

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6238-3:2011

ISO 8124-3:2010

Xuất bản lần 3

**AN TOÀN ĐỒ CHƠI TRẺ EM –
PHẦN 3: GIỚI HẠN MỨC THÔI NHIỄM CỦA MỘT SỐ
NGUYÊN TỐ ĐỘC HẠI**

Safety of toys –

Part 3: Migration of certain elements

HÀ NỘI – 2011

Mục lục

	Trang
Lời nói đầu.....	4
Lời giới thiệu.....	5
1 Phạm vi áp dụng.....	7
2 Tài liệu viện dẫn.....	8
3 Thuật ngữ và định nghĩa.....	8
4 Mức chấp nhận được tối đa.....	9
5 Nguyên tắc.....	10
6 Thuốc thử và thiết bị, dụng cụ.....	11
7 Lựa chọn các phần mẫu thử.....	12
8 Chuẩn bị và chiết các phần mẫu thử.....	12
8.1 Lớp phủ sơn, vécni, sơn dầu, mực in, polyme và các lớp phủ tương tự.....	12
8.2 Vật liệu polyme và các vật liệu tương tự, bao gồm các vật liệu bản mỏng được hoặc không được gia cường bằng vật liệu dệt, nhưng loại trừ các vật liệu dệt khác.....	13
8.3 Giấy và cát tông.....	13
8.4 Vật liệu dệt tự nhiên, nhân tạo hoặc tổng hợp.....	14
8.5 Vật liệu bằng thủy tinh/gốm sứ/kim loại.....	15
8.6 Vật liệu khác được nhuộm khối hoặc không, ví dụ gỗ, ván sợi, xương và da.....	15
8.7 Vật liệu để lại vết.....	16
8.8 Vật liệu dẻo dùng để nặn bao gồm đất sét nặn và gel.....	18
8.9 Sơn, bao gồm sơn bằng tay, vécni, sơn dầu, bột trắng men và vật liệu tương tự ở dạng rắn hoặc dạng lỏng.....	19
9 Giới hạn phát hiện của phương pháp phân tích định lượng các nguyên tố.....	21
10 Báo cáo thử nghiệm.....	21
Phụ lục A – Yêu cầu về rây.....	23
Phụ lục B – Chọn quy trình thử nghiệm.....	24
Phụ lục C – Cơ sở và lý do cơ bản để đưa ra các quy định trong tiêu chuẩn.....	25
Thư mục tài liệu tham khảo.....	33

Lời nói đầu

TCVN 6238-3:2011 thay thế cho TCVN 6238-3:2008.

TCVN 6238-3:2011 hoàn toàn tương đương với ISO 8124-3:2010.

TCVN 6238-3:2011 do Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 181 *An toàn đồ chơi trẻ em* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Bộ TCVN 6238, *An toàn đồ chơi trẻ em*, gồm các phần sau:

- TCVN 6238-1:2011 (ISO 8124-1:2009), Phần 1: Các yêu cầu an toàn liên quan đến tính chất cơ lý;
- TCVN 6238-2:2008 (ISO 8124-2:2007), Phần 2 : Yêu cầu chống cháy;
- TCVN 6238-3:2011 (ISO 8124-3:2010), Phần 3: Giới hạn mức phơi nhiễm của một số nguyên tố độc hại;
- TCVN 6238-4A:2011 (ISO 8124-4:2010), Phần 4A: Đu, cầu trượt và các đồ chơi vận động tương tự sử dụng tại gia đình;
- TCVN 6238-4:1997 (EN 71-4:1990), Phần 4: Bộ đồ chơi thực nghiệm về hoá học và các hoạt động liên quan;
- TCVN 6238-5:1997 (EN 71-5:1993), Phần 5: Bộ đồ chơi hóa học ngoài bộ đồ chơi thực nghiệm;
- TCVN 6238-9:2010 (EN 71-9:2005), Phần 9: Hợp chất hoá học hữu cơ - Yêu cầu chung;
- TCVN 6238-10:2010 (EN 71-10:2005), Phần 10: Hợp chất hoá học hữu cơ - Chuẩn bị và chiết mẫu;
- TCVN 6238-11:2010 (EN 71-11:2005), Phần 11: Hợp chất hoá học hữu cơ - Phương pháp phân tích.

Lời giới thiệu

Các yêu cầu của tiêu chuẩn này dựa trên các chiết xuất có thể hòa tan có độc tính đáng kể của một số nguyên tố, các chiết xuất này sinh ra do sử dụng đồ chơi và chúng không được vượt quá các giá trị sau cho mỗi ngày:

- 0,2 µg đối với antimon;
- 0,1 µg đối với asen;
- 25,0 µg đối với bari;
- 0,6 µg đối với cadimi;
- 0,3 µg đối với crom;
- 0,7 µg đối với chì;
- 0,5 µg đối với thủy ngân;
- 5,0 µg đối với selen.

Để diễn giải các giá trị này thì cần phải nhận biết được giới hạn trên của lượng vật liệu đồ chơi bị nuốt vào. Các dữ liệu sẵn có để xác định giới hạn này rất hạn chế. Một giả thuyết được đưa ra là tổng lượng các vật liệu đồ chơi khác nhau nuốt vào trung bình hàng ngày được chấp nhận là 8 mg/ngày, tuy nhiên trong một vài trường hợp cụ thể các giá trị này có thể cao hơn.

Kết hợp giữa lượng vật liệu nuốt vào hàng ngày này với các giá trị mức chiết xuất có thể hòa tan có độc tính đáng kể liệt kê ở trên, tại Bảng 1 người ta đã đưa ra các giới hạn đối với các nguyên tố độc hại tính bằng microgam trên gam vật liệu đồ chơi (miligam trên kilôgam). Các giá trị này đã được điều chỉnh để giảm thiểu việc phơi nhiễm của trẻ đối với các nguyên tố độc hại có trong đồ chơi và để đảm bảo khả năng có thể phân tích được, trong đó có xét đến các mức giới hạn có thể đạt được trong các điều kiện sản xuất hiện nay (xem Phụ lục C).

An toàn đồ chơi trẻ em –

Phần 3 : Giới hạn mức thôi nhiễm của một số nguyên tố độc hại

Safety of toys –

Part 3: Migration of certain elements

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này quy định mức chấp nhận được tối đa, phương pháp lấy mẫu và chiết trước khi phân tích mức thôi nhiễm của các nguyên tố antimon, asen, bari, cadimi, crom, chì, thủy ngân và selen từ các vật liệu làm đồ chơi và từ các bộ phận của đồ chơi.

1.2 Các mức chấp nhận được tối đa của sự thôi nhiễm các nguyên tố nêu tại 1.1 được quy định đối với các vật liệu đồ chơi sau đây:

- Các lớp phủ sơn, vécni, sơn dầu, mực in, polyme và các lớp phủ tương tự (xem 8.1);
- Vật liệu polyme và các vật liệu tương tự, bao gồm các vật liệu bản mỏng được hoặc không được gia cường bằng vật liệu dệt, nhưng loại trừ các vật liệu dệt và không dệt khác (xem 8.2);
- Giấy và cát tông có khối lượng trên đơn vị diện tích tối đa là 400 g/m^2 (xem 8.3);
- Vật liệu dệt tự nhiên, nhân tạo hoặc tổng hợp (xem 8.4);
- Vật liệu bằng thủy tinh/gốm/kim loại, trừ hợp kim chì dùng để hàn sử dụng trong các mối nối điện (xem 8.5);
- Vật liệu khác được nhuộm khối hoặc không (ví dụ gỗ, ván sợi, ván sợi cứng, vật liệu bằng xương và da) (xem 8.6);
- Vật liệu để lại vết (ví dụ vật liệu graphít trong bút chì và mực lỏng trong bút mực) (xem 8.7);
- Vật liệu dẻo dùng để nặn, bao gồm đất sét nặn và gel (xem 8.8);
- Sơn sử dụng trong đồ chơi, bao gồm sơn bằng tay, vécni, sơn dầu, bột trắng men và vật liệu tương tự ở dạng rắn hoặc lỏng (xem 8.9).

TCVN 6238-3:2011

1.3 Các yêu cầu trong tiêu chuẩn này áp dụng cho các đồ chơi, các chi tiết của đồ chơi và vật liệu làm đồ chơi sau đây (xem C.2.1):

- tất cả các đồ chơi mô phỏng thực phẩm và tiếp xúc với miệng, các đồ chơi mỹ phẩm và các dụng cụ viết được phân loại là đồ chơi, không kể đến nhóm tuổi sử dụng hoặc tuổi sử dụng được khuyến cáo trên nhãn của đồ chơi;
- tất cả đồ chơi dành cho trẻ đến 72 tháng tuổi;
- các lớp phủ tiếp xúc được, không kể đến nhóm tuổi sử dụng hoặc tuổi sử dụng được khuyến cáo trên nhãn của đồ chơi;
- chất lỏng, các chất dạng sệt (paste), các chất gel tiếp xúc được (ví dụ sơn lỏng, các hợp chất nặn), không kể đến nhóm tuổi sử dụng hoặc tuổi sử dụng được khuyến cáo trên nhãn của đồ chơi;

1.4 Tiêu chuẩn này không áp dụng đối với các vật liệu bao gói trừ khi chúng phải được giữ lại ví dụ hộp đựng, thùng chứa hoặc khi chúng là một phần của đồ chơi hoặc có thể sử dụng để chơi (xem C.2.2).

CHÚ THÍCH Đối với đồ chơi và các bộ phận của đồ chơi mà do khả năng tiếp xúc, chức năng, khối lượng, kích thước hoặc các đặc tính khác của chúng hiển nhiên không thể có nguy cơ bị nuốt, liếm hoặc nuốt do các hành vi thông thường và có thể dự đoán trước của trẻ (ví dụ lớp phủ trên xà ngang của đu, lốp xe đạp đồ chơi) thì không thuộc phạm vi áp dụng của tiêu chuẩn này.

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 công bố thì áp dụng 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 6238-1:2011 (ISO 8124-1:2009), *An toàn đồ chơi trẻ em – Phần 1: Các yêu cầu an toàn liên quan đến tính chất cơ lý.*

TCVN 4851:1989 (ISO 3696:1987), *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Vật liệu nền (base material)

Vật liệu trên đó các lớp phủ được hình thành hoặc độn lại.

3.2**Lớp phủ (coating)**

Tất cả các lớp vật liệu được hình thành hoặc đóng lại trên vật liệu nền của đồ chơi bao gồm sơn, vécni, sơn dầu, mực in, polyme hoặc các hợp chất khác có bản chất tương tự, bất kể chúng có chứa hoặc không chứa các hạt kim loại và chúng được hình thành như thế nào trên đồ chơi và các lớp phủ này có thể cạo được ra bằng một lưỡi dao sắc.

3.3**Giới hạn phát hiện của một phương pháp (detection limit of a method)**

Ba lần độ lệch chuẩn của giá trị thu được khi phân tích mẫu trắng bằng phương pháp đó bởi phòng thí nghiệm thực hiện phân tích.

3.4**Vật liệu được nhuộm khối (mass-coloured materials)**

Vật liệu như gỗ, ván sợi, ván sợi cứng, da, xương và các hợp chất xốp khác có thể hấp thụ các chất màu mà không tạo thành lớp phủ.

3.5**Giấy và cactông (paper and paperboard)**

Có khối lượng tối đa trên một đơn vị diện tích là 400 g/m^2 .

CHÚ THÍCH Nếu có khối lượng trên một đơn vị diện tích lớn hơn giá trị nêu trên thì sẽ được gọi là "vật liệu khác", có thể là ván sợi hoặc ván sợi cứng v.v...

3.6**Cạo (scraping)**

Quá trình cơ học để loại bỏ các vật liệu phủ ra khỏi vật liệu nền.

3.7**Vật liệu đồ chơi (toy material)**

Tất cả các vật liệu tiếp xúc được có trong đồ chơi.

4 Mức chấp nhận được tối đa**4.1 Yêu cầu riêng**

Xem C.3.

Đồ chơi và các bộ phận của đồ chơi như quy định trong Điều 1 được cho là phù hợp với các yêu cầu của tiêu chuẩn này khi giá trị thời nhiễm đã được điều chỉnh của một số nguyên tố độc hại từ đồ chơi và các bộ phận của đồ chơi phù hợp với các mức giới hạn tối đa được nêu tại Bảng 1 khi thử theo Điều 7, Điều 8 và Điều 9.

4.2 Diễn giải kết quả

Xem C.4.

Do độ chụm của các phương pháp được quy định trong tiêu chuẩn này nên người ta đã yêu cầu phải có các kết quả phân tích đã được điều chỉnh khi xem xét các kết quả thử nghiệm liên phòng. Các kết quả phân tích thu được theo Điều 7, Điều 8 và Điều 9 phải được điều chỉnh bằng cách trừ đi các giá trị hiệu chỉnh phân tích tương ứng nêu tại Bảng 2 để thu được các kết quả phân tích đã được điều chỉnh.

Các vật liệu được cho là phù hợp với các yêu cầu của tiêu chuẩn này nếu kết quả phân tích đã được điều chỉnh của các mức phơi nhiễm của các nguyên tố độc hại nhỏ hơn hoặc bằng giá trị nêu tại Bảng 1.

Bảng 1 – Mức phơi nhiễm chấp nhận được tối đa của một số nguyên tố độc hại từ vật liệu đồ chơi

Giá trị tính bằng miligam trên kilogam vật liệu đồ chơi

Vật liệu đồ chơi	Nguyên tố							
	Sb	As	Ba	Cd	Cr	Pb	Hg	Se
Bất kỳ vật liệu đồ chơi nào nêu trong Điều 1 loại trừ đất sét nặn và sơn bằng tay	60	25	1000	75	60	90	60	500
Đất sét nặn và sơn bằng tay	60	25	250	50	25	90	25	500

Bảng 2 – Giá trị hiệu chỉnh phân tích

Nguyên tố	Sb	As	Ba	Cd	Cr	Pb	Hg	Se
Giá trị hiệu chỉnh phân tích (%)	60	60	30	30	30	30	50	60

Ví dụ

Kết quả phân tích của chì là 120 mg/kg. Giá trị hiệu chỉnh phân tích cần thiết lấy theo Bảng 2 là 30 %. Như vậy kết quả phân tích đã được điều chỉnh là

$$120 - \frac{120 \times 30}{100} = 120 - 36$$
$$= 84 \text{ mg/kg.}$$

Giá trị này được cho là phù hợp với các yêu cầu của tiêu chuẩn (mức phơi nhiễm cho phép tối đa của chì nêu tại Bảng 1 là 90 mg/kg).

5 Nguyên tắc

Các nguyên tố có thể hoà tan được chiết từ các vật liệu đồ chơi dưới các điều kiện mô phỏng như khi vật liệu được giữ cho tiếp xúc với dịch axit của dạ dày trong một khoảng thời gian sau khi nuốt. Sau đó, nồng độ của các nguyên tố hoà tan được xác định bằng các phương pháp phân tích quy định với các mức giới hạn phát hiện đã được quy định.

6 Thuốc thử và thiết bị, dụng cụ

CHÚ THÍCH Không có khuyến cáo nào cho các thuốc thử, vật liệu và thiết bị, dụng cụ cần thiết để thực hiện các phép phân tích nguyên tố trong các giới hạn phát hiện được quy định tại Điều 9.

6.1 Thuốc thử

Trong quá trình phân tích, chỉ sử dụng thuốc thử có cấp độ phân tích đã được chấp nhận.

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

6.1.2 Dung dịch axit clohydric, $c(\text{HCl}) = (0,14 \pm 0,010) \text{ mol/l}$.

6.1.3 Dung dịch axit clohydric, $c(\text{HCl}) = \text{xấp xỉ } 1 \text{ mol/l}$.

6.1.4 Dung dịch axit clohydric, $c(\text{HCl}) = \text{xấp xỉ } 2 \text{ mol/l}$.

6.1.5 Dung dịch axit clohydric, $c(\text{HCl}) = \text{xấp xỉ } 6 \text{ mol/l}$.

6.1.6 Thuốc thử *n*-heptan, $(\text{C}_7\text{H}_{16})$ 99 %.

6.1.7 Nước, ít nhất là nước tinh khiết loại 3 theo TCVN 4851 (ISO 3696).

6.2 Thiết bị, dụng cụ

Xem C.5.

Thiết bị, dụng cụ thí nghiệm thông thường và

6.2.1 Rây bằng lưới thép không gỉ, có kích thước lỗ danh nghĩa là 0,5 mm và dung sai như được nêu trong Bảng A.1.

6.2.2 Dụng cụ đo pH, có độ chính xác đến $\pm 0,2$ đơn vị pH. Cần phòng ngừa sự nhiễm bẩn chéo.

Xem C.5.2.

6.2.3 Màng lọc, có lỗ cỡ 0,45 μm .

6.2.4 Máy ly tâm, có khả năng ly tâm ở $(5\,000 \pm 500) \text{ g}$ ¹⁾.

Xem C.5.3.

6.2.5 Thiết bị khuấy hỗn hợp, ở nhiệt độ $(37 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

6.2.6 Dây bình chứa, có thể tích tổng gấp từ 1,6 đến 5,0 lần thể tích của dung dịch chiết axit clohydric.

Xem C.5.4.

¹⁾ $g = 9,806\,65 \text{ m/s}^2$.

7 Lựa chọn các phần mẫu thử

Xem C.6.

Một mẫu phòng thí nghiệm phải là một đồ chơi ở dạng được bán ở ngoài thị trường hoặc sẽ được bán ngoài thị trường. Các phần mẫu thử phải được lấy từ những phần tiếp xúc được [xem TCVN 6238-1 (ISO 8124-1)] của chỉ một mẫu đồ chơi riêng lẻ. Các vật liệu giống nhau của một đồ chơi có thể được kết hợp và được xem là một phần mẫu thử riêng lẻ nhưng không được sử dụng các mẫu đồ chơi bổ sung. Các phần mẫu thử có thể gồm nhiều hơn một loại vật liệu hoặc màu sắc nếu không thể thực hiện được việc tạo thành các phần mẫu thử riêng bằng cách tách vật lý, ví dụ như đối với vật liệu dệt được in các chấm nhỏ, trang trí hoa văn hoặc vì các lý do liên quan đến giới hạn về khối lượng.

CHÚ THÍCH Yêu cầu này không loại trừ việc lấy các phần mẫu thử để tham khảo từ các vật liệu đồ chơi ở dạng khác miễn là chúng đại diện được cho loại vật liệu tương ứng được quy định ở trên và cho phần nền mà chúng được đặt lên.

Không tiến hành thử đối với các phần mẫu thử nhỏ hơn 10 mg.

8 Chuẩn bị và chiết các phần mẫu thử

8.1 Lớp phủ sơn, vecni, sơn dầu, mực in, polyme và các lớp phủ tương tự

8.1.1 Chuẩn bị phần mẫu thử

Cạo lớp vật liệu phủ từ mẫu thí nghiệm (xem 3.6) ở nhiệt độ phòng và nghiền nhỏ ở nhiệt độ không lớn hơn nhiệt độ môi trường. Lấy một lượng vật liệu phủ vừa đủ để sao cho sau khi rây qua một rây kim loại có lỗ rây là 0,5 mm (6.2.1) thì thu được một phần mẫu thử không nhỏ hơn 100 mg.

Nếu chỉ thu được từ 10 mg đến 100 mg lớp vật liệu phủ đồng nhất đã được nghiền thì chiết mẫu này theo 8.1.2 và tính toán lượng các nguyên tố tương ứng giống như khi sử dụng 100 mg phần mẫu thử. Báo cáo khối lượng của phần mẫu thử theo 10 e).

Trong trường hợp không thể nghiền được vật liệu phủ do bản chất của chúng (ví dụ sơn mềm dẻo/đàn hồi) thì lấy một phần mẫu thử từ mẫu thí nghiệm mà không cần phải nghiền.

8.1.2 Quy trình chiết

Sử dụng bình chứa có kích cỡ phù hợp (6.2.6), trộn phần mẫu thử đã được chuẩn bị theo 8.1.1 với một lượng dung dịch axit clohydric có nồng độ $c(\text{HCl}) = 0,07 \text{ mol/l}$ (6.1.1) ở $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ và có khối lượng gấp 50 lần khối lượng phần mẫu thử. [Trường hợp phần mẫu thử có khối lượng trong khoảng từ 10 mg đến 100 mg thì trộn phần mẫu thử với 5,0 ml dung dịch này (6.1.1) ở $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$.]

Lắc trong 1 min. Kiểm tra độ axit của hỗn hợp (6.2.2). Nếu pH lớn hơn 1,5 thì vừa lắc hỗn hợp vừa nhỏ từng giọt dung dịch axit clohydric có $c(\text{HCl})$ xấp xỉ 2 mol/l (6.1.4) cho đến khi pH của hỗn hợp nằm trong khoảng từ 1,0 đến 1,5.

Tránh ánh sáng chiếu vào hỗn hợp. Khuấy hỗn hợp liên tục ở $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ (6.2.5) trong 1 h và sau đó để ổn định trong 1 h ở $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$.

Ngay sau đó, tách các chất rắn ra khỏi dung dịch một cách hiệu quả, trước tiên bằng cách lọc qua màng lọc (6.2.3) và, nếu cần thiết thì tiếp tục tách bằng cách ly tâm ở 5 000 g (6.2.4). Việc phân tách phải được thực hiện càng nhanh càng tốt sau khi đã đạt được thời gian ổn định. Nếu có ly tâm thì tiến hành không lâu hơn 10 min và phải báo cáo theo 10 e).

Nếu giữ dung dịch thu được lâu hơn một ngày làm việc trước khi phân tích nguyên tố thì phải ổn định chúng bằng cách cho thêm dung dịch axit clohydric vào sao cho nồng độ của dung dịch được lưu giữ có $c(\text{HCl})$ xấp xỉ 1 mol/l (6.1.3). Báo cáo việc ổn định dung dịch theo 10 e).

8.2 Vật liệu polyme và các vật liệu tương tự, bao gồm các vật liệu bản mỏng được hoặc không được gia cường bằng vật liệu dệt, nhưng loại trừ các vật liệu dệt khác

8.2.1 Chuẩn bị phần mẫu thử

Chuẩn bị một phần mẫu thử có khối lượng không nhỏ hơn 100 mg từ vật liệu polyme hoặc vật liệu tương tự theo quy trình sau, tránh làm nóng các vật liệu này.

Cắt các phần mẫu thử từ những chỗ mà mặt cắt ngang của vật liệu là mỏng nhất sao cho tỷ lệ giữa diện tích bề mặt của mẫu thử với khối lượng tương ứng của nó càng lớn càng tốt. Mỗi miếng mẫu thử khi ở tình trạng không bị nén ép phải có kích thước không lớn hơn 6 mm.

Nếu mẫu phòng thí nghiệm không phải là vật liệu đồng nhất thì từ mỗi loại vật liệu khác nhau có khối lượng lớn hơn hoặc bằng 100 mg chuẩn bị một phần mẫu thử. Khi chỉ thu được từ 10 mg đến 100 mg vật liệu đồng nhất thì khối lượng của phần mẫu thử phải được báo cáo theo 10 e) và tính toán lượng các nguyên tố tương ứng như khi sử dụng 100 mg phần mẫu thử.

8.2.2 Quy trình chiết

Tiến hành theo quy trình chiết nêu tại 8.1.2, sử dụng các phần mẫu thử được chuẩn bị theo 8.2.1.

8.3 Giấy và cát tông

8.3.1 Chuẩn bị phần mẫu thử

Xem C.7.

Chuẩn bị một phần mẫu thử giấy hoặc cát tông có khối lượng không nhỏ hơn 100 mg.

Nếu mẫu phòng thí nghiệm không phải là vật liệu đồng nhất thì nếu có thể từ mỗi loại vật liệu khác nhau có khối lượng không nhỏ hơn 100 mg chuẩn bị một phần mẫu thử. Khi chỉ thu được từ 10 mg đến 100 mg vật liệu đồng nhất thì khối lượng của phần mẫu thử phải được báo cáo theo 10 e) và tính toán lượng các nguyên tố tương ứng như khi sử dụng 100 mg phần mẫu thử.

TCVN 6238-3:2011

Nếu giấy hoặc cát tông cần thử được phủ sơn, vecni, sơn dầu, mực in, keo dán hoặc lớp phủ tương tự thì không cần phải tách riêng phần mẫu thử của lớp vật liệu phủ. Trong trường hợp này, chuẩn bị các phần mẫu thử từ vật liệu sao cho chúng cũng bao gồm các phần đại diện cho vùng được phủ và báo cáo điều này theo 10 e). Chiết các phần mẫu thử đã thu được theo 8.3.2.

8.3.2 Quy trình chiết

Ngâm phần mẫu thử đã được chuẩn bị theo 8.3.1 với một lượng nước (6.1.7) ở $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ có khối lượng gấp 25 lần khối lượng của phần mẫu thử sao cho hỗn hợp thu được là đồng nhất. Chuyển toàn bộ hỗn hợp này vào bình chứa có kích cỡ phù hợp (6.2.6). Thêm vào hỗn hợp một lượng dung dịch axit clohydric có $c(\text{HCl}) = 0,14 \text{ mol/l}$ (6.1.2) ở $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ có khối lượng gấp 25 lần khối lượng của phần mẫu thử.

Lắc hỗn hợp trong 1 min. Kiểm tra độ axit của hỗn hợp (6.2.2). Nếu pH của hỗn hợp lớn hơn 1,5 thì vừa lắc hỗn hợp vừa nhỏ từng giọt dung dịch axit clohydric có $c(\text{HCl})$ xấp xỉ 2 mol/l (6.1.4) vào hỗn hợp cho đến khi pH của hỗn hợp nằm trong khoảng từ 1,0 và 1,5.

Tránh ánh sáng chiếu vào hỗn hợp. Khuấy hỗn hợp liên tục ở $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ (6.2.5) trong 1 h và sau đó để ổn định trong 1 h ở $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$.

Ngay sau đó, tách các chất rắn ra khỏi dung dịch một cách hiệu quả, trước tiên bằng cách lọc qua màng lọc (6.2.3) và, nếu cần thiết thì tiếp tục tách bằng cách ly tâm ở $5\,000 \text{ g}$ (6.2.4). Việc phân tách phải được thực hiện càng nhanh càng tốt sau khi đã đạt được thời gian ổn định. Nếu có ly tâm thì tiến hành không lâu hơn 10 min và phải báo cáo theo 10 e).

Nếu giữ dung dịch thu được lâu hơn một ngày làm việc trước khi phân tích nguyên tố thì phải ổn định chúng bằng cách cho thêm dung dịch axit clohydric vào sao cho nồng độ của dung dịch được lưu giữ có $c(\text{HCl})$ xấp xỉ 1 mol/l . Báo cáo việc ổn định dung dịch theo 10 e).

8.4 Vật liệu dệt tự nhiên, nhân tạo hoặc tổng hợp

8.4.1 Chuẩn bị phần mẫu thử

Xem C.8.

Chuẩn bị một phần mẫu thử có khối lượng không nhỏ hơn 100 mg bằng cách cắt vật liệu dệt thành các miếng nhỏ, mà khi ở trạng thái không bị nén ép phải có kích thước không lớn hơn 6 mm.

Nếu mẫu không đồng nhất về vật liệu hoặc màu sắc thì nếu có thể từ mỗi loại vật liệu hoặc màu sắc khác nhau có khối lượng lớn hơn 100 mg chuẩn bị một phần mẫu thử. Các vật liệu hoặc màu sắc có trong lượng mẫu từ 10 mg đến 100 mg phải là một phần của phần mẫu thử thu được từ vật liệu chính.

Các mẫu được chuẩn bị từ các vật liệu dệt được trang trí hoa văn phải đại diện được cho toàn bộ vật liệu.

8.4.2 Quy trình chiết

Tiến hành theo quy trình chiết nêu tại 8.1.2, sử dụng các phần mẫu thử được chuẩn bị theo 8.4.1.

8.5 Vật liệu bằng thủy tinh/gốm sứ/kim loại

8.5.1 Chuẩn bị phần mẫu thử

Xem C.9.

Trước tiên phải thử đồ chơi và các chi tiết của chúng theo phép thử đối với các chi tiết nhỏ quy định trong TCVN 6238-1 (ISO 8124-1). Nếu đồ chơi hoặc các chi tiết lọt hoàn toàn vào trong ống trụ để thử các chi tiết nhỏ và có chứa các vật liệu bằng thủy tinh, gốm sứ hoặc kim loại tiếp xúc được thì sau khi loại bỏ lớp vật liệu phủ theo 8.1.1, đồ chơi hoặc chi tiết đó phải được chiết theo 8.5.2.

CHÚ THÍCH Đồ chơi và các chi tiết không có vật liệu bằng thủy tinh, gốm sứ hoặc kim loại tiếp xúc được thì không cần phải chiết theo 8.5.2.

8.5.2 Quy trình chiết

Cho đồ chơi hoặc chi tiết của nó đã được cân trước vào một cốc thủy tinh loại 50 ml có kích thước danh nghĩa như sau: cao 60 mm, đường kính 40 mm.

CHÚ THÍCH Loại cốc này sẽ phải chứa được các chi tiết/đồ chơi mà lọt hoàn toàn vào trong ống trụ để thử các chi tiết nhỏ được quy định trong TCVN 6238-1 (ISO 8124-1).

Thêm một lượng vừa đủ dung dịch axit clohydric có $c(\text{HCl}) = 0,07 \text{ mol/l}$ (xem 6.1.1) ở $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ vào cốc đến mức vừa đủ làm ngập đồ chơi hoặc chi tiết đó. Đặt cốc lại, tránh ánh sáng và để ổn định trong 2 h ở $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$.

Ngay sau đó, tách các chất rắn ra khỏi dung dịch một cách hiệu quả, trước tiên bằng cách lọc qua màng lọc (xem 6.2.3) và, nếu cần thiết thì tiếp tục tách bằng cách ly tâm ở 5 000 g (6.2.4). Việc phân tách phải được thực hiện càng nhanh càng tốt sau khi đã đạt được thời gian ổn định. Nếu có ly tâm thì tiến hành không lâu hơn 10 min và phải báo cáo theo 10 e).

Nếu giữ dung dịch thu được lâu hơn một ngày làm việc trước khi phân tích nguyên tố thì phải ổn định chúng bằng cách cho thêm dung dịch axit clohydric vào sao cho nồng độ của dung dịch được lưu giữ có $c(\text{HCl})$ xấp xỉ 1 mol/l (6.1.3). Báo cáo việc ổn định dung dịch theo 10 e).

8.6 Vật liệu khác được nhuộm khối hoặc không, ví dụ gỗ, ván sợi, xương và da

Xem C.10.

8.6.1 Chuẩn bị phần mẫu thử

Chuẩn bị một phần mẫu thử có khối lượng không nhỏ hơn 100 mg từ vật liệu theo 8.2.1, 8.3.1, 8.4.1 hoặc 8.5.1, nếu thích hợp.

TCVN 6238-3:2011

Nếu mẫu phòng thí nghiệm là vật liệu không đồng nhất thì từ mỗi loại vật liệu khác nhau có khối lượng lớn hơn hoặc bằng 10 mg chuẩn bị một phần mẫu thử. Khi chỉ thu được từ 10 mg đến 100 mg vật liệu đồng nhất thì khối lượng của phần mẫu thử phải được báo cáo theo 10 e) và tính toán lượng các nguyên tố tương ứng như khi sử dụng 100 mg phần mẫu thử.

Nếu vật liệu cần thử được phủ sơn, vecni, sơn dầu, mực in hoặc lớp phủ tương tự thì theo quy trình nêu tại 8.1.1.

8.6.2 Quy trình chiết

Chiết vật liệu theo các quy trình nêu tại 8.1.2, 8.3.2, 8.4.2 hoặc 8.5.2, nếu thích hợp. Báo cáo phương pháp đã sử dụng theo 10 e).

8.7 Vật liệu để lại vết

8.7.1 Chuẩn bị phần mẫu thử đối với vật liệu dạng rắn

Chuẩn bị một phần mẫu thử có khối lượng không nhỏ hơn 100 mg bằng cách cắt vật liệu thành các miếng nhỏ mà khi ở trạng thái không bị nén ép thì các miếng này phải có kích thước không lớn hơn 6 mm.

Từ mỗi loại vật liệu để lại vết khác nhau có khối lượng lớn hơn hoặc bằng 10 mg trong mẫu thí nghiệm chuẩn bị một phần mẫu thử. Khi chỉ thu được từ 10 mg đến 100 mg vật liệu thì khối lượng của phần mẫu thử phải được báo cáo theo 10 e) và tính toán lượng các nguyên tố tương ứng như khi sử dụng 100 mg phần mẫu thử.

Nếu vật liệu có chứa mỡ, dầu, sáp hoặc vật liệu tương tự thì phải gói phần mẫu thử vào giấy lọc cứng và loại bỏ các chất này bằng cách chiết với *n*-heptan (6.1.6) trước khi xử lý phần mẫu thử như mô tả trong 8.7.4. Phải thực hiện các phép đo phân tích để đảm bảo việc loại bỏ các chất này là định lượng. Báo cáo dung môi đã sử dụng theo 10 e).

8.7.2 Chuẩn bị phần mẫu thử đối với vật liệu dạng lỏng

Chuẩn bị một phần mẫu thử có khối lượng không nhỏ hơn 100 mg từ mẫu thí nghiệm. Cho phép sử dụng một dung môi thích hợp để thuận tiện cho việc lấy phần mẫu thử.

Từ mỗi loại vật liệu để lại vết khác nhau có khối lượng lớn hơn hoặc bằng 100 mg chuẩn bị một phần mẫu thử. Khi chỉ thu được từ 10 mg đến 100 mg vật liệu thì khối lượng của phần mẫu thử phải được báo cáo theo 10 e) và tính toán lượng các nguyên tố tương ứng như khi sử dụng 100 mg phần mẫu thử.

Nếu có chủ định làm cho vật liệu đông đặc lại khi sử dụng thông thường và vật liệu này có chứa mỡ, dầu, sáp hoặc vật liệu tương tự thì phải để cho phần mẫu thử đặc lại dưới điều kiện sử dụng thông thường và gói nó vào giấy lọc cứng. Loại bỏ mỡ, dầu, sáp hoặc vật liệu tương tự bằng cách chiết với *n*-heptan (6.1.6) trước khi xử lý phần mẫu thử như mô tả tại 8.7.4. Thực hiện các phép đo phân tích để đảm bảo việc loại bỏ các chất này là định lượng. Báo cáo dung môi đã sử dụng theo 10 e).

8.7.3 Quy trình chiết đối với mẫu không chứa mỡ, dầu, sáp hoặc vật liệu tương tự

Sử dụng bình chứa có kích cỡ phù hợp (6.2.6), trộn phần mẫu thử đã chuẩn bị theo 8.7.1 hoặc 8.7.2 với một lượng dung dịch axit clohydric có $c(\text{HCl}) = 0,07 \text{ mol/l}$ (6.1.1) ở $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ có khối lượng gấp 50 lần khối lượng của phần mẫu thử. Đối với phần mẫu thử có khối lượng từ 10 mg đến 100 mg, trộn phần mẫu thử với 5,0 ml dung dịch này ở $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$.

Lắc trong 1 min. Kiểm tra độ axit của hỗn hợp (6.2.2). Nếu phần mẫu thử này chứa một lượng lớn các vật liệu mang tính kiềm, thường ở dạng canxi cacbonat, thì sử dụng axit clohydric [$c(\text{HCl})$ xấp xỉ 6 mol/l (6.1.5)] điều chỉnh pH nằm trong khoảng từ 1,0 đến 1,5 để tránh việc mẫu thử bị pha loãng quá. Lượng axit clohydric sử dụng để điều chỉnh pH tương ứng với tổng lượng dung dịch phải được báo cáo theo 10 e).

Nếu chỉ có một lượng nhỏ vật liệu kiềm trong phần mẫu thử và pH của hỗn hợp lớn hơn 1,5 thì vừa lắc hỗn hợp vừa nhỏ từng giọt dung dịch axit clohydric có $c(\text{HCl})$ xấp xỉ 2 mol/l (6.1.4) vào hỗn hợp cho đến khi pH nằm trong khoảng từ 1,0 và 1,5.

Tránh ánh sáng chiếu vào hỗn hợp. Khuấy hỗn hợp liên tục ở $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ (6.2.5) trong 1 h và sau đó để ổn định trong 1 h ở $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ trước khi phân tích.

8.7.4 Quy trình chiết đối với mẫu có chứa mỡ, dầu, sáp hoặc vật liệu tương tự

Giữ nguyên phần mẫu thử được chuẩn bị theo 8.7.1 hoặc 8.7.2 trong giấy lọc cứng, ngâm phần mẫu thử này với một lượng nước (6.1.7) ở $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ có khối lượng gấp 25 lần khối lượng của phần mẫu thử ban đầu sao cho hỗn hợp thu được đồng nhất. Chuyển toàn bộ hỗn hợp này vào bình chứa có kích cỡ phù hợp (6.2.6). Thêm vào hỗn hợp một lượng dung dịch axit clohydric có $c(\text{HCl}) = 0,14 \text{ mol/l}$ (6.1.2) ở $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ có khối lượng gấp 25 lần khối lượng phần mẫu thử ban đầu.

Trường hợp phần mẫu thử có khối lượng từ 10 mg đến 100 mg thì ngâm phần mẫu thử với 2,5 ml nước (6.1.7). Chuyển toàn bộ hỗn hợp này vào bình chứa có kích cỡ phù hợp (6.2.6). Thêm vào hỗn hợp 2,5 ml dung dịch axit clohydric có $c(\text{HCl}) = 0,14 \text{ mol/l}$ (6.1.2) ở $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$.

Lắc trong 1 min. Kiểm tra độ axit của hỗn hợp (6.2.2). Nếu phần mẫu thử này chứa một lượng lớn các vật liệu mang tính kiềm, thường ở dạng canxi cacbonat, thì sử dụng axit clohydric có $c(\text{HCl})$ xấp xỉ 6 mol/l (6.1.5) điều chỉnh pH nằm trong khoảng từ 1,0 đến 1,5 để tránh việc mẫu thử bị pha loãng quá. Lượng axit clohydric sử dụng để điều chỉnh pH tương ứng với tổng lượng dung dịch phải được báo cáo theo 10 e).

Nếu chỉ có một lượng nhỏ vật liệu kiềm trong phần mẫu thử và pH của hỗn hợp lớn hơn 1,5 thì vừa lắc hỗn hợp vừa nhỏ từng giọt dung dịch axit clohydric có $c(\text{HCl})$ xấp xỉ 2 mol/l (6.1.4) vào hỗn hợp cho đến khi pH nằm trong khoảng từ 1,0 và 1,5.

Tránh ánh sáng chiếu vào hỗn hợp. Khuấy hỗn hợp liên tục ở $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ (6.2.5) trong 1 h và sau đó để ổn định trong 1 h ở $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$.

CHÚ THÍCH Tùy theo từng hoàn cảnh, thể tích của dung dịch axit clohydric $c(\text{HCl}) = 0,07 \text{ mol/l}$ (xem 8.7.3) hoặc $c(\text{HCl}) = 0,14 \text{ mol/l}$ được tính toán dựa trên khối lượng của phần mẫu thử trước khi loại sáp.

Ngay sau đó, tách các chất rắn ra khỏi dung dịch một cách hiệu quả, trước tiên bằng cách lọc qua màng lọc (6.2.3) và nếu cần thiết thì tiếp tục tách bằng cách ly tâm ở $5\,000 \text{ g}$ (6.2.4). Việc phân tách phải được thực hiện càng nhanh càng tốt sau khi đã đạt được thời gian ổn định. Nếu có ly tâm thì tiến hành không lâu hơn 10 min và phải báo cáo theo 10 e).

Nếu giữ dung dịch thu được lâu hơn một ngày làm việc trước khi phân tích nguyên tố thì phải ổn định chúng bằng cách cho thêm dung dịch axit clohydric vào sao cho nồng độ của dung dịch được lưu giữ có $c(\text{HCl})$ xấp xỉ 1 mol/l . Báo cáo việc ổn định dung dịch theo 10 e).

8.8 Vật liệu dẻo dùng để nặn bao gồm đất sét nặn và gel

8.8.1 Chuẩn bị phần mẫu thử

Chuẩn bị một phần mẫu thử có khối lượng không nhỏ hơn 100 mg từ mẫu thí nghiệm; từ mỗi loại vật liệu khác nhau của mẫu thí nghiệm chuẩn bị một phần mẫu thử.

Nếu vật liệu có chứa mỡ, dầu, sáp hoặc vật liệu tương tự thì gói phần mẫu thử vào giấy lọc cứng và loại bỏ các chất này bằng cách chiết với *n*-heptan (6.1.6) trước khi xử lý phần mẫu thử như mô tả trong 8.8.3. Thực hiện các phép đo phân tích để đảm bảo việc loại bỏ các chất này là định lượng. Báo cáo dung môi đã sử dụng theo 10 e).

8.8.2 Quy trình chiết đối với mẫu không chứa mỡ, dầu, sáp hoặc vật liệu tương tự

Sau khi làm nhỏ phần đất sét hoặc vật liệu dẻo của phần mẫu thử đã được chuẩn bị theo 8.8.1, sử dụng bình chứa có kích cỡ phù hợp (6.2.6) để trộn phần mẫu thử với một lượng dung dịch axit clohydric có $c(\text{HCl}) = 0,07 \text{ mol/l}$ (6.1.1) và có khối lượng gấp 50 lần khối lượng của phần mẫu thử.

Lắc hỗn hợp trong 1 min. Kiểm tra độ axit của hỗn hợp. Nếu phần mẫu thử này chứa một lượng lớn các vật liệu mang tính kiềm, thường ở dạng canxi cacbonat, thì sử dụng axit clohydric có $c(\text{HCl})$ xấp xỉ 6 mol/l (6.1.5) điều chỉnh pH nằm trong khoảng từ 1,0 đến 1,5 để tránh việc mẫu thử bị pha loãng quá. Lượng axit clohydric sử dụng để điều chỉnh pH tương ứng với tổng lượng dung dịch phải được báo cáo theo 10 e).

Nếu chỉ có một lượng nhỏ vật liệu kiềm trong phần mẫu thử và pH của hỗn hợp lớn hơn 1,5 thì vừa lắc hỗn hợp vừa nhỏ từng giọt dung dịch axit clohydric có $c(\text{HCl})$ xấp xỉ 2 mol/l (6.1.4) vào hỗn hợp cho đến khi pH nằm trong khoảng từ 1,0 và 1,5.

Tránh ánh sáng chiếu vào hỗn hợp. Khuấy hỗn hợp liên tục ở $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ (6.2.5) trong 1 h và sau đó để ổn định trong 1 h ở $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$.

8.8.3 Quy trình chiết đối với mẫu có chứa mỡ, dầu, sáp hoặc vật liệu tương tự

Giữ nguyên phần mẫu thử được chuẩn bị theo 8.8.1 trong giấy lọc cứng, ngâm phần mẫu thử này với một lượng nước (6.1.7) ở $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ có khối lượng gấp 25 lần khối lượng của phần mẫu thử ban đầu sao cho hỗn hợp thu được đồng nhất. Chuyển toàn bộ hỗn hợp này vào bình chứa có kích cỡ phù hợp (6.2.6). Thêm vào hỗn hợp một lượng dung dịch axit clohydric có $c(\text{HCl}) = 0,14 \text{ mol/l}$ (6.1.2) ở $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ và có khối lượng gấp 25 lần khối lượng phần mẫu thử ban đầu.

Lắc trong 1 min. Kiểm tra độ axit của hỗn hợp (6.2.2). Nếu phần mẫu thử này chứa một lượng lớn các vật liệu mang tính kiềm, thường ở dạng canxi cacbonat, thì sử dụng axit clohydric có $c(\text{HCl})$ xấp xỉ 6 mol/l (6.1.5) điều chỉnh pH nằm trong khoảng từ 1,0 đến 1,5 để tránh việc mẫu thử bị pha loãng quá. Lượng axit clohydric sử dụng để điều chỉnh pH tương ứng với tổng lượng dung dịch phải được báo cáo theo 10 e).

Nếu chỉ có một lượng nhỏ vật liệu kiềm trong phần mẫu thử và pH của hỗn hợp lớn hơn 1,5 thì vừa lắc hỗn hợp vừa nhỏ từng giọt dung dịch axit clohydric có $c(\text{HCl})$ xấp xỉ 2 mol/l (6.1.4) vào hỗn hợp cho đến khi pH nằm trong khoảng từ 1,0 và 1,5.

Tránh ánh sáng chiếu vào hỗn hợp. Khuấy hỗn hợp liên tục ở $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ (6.2.5) trong 1 h và sau đó để ổn định trong 1 h ở $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$.

CHÚ THÍCH Tuỳ theo từng hoàn cảnh, thể tích của dung dịch axit clohydric $c(\text{HCl}) = 0,07 \text{ mol/l}$ (xem 8.2.2) hoặc $c(\text{HCl}) = 0,14 \text{ mol/l}$ được tính toán dựa trên khối lượng của phần mẫu thử trước khi loại sáp.

Ngay sau đó, tách một cách hiệu quả các chất rắn ra khỏi dung dịch, trước tiên bằng cách lọc qua màng lọc (6.2.3) và, nếu cần thiết thì tiếp tục tách bằng cách ly tâm ở $5\,000 \text{ g}$ (6.2.4). Việc phân tách phải được thực hiện càng nhanh càng tốt sau khi đã đạt được thời gian ổn định. Nếu có ly tâm thì tiến hành không lâu hơn 10 min và phải báo cáo theo 10 e).

Nếu giữ dung dịch thu được lâu hơn một ngày làm việc trước khi phân tích nguyên tố thì phải ổn định chúng bằng cách cho thêm dung dịch axit clohydric vào sao cho nồng độ của dung dịch được lưu giữ có $c(\text{HCl})$ xấp xỉ 1 mol/l . Báo cáo việc ổn định dung dịch theo 10 e).

8.9 Sơn, bao gồm sơn bằng tay, vécni, sơn dầu, bột trắng men và vật liệu tương tự ở dạng rắn hoặc dạng lỏng

8.9.1 Chuẩn bị phần mẫu thử đối với vật liệu ở dạng rắn

Chuẩn bị một phần mẫu thử có khối lượng không nhỏ hơn 100 mg từ vật liệu, nếu có thể, bằng cách cạo vật liệu hoặc cắt thành các miếng nhỏ mà khi ở trạng thái không bị nén ép chúng có kích thước không lớn hơn 6 mm .

Từ mỗi loại vật liệu khác nhau có khối lượng lớn hơn hoặc bằng 10 mg trong mẫu thí nghiệm chuẩn bị một phần mẫu thử. Khi chỉ thu được từ 10 mg đến 100 mg vật liệu thì khối lượng của phần mẫu thử

phải được báo cáo theo 10 e) và tính toán lượng các nguyên tố tương ứng như khi sử dụng 100mg phần mẫu thử.

Nếu vật liệu có chứa mỡ, dầu, sáp hoặc vật liệu tương tự thì gói phần mẫu thử vào giấy lọc cứng và loại bỏ các chất này bằng cách chiết với *n*-heptan (6.1.6) trước khi xử lý phần mẫu thử như mô tả trong 8.9.4. Thực hiện các phép đo phân tích để đảm bảo việc loại bỏ các chất này là định lượng. Báo cáo dung môi đã sử dụng theo 10 e).

Nếu phải cạo để thu được phần mẫu thử thì phải nghiền phần mẫu đó để vật liệu có thể đi qua được rây kim loại có lỗ rây 0,5 mm (6.2.1).

8.9.2 Chuẩn bị phần mẫu thử đối với vật liệu ở dạng lỏng

Chuẩn bị một phần mẫu thử có khối lượng không nhỏ hơn 100 mg của vật liệu từ mẫu thí nghiệm. Cho phép sử dụng một dung môi thích hợp để thuận tiện cho việc lấy phần mẫu thử.

Từ mỗi loại vật liệu khác nhau có khối lượng lớn hơn hoặc bằng 10 mg trong mẫu thí nghiệm, chuẩn bị một phần mẫu thử. Khi chỉ thu được từ 10 mg đến 100 mg vật liệu thì khối lượng của phần mẫu thử phải được báo cáo theo 10 e) và tính toán lượng các nguyên tố tương ứng như khi sử dụng 100 mg phần mẫu thử.

Nếu có chủ định làm cho vật liệu đặc lại khi sử dụng thông thường và vật liệu này có chứa mỡ, dầu, sáp hoặc vật liệu tương tự thì phải để cho phần mẫu thử đặc lại dưới điều kiện sử dụng thông thường và gói nó vào giấy lọc cứng. Loại bỏ mỡ, dầu, sáp hoặc vật liệu tương tự bằng cách chiết với *n*-heptan (6.1.6) trước khi xử lý phần mẫu thử như mô tả trong 8.9.4. Thực hiện các phép đo phân tích để đảm bảo việc loại bỏ các chất này là định lượng. Báo cáo dung môi đã sử dụng theo 10 e).

8.9.3 Quy trình chiết đối với mẫu không chứa mỡ, dầu, sáp hoặc vật liệu tương tự

Tiến hành theo quy trình chiết nêu tại 8.7.3, sử dụng các phần mẫu thử được chuẩn bị theo 8.9.1 hoặc 8.9.2.

8.9.4 Quy trình chiết đối với mẫu có chứa mỡ, dầu, sáp hoặc vật liệu tương tự

Giữ nguyên phần mẫu thử đã được chuẩn bị theo 8.9.1 hoặc 8.9.2 trong giấy lọc cứng, ngâm phần mẫu thử này với một lượng nước (6.1.7) ở $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ có khối lượng gấp 25 lần khối lượng của phần mẫu thử ban đầu sao cho hỗn hợp thu được đồng nhất. Chuyển toàn bộ hỗn hợp này vào bình chứa có kích cỡ phù hợp (6.2.6). Thêm vào hỗn hợp một lượng dung dịch axit clohydric có $c(\text{HCl}) = 0,14 \text{ mol/l}$ (6.1.2) ở nhiệt độ $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ có khối lượng gấp 25 lần khối lượng phần mẫu thử ban đầu.

Lắc trong 1 min. Kiểm tra độ axit của hỗn hợp. Nếu phần mẫu thử này chứa một lượng lớn các vật liệu mang tính kiềm, thường ở dạng canxi cacbonat, thì sử dụng axit clohydric có $c(\text{HCl})$ xấp xỉ 6 mol/l (6.1.5) điều chỉnh pH nằm trong khoảng từ 1,0 đến 1,5 để tránh việc mẫu thử bị pha loãng quá. Lượng

axit clohydric sử dụng để điều chỉnh độ pH tương ứng với tổng lượng dung dịch phải được báo cáo theo 10 e).

Nếu chỉ có một lượng nhỏ vật liệu kiểm trong phần mẫu thử và pH của hỗn hợp lớn hơn 1,5 thì vừa lắc hỗn hợp vừa nhỏ từng giọt dung dịch axit clohydric có $c(\text{HCl})$ xấp xỉ 2 mol/l (6.1.4) vào hỗn hợp cho đến khi pH nằm trong khoảng từ 1,0 và 1,5.

Tránh ánh sáng chiếu vào hỗn hợp. Khuấy hỗn hợp liên tục ở $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ (6.2.5) trong 1 h và sau đó để ổn định trong 1 h ở $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$.

CHÚ THÍCH Tùy theo từng hoàn cảnh, thể tích của dung dịch axit clohydric $c(\text{HCl}) = 0,07 \text{ mol/l}$ (xem 8.7.3) hoặc $c(\text{HCl}) = 0,14 \text{ mol/l}$ được tính toán dựa trên khối lượng của phần mẫu thử trước khi loại sập.

Ngay sau đó, tách các chất rắn ra khỏi dung dịch một cách hiệu quả, trước tiên bằng cách lọc qua màng lọc (6.2.3) và nếu cần thiết thì tiếp tục tách bằng cách ly tâm ở 5 000 g (6.2.4). Việc phân tách phải được thực hiện càng nhanh càng tốt sau khi đã đạt được thời gian ổn định. Nếu có ly tâm thì tiến hành không lâu hơn 10 min và phải báo cáo theo 10 e).

Nếu giữ dung dịch thu được lâu hơn một ngày làm việc trước khi phân tích nguyên tố thì phải ổn định chúng bằng cách cho thêm dung dịch axit clohydric vào sao cho nồng độ của dung dịch được lưu giữ có $c(\text{HCl})$ xấp xỉ 1 mol/l. Báo cáo việc ổn định dung dịch theo 10 e).

9 Giới hạn phát hiện của phương pháp phân tích định lượng các nguyên tố

Giới hạn phát hiện (của một phương pháp phân tích) sẽ được tính bằng ba lần độ lệch chuẩn của giá trị trắng được đo bởi phòng thí nghiệm thực hiện phân tích vật liệu đồ chơi.

Các phương pháp phân tích có mức phát hiện tối đa bằng 1/10 giá trị cần xác định (xem 4.1 và Bảng 1) được cho là phù hợp đối với phân tích định lượng các phần chiết từ đồ chơi để xác định các mức phơi nhiễm của các nguyên tố được liệt kê tại Điều 1.

Các phương pháp có giới hạn phát hiện khác với giới hạn phát hiện được quy định ở trên có thể được sử dụng nếu đã xem xét đến độ không đảm bảo đo khi xác định sự phù hợp hoặc không phù hợp với các mức giới hạn được quy định. Các phòng thí nghiệm sử dụng các phương pháp có sự khác biệt so với yêu cầu này phải báo cáo giới hạn phát hiện theo 10 c).

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm các thông tin sau:

- loại và nhận dạng sản phẩm và/hoặc vật liệu được thử;
- viện dẫn tiêu chuẩn này;
- các kỹ thuật sử dụng để xác định định lượng của từng nguyên tố phơi nhiễm, và giới hạn phát hiện nếu giới hạn này có khác biệt so với các yêu cầu trong Điều 9;

TCVN 6238-3:2011

- d) các kết quả đã điều chỉnh (xem 4.2) của phân tích định lượng các nguyên tố, biểu thị bằng miligam các nguyên tố thôi nhiễm trên kilogam vật liệu đồ chơi, nêu rõ rằng kết quả này liên quan đến nguyên tố có trong dung dịch;
- e) chi tiết về quy trình đã thực hiện (theo Điều 8) để chuẩn bị phần mẫu thử (bao gồm ví dụ, nếu vật liệu nền đã được chiết cùng lớp phủ, nếu phải quay ly tâm để tách chất rắn ra khỏi dung dịch trước khi phân tích, nếu phải thêm axit để làm giảm pH của dung dịch, nếu tỉ lệ của chất rắn và dịch chiết axit vượt quá 1:50 và dung môi sử dụng để loại bỏ mỡ, dầu, sáp hoặc các thành phần tương tự trong vật liệu đồ chơi) và nếu dung dịch được điều chỉnh đến 1 mol/l để lưu giữ qua đêm.
- f) bất kỳ khác biệt nào so với quy trình chuẩn bị mẫu và chiết mẫu đã quy định theo thoả thuận hay vì lý do khác;
- g) ngày thử nghiệm.

Phụ lục A

(quy định)

Yêu cầu về rây**Bảng A.1 – Kích thước rây và dung sai**

Kích thước tính bằng milimét

Kích cỡ lỗ danh nghĩa	Đường kính danh nghĩa của dây kim loại trong rây thử	Dung sai		
		Độ lệch tối đa cho kích thước của một lỗ riêng lẻ	Dung sai của lỗ trung bình	Độ lệch trung bình (không lớn hơn 6 % số lỗ vượt quá kích thước lỗ danh nghĩa cộng với số này)
0,500	0,315	+ 0,090	± 0,018	+0,054

Phụ lục B

(tham khảo)

Chọn quy trình thử nghiệm

Bảng B.1 hướng dẫn việc lựa chọn quy trình thử nghiệm được sử dụng đối với các loại vật liệu đồ chơi khác nhau.

Bảng B.1 – Hướng dẫn lựa chọn quy trình chuẩn bị và chiết phần mẫu thử

Vật liệu đồ chơi	Điều liên quan
Giấy hoặc cactông	8.3
Giấy hoặc cactông được phủ chất dẻo	8.2
Lớp phủ có thể cạo ra được	8.1 Nếu vật liệu nền là tiếp xúc được thì thử theo 8.2, 8.4, 8.5 và 8.6
Polyme loại không phải là vật liệu dệt	8.2
Vật liệu dệt	8.4
Thủy tinh/gốm/kim loại	8.5
Vật liệu khác	8.6
Vật liệu để lại vết	8.7
Vật liệu dẻo dùng để nặn hoặc gel	8.8
Sơn, vécni, sơn dầu, bột trắng men hoặc vật liệu tương tự ở dạng rắn hoặc lỏng	8.9

Phụ lục C

(tham khảo)

Cơ sở và lý do cơ bản để đưa ra các quy định trong tiêu chuẩn

C.1 Giới thiệu

Cách tiếp cận được chấp nhận trong tiêu chuẩn này dựa trên nguyên tắc về các chiết xuất có thể hòa tan được có độc tính đáng kể được định nghĩa trong Chỉ thị của Hội đồng Châu Âu số 88/378/EEC tháng 5 năm 1988^[2] liên quan đến an toàn đồ chơi trẻ em. Điều này đã dẫn đến việc xem xét về sự thôi nhiễm của các nguyên tố độc hại hòa tan được từ vật liệu đồ chơi. Các giá trị chiết xuất có thể hòa tan được có độc tính đáng kể được nêu trong Lời giới thiệu có thể được kết hợp với mức giả định lượng vật liệu đồ chơi nuốt vào hàng ngày là 8 mg/ngày để đưa ra mức cho phép tối đa tính bằng mg/kg của các nguyên tố trong một loại vật liệu đồ chơi cụ thể. Mối tương quan chính xác của các giới hạn tối đa với các chiết xuất có thể hòa tan được có độc tính đáng kể không phải lúc nào cũng xảy ra như trong trường hợp của bari (xem C.3), vì vậy có một vài điều chỉnh đã được thực hiện trong EN 71-3^[1] để xem xét đến các khuyến cáo mang tính khoa học và pháp lý về các ngưỡng mà cơ thể có thể chấp nhận hoặc tránh được.

Cách tiếp cận sử dụng việc xác định hàm lượng tổng của một nguyên tố bị loại bỏ vì các lý do sau:

- a) Chỉ thị của Hội đồng Châu Âu đưa ra các giới hạn về các chiết xuất có thể hòa tan được có độc tính đáng kể, và cho đến nay chưa có mối liên hệ nào được thiết lập giữa hàm lượng tổng của một nguyên tố trong vật liệu đồ chơi với một mức hấp thu của cơ thể.
- b) Một số hợp chất ví dụ như bari sunphat có thể có trong một số sản phẩm ở mức tương đối cao làm cho chúng có tính chắn bức xạ. Vì vậy cần có thêm các yêu cầu để cho phép việc sử dụng bari như vậy mà việc sử dụng này không nhất thiết tác động đến các chiết xuất có thể hòa tan được có độc tính đáng kể.
- c) Các hợp chất của cadimi có thể được sử dụng như các chất ổn định trong các chất dẻo như polyvinylclorua (PVC). Một lần nữa, chiết xuất có thể hòa tan được có độc tính đáng kể của cadimi được sử dụng đối với mục đích này không liên quan đến hàm lượng tổng của nguyên tố có mặt trong vật liệu. Trường hợp tương tự cũng xảy ra đối với Selen, nguyên tố này có mặt như một thành phần của các chất tạo màu không hoà tan, v.v..(xem C.4).

C.2 Phạm vi áp dụng

C.2.1 Yêu cầu

Xem 1.3.

Điều 1.3 chỉ ra cách tiếp cận để quyết định xem đồ chơi hoặc bộ phận của đồ chơi nào được loại trừ ra khỏi tiêu chuẩn này vì một số đặc tính làm cho chúng không gây ra nguy cơ tổn thương do việc hấp thụ các nguyên tố độc hại sau khi nuốt phải các vật liệu có chứa các nguyên tố này.

Tiêu chuẩn này không quy định các yêu cầu đối với các vật liệu không tiếp xúc được [xem TCVN 6238-1 (ISO 8124-1)] do không thể xảy ra việc thôi nhiễm của các nguyên tố độc hại từ các vật liệu này trong quá trình sử dụng thông thường hoặc có thể dự đoán trước.

Mặt khác, không có yêu cầu đối với đồ chơi và các bộ phận của đồ chơi mà hiển nhiên do khả năng tiếp xúc được, chức năng, khối lượng, kích cỡ hoặc các đặc tính khác của chúng là chúng sẽ không bị nứt, liếm hoặc nuốt do các hành vi thông thường và có thể dự đoán trước của trẻ (ví dụ lớp phủ trên xà ngang của xích, lốp xe đạp đồ chơi).

Điều này được xem là một cách tiếp cận hợp lý vì một số lý do sau:

- Ba nghiên cứu quan trắc riêng biệt về hành vi liếm, mút bằng miệng của trẻ (xem các tài liệu tham khảo [4], [5], [6]) chỉ ra rằng hành vi này xuất hiện chủ yếu đối với trẻ dưới 18 tháng tuổi và sai sẽ giảm đáng kể theo tuổi của trẻ. Trong nghiên cứu thứ tư, quan sát về hành vi liếm, mút miệng của trẻ đến tám tuổi, đã xác nhận rằng đối với trẻ lớn hơn thì hành vi liếm, mút bằng miệng của trẻ là không đáng kể. Xem tài liệu tham khảo [7]. Điều này phù hợp với các mô hình phát triển của trẻ, trong đó chỉ ra rằng giai đoạn đỉnh điểm của hoạt động liếm, mút bằng miệng của trẻ là khi trẻ mọc răng và giảm dần khi trẻ có thể vận động nhiều hơn. Vì vậy người ta cho rằng không có nguy cơ tổn thương đáng kể gây ra bởi việc nuốt phải các nguyên tố độc hại đối với các đồ chơi dành cho trẻ trên 6 tuổi. Tuy nhiên, các lớp vật liệu phủ có thể tiếp xúc được lại bị cho là một trường hợp đặc biệt vì chúng có thể thổi ra từ đồ chơi trong quá trình chơi và có thể bị nuốt phải một cách trực tiếp hoặc gián tiếp qua bàn tay hoặc các ngón tay, không kể đến nhóm tuổi sử dụng hay tuổi sử dụng được khuyến cáo trên nhãn của đồ chơi.
- Đồ chơi càng lớn hoặc càng ít vật liệu tiếp xúc được thì nguy cơ nuốt phải các chi tiết có chứa các nguyên tố độc hại càng ít.
- Người ta cho rằng tất cả đồ chơi có thể đưa vào miệng hoặc tiếp xúc với miệng (ví dụ, thực phẩm mô phỏng/đồ chơi, bút chì được bán như đồ chơi hoặc như các bộ phận của đồ chơi) thì phải phù hợp với các yêu cầu đối với các nguyên tố độc hại, không kể đến nhóm tuổi sử dụng hay tuổi sử dụng được khuyến cáo trên nhãn của đồ chơi.
- Người ta cho rằng các đồ chơi mà trẻ có thể dễ dàng nuốt vào một lượng đáng kể (ví dụ, sơn lỏng, các hợp chất dễ nặn, gel) phải phù hợp với các yêu cầu đối với các nguyên tố độc hại, không kể đến nhóm tuổi sử dụng hay tuổi sử dụng được khuyến cáo trên nhãn của đồ chơi.

C.2.2 Bao gói

Xem 1.4

Cụm từ "Trừ khi nó là một phần của đồ chơi" như nêu tại 1.4 có nghĩa là, ví dụ các hộp đựng đồ chơi ghép hình hoặc các bao gói mà trên đó có các hướng dẫn chơi các trò chơi, v.v..., nhưng cần phải xem xét đến nội dung nêu ở gạch đầu dòng thứ 2 của điều 1.3 chỉ áp dụng đối với đồ chơi cho trẻ đến 72 tháng tuổi. Yêu cầu này không nhằm đến các bao gói có các hướng dẫn đơn giản trên lớp giấy bóng bên ngoài.

C.3 Các yêu cầu riêng

Xem 4.1

Mức chấp nhận được tối đa của bari hoà tan phải tăng từ 500 mg/kg đến 1 000 mg/kg vì các lý do sau:

- Việc sử dụng bari sunphat trong đồ chơi dẫn đến mức của bari hoà tan trong dung dịch chiết axit $[c(\text{HCl}) = (0,07 \pm 0,005) \text{ mol/l ở } 37^\circ\text{C}]$ là từ 400 mg/kg đến 600 mg/kg, được biểu thị theo khối lượng của vật liệu đồ chơi đã lấy. Do độ không đảm bảo thống kê của phép xác định thì từ giá trị đã xác định không thể chỉ ra được là Đạt hay Không đạt;
- Việc hình thành các tinh thể bari sunphat dạng keo không phải là chiết xuất có thể hòa tan được có độc tính đáng kể trong dung dịch lọc làm cho mức bari hòa tan có vẻ như vượt quá 500 mg/kg do các vấn đề xảy ra trong quá trình lọc;
- Ngoài ra, mức phơi nhiễm tối đa trước đây cho bari là 500 mg/kg từ vật liệu đồ chơi không tương thích với mức chiết xuất có thể hòa tan được có độc tính đáng kể là 25,0 µg/ngày và lượng 8 mg/ngày của vật liệu đồ chơi bị nuốt vào; 25 µg tương ứng với giới hạn phơi nhiễm là 3,125 mg/kg. Điều này có nghĩa là giới hạn 500 mg/kg được lựa chọn một cách có chủ ý không kể đến giá trị "lý thuyết" 3,125 mg/kg. Tác động của giới hạn 500 mg/kg là để làm giảm mức chiết xuất có thể hòa tan được có độc tính đáng kể từ 25 µg xuống 4 µg. Cũng phải lưu ý là giá trị 25,0 µg đã được giảm xuống từ giá trị ban đầu là 50,0 µg không phải vì các lý do độc hại, mà theo Chỉ thị của Hội đồng Châu Âu "là để giảm lượng đưa vào có thể tránh được trên cơ sở ngưỡng chịu đựng của cơ thể".

C.4 Độ không đảm bảo thống kê của quy trình thử và diễn giải kết quả

Xem 4.2.

Hầu hết các phương pháp thử nghiệm hoá học đều được xây dựng để xác định hàm lượng tổng của một chất có trong vật liệu. Các phương pháp xác định hàm lượng tổng thường chính xác, với sự đồng thuận có tính thống kê cao giữa các phòng thí nghiệm do có ít hơn các nguồn không đảm bảo trong phương pháp thử.

Mức chiết xuất có thể hòa tan được có độc tính đáng kể được định nghĩa trong Chỉ thị của Hội đồng Châu Âu số 88/378/EEC^[2] và các phương pháp phân tích trong tiêu chuẩn này dẫn đến phép đo xác định sự thôi nhiễm của các nguyên tố có thể hoà tan từ vật liệu đồ chơi. Theo đó kết quả phân tích phụ thuộc vào các điều kiện quy định của phép thử, bao gồm các quy trình chiết, và vì vậy độ không đảm bảo phân tích là lớn hơn. Do đó, khó có được sự đồng thuận có tính thống kê cao giữa các phòng thí nghiệm khi thực hiện các phép thử về sự thôi nhiễm.

Điều này được minh họa bằng các thông tin thống kê trong EN 71-3^[1], có được từ thử nghiệm liên phòng của châu Âu vào năm 1987 với sự tham gia của 17 phòng thí nghiệm. Các kết quả thu được giữa các phòng thí nghiệm đối với cùng một loại vật liệu khác nhau ít nhất từ 30 % đến 50 % phụ thuộc vào thiết bị đo sử dụng để đo nồng độ nguyên tố hoà tan của dung dịch sau khi lọc. Ngoài ra, các con số này có thể cao hơn gấp ba lần nếu được điều chỉnh đến mức tin cậy 95 %.

Độ không đảm bảo phân tích này gây ra các khó khăn cho người sản xuất và các chuyên gia đánh giá khi các kết quả thử gần với giới hạn tối đa cho phép trong tiêu chuẩn này. Có thể sẽ không xác định được một cách chắc chắn là vật liệu đồ chơi này đạt hay không đạt theo yêu cầu. Điều này có thể dẫn đến mâu thuẫn trong việc diễn giải các kết quả.

Không có mối liên hệ trực tiếp giữa hàm lượng tổng của một nguyên tố có trong vật liệu đồ chơi với độ thôi nhiễm hoà tan được của nguyên tố đó trong các điều kiện thử tiêu chuẩn. Do đó, việc đo hàm lượng tổng của một nguyên tố và chuyển đổi kết quả để có được một giá trị nguyên tố hoà tan không phải là cách để giải quyết vấn đề này. Có thể đặt ra các giới hạn hàm lượng tổng tối đa của một nguyên tố, nhưng để làm được điều này đòi hỏi phải sửa đổi Chỉ thị của Hội đồng Châu Âu số 88/378/EEC (xem C.1).

Từ năm 1988, quy trình chiết từ các lớp sơn phủ trên đồ chơi đã được nghiên cứu kỹ để xác định xem các thông số nào có ảnh hưởng đáng kể đến các kết quả. Các thông số gây ảnh hưởng chính gồm hình dạng, kích thước và khối lượng của các hạt sơn thu được từ việc cạo bỏ lớp sơn và việc nghiền lớp sơn cạo được sau đó. Các thông số ít ảnh hưởng hơn là phương pháp lắc, nhiệt độ, loại và độ xốp của giấy lọc.

Kết quả là quy trình cạo và nghiền để thu được phần mẫu thử sơn có cỡ hạt từ 300 µm đến 500 µm được đưa ra như là một sửa đổi được đề nghị đối với quy trình này. Một thí nghiệm liên phòng ở Châu Âu đã được thực hiện năm 1993 với sự tham gia của 29 phòng thí nghiệm, để so sánh quy trình đã sửa đổi với quy trình trong EN 71-3.

Thử nghiệm này chỉ ra rằng các kết quả thu được trên cùng loại vật liệu xác định có thể khác nhau từ 25 % đến 80 %, và phụ thuộc vào phương pháp chuẩn bị phần mẫu thử và thiết bị đo nồng độ nguyên tố hoà tan của dung dịch sau khi lọc.

Sự đồng thuận có tính thống kê giữa các phòng thí nghiệm đã có cải thiện bằng việc sử dụng một quy trình cạo được quy định nhưng không có sự cải thiện khi chuẩn bị phần mẫu thử có cỡ hạt từ 300 µm

đến 500 μm . Tuy nhiên, các cải thiện này cũng chưa đủ để chứng minh cho việc thay đổi phương pháp.

Thử nghiệm liên phòng này xác nhận rằng việc sử dụng các thiết bị đo khác nhau cũng góp phần vào độ không đảm bảo đo của quy trình thử. Người ta đã lưu ý rằng các thí nghiệm viên cần kiểm tra và hiệu chuẩn thiết bị của mình thường xuyên để đảm bảo thiết bị vận hành tốt và kết quả đọc được chính xác. Phương pháp Quang phổ phát xạ plasma (ICP) đã được các phòng thí nghiệm sử dụng rộng rãi hơn trong thử nghiệm liên phòng và có chiều hướng đưa ra sự đồng thuận tốt hơn giữa các phòng thí nghiệm đối với hầu hết các nguyên tố, đặc biệt là asen, antimon và selen. Tuy nhiên, kỹ thuật này không nhạy bằng một số phương pháp khác để phân tích hàm lượng thấp của các nguyên tố này (ví dụ, phương pháp hấp thụ nguyên tử với bộ sinh khí hydrua).

Một quy trình thử đưa ra các kết quả khác nhau giữa các phòng thí nghiệm ở mức tốt nhất là 25 % thì thông thường được cho là không phù hợp về mặt kỹ thuật như một phương pháp tham khảo. Tuy nhiên, trong thực tế, các đồ chơi hoặc rất dễ dàng phù hợp hoặc rất khó phù hợp với các yêu cầu, và chỉ trong một số ít các trường hợp kết quả sẽ rơi vào vùng không đảm bảo đo. Khi điều đó xảy ra thì điều quan trọng là các kết quả này phải được diễn giải cẩn thận.

Một điều đã được công nhận là một quy trình thử không thể được cải thiện nếu không tốn thời gian, kinh phí, và trong một số trường hợp, điều này là một khoản chi không thực tế đối với các phòng thí nghiệm với lợi ích ít ỏi về mặt đồng thuận có tính thống kê và về sự an toàn. Do đó, quy trình này cho phép các phòng thí nghiệm sử dụng các kỹ thuật phù hợp của mình để cạo sơn ra khỏi đồ chơi, lấy phần mẫu thử lọt qua một rây có cỡ lỗ 500 μm và xác định nồng độ nguyên tố hoà tan có trong dung dịch sau khi lọc.

Để có được sự diễn giải thoả đáng các kết quả, trong tiêu chuẩn này đã đưa ra một hệ số hiệu chỉnh đối với từng nguyên tố và áp dụng cho tất cả các thiết bị đo. Các hệ số hiệu chỉnh này được lấy từ các số liệu về độ chụm trong EN 71-3 và được sử dụng khi một kết quả phân tích bằng hoặc vượt quá giới hạn tối đa. Kết quả phân tích này được điều chỉnh theo 4.2, sử dụng hệ số hiệu chỉnh tương ứng. Việc diễn giải các kết quả đã được hiệu chỉnh theo cách này là hoàn toàn đầy đủ để phân biệt giữa đồ chơi an toàn và không an toàn và vì vậy đảm bảo sự an toàn cho trẻ em. Nói cách khác, các phương pháp được mô tả trong tiêu chuẩn này thích hợp cho mục đích đó và được chấp nhận trên toàn thế giới.

Các thí nghiệm viên được khuyến cáo đặc biệt về việc kiểm tra và so sánh trong khi thực hiện các quy trình thử như sau:

- a) thường xuyên sử dụng các chất chuẩn đã được chứng nhận và/hoặc kiểm soát chất lượng nội bộ qua việc sử dụng các mẫu chuẩn thứ;
- b) tham gia vào các chương trình thử nghiệm thành thạo hoặc so sánh liên phòng;
- c) Lập lại phép thử hoặc hiệu chuẩn sử dụng cùng một phương pháp hoặc các phương pháp thử khác nhau.

TCVN 6238-3:2011

Các phòng thí nghiệm áp dụng hệ thống quản lý chất lượng phù hợp với TCVN ISO/IEC 17025^[8] cần thực hiện một số hoặc tất cả các biện pháp kiểm soát chất lượng này.

C.5 Thiết bị, dụng cụ

Xem 6.2.

C.5.1 Rây bằng lưới thép không gỉ

Xem 6.2.1 và C.4.

C.5.2 Thiết bị đo pH

Xem 6.2.2.

Có thể sử dụng máy đo pH để đo pH.

C.5.3 Máy ly tâm

Xem 6.2.4 và Điều 8.

Điều 6.2.4 quy định yêu cầu tính năng của máy ly tâm. Điều 8 quy định giới hạn ly tâm và thời gian cho phép để ly tâm (đến 10 min) và yêu cầu báo cáo điều này theo 10 e). Việc báo cáo là cần thiết vì việc ly tâm đã được báo cáo là làm tăng hàm lượng bari trong dịch chiết.

C.5.4 Các dụng cụ chứa

Xem 6.2.6.

Việc quy định thể tích tổng của các bình chứa nhằm để đảm bảo có đủ không gian cho việc lắc dung dịch để việc chiết được hiệu quả hơn.

C.6 Lựa chọn phần mẫu thử

Xem Điều 7.

Việc phân tích các phần mẫu "hỗn hợp" (hỗn hợp của các vật liệu hoặc màu sắc khác nhau) sẽ hoặc là không phù hợp hoặc thông thường không cần thiết vì đã chấp nhận phương pháp thử "5,0 ml". Việc phân tích các vật liệu hỗn hợp có thể dẫn đến việc làm giảm sự thôi nhiễm của các nguyên tố độc hại dẫn đến kết quả ảo thấp hơn giá trị thực. Ví dụ, hàm lượng bari có trong dịch chiết từ sơn có thể bị giảm khi chiết chung loại sơn này với loại sơn khác. Điều này có thể xảy ra khi một ion của một trong các loại sơn trên tương tác với bari và làm nó bị kết tủa. Gốc sunphat là một ion như vậy. Vì vậy, ngoại trừ các trường hợp mà việc tách các màu sắc hoặc vật liệu đồ chơi là không thể thực hiện được, ví dụ các chấm in nhỏ, thì từng vùng khác nhau phải được xử lý như một mẫu riêng lẻ.

Chú thích có đưa ra việc có thể thử các vật liệu làm đồ chơi mà chưa ở dạng đồ chơi nhằm mục đích tham khảo. Tuy nhiên, tiêu chuẩn này quy định một cách rõ ràng rằng cần lấy các phần mẫu thử từ chính đồ chơi.

C.7 Giấy và cáctông – Chuẩn bị phần mẫu thử

Xem 8.3.1.

Giấy và cáctông được xử lý giống như chúng là một vật liệu riêng lẻ, nghĩa là nếu có các lớp vật liệu phủ trên bề mặt thì lớp vật liệu phủ sẽ không bị loại bỏ nhưng các phần mẫu thử phải bao gồm các phần đại diện của bề mặt này. Quy trình này đã được lựa chọn vì trong tình huống thực tế khi một đứa trẻ nhai giấy hoặc cáctông thì việc nó tách bỏ phần lớp vật liệu phủ sẽ không xảy ra và phần vật liệu nền cũng quan trọng tương đương như phần vật liệu phủ.

C.8 Vật liệu dệt tự nhiên, nhân tạo hoặc tổng hợp – Chuẩn bị phần mẫu thử

Xem 8.4.1.

Không thể tách riêng từng phần mẫu thử có màu từ một mẫu vải có hoa văn đa dạng. Vì vậy có yêu cầu là phần mẫu thử riêng lẻ phải được lấy sao cho mẫu gồm tất cả các màu có trong vật liệu.

C.9 Vật liệu bằng thủy tinh/gốm/kim loại – Chuẩn bị phần mẫu thử

Xem 8.5.1.

Không cần thử đồ chơi hoặc các bộ phận mà không lọt hoàn toàn vào trong "ống trụ để thử các chi tiết nhỏ" của TCVN 6238-1 (ISO 8124-1) vì không có nguy cơ do nuốt phải chúng và không xảy ra việc chiết đáng kể bằng dung dịch chiết mô phỏng. Ống trụ để thử các chi tiết nhỏ được sử dụng để xác định kích cỡ của đồ chơi/bộ phận của đồ chơi đối với tất cả các nhóm tuổi có liên quan. Việc nghiền các vật liệu bằng thủy tinh, gốm và kim loại là không thích hợp. Việc khuấy dung dịch thử là không thực tế trong nhiều trường hợp, vì vậy việc chiết mẫu đã được tiến hành mà không cần lắc. Đường kính của cốc và cách đặt phần mẫu thử đã được lựa chọn để giảm thiểu các thay đổi.

Đối với các vật liệu bằng thủy tinh, gốm và kim loại được phủ hoàn toàn sao cho các phần bằng thủy tinh, gốm và kim loại là không tiếp xúc được khi xác định theo TCVN 6238-1 (ISO 8124-1) thì không cần phải thử nghiệm theo yêu cầu này.

Đối với các bề mặt bằng thủy tinh, gốm và kim loại tiếp xúc được, thậm chí khi chúng được phủ một phần, thì chúng cần được thử theo 8.5.2 sau khi loại bỏ hoàn toàn lớp phủ theo phương pháp nêu tại 8.1.1. Trong quy trình này có một thỏa thuận chỉ mẫu đồ chơi riêng lẻ có thể được lấy là một mẫu thử như quy định tại Điều 7.

C.10 Vật liệu khác, nhuộm khối hoặc không

Xem 8.6.

Điều này áp dụng cho giấy và cát tông có khối lượng trên đơn vị diện tích lớn hơn 400 g/m^2 và có thể áp dụng cho vật liệu ván sợi, ván sợi cứng, v.v.. Ngoài ra, điều này còn áp dụng cho các vật liệu nhuộm khối và không được nhuộm khối như gỗ, ván sợi cứng, da và xương, v.v..., các vật liệu này còn có thể đã qua những xử lý khác nhưng những xử lý này không thuộc phạm vi của EN 71-3.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] EN 71-3:1994, Safety of toys – Part 3: Migration of certain elements (and EN 71-3:1994/AC:2002, EN 71-3:1994/A1:2000, EN 71-3:1994/A1:2000/AC:2000).
- [2] European Council Directive 88/378/EEC of 3 May 1988 concerning the safety of toys (published in the Official Journal of the EC. No. L 187 of 16 July 1988).
- [3] European Council Directive 93/68/EEC of 22 July 1993, pp.4 and 5, amending Directive 88/378/EEC concerning the safety of toys (published in the Official Journal of the EC No. L 220 of 30 August 1993).
- [4] *A Mouthing Observation Study of Children Under 6 Years*, conducted by the US Consumer Product Safety Commission (2002).
- [5] JUBERG, D.R., ALFANO, K., COUGHLIN, R.J. and THOMFSON, K.M., An observational study of object mouthing behavior by young children, *Pediatrics*, **107**, pp. 135-142, 2001.
- [7] SMITH, T.P. and KISS, C.T., *Observations of Children's Mouthing Behaviors: Baseline Frequencies and Durations*, US Consumer Product Safety Commission, 1999.
- [8] TCVN ISO/IEC 17025:2007, *Yêu cầu chung về năng lực của phòng thử nghiệm và hiệu chuẩn..*