

TCVN 7542-1 : 2005 (ISO 4531-1 : 1998);

TCVN 7542-2 : 2005 (ISO 4531-2 : 1998);

TCVN 7543 : 2005 (ISO 2747 : 1998).

Xuất bản lần 1

**MEN THỦY TINH VÀ MEN SỨ –
SỰ THÔI RA CỦA CHÌ VÀ CADIMI TỪ CÁC DỤNG CỤ
TRÁNG MEN KHI TIẾP XÚC VỚI THỰC PHẨM –
DỤNG CỤ TRÁNG MEN DÙNG ĐỂ ĐUN NẤU
BAN HÀNH NĂM 2005**

Mục lục		Trang
• TCVN 7542-1 : 2005 ISO 4531-1 : 1998	Men thuỷ tinh và men sứ – Sự thôi ra của chì và cadimi từ các dụng cụ tráng men khi tiếp xúc với thực phẩm. Phần 1: Phương pháp thử.	5
• TCVN 7542-2 : 2005 ISO 4531-2 : 1998	Men thuỷ tinh và men sứ – Sự thôi ra của chì và cadimi từ các dụng cụ tráng men khi tiếp xúc với thực phẩm. Phần 2: Giới hạn cho phép.	23
• TCVN 7543 : 2005 ISO 2747 : 1998	Men thuỷ tinh và men sứ – Dụng cụ tráng men dùng để đun nấu – Xác định độ bền sốc nhiệt.	29

Lời nói đầu

TCVN 7542-1 : 2005 hoàn toàn tương đương với ISO 4531-1 : 1998.

TCVN 7542-2 : 2005 hoàn toàn tương đương với ISO 4531-2 : 1998.

TCVN 7543 : 2005 hoàn toàn tương đương với ISO 2747 : 1998.

TCVN 7542 : 2005 gồm 2 phần:

- TCVN 7542-1 : 2005 Men thủy tinh và men sứ – Sự thôi ra của chì và cadimi từ các dụng cụ tráng men khi tiếp xúc với thực phẩm.

Phần 1: Phương pháp thử.

- TCVN 7542-2 : 2005 Men thủy tinh và men sứ – Sự thôi ra của chì và cadimi từ các dụng cụ tráng men khi tiếp xúc với thực phẩm.

Phần 2: Giới hạn cho phép.

TCVN 7542-1 : 2005; TCVN 7542-2 : 2005; TCVN 7543 : 2005 do Tiểu ban Kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC 107/SC 2 Dụng cụ gia dụng bằng thủy tinh và sứ tráng men biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ ban hành.

Xuất bản lần 1

Men thủy tinh và men sứ – Sự thôi ra của chì và cadimi từ các dụng cụ tráng men khi tiếp xúc với thực phẩm –

Phần 1: Phương pháp thử

Vitreous and porcelain enamels – Release of lead and cadmium from enamelled ware in contact with food –

Part 1 : Method of test

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp thử để xác định sự thôi ra của chì và cadimi từ các dụng cụ được tráng men dùng để tiếp xúc với thực phẩm (kể cả đồ uống).

Tiêu chuẩn này áp dụng cho các dụng cụ được tráng men kể cả bình và chậu dùng để chuẩn bị, phục vụ bữa ăn, bảo quản thực phẩm.

Tiêu chuẩn này cũng quy định phương pháp thử để xác định sự thôi ra của chì và cadimi từ vành uống.

Tiêu chuẩn này không áp dụng cho dụng cụ bằng gốm, dụng cụ thủy tinh và dụng cụ gốm thủy tinh.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm ban hành thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi.

TCVN 4851 - 89 (ISO 3696: 1987), Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm - Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.

TCVN 7542 - 1 - 2005

TCVN 7149 - 2: 2002 (ISO 385 - 2: 1984), Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh - Buret - Phần 2: Buret không quy định thời gian chờ;

TCVN 7151: 2002 (ISO 648 - 1977), Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh - Pipet một mức.

TCVN 7153: 2002 (ISO 1042: 1998), Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh - Bình định mức.

TCVN 7542 - 2 (ISO 4531 - 2: 1998) Men thủy tinh và men sứ – Sự thôi ra của chì và cadimi từ các dụng cụ tráng men khi tiếp xúc với thực phẩm – Phần 2: Giới hạn cho phép.

ISO 2723, *Vitreous and porcelain enamels for sheet steel – Production of specimens for testing* (Men thủy tinh và men sứ dùng cho thép tấm - Chế tạo mẫu để thử).

ISO 2724, *Vitreous and porcelain enamels for cast iron – Production of specimens for testing* (Men thủy tinh và men sứ dùng cho gang - Chế tạo mẫu để thử).

ISO 3585:1998, *Borosilicat glassware 3.3 - Properties* (Thủy tinh borosilicat 3.3 - Tính chất)

ISO 4788 *Laboratory glassware – Graduated measuring cylinders* (Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh - Ống đong chia độ)

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này, áp dụng những thuật ngữ và định nghĩa sau đây.

3.1

Men thủy tinh [vitreous enamel (USA: porcelain enamel)]

Vật liệu thủy tinh ở dạng một hoặc nhiều lớp mỏng phủ bám lên bề mặt của sản phẩm kim loại, được tạo ra bằng cách nung chảy một hỗn hợp vô cơ hoặc bột thủy tinh trên bề mặt sản phẩm đó (xem thủy tinh frit).

3.2

Dụng cụ tráng men (enamelled ware)

Dụng cụ kim loại được phủ bằng men thủy tinh hoặc men sứ.

3.3

Dụng cụ đựng thực phẩm (foodware)

Dụng cụ được dùng với mục đích để chuẩn bị, nấu nướng, phục vụ bữa ăn và bảo quản thực phẩm hoặc đồ uống bao gồm cả bình và chậu.

3.4

Dụng cụ có lòng nông phẳng (flat ware)

Dụng cụ không đổ đầy nước được và dụng cụ có thể đổ đầy nước được, có độ sâu bên trong không quá 25 mm, được đo từ điểm sâu nhất đến phía trên của miệng.

CHÚ THÍCH – Dụng cụ có lòng nông phẳng bao gồm cả các mẫu thử để thử dụng cụ tráng men sứ thuỷ tinh, vật chứa và đồ dùng đun nước.

3.5

Dụng cụ có lòng sâu (hollow ware)

Dụng cụ có thể đổ đầy nước được có độ sâu lớn hơn 25 mm, được đo từ điểm sâu nhất đến phía trên của miệng, trừ các loại dụng cụ lòng sâu có dung tích đổ đầy vượt quá 3 lít được xếp vào loại là bình dùng để bảo quản; ví dụ dụng cụ dùng cho nhà bếp như chậu, nồi và ấm đun nước.

3.6

Dụng cụ để nấu (cooking ware)

Dụng cụ đựng thực phẩm, chỉ dùng để đun nóng khi chế biến thực phẩm và đồ uống bằng các phương pháp như hấp, đun, ninh, hầm, quay, nướng hoặc cho lò vi sóng; chẳng hạn như các dụng cụ là nồi để nấu, lò nướng, lò quay, souffles, bình lọc và nồi nấu nước sôi.

3.7

Bình, chậu dùng để bảo quản (storage vessel, tank)

Các dụng cụ có dung tích bằng hoặc lớn hơn 3 lít.

3.8

Vành uống (drinking rim)

Phần rộng 20 mm đo được từ trên miệng dọc theo thành bình ở bề mặt bên ngoài của bình dùng để uống.

3.9

Dung dịch thử (test solution)

Dung dịch được dùng để chiết chì và cadimi từ bề mặt men thủy tinh.

3.10

Dung dịch chiết (extract solution)

Dung dịch axit thu được do sự thôi ra từ bề mặt men thủy tinh vào dung dịch thử.

3.11

Dung dịch mẫu đo (sample measuring solution)

Dung dịch dùng để đo nồng độ của chất cần phân tích và có thể là dung dịch chiết hoặc một dung dịch chiết được pha loãng cho phù hợp.

3.12

Chất cần phân tích (analyte)

Nguyên tố hoặc thành phần cần xác định.

3.13

Dung dịch gốc (stock solution)

Dung dịch có thành phần thích hợp chứa chất cần phân tích có nồng độ cao đã biết.

3.14

Dung dịch chuẩn (standard solution)

Dung dịch chứa chất cần phân tích có nồng độ thích hợp đã biết để pha các dung dịch hiệu chuẩn.

3.15

Dãy các dung dịch hiệu chuẩn (set of calibration solutions)

Dãy các dung dịch hiệu chuẩn đơn hoặc tổng hợp có nồng độ chất cần phân tích khác nhau. Dung dịch "0", theo nguyên tắc là dung dịch có nồng độ chất cần phân tích bằng "0".

3.16

Quang phổ hấp thụ nguyên tử (atomic absorption spectrometry) (AAS)

Phương pháp xác định các nguyên tố hoá học trên cơ sở đo sự hấp thụ tia bức xạ đặc trưng bởi các nguyên tử trong pha khí.

3.17

Khoảng làm việc tối ưu (optimum working range)

Khoảng nồng độ của một chất phân tích qua đó mối liên quan giữa độ hấp thụ và nồng độ được biểu thị bằng một đường thẳng tuyến tính, hoặc gần như tuyến tính cho một số sai lệch tại giới hạn bắt buộc không ảnh hưởng rõ ràng đến một số phép xác định phân tích.

3.18

Phương pháp xác định trực tiếp ; kỹ thuật đường cong phân tích (direct method of determination , analytical-curve-technique)

Phương pháp bao gồm việc ghép các giá trị đo được vào hàm phân tích, từ đó suy ra nồng độ của chất cần phân tích.

3.19

Hàm phân tích; hàm hiệu chuẩn (analytical function, calibration function)

Hàm số liên quan đến các giá trị nồng độ với giá trị đặc trưng thu được từ dãy các dung dịch hiệu chuẩn.

CHÚ THÍCH - Đồ thị của các hàm số này được gọi là "đường cong phân tích (đồ thị hiệu chuẩn)".

3.20

Kỹ thuật điều chỉnh (bracketing technique)

Phương pháp điều chỉnh dải hấp thụ được đo hoặc nồng độ của dung dịch thử nằm giữa hai giá trị đo trên các dung dịch hiệu chuẩn với các nồng độ.

4 Nguyên tắc

Bề mặt tráng men được cho tiếp xúc với dung dịch axit axêtic 4 % (V/V) trong 24 giờ ở nhiệt độ 22 °C để chiết chì và/hoặc cadimi, nếu thôi ra, từ các bề mặt của dụng cụ hoặc các mẫu thử.

Lượng chì và cadimi chiết được sẽ được xác định bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa (FAAS).

CHÚ THÍCH - Trong các phép thử thông thường, có thể sử dụng các phương pháp phân tích tương đương khác.

5 Thuốc thử

Trong quá trình xác định, chỉ sử dụng thuốc thử loại tinh khiết phân tích và nước cất, hoặc nước có độ tinh khiết tương đương [nước loại 3 phù hợp với yêu cầu của TCVN 4851- 89 (ISO 3696: 1987)].

Cho phép pha chế lượng dung dịch thử và dung dịch phân tích lớn hơn nhưng tỷ lệ phải theo quy định ở 5.2, 5.4 và 5.5.

5.1 Axit axêtic, băng, (CH_3COOH), tỷ trọng $\rho = 1,05 \text{ g/ml}$

5.2 Dung dịch thử, dung dịch axit axêtic, 4 % (V/V)

Dùng ống đong chia độ (6.7) thêm $40 \text{ ml} \pm 1 \text{ ml}$ axit axêtic băng (5.1) vào 500 ml nước, và pha thành 1 lít. Chuẩn bị dung dịch thử mới trước khi dùng, và với số lượng vừa đủ để có thể hoàn thành mọi phép thử và phân tích.

5.3 Dung dịch phân tích gốc

5.3.1 Dung dịch chì gốc (1 g chì trong 1 lít)

Chuẩn bị dung dịch phân tích gốc có chứa $1\,000 \text{ mg} \pm 1 \text{ mg}$ chì trong một lít dung dịch thử (5.2)

Có thể dùng các dung dịch chì có bán sẵn ngoài thị trường, dung dịch được cung cấp này có nồng độ tương đương chính xác đã biết

1 ml dung dịch gốc này \equiv 1 mg chì.

5.3.2 Dung dịch cadimi gốc (1 g cadimi trong 1 lít)

Chuẩn bị dung dịch phân tích gốc có chứa $1\ 000\ \text{mg} \pm 1\ \text{mg}$ cadimi trong một lít dung dịch thử (5.2).

Có thể dùng các dung dịch cadimi có bán sẵn ngoài thị trường, dung dịch được cung cấp này có nồng độ tương đương chính xác đã biết.

1 ml dung dịch gốc này \equiv 1 mg cadimi.

5.4 Dung dịch phân tích chuẩn

5.4.1 Dung dịch chì chuẩn (0,1 g chì trong 1 lít)

Dùng pipet một mức (6.4) chuyển 10 ml dung dịch chì gốc (5.3.1) vào bình định mức 100 ml (6.3), thêm dung dịch thử (5.2) đến vạch và trộn đều. Cứ sau bốn tuần phải pha dung dịch mới.

1 ml dung dịch chuẩn này \equiv 0,1 mg chì.

Từ dung dịch này chuẩn bị dung dịch hiệu chuẩn bằng cách dùng buret (6.5) pha loãng với dung dịch thử (5.2), và giữ chúng ở trong bình chứa thích hợp đã được chuẩn bị. Cứ sau bốn tuần phải pha dung dịch mới. Cho phép chuẩn bị dung dịch chì hiệu chuẩn trực tiếp từ dung dịch gốc bằng cách dùng pipet một mức hoặc pipet chính xác có pitông với chu trình hoạt động cố định và bình định mức 500 ml đến 2 000 ml.

5.4.2 Dung dịch cadimi chuẩn (0,01 g cadimi trong 1 lít)

Dùng pipet một mức (6.4) chuyển 1 ml dung dịch cadimi gốc (5.3.2) vào bình định mức 100 ml (6.3), thêm dung dịch thử (5.2) đến vạch và trộn đều. Cứ sau bốn tuần phải pha dung dịch mới.

1 ml dung dịch chuẩn này $=$ 0,01 mg cadimi.

Từ dung dịch này chuẩn bị dung dịch hiệu chuẩn bằng cách dùng buret (6.5) pha loãng với dung dịch thử (5.2), và giữ chúng ở trong bình chứa thích hợp đã được chuẩn bị. Cứ sau bốn tuần phải pha dung dịch mới. Cho phép chuẩn bị dung dịch cadimi trực tiếp từ dung dịch gốc bằng cách dùng pipet một mức hoặc pipet chính xác có pitông với chu trình hoạt động cố định và bình định mức 500 ml đến 2 000 ml.

5.5 Sáp parafin, có điểm nóng chảy cao.

CHÚ THÍCH - Loại sáp phù hợp, ví dụ như qui định trong dược điển châu Âu.

TCVN 7542 - 1: 2005

5.6 Chất tẩy rửa, chất tẩy rửa không chứa axit có bán sẵn ngoài thị trường được pha theo chỉ dẫn của hãng sản xuất.

5.7 Keo silicon, ở dạng ống hoặc ống định lượng, có khả năng tạo thành một băng dính có đường kính khoảng 6 mm.

6 Thiết bị, dụng cụ

Chỉ sử dụng các dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh, phù hợp với qui định của các tiêu chuẩn hiện hành, và được làm bằng thủy tinh borosilicat như qui định ở ISO 3585.

6.1 Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa

Có bộ phát hiện giới hạn của chì bằng hoặc nhỏ hơn 0,1 mg/l [trong axit acetic 4 % (V/V)] và của cadimi bằng hoặc nhỏ hơn 0,01 mg/l [trong axit acetic 4 % (V/V)] ở điểm phát hiện giới hạn hàm lượng nồng độ của chất cần phân tích có độ hấp thụ là ba lần độ lệch chuẩn nhiễu nền của hệ thống.

CHÚ THÍCH - Nhiễu nền của hệ thống có thể thu được hoặc là từ một loạt các phép đo độ hấp thụ thực hiện trên dung dịch có chứa chì và cadimi ở một mật độ nồng độ mà có thể phát hiện được ở trên, nhưng nó gần như là thành phần của chất dung môi trắng, hoặc là trực tiếp đo độ hấp thụ bằng máy quang phổ hấp thụ nguyên tử của dung môi trắng.

6.2 Nguồn vạch quang phổ, cho chì và cadimi.

6.3 Bình định mức, dung tích 100 ml và 1000 ml, cấp B hoặc tốt hơn phù hợp với qui định trong TCVN 7153: 2002 (ISO 1042: 1998). Các cỡ khác theo yêu cầu.

6.4 Pipét một mức, có dung tích 10 ml và 100 ml, cấp B hoặc tốt hơn phù hợp với qui định trong TCVN 7151: 2002 (ISO 648: 1977). Các cỡ khác theo yêu cầu.

6.5 Buret, dung tích 25 ml, được chia độ từ 0,05 ml, cấp B hoặc tốt hơn phù hợp với qui định trong TCVN 7149 - 2: 2002 (ISO 385 - 2: 1984).

6.6 Nắp đậy, cho các dụng cụ thử nghiệm, ví dụ như đĩa, mặt kính đồng hồ, đĩa petri với các cỡ khác nhau. Các nắp phải mở nếu không có phòng tối.

6.7 Ống đong chia độ, dung tích 50 ml và 500 ml, phù hợp với các yêu cầu được qui định trong ISO 4788. Các cỡ khác theo yêu cầu.

6.8 Thuốc kiểm, mảnh bằng kim loại hoặc bằng vật liệu khác, có ít nhất một cạnh được khắc dấu, khắc thẳng và không được lệch với độ thẳng tương ứng với các vạch milimet trên một mét.

6.9 Dụng cụ đo độ sâu và độ thẳng, được hiệu chuẩn theo milimet, sử dụng kết hợp với thước kiểm (6.8).

7 Lấy mẫu

Mẫu thí nghiệm được lấy ít nhất bốn mẫu riêng biệt giống nhau, phân biệt theo vật liệu, hình dạng, kích thước và họa tiết trang trí.

Để thử các bình và chậu được tráng men sứ và men thủy tinh, mẫu thử phải được chuẩn bị theo ISO 2723 hoặc ISO 2724. Những mẫu thử này được thử như các dụng cụ có lòng nông phẳng.

8 Chuẩn bị mẫu thử

8.1 Sự phân biệt giữa các dụng cụ có lòng nông phẳng và lòng sâu

Từ một nhóm các dụng cụ đã được lấy, chọn một mẫu riêng và đặt trên một mặt phẳng nằm ngang. Đặt thước kiểm (6.8) trên miệng của dụng cụ. Nếu dụng cụ có vòi rót, đặt thước kiểm ngang với điểm thấp nhất của vòi rót. Đo khoảng cách, h , giữa điểm thấp nhất ở phía trong của dụng cụ và thước kiểm. Nếu dụng cụ có giá trị h nhỏ hơn hoặc bằng 25 mm thì được xác định là dụng cụ có lòng nông phẳng, còn dụng cụ nào có giá trị của h lớn hơn 25 mm thì được xác định là dụng cụ có lòng sâu. Nếu dụng cụ có h ở ranh giới của cả hai trường hợp lòng nông phẳng và lòng sâu, thì dụng cụ đó được xếp vào loại dụng cụ có lòng nông phẳng.

8.2 Xác định diện tích bề mặt tiếp xúc của dụng cụ có lòng nông phẳng

Lật úp mẫu thử trên một tờ giấy kẻ ô dùng để vẽ đồ thị và vẽ một đường quanh vành uống. Tính toán hoặc đo diện tích bao quanh bởi đường viền và ghi lại diện tích S_R này, tính bằng decimet vuông và lấy đến hai số sau dấu phẩy. Đối với các dụng cụ có hình tròn, diện tích bề mặt tiếp xúc được tính theo đường kính của dụng cụ. Để thuận lợi cho việc xác định diện tích bề mặt tiếp xúc của dụng cụ không thể đồ đầy được, chỉ đo bề mặt không được che để chiết (8.4 a) hoặc 8.4 b)).

CHÚ THÍCH – Phương pháp đo này đã được tính đến ảnh hưởng của đường cong của các dụng cụ.

8.3 Làm sạch mẫu thử

Rửa sạch mẫu nhanh gọn trong dung dịch lỏng chứa 1 ml/l chất tẩy rửa ở nhiệt độ $40^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$. Rửa sạch dưới vòi nước và sau đó với nước cất rồi để cho ráo nước. Lau khô bằng giấy lọc. Không sử dụng mẫu còn vết bẩn.

TCVN 7542 - 1: 2008

Trong điều kiện sử dụng thông thường, nếu có một diện tích bề mặt của mẫu không cần thiết phải tiếp xúc với thực phẩm, trừ mặt trong của bất kỳ nắp đậy nào [xem 8.4 a) và 8.4 b)], sau khi rửa và sấy khô, che diện tích này lại bằng một lớp phủ bảo vệ bên dưới tác dụng của dung dịch thử (5.2) và không bị thôi nhiễm bất kỳ lượng chì hoặc cadimi có thể phát hiện được vào dung dịch thử trong quá trình thử.

Không sờ tay lên bề mặt các mẫu sẽ được thử sau khi đã làm sạch hoặc đã được chuẩn bị.

8.4 Chuẩn bị các dụng cụ không thể đổ đầy được

Các dụng cụ không thể đổ đầy được đến 6 mm tính từ điểm tràn như qui định ở 9.2.2.1 được coi là không thể đổ đầy được.

- a) Phủ lên toàn bộ bề mặt của dụng cụ này bằng sáp parafin nóng chảy (5.5), trừ bề mặt tiếp xúc (xem 8.2) và thử như qui định ở 9.2.2.2 a) hoặc
- b) Gắn một dải băng bằng keo silicon (5.7), rộng 6 mm lên bề mặt tráng men xung quanh toàn bộ chu vi của dụng cụ. Kiểm tra dải băng và phải bảo đảm dải băng keo hoàn toàn tiếp xúc trực tiếp với bề mặt tráng men xung quanh toàn bộ chu vi. Đánh dấu ở độ cao khoảng 4 mm của dải băng keo và cho thêm vừa đủ một lượng dung dịch thử (5.2). Để dụng cụ qua đêm cho keo silicon lưu khô và thử như qui định ở 9.2.2.2 b).

8.5 Vành uống

Xác định khu vực vành uống bằng cách để lật úp dụng cụ trên một mặt phẳng trơn nhẵn, cho quay tròn và dùng bút dạ cố định độ cao phù hợp với giới hạn của vành uống (3.8).

Che cẩn thận phần bề mặt bên ngoài không phải thử của dụng cụ bằng sáp parafin nóng chảy (5.5). Nắp đậy và quai có ở vùng vành uống phải thử cùng một phương pháp như nhau. Cho phép cắt rời vành uống và thử riêng rẽ.

9 Cách tiến hành

9.1 Yêu cầu chung

Nếu chỉ xác định chì, tiến hành chiết dưới các điều kiện ánh sáng bình thường trong phòng thí nghiệm. Nếu chỉ xác định cadimi, hoặc cùng với chì, thì tiến hành chiết trong bóng tối.

9.2 Chiết

9.2.1 Nhiệt độ thử

Điều hoà mẫu hoặc mẫu thử và dung dịch thử (5.2) ở nhiệt độ $22^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ khi tiến hành theo 9.2.2.

9.2.2 Môi quan hệ giữa mẫu thử và dung dịch thử

9.2.2.1 Mẫu thử có thể đổ đầy được

Đặt mẫu thử trên một tấm có mặt phẳng nằm ngang và dùng ống đong chia độ đổ dung dịch thử (5.2) vào mẫu đến dưới điểm tràn 1 mm. Trong trường hợp mẫu thử có lòng nông hoặc vành miệng dốc, thì phải bảo đảm khoảng cách giữa bề mặt chất lỏng và điểm tràn không được vượt quá 6 mm, đo dọc theo độ dốc của miệng. Trong trường hợp dụng cụ có lòng nông phẳng, xác định thể tích V của dung dịch thử chính xác đến 2 % sau khi chiết (chẳng hạn thể tích đổ đầy). Đậy và giữ trong bóng tối nếu để xác định cadimi.

9.2.2.2 Mẫu thử không thể đổ đầy được

a) Nếu chuẩn bị theo 8.4 a):

- Đặt mẫu thử trong một bình thích hợp, chẳng hạn như bình thủy tinh borosilicat có kích cỡ thích hợp và dùng ống đong chia độ (6.7) thêm dung dịch thử (5.2) cho đến khi hoàn toàn phủ đầy mẫu thử.
- Ghi lại thể tích qui định V của dung dịch thử (thể tích tiếp xúc) chính xác đến 2 %. Đậy bình bằng một nắp đậy phù hợp (6.6), nếu để xác định cadimi thì để trong bóng tối.

b) Nếu chuẩn bị theo 8.4 b):

- Gắn dụng cụ trên một tấm phẳng có bề mặt nằm ngang bằng keo và dùng ống đong chia độ (6.7) thêm dung dịch thử (5.2).
- Ghi lại thể tích qui định V của dung dịch thử (thể tích tiếp xúc) chính xác đến 2 %. Đậy dụng cụ bằng một nắp đậy thích hợp (6.6), nếu xác định cadimi thì để trong bóng tối.

CHÚ THÍCH – Dụng cụ chuẩn có thể để nhìn rõ được dung dịch thử (5.2) nếu gắn vào khuôn cao su silicon có một lớp xi không thấm nước và lớp xi này không được lấn sâu quá 6 mm kể từ vành cửa dụng cụ và tạo thành một độ sâu không lớn hơn 7 mm.

9.2.2.3 Nắp đậy của dụng cụ

Nếu dụng cụ có nắp đậy, chỉ thử bề mặt bên trong của nắp.

9.2.2.4 Vành uống

Đặt mẫu thử đã được chuẩn bị (xem 8.5) với vành nằm úp xuống trong một bình có đáy phẳng. Phủ toàn bộ vành với dung dịch thử 5.2.

TCVN 7542 - 1: 2005

Nếu vành uống được cắt rời, đặt riêng từng vành trong bình đáy phẳng có chiều cao không nhỏ hơn 25 mm (ví dụ đĩa petri hoặc cốc đồng) và phủ hoàn toàn với dung dịch thử.

Kích cỡ bình và độ cao được phủ dung dịch thử phải đảm bảo thể tích của dung dịch thử là nhỏ nhất, xác định thể tích của dung dịch thử, chính xác đến 2 %.

9.2.3 Thời gian chiết

Rót đầy, hoặc ngâm mẫu ở nhiệt độ $22\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong $24\text{ h} \pm 30\text{ min}$ với các điều kiện phải ngăn ngừa sự hao hụt do bay hơi.

CHÚ THÍCH - Khay nhựa có gắn nắp đậy kín là dụng cụ chứa thích hợp để ngăn ngừa sự hao hụt do bay hơi từ bình thử. Đặc biệt chú ý là phải đảm bảo rằng sự hao hụt do bay hơi của dung dịch thử (5.2) là tối thiểu. Nếu cần, sự hao hụt này có thể kiểm tra bằng cách cân.

9.3 Lấy mẫu dung dịch thử để phân tích (dung dịch mẫu đo)

Làm đồng nhất mẫu thử bằng cách khuấy, hoặc bằng các phương pháp khác, nhưng không làm hao hụt dung dịch hoặc làm mòn bề mặt được thử.

CHÚ THÍCH - Một phương pháp làm đồng nhất dung dịch chiết phù hợp là dùng pipet chuyển một lượng dung dịch và lắc đi lắc lại mẫu vài lần, tránh làm loãng hoặc hao hụt do bay hơi trong quá trình thao tác.

Chuyển dung dịch chiết hoặc một phần của dung dịch vào một bình thích hợp. Đây là dung dịch mẫu đo. Thực hiện phép phân tích càng nhanh càng tốt.

9.4 Hiệu chuẩn và phương pháp xác định

9.4.1 Hiệu chuẩn

Đặt chế độ làm việc của máy quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa theo các chỉ dẫn của hãng sản xuất, sử dụng các bước sóng 217,0 nm để xác định chì và 228,8 nm để xác định cadimi với hệ số điều chỉnh thích hợp đối với các ảnh hưởng hấp thụ nền.

CHÚ THÍCH - Bước sóng 283,3 nm cũng có thể được dùng cho phép phân tích chì.

Hút dung dịch số "0" của dãy các dung dịch hiệu chuẩn (dung dịch thử 5.2) và điều chỉnh về số không ("zero"). Hút dãy các dung dịch hiệu chuẩn đã được chuẩn bị bằng cách pha dung dịch chuẩn (xem 5.4) với dung dịch thử (5.2).

Các dãy dự kiến:

- 0,2 mg/l đến 10,0 mg/l Pb;
- 0,02 mg/l đến 0,5 mg/l Cd.

Hút dung dịch thử (5.2) sau mỗi dung dịch hiệu chuẩn và ghi lại các giá trị độ hấp thụ thu được.

9.4.2 Phương pháp xác định

Đặt chế độ làm việc của máy quang phổ như đã qui định ở trên. Hút nước cất và sau đó là dung dịch thử (5.2) và điều chỉnh độ hấp thụ về số không ("zero"). Hút dung dịch mẫu thử (xem 9.3), cùng với dung dịch thử (5.2). Đo giá trị độ hấp thụ của các dung dịch mẫu đo.

Nếu hàm lượng nồng độ chì trong dung dịch mẫu đo vượt quá 10 mg/l, hoặc nếu hàm lượng nồng độ cadimi vượt quá 0,5 mg/l, pha loãng một phần dịch chiết phù hợp với dung dịch thử để có được hàm lượng nồng độ chì nhỏ hơn 10 mg/l và hàm lượng nồng độ cadimi nhỏ hơn 0,5 mg/l. Đó là các tín hiệu trong khoảng làm việc tối ưu. Đo từng dung dịch mẫu đo ít nhất ba lần, và lấy giá trị trung bình để tính toán.

Để tăng thêm độ chính xác, đặc biệt là khi lặp lại phép đo của dung dịch hiệu chuẩn bằng phương tiện biểu thị nồng độ kim loại với sai lệch nhỏ nhất, dùng kỹ thuật điều chỉnh (3.20). Mục đích của phương pháp này là theo phép thử sơ bộ đưa ra các giá trị gần đúng cho hàm lượng nồng độ chì và/hoặc cadimi trong các dung dịch hiệu chuẩn, dùng dung dịch hiệu chuẩn có chứa các ion kim loại trong hàm lượng nồng độ càng gần với giá trị trên và dưới của của dung dịch mẫu đo càng tốt

10 Biểu thị kết quả

10.1 Kỹ thuật điều chỉnh.

Nồng độ chì hoặc cadimi, C_0 được tính bằng miligam trên lít dung dịch chiết, được tính theo công thức 1):

$$C_0 = \left[\left(\frac{A_0 - A_1}{A_2 - A_1} \right) (C_2 - C_1) + C_1 \right] d \quad \dots (1)$$

trong đó:

A_0 là độ hấp thụ tương ứng của chì hoặc cadimi trong dung dịch mẫu đo;

A_1 là độ hấp thụ tương ứng của chì hoặc cadimi trong dung dịch điều chỉnh có nồng độ thấp hơn;

A_2 là độ hấp thụ tương ứng của chì hoặc cadimi trong dung dịch điều chỉnh có nồng độ cao hơn;

C_1 là nồng độ chì hoặc cadimi, của dung dịch điều chỉnh thấp hơn, tính bằng miligam trên lít;

C_2 là nồng độ chì hoặc cadimi, của dung dịch điều chỉnh cao hơn, tính bằng miligam trên lít;

d là hệ số, được sử dụng nếu mẫu thử dung dịch chiết được pha loãng.

10.2 Kỹ thuật hiệu chuẩn đường cong

Đọc nồng độ chì hoặc cadimi trực tiếp từ đường cong hiệu chuẩn, tính bằng miligam trên lít dung dịch mẫu đo.

10.3 Tính toán độ thổi ra của chì và cadimi của dụng cụ có lòng nông phẳng, dụng cụ không thể đổ đầy và các mẫu thử

Sự thổi ra chì hoặc cadimi trên một đơn vị diện tích của dụng cụ có lòng nông phẳng và dụng cụ không thể đổ đầy hoặc các mẫu thử, R_{Pb} hoặc R_{Cd} , được tính bằng miligam trên decimet vuông, theo công thức (2) và (3):

$$R_{Pb} = \frac{C_o \cdot V}{S_R} \quad (2)$$

$$R_{Cd} = \frac{C_o \cdot V}{S_R} \quad (3)$$

trong đó:

C_o là hàm lượng nồng độ chì và cadimi của dịch chiết, được tính như qui định ở 10.1 hoặc 10.2, tính bằng miligam trên lít;

V là thể tích dung dịch thử được dùng để chiết (xem 9.2.2 và 9.2.3 tương ứng), tính bằng lít;

S_R là diện tích bề mặt tiếp xúc của dụng cụ (xem 8.2), tính bằng decimet vuông.

10.4 Tính toán độ thôi ra của chì và cadimi từ vành uống

Độ thôi ra của chì hoặc cadimi từ vành uống của dụng cụ $A_{0,T}$, tính bằng miligam trên dụng cụ được tính theo công thức (4):

$$A_{0,T} = C_o \cdot V \quad (4)$$

trong đó:

C_o là hàm lượng nồng độ chì và cadimi của dịch chiết, được tính theo qui định ở 9.2.2.4, tính bằng miligam trên lít;

V là thể tích của dung dịch thử được dùng để chiết, tính bằng lít.

10.5 Tính toán độ thôi ra của chì và cadimi của dụng cụ có nắp đậy

Độ thôi ra của chì hoặc cadimi của cả dụng cụ và toàn bộ bề mặt bên trong của nắp, được tính riêng rẽ từng cái, tính bằng miligam trên một dụng cụ và trên một nắp. Các giá trị được cộng vào với nhau và tổng là độ thôi ra, phụ thuộc vào từng trường hợp, nếu liên quan đến diện tích bề mặt, thì được tính bằng miligam trên decimet vuông, hoặc nếu chỉ liên quan đến thể tích của vật chứa thì được tính bằng miligam trên lít.

10.6 Báo cáo kết quả

Đối với dụng cụ có lòng sâu, báo cáo kết quả chính xác đến 0,1 mg/l chì và 0,01 mg/l cadimi.

Đối với dụng cụ có lòng nông phẳng (và dụng cụ không thể đổ đầy được và các mẫu thử), báo cáo kết quả chính xác đến 0,1 mg/ dm² chì và 0,01 mg/ dm² cadimi.

Đối với vành uống, báo cáo sự thôi ra chính xác đến 0,1 mg trên vành đối với chì và 0,01 mg trên vành đối với cadimi.

Nếu dụng cụ có nắp đậy được thử, báo cáo tổng số của hai giá trị chiết riêng biệt chính xác đến 0,1 mg/l và 0,1 mg/ dm² đối với chì và 0,01 mg/l và 0,01mg/ dm² đối với cadimi.

10.7 Sự so sánh với giới hạn cho phép

Một dụng cụ được coi là tuân theo qui định của giới hạn cho phép, khi dụng cụ đó có các giá trị thôi ra của chì và/hoặc cadimi không vượt quá giới hạn, và nó được xác định theo qui định trong tiêu chuẩn này.

Đối với các dụng cụ có nắp đậy, giới hạn cho phép thôi ra chì và/hoặc cadimi, tính bằng miligam trên decimet vuông hoặc miligam trên lít, được coi là phù hợp khi giá trị chỉ áp dụng cho dụng cụ có nắp đậy.

TCVN 7542 - 1: 2005

Nếu các kết quả của dụng cụ vượt quá giới hạn qui định, nhưng không quá 50 %, tuy nhiên dụng cụ này cũng được coi là tuân theo giới hạn cho phép, nếu có ít nhất ba dụng cụ khác giống hệt nhau được thử ở các điều kiện qui định trong tiêu chuẩn này và kết quả thu được là trung bình số học của chì hoặc cadimi thổi ra từ các dụng cụ đó không vượt quá giới hạn cho phép và không có dụng cụ nào vượt quá 50 % giới hạn cho phép.

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm bao gồm các thông tin sau:

- a) viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) nhận dạng dụng cụ được thử, bao gồm loại, nguồn gốc và mục đích;
- c) địa điểm và ngày lấy mẫu;
- d) ngày nhận và ngày thử mẫu;
- e) diện tích bề mặt hoặc diện tích bề mặt tiếp xúc và dung tích đổ đầy hoặc thể tích liên quan đến các dụng cụ không thể đổ đầy được;
- f) số mẫu đã thử;
- g) từng kết quả riêng lẻ, phù hợp với 10.6, và giá trị trung bình của từng dụng cụ hoặc mẫu thử, được tính bằng miligam chì và/hoặc cadimi trên decimet vuông diện tích bề mặt đối với dụng cụ có lòng nông phẳng, hoặc bằng miligam chì và/hoặc cadimi trên lít dung tích của dụng cụ có lòng sâu;
- h) đối với dụng cụ có nắp đậy, là tổng của hai giá trị chiết, nghĩa là giá trị của dụng cụ và giá trị của nắp đậy được thử riêng lẻ;
- i) đối với vành uống, độ thổi ra của chì và/hoặc cadimi tính bằng miligam trên vành của dụng cụ;
- j) những thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này hoặc được coi là tự chọn;
- k) có dụng cụ nào đáp ứng được các yêu cầu giới hạn cho phép sự thổi ra như qui định trong TCVN 7542 - 2: 2005 (ISO 4531 - 2: 1998) không.

CHÚ THÍCH - Những chi tiết không bình thường trong quá trình xác định cũng được ghi trong báo cáo.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 7149 - 1: 2002 (ISO 385 - 1: 1984), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh - Buret - Phần 1: Yêu cầu chung.*
 - [2] TCVN 7146 - 1: 2002 (ISO 6486 - 1: 1999), *Dụng cụ bằng gốm, gốm thủy tinh và dụng cụ đựng thức ăn bằng thủy tinh tiếp xúc với thực phẩm - Sự thôi ra của chì và cadimi - Phần 1: Phương pháp thử.*
 - [3] ISO 6955: 1982, *Analytical spectroscopic methods - Flame emission, atomic absorption and atomic fluorescence - Vocabulary.*
 - [4] TCVN 7147 - 1: 2002 (ISO 7086 - 1: 2000), *Dụng cụ bằng thủy tinh có lòng sâu tiếp xúc với thực phẩm - Sự thôi ra của chì và cadimi - Phần 1: Phương pháp thử.*
 - [5] EN 1388 - 2:1995, *Materials and articles in contact with foodstuffs - Silicate surfaces - Part 2: Determination of the release lead and cadmium from silicate surfaces other than ceramic ware.*
 - [6] WHO/Food Additives 77.44, *Glass Foodware Safety, Sampling, Analysis, and Limits release* (Report of a WHO Meeting, Geneva 8-10 June 1976).
 - [7] WHO/Food Additives HCS/79.7. *Glass Foodware Safety, Critical Review of Sampling, Analysis, and Limits for Lead and Cadmium Release* (Report of a WHO Meeting, Geneva 12-14 November 1979).
 - [8] FREY, E. and SCHOLZE, H., *Blei- und Cadmiumlässigkeit von Schmelzfarben, Glasuren und Emails in Kontakt mit Essigsäure und Lebensmitteln und unter Lichteinwirkung* (Lead and cadmium release from fused colours, glazes, and enamels in contact with acetic acid and food under the influence of light), Bericht Deutsche Keramische Gesellschaft, 1979 (vol. 56): pp. 293 - 297.
-