nhiệt độ phòng.

Cân mẫu đã được điều hòa sơ bộ trong chai chứa nông lòng hồ miệng (chính xác đến $\pm 0,1$ mg) và đặt chai vào tủ sấy ở (200 ± 5) °C có thông gió. Sau 4 h, để nguội chai trong bình hút ẩm và cân lại. Hàm lượng chất bay hơi được tính bằng phần trăm của chênh lệch khối lượng.

Phụ lục A

(tham khảo)

Thiết bị, dụng cụ, phương pháp HPLC phù hợp và số liệu độ chụm trong việc xác định 2-Mecaptobenzothiazol (MBT) và/hoặc chất chống oxi hóa

Cột phù hợp: Cột pha đảo C₈, ví dụ: Spherisorb C₈, đường kính hạt 5 µm, chiều dài 25 cm.

Điều kiện tiến hành phù hợp đối với cột này: Pha động (Rửa giải A): nước chứa 1 % axetonitril, và Pha động (Rửa giải B): axetonitril. Nếu có yêu cầu: khử khí pha động.

Bảng A.1 - Chương trình gradien

Thời gian (phút)	% Rửa giải A	% Rửa giải B
0 đến 2	70	30
2 đến 17 tuyến tính đến	10	90
17 đến 22	10	90
22 đến 25 tuyến tính đến	70	30
25 đến 28 ¹⁾	70	30
¹⁾ Hoặc lâu hơn, nếu cần cân bằng thêm.		

Điều chỉnh gradien của dung môi rửa giải nếu sử dụng cột khác với cột mô tả ở trên. Tốc độ dòng: 1 ml/min.

Bộ phát hiện:

- a) MBT: UV 320 nm, phổ mảng điốt từ 240 nm đến 360 nm, chương trình detector từ thời gian 5 min đến 12 min;
- b) Chất chống oxi hóa: UV 280 nm, phổ mảng điốt từ 240 nm đến 360 nm, chương trình detector từ thời gian 12 min đến 25 min;

Thời gian lưu:

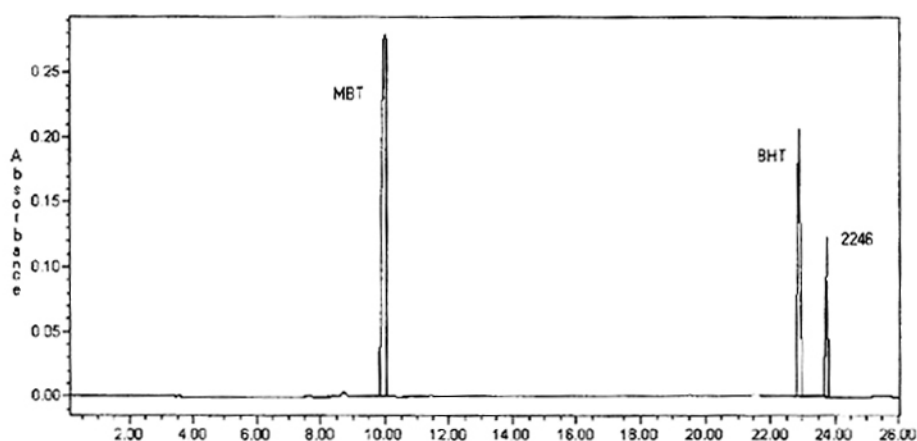
- a) MBT: khoảng 10 min (cực đại hấp thụ: 320 nm);
- b) Chất chống oxi hóa BHT: khoảng 19 min (cực đại hấp thụ: 278 nm);

Chất chống oxi hóa 2246: khoảng 20 min (cực đại hấp thụ: 282 nm).

Thể tích bơm mẫu: 20 µl.

Phụ thuộc vào loại thiết bị sử dụng, thiết lập điều kiện tiến hành phù hợp.

Sắc ký đồ điển hình cho MBT và chất chống oxi hóa BHT và 2246 được minh họa trong Hình A.1.



Hình A.1 - Sắc ký đồ của MBT và chất chống oxy hóa

Dữ liệu độ chụm

Phép phân tích thống kê của thử nghiệm cộng tác bẫy phòng thí nghiệm gần đây đã chỉ ra độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp đối với MBT là:

độ lặp lại trung bình, $r = 3,0$

và

độ tái lập trung bình, $R = 7,4$

Và hệ số thay đổi của độ lặp lại và độ tái lập là:

hệ số biến thiên lặp lại trung bình $CV_r = 10,4 \%$

và

hệ số biến thiên tái lập trung bình $CV_R = 23,4 \%$.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] Commission Directive 90/128/EEC relating to plastic material and articles intended to come into contact with foodstuffs and amendments
 - [2] Commission of European Communities, Synoptic Document No 8 Provisional list of monomers and additives used in the manufacture of plastics intended to come into contact with foodstuffs. (Last updated 10 January 2000).
 - [3] TCVN ISO 9001:2000 (ISO 9001:2000)²⁾*Hệ thống quản lý chất lượng – Các yêu cầu* (Quality management systems – Requirements.
 - [4] G.Blosczyk and H-J. Domling, Lebensmittelchemie und Gerichtl. Chemie, 36, 90,1982.
 - [5] G.Blosczyk, Deutsche Lebensmittel Rundschau, 88, 392, 1992.
-

²⁾Đã hủy và được thay thế bằng TCVN ISO 9001:2008 (ISO 9001:2008).