

Lời nói đầu

TCVN 6238-10 : 2010 hoàn toàn tương đương với EN 71-10 : 2005.

TCVN 6238-10 : 2010 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 : 2008 (ISO 8124-1 : 2000, Amd.1 : 2007, Amd.2 : 2007), Phần 1: Các khía cạnh 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 : 2008 (ISO 8124-3 : 1997), Phần 3: Mức giới hạn xâm nhập của các độc tố;
- 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 6238-6 : 1997 (EN 71-6 : 1994), Phần 6: Yêu cầu về biểu tượng cảnh báo tuổi trẻ em không được sử dụng;
- 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.

An toàn đồ chơi trẻ em –

Phần 10: Các hợp chất hoá học hữu cơ – Chuẩn bị và chiết mẫu

Safety of toys –

Part 10: Organic chemical compounds – Sample preparation and extraction

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chuẩn bị mẫu và quy trình chiết mẫu để thiết lập sự phát tán hoặc hàm lượng các hợp chất hữu cơ từ các đồ chơi có các yêu cầu được nêu trong TCVN 6238-9 (EN 71-9).

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 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 5467: 2002 (ISO 105-A03), *Vật liệu dệt – Phương pháp xác định độ bền màu - Phần A03: Thang màu xám để đánh giá sự dấy màu.*

TCVN 6238-1 : 2008 (ISO 8124-1 : 2000), *An toàn đồ chơi trẻ em - Phần 1: Các khía cạnh an toàn liên quan đến tính chất cơ lý.*

TCVN 6238-9 : 2010 (EN 71-9 : 2005), *An toàn đồ chơi trẻ em - Phần 9: Hợp chất hóa học hữu cơ – Yêu cầu chung.*

TCVN 6238-11 : 2010 (EN 71-11 : 2005), *An toàn đồ chơi trẻ em - Phần 11: Hợp chất hoá học hữu cơ – Phương pháp phân tích.*

TCVN 7835-F10: 2007 (ISO 105-F10), *Vật liệu dệt – Phương pháp xác định độ bền màu – Phần F10: Yêu cầu kỹ thuật cho vải thử kèm da xơ.*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1 (xem B.2)

Tiếp xúc được (accessible)

Tiếp xúc với dụng cụ đồ có khớp nối khi thử theo phép thử "khả năng tiếp xúc được của một phần hoặc một chi tiết" trong TCVN 6238-1 (ISO 8124-1).

3.2

Chất lỏng tiếp xúc được (accessible liquid)

Chất lỏng ở trong đồ chơi hoặc có trên hoặc đi kèm với đồ chơi mà trẻ có thể tiếp xúc được khi sử dụng thông thường hoặc sử dụng theo cách có thể dự đoán trước.

CHÚ THÍCH Sơn nước, chất lỏng dễ thổi bong bóng, mực viết, chất lỏng đi kèm với đồ chơi phun bắn.

3.3 (xem B.3)

Phương pháp tác động đầu (first-action method)

Phương pháp phân tích dùng để chỉ ra sự phù hợp của một đồ chơi hoặc vật liệu đồ chơi với các yêu cầu của một hợp chất hoặc một nhóm các hợp chất cụ thể trong TCVN 6238-9 (EN 71-9).

3.4

Phương pháp tác động cuối (final-action method)

Phương pháp phân tích sử dụng khi sự phù hợp không thể được chứng minh bằng phương pháp tác động đầu.

3.5 (xem B.4)

Mẫu phòng thí nghiệm (laboratory sample)

Đồ chơi đơn lẻ được bán hoặc dự kiến để bán.

3.6

Đồ chơi kích hoạt bằng miệng (mouth-actuated toy)

Đồ chơi vận hành bằng miệng và được thiết kế để tiếp xúc với miệng trong suốt quá trình chơi. Đồ chơi thổi phồng không được coi là đồ chơi kích hoạt bằng miệng trừ khi chúng dựa vào tác động của miệng sau khi được thổi phồng.

CHÚ THÍCH Ví dụ của đồ chơi kích hoạt bằng miệng: còi đồ chơi, răng đồ chơi.

3.7 (xem B.5)

Sử dụng miệng (mouthed)

Liếm, mút và nhai.

3.8**Giấy (paper)**

Vật liệu ở dạng giấy hoặc các tông, với khối lượng trên một đơn vị diện tích tối đa là 400 g/m².

3.9**Polyme (polymeric)**

Bao gồm chất dẻo, cao su tổng hợp, cao su tự nhiên, polyme silicon nhưng không bao gồm các polyme tự nhiên khác.

3.10**Gỗ liên kết với nhựa (resin-bonded wood)**

Vật liệu chính là gỗ.

CHÚ THÍCH Ví dụ của gỗ liên kết với nhựa là gỗ dán, ván dăm, ván dăm vuông và ván MDF.

3.11**Phần mẫu thử (test portion)**

Phần của mẫu phòng thí nghiệm được chuẩn bị để phân tích.

3.12**Vật liệu dệt (textile)**

Vải dệt thoi hoặc dệt kim, vật liệu xơ không dệt.

CHÚ THÍCH NI là ví dụ của vật liệu xơ không dệt.

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

Vật liệu để làm đồ chơi và các chi tiết của đồ chơi.

4 Yêu cầu chung (xem B.6)

Đồ chơi, các chi tiết của đồ chơi và vật liệu làm đồ chơi được quy định trong cột 1 và 2 của Bảng 1 phải được lấy mẫu và phân tích theo Điều 5 và các điều khác của tiêu chuẩn này được quy định từ cột 3 đến cột 12 của Bảng 1.

Nếu số điều liên quan đến phương pháp tác động đầu được đưa ra ở Bảng 1 cho đồ chơi/chi tiết đồ chơi và vật liệu đồ chơi cụ thể, sự phù hợp với TCVN 6238-9 (EN 71-9) có thể được chỉ ra bằng cách phân tích vật liệu đồ chơi đó chỉ bằng phương pháp tác động đầu cho nhóm các hợp chất hữu cơ tương ứng. Phương pháp tác động đầu không được sử dụng để chỉ ra sự không phù hợp với các yêu cầu của TCVN 6238-9 (EN 71-9).

Bảng 1 – Các điều qui định việc chuẩn bị và lấy mẫu có thể áp dụng

TT	Đồ chơi/ các chi tiết đồ chơi	Vật liệu đồ chơi	Yêu cầu										
			Chất chống cháy	Chất màu và các amin thơm sơ cấp		Monome - thối nhiễm	Dung môi - thối nhiễm		Dung môi - hít vào	Chất bảo quản gỗ	Chất bảo quản	Chất làm dẻo	
				Cách tiến hành	Tác động đầu		Tác động cuối	Cách tiến hành					Cách tiến hành
1	Đồ chơi có thể ngậm vào miệng dành cho trẻ dưới 3 tuổi	Polyme ^a				6	6						6
2	Đồ chơi, hoặc các chi tiết tiếp xúc được của đồ chơi, có khối lượng nhỏ hơn hoặc bằng 150 g dùng để chơi bằng tay dành cho trẻ dưới 3 tuổi	Polyme ^a				6	6						6
3		Gỗ			8.3.1 & 8.3.2						8.3.3		
4		Giấy			8.4.1 & 8.4.2								
5	Đồ chơi và các chi tiết tiếp xúc được của đồ chơi dành cho trẻ dưới 3 tuổi	Vật liệu dệt	8.1.1	8.1.2	8.1.3 & 8.1.4								
6		Da			8.2.1 & 8.2.2						8.2.3		
7		Polyme ^a				6	6						6
8	Chi tiết ngậm vào miệng của đồ chơi kích hoạt bằng miệng	Gỗ			8.3.1 & 8.3.2						8.3.3		
9		Giấy			8.4.1 & 8.4.2								
10	Đồ chơi có thể thổi phồng có bề mặt lớn hơn 0,5 m ² khi căng phồng hoàn toàn	Polyme ^a							7.1	7.2			

Bảng 1 (kết thúc)

11		Polyme ^a				6		7.1	7.2			
12	Đồ chơi trùm qua miệng hoặc mũi	Vật liệu dệt		8.1.2	8.1.3 & 8.1.4			7.1	7.2			
13		Giấy			8.4.1 & 8.4.2							
14		Đồ chơi trẻ có thể chui vào	Polyme ^a					7.1	7.2			
15	Vật liệu dệt						7.1	7.2				
16	Các chi tiết của dụng cụ đồ họa được bán như đồ chơi hoặc được dùng trong đồ chơi	Polyme ^a				6	6					6
17	Đồ chơi và các chi tiết tiếp xúc được của đồ chơi trong nhà	Gỗ									8.3.3	
18	Đồ chơi và các chi tiết tiếp xúc được của đồ chơi ngoài trời	Gỗ									8.3.3	
19	Đồ chơi và các chi tiết của đồ chơi giả làm đồ ăn	Polyme ^a				6	6					6
20	Vật liệu đồ chơi dạng rắn dùng để lại dấu vết	Tất cả các vật liệu			8.6							
21	Chất lỏng có màu tiếp xúc được ở trong đồ chơi	Chất lỏng			8.5.1 & 8.5.2						8.5.3	
22	Chất lỏng không màu tiếp xúc được ở trong đồ chơi	Chất lỏng									8.5.3	
23	Đất nặn và các chất tương tự, không kể các đồ chơi hoá học được nêu trong TCVN 6238-5 (EN 71-5)	Tất cả các vật liệu			8.7.1 & 8.7.2						8.7.3	
24	Các hợp chất làm bóng bay	Tất cả các vật liệu			8.8.1 & 8.8.2			7.1	7.2			
25	Đồ chơi mô phỏng hình xăm có keo dính	Tất cả các vật liệu			8.9.1 & 8.9.2		6				8.9.3	
26	Đồ chơi mô phỏng trang sức	Polyme ^a				6	6					6
^a Không bao gồm các lớp phủ bằng polyme có độ dày nhỏ hơn 500 µm.												

5 Chuẩn bị mẫu

Phân mẫu thử phải đại diện cho vật liệu đồ chơi có trong mẫu thử phòng thí nghiệm. Phân mẫu thử chỉ được lấy từ những phần tiếp xúc được của đồ chơi.

6 Sự thôi nhiễm – Lấy mẫu và chiết

6.1 Dung môi (xem B.7)

Nước đã khử ion hoá, không chứa chất cần phân tích tương ứng.

6.2 Thiết bị, dụng cụ

6.2.1 Kẹp bằng thép không gỉ

6.2.2 Chai chiết, đáy bằng, dung tích xấp xỉ 250 ml, cổ chai có đai buộc bằng nhựa PTFE có lót cao su.

CHÚ THÍCH Chai phù hợp có các kích thước như sau²:

Đường kính ngoài: 70 mm

Chiều cao tổng cộng của chai: 138 mm

Chiều cao từ đáy đến điểm đầu của cổ chai: 75 mm

Khoảng hở cổ bình: 30 mm

Phòng thí nghiệm phải đảm bảo bình đựng và nắp đậy sử dụng không phân tán hoặc hấp phụ các chất cần phân tích. Dụng cụ thủy tinh, nắp đậy lọ và chai phải sạch, không hỏng và không có khuyết tật.

6.2.3 Rót vào chai³, có khả năng giữ và quay chai chiết chuyển động tròn với tốc độ không đổi. Khoảng cách từ tâm của trục quay đến tâm của bình xấp xỉ 150 mm.

6.3 Lấy mẫu

Nếu khoảng diện tích bề mặt của mẫu phòng thí nghiệm nhỏ hơn 10 cm² thì không cần cắt mẫu.

Trong các trường hợp khác, chọn phần thích hợp nhất của mẫu phòng thí nghiệm, cắt một phần mẫu thử có diện tích (10 ± 1) cm², sao cho giảm thiểu bề mặt không tiếp xúc được và bề mặt bên trong. Nếu có thể, lấy một phần mẫu thử tại phần mỏng của mẫu phòng thí nghiệm. Lấy phần mẫu có hình dạng tròn hoặc hình dạng khác nếu điều này làm giảm số lượng các mép cắt. Với diện tích bề mặt (10 ± 1) cm² thì sử dụng thiết bị cắt mẫu phù hợp. Đo gần đúng diện tích bề mặt của phần mẫu thử có

² Schott Duran là nhà cung cấp sản phẩm phù hợp trên thị trường. Thông tin này nhằm tạo thuận lợi cho người sử dụng tiêu chuẩn và không phải là chỉ định của CEN.

³ Voo 't Labo, Bè, là nhà cung cấp sản phẩm phù hợp trên thị trường. Thông tin này nhằm tạo thuận lợi cho người sử dụng tiêu chuẩn và không phải là chỉ định của CEN.

tính đến chiều dày nếu phần mẫu thử có chiều dày lớn hơn 1 mm. Các mép của phần mẫu thử phải nhẵn.

Trong trường hợp việc chuẩn bị mẫu phòng thí nghiệm dẫn đến kết quả không thực do cách cắt mẫu thí toàn bộ đồ chơi không cắt hoặc chi tiết đồ chơi có thể được thử với thể tích và thiết bị chiết tương ứng. Tuy nhiên, với kích thước mẫu nhỏ hơn 10 cm² phải được chiết bằng 100 ml dung môi (xem B.7).

Loại bỏ các phần rời ra từ các mép của phần mẫu thử.

Nếu phần mẫu thử mỏng và có thể dính vào thành của chai chiết, chọc một lỗ nhỏ trên mẫu và gắn một chi tiết kim loại nhỏ qua lỗ đó; thường là một kẹp giấy.

6.4 Chiết (xem B.8)

Dùng kẹp để cho phần mẫu thử vào trong chai chiết. Thêm vào 100 ml dung môi (6.1) ở (20 ± 2) °C. Đậy nắp chai chiết và gắn chặt nó vào rotato. Quay chai với tốc độ (60 ± 5) vòng/min trong (60 ± 5) min.

Lọc dung dịch trong chai qua một nút bông thủy tinh.

Phân tích dịch lọc thu được bằng phương pháp thích hợp qui định trong TCVN 6238-11 (EN 71-11).

7 Sự hít vào – Lấy mẫu, chiết và phân tích

7.1 Phương pháp tác động đầu đối với dung môi.

Xem A.2 của TCVN 6238-11 : 2010 (EN 71-11:2005).

7.2 Phương pháp tác động cuối đối với dung môi

Xem A.3 của TCVN 6238-11 : 2010 (EN 71-11:2005).

8 Quy trình lấy mẫu và chiết đặc trưng

8.1 Vật liệu dệt – Chất chống cháy, chất màu và các amin thơm sơ cấp

8.1.1 Chất chống cháy

Kiểm tra mẫu phòng thí nghiệm và xác định các chi tiết vật liệu dệt nào hiện có và tiếp xúc được, và có diện tích tiếp xúc được lớn hơn hoặc bằng 10 cm².

Lấy các phần mẫu thử từ các chi tiết vật liệu dệt có diện tích tiếp xúc được lớn hơn 10 cm² trên đồ chơi. Các phần mẫu thử này có thể cắt từ mẫu phòng thí nghiệm bằng một dao cắt phù hợp. Cắt mỗi phần mẫu thử có kích thước không vượt quá 3 mm. Để riêng mỗi phần mẫu thử vào trong một bình đựng phù hợp.

Cân khoảng 0,5 g phần mẫu thử, chính xác đến 1 mg, cho vào lọ thủy tinh sẫm màu dung tích 20 ml có nắp vận lót nhựa PTFE. Thêm 5 ml axetonitril và đặt lọ vào bể siêu âm trong 60 min tại 40 °C. Lọc dịch chiết, chuyển sang lọ khác và đậy nắp.

Phân tích dịch lọc theo 5.2 trong TCVN 6238-11 : 2010 (EN 71-11 : 2005).

8.1.2 Phương pháp tác động đầu đối với chất màu và các amin thơm sơ cấp

Phép thử này được qui định trong Phụ lục A và dựa trên TCVN 5235 (ISO 105-E04), là phương pháp đánh giá xem chất màu bất kỳ từ vật liệu dệt của đồ chơi có thể dấy sang miệng, dịch nhầy hoặc da hay không. Nếu vật liệu dệt được xác định là không bền màu khi thử theo qui trình nêu trong Phụ lục A, thì nó phải được thử theo phương pháp tác động cuối đối với chất màu (8.1.3) và thử theo phương pháp tác động cuối đối với các amin thơm sơ cấp (8.1.4).

8.1.3 Phương pháp tác động cuối đối với chất màu

Kiểm tra mẫu phòng thí nghiệm và xác định các chi tiết vật liệu dệt hiện có và tiếp xúc được, và có diện tích tiếp xúc được lớn hơn hoặc bằng 10 cm². Xử lý riêng các màu khác nhau trên cùng vật liệu dệt.

Lấy các phần mẫu thử từ các chi tiết vật liệu dệt có diện tích tiếp xúc được lớn hơn 10 cm² trên đồ chơi. Các chi tiết dây màu ra vải dệt đa xơ trong phương pháp tác động đầu đối với vật liệu dệt (8.1.2) phải được thử nếu diện tích của chúng lớn hơn 1 cm².

Các phần mẫu thử có thể cắt từ mẫu phòng thí nghiệm bằng một dao cắt phù hợp. Cắt mỗi phần mẫu thử có kích thước không vượt quá 3 mm. Để riêng mỗi phần mẫu thử vào trong một bình đựng phù hợp.

Cân khoảng 0,5 g phần mẫu thử, chính xác đến 1 mg, cho vào lọ thủy tinh sẫm màu dung tích 40 ml có nắp vận lót nhựa PTFE. Thêm 10 ml etanol và đặt lọ vào bể siêu âm trong 15 min. Chuyển dịch chiết sang một ống nghiệm và cô đặc đến khoảng 1 ml dưới luồng không khí hoặc khí nitơ. Lọc dịch chiết, chuyển sang lọ dung tích 2 ml và đậy nắp.

Phân tích dịch chiết theo 5.3 trong TCVN 6238-11 : 2010 (EN 71-11:2005).

8.1.4 Phương pháp tác động cuối đối với các amin thơm sơ cấp

Lấy các phần mẫu thử từ mẫu phòng thí nghiệm theo cách mô tả trong 8.1.3.

Cân khoảng 1,0 g phần mẫu thử, chính xác đến 1 mg, cho vào ống polypropylen dung tích 50 ml. Thêm 15 ml nước (6.1) và khuấy trên máy khuấy Vortex® trong 30 s.

Quay ly tâm ống tại 2 000 g trong 15 min. Rót dung dịch nổi bên trên vào một cột kieselguhr xốp⁴ và cho hấp thụ trong 20 min.

Chiết cột kieselguhr 2 lần, mỗi lần bằng 40 ml ete tert-butyl metyl. Cho các dịch giải hấp thu được vào trong bình cầu dung tích 100 ml và cho bay hơi ở 50 °C cho đến còn khoảng 5 ml bằng cách sử dụng thiết bị cô quay dung môi.

⁴ SPE cột Chromabond XTR, 70 ml, 14,5 g, là ví dụ về sản phẩm có trên thị trường. Thông tin trên được đưa ra nhằm tạo thuận lợi cho người sử dụng tiêu chuẩn này và không phải là chỉ định của CEN.

Chuyển dịch chiết ete sang một ống nghiệm có chia độ 10 ml và sau đó cô đặc từ từ đến khoảng 1 ml dưới luồng nhẹ khí nitơ ở nhiệt độ phòng. Chuyển dịch chiết đã cô đặc vào lọ dung tích 2 ml và đậy nắp.

CHÚ THÍCH 1 Tránh để dịch chiết ete bay hơi đến khô vì điều này ảnh hưởng bất lợi đến việc thu hồi amin.

CHÚ THÍCH 2 Khả năng thu hồi các amin có thể cải thiện bằng cách chuyển hoá chúng thành muối hydroclorit.

Phân tích dịch chiết theo 5.4 trong TCVN 6238-11 : 2010 (EN 71-11:2005).

8.2 Da - Chất màu, amin thơm sơ cấp và chất bảo quản

8.2.1 Chất màu

Kiểm tra mẫu phòng thí nghiệm và xác định các chi tiết da hiện có và tiếp xúc được, và có diện tích tiếp xúc được lớn hơn hoặc bằng 10 cm². Xử lý riêng các da có màu khác nhau.

Lấy các phần mẫu thử từ những chi tiết da có diện tích tiếp xúc được lớn hơn 10 cm² trên đồ chơi. Các phần mẫu thử có thể được cắt từ mẫu phòng thí nghiệm bằng một dao cắt phù hợp. Cắt mỗi phần mẫu thử có kích thước không được vượt quá 3 mm. Để riêng mỗi phần mẫu thử vào trong một bình đựng thích hợp.

Cân khoảng 0,5 g phần mẫu thử, chính xác đến 1 mg, cho vào lọ thủy tinh sẫm màu có dung tích 40 ml có nắp vận lót nhựa PTFE. Thêm 10 ml etanol và đặt lọ vào bể siêu âm trong 15 min. Chuyển dịch chiết sang một ống nghiệm và cô đặc đến khoảng 1 ml dưới luồng không khí hoặc nitơ. Lọc dịch chiết, chuyển sang lọ dung tích 2 ml và đậy nắp.

Phân tích dịch chiết theo 5.3 trong TCVN 6238-11 : 2010 (EN 71-11:2005).

CHÚ THÍCH Mẫu bằng da được cho là không bền màu, và bởi vậy không áp dụng phương pháp tác động đầu.

8.2.2 Amin thơm sơ cấp

Lấy các phần mẫu thử từ mẫu phòng thí nghiệm theo cách mô tả trong 8.2.1.

Cân khoảng 1,0 g phần mẫu thử, chính xác đến 1 mg, cho vào ống polypropylen dung tích 50 ml. Thêm 15 ml nước (6.1) và khuấy trên máy khuấy Vortex® trong 30 s.

Quay ly tâm ống tại 2 000 g trong 15 min. Rót dung dịch nổi bên trên vào một cột kieselguhr xốp⁴ và cho hấp thụ trong 20 min.

Chiết cột kieselguhr 2 lần, mỗi lần bằng 40 ml ete tert-butyl metyl. Cho các dịch giải hấp thu được vào trong bình cầu dung tích 100 ml và cho bay hơi ở 50 °C cho đến còn khoảng 5 ml bằng cách sử dụng thiết bị cô quay dung môi.

⁴ SPE cột Chromabond XTR, 70 ml, 14,5 g, là ví dụ về sản phẩm có trên thị trường. Thông tin trên được đưa ra nhằm tạo thuận lợi cho người sử dụng tiêu chuẩn này và không phải là chỉ định của CEN.

TCVN 6238-10 : 2010

Chuyển dịch chiết ete sang một ống nghiệm có chia độ 10 ml và sau đó cô đặc từ từ đến khoảng 1 ml dưới luồng nhẹ khí nitơ tại nhiệt độ phòng. Chuyển dịch chiết đã cô đặc sang lọ dung tích 2 ml và đậy nắp.

CHÚ THÍCH 1 Tránh để dịch chiết ete bay hơi đến khô vì điều này ảnh hưởng bất lợi đến việc thu hồi amin.

CHÚ THÍCH 2 Khả năng thu hồi các amin có thể cải thiện bằng cách chuyển hoá chúng thành muối hydroclorit.

Phân tích dịch chiết theo 5.4 trong TCVN 6238-11 : 2010 (EN 71-11:2005).

8.2.3 Chất bảo quản

Lấy các phần mẫu thử từ mẫu phòng thí nghiệm theo cách mô tả trong 8.2.1.

Cân khoảng 1,0 g phần mẫu thử, chính xác đến 1 mg, cho vào ống polypropylen dung tích 50 ml. Thêm 15 ml nước (6.1) và khuấy trên máy khuấy Vortex® trong 30 s. Rót chất lỏng vào một bình đựng thích hợp.

Phân tích dịch chiết theo 5.7 trong TCVN 6238-11 : 2010 (EN 71-11:2005); và theo phương pháp phân tích phenol ở 5.5.2 trong TCVN 6238-11 : 2010 (EN 71-11 : 2005); và phương pháp trong Chỉ thị EU liên quan đối với việc nhận dạng và xác định hàm lượng fomaldehyt tự do trong mỹ phẩm.

CHÚ THÍCH Tham khảo Chỉ thị 90/207/EEC.

8.3 Gỗ - Chất màu, amin thơm sơ cấp và chất bảo quản

8.3.1 Chất màu

Nếu độ dày của đồ chơi làm bằng gỗ hoặc chi tiết làm bằng gỗ nhỏ hơn 1 cm, lấy một phần mẫu thử từ phần gỗ đại diện cho toàn bộ bề mặt tiếp xúc được, sao cho không có kích thước nào của phần mẫu thử vượt quá 3 mm. Lấy ít nhất 5 g phần mẫu thử vào một bình đựng thích hợp.

Nếu độ dày của đồ chơi làm bằng gỗ hoặc chi tiết làm bằng gỗ lớn hơn 1 cm, dùng mũi khoan thích hợp để khoan vào gỗ đến độ sâu khoảng 1 cm, đảm bảo các vết khoan phân bố đều nhau trên toàn bộ bề mặt tiếp xúc được. Lấy ít nhất 5 g phần mẫu thử là các vỏ bào thu được sau khi khoan và đựng vào trong bình đựng thích hợp.

Cân khoảng 0,5 g phần mẫu thử, chính xác đến 1 mg, cho vào lọ thủy tinh sẫm màu dung tích 40 ml có nắp vận lót nhựa PTFE. Thêm 10 ml etanol và đặt lọ vào bể siêu âm trong 15 min. Chuyển dịch chiết sang một ống nghiệm và cô đặc đến khoảng 1 ml dưới luồng không khí hoặc khí nitơ. Lọc dịch chiết, chuyển sang lọ dung tích 2 ml và đậy nắp.

Phân tích dịch chiết theo 5.3 trong TCVN 6238-11 : 2010 (EN 71-11:2005).

8.3.2 Amin thơm sơ cấp

Lấy các phần mẫu thử từ mẫu phòng thí nghiệm theo cách mô tả trong 8.3.1.

Cân khoảng 1,0 g phần mẫu thử, chính xác đến 1 mg, cho vào ống polypropylen dung tích 50 ml. Thêm 15 ml nước (6.1) và khuấy trên máy khuấy Vortex® trong 30 s.

Quay ly tâm ống tại 2 000 g trong 15 min. Rót dung dịch nổi bên trên vào một cột kieselguhr xốp⁴ và cho hấp thụ trong 20 min.

Chiết kieselguhr 2 lần, mỗi lần 40 ml bằng ete tert-butyl metyl. Cho các dịch giải hấp thụ được vào trong bình cầu dung tích 100 ml và cho bay hơi ở 50 °C cho đến còn khoảng 5 ml bằng cách sử dụng thiết bị cô quay dung môi.

Chuyển dịch chiết ete sang một ống nghiệm có chia độ 10 ml và sau đó cô đặc từ từ đến khoảng 1 ml dưới luồng nhẹ khí nitơ tại nhiệt độ phòng. Chuyển dịch chiết đã cô đặc sang lọ dung tích 2 ml và đậy nắp.

CHÚ THÍCH 1 Tránh để dịch chiết ete bay hơi đến khô vì điều này ảnh hưởng bất lợi đến việc thu hồi amin.

CHÚ THÍCH 2 Khả năng thu hồi các amin có thể cải thiện bằng cách chuyển hoá chúng thành muối hydroclorit.

Phân tích dịch chiết theo 5.4 trong TCVN 6238-11 : 2010 (EN 71-11 : 2005).

8.3.3 Chất bảo quản gỗ

Lấy các phần mẫu thử từ mẫu phòng thí nghiệm theo cách mô tả trong 8.3.1.

Cân khoảng 2,5 g phần mẫu thử, chính xác đến 1 mg, cho vào bình nón dung tích 50 ml có nút nhám thủy tinh. Rót từ từ 25 ml hỗn hợp dung dịch etanol/axit axetic băng (9+1), đậy nắp và đặt bình vào bể siêu âm trong 1 h. Lấy bình ra và để nguội đến nhiệt độ phòng, lọc và cho dịch chiết vào bình đựng thích hợp.

Phân tích dịch chiết theo 5.6 trong TCVN 6238-11 : 2010 (EN 71-11:2005).

8.4 Giấy - chất màu và amin thơm sơ cấp

8.4.1 Chất màu

Kiểm tra mẫu phòng thí nghiệm và xác định các chi tiết giấy hiện có và tiếp xúc được, và có diện tích tiếp xúc được lớn hơn hoặc bằng 10 cm². Xử lý riêng các giấy có màu khác nhau.

Lấy phần mẫu thử từ các chi tiết bằng giấy có diện tích tiếp xúc được lớn hơn 10 cm² trên đồ chơi. Các phần mẫu thử có thể được cắt từ mẫu phòng thí nghiệm bằng một dao cắt phù hợp. Cắt mỗi phần mẫu thử có kích thước không được vượt quá 3 mm. Để riêng mỗi phần mẫu thử vào một bình đựng thích hợp.

⁴ SPE cột Chromabond XTR, 70 ml, 14,5 g, là ví dụ về sản phẩm có sẵn trên thị trường. Thông tin trên được đưa ra nhằm tạo thuận lợi cho người sử dụng tiêu chuẩn này và không phải là chỉ định của CEN.

TCVN 6238-10 : 2010

Cân khoảng 0,5 g phần mẫu thử, chính xác đến 1 mg, cho vào lọ thủy tinh sẫm màu dung tích 40 ml có nắp vận lót nhựa PTFE. Thêm 10 ml etanol và đặt lọ vào bể siêu âm trong 15 min. Chuyển dịch chiết sang một ống nghiệm và cô đặc đến khoảng 1 ml dưới luồng không khí hoặc nitơ. Lọc dịch chiết, chuyển sang lọ dung tích 2 ml và đậy nắp.

Phân tích dịch chiết theo 5.3 trong TCVN 6238-11 : 2010 (EN 71-11:2005).

8.4.2 Amin thơm sơ cấp

Lấy các phần mẫu thử từ mẫu phòng thí nghiệm theo cách mô tả trong 8.4.1.

Cân khoảng 1,0 g phần mẫu thử, chính xác đến 1 mg, cho vào ống polypropylen dung tích 50 ml. Thêm 15 ml nước (6.1) và khuấy trên máy khuấy Vortex® trong 30 s.

Quay ly tâm ống tại 2 000 g trong 15 min. Rót dung dịch nổi bên trên vào một cột kieselguhr xốp⁴ và cho hấp thụ trong 20 min.

Chiết cột kieselguhr 2 lần, mỗi lần bằng 40 ml ete tert-butyl metyl. Cho các dịch giải hấp thụ được vào trong bình cầu dung tích 100 ml và cho bay hơi ở 50 °C cho đến còn khoảng 5 ml bằng cách sử dụng thiết bị cô quay dung môi.

Chuyển dịch chiết ete sang một ống nghiệm có chia độ 10 ml và sau đó cô đặc từ từ đến khoảng 1 ml dưới luồng nhẹ khí nitơ tại nhiệt độ phòng. Chuyển dịch chiết đã cô đặc sang lọ dung tích 2 ml và đậy nắp.

CHÚ THÍCH 1 Tránh để dịch chiết ete bay hơi đến khô vì điều này ảnh hưởng bất lợi đến việc thu hồi amin.

CHÚ THÍCH 2 Khả năng thu hồi các amin có thể cải thiện bằng cách chuyển hoá chúng thành muối hydroclorit.

Phân tích dịch chiết theo 5.4 trong TCVN 6238-11 : 2010 (EN 71-11:2005).

8.5 Dung dịch nước - Chất màu, amin thơm sơ cấp và chất bảo quản

8.5.1 Chất màu

Lấy chất lỏng từ mẫu phòng thí nghiệm, bảo đảm rằng phần mẫu thử được lấy đại diện cho toàn bộ chất lỏng có trong mẫu phòng thí nghiệm. Những chất lỏng có màu khác nhau phải được xử lý riêng.

Tùy theo cường độ màu, cân từ 0,1 đến 0,5 g phần mẫu thử, chính xác đến 1 mg, cho vào lọ thủy tinh sẫm màu dung tích 40 ml có nắp vận lót nhựa PTFE. Thêm 10 ml etanol và đặt lọ thủy tinh vào bể siêu âm trong 15 min. Chuyển dịch chiết sang một ống nghiệm và cô đặc đến khoảng 1 ml dưới luồng không khí. Lọc dịch chiết, chuyển dịch lọc sang lọ dung tích 2 ml và đậy nắp.

CHÚ THÍCH Đối với chất lỏng có màu sắc mờ nhạt, không nhớt có thể bỏ qua bước trên, trong trường hợp này, phân tích phần mẫu thử trực tiếp theo 5.3 trong TCVN 6238-11 : 2010 (EN 71-11:2005)

⁴ SPE cột Chromabond XTR, 70 ml, 14,5 g, là ví dụ về sản phẩm có trên thị trường. Thông tin trên được đưa ra nhằm tạo thuận lợi cho người sử dụng tiêu chuẩn này và không phải là chỉ định của CEN.

Phân tích dịch chiết theo 5.3 trong TCVN 6238-11 : 2010 (EN 71-11:2005).

8.5.2 Amin thơm sơ cấp

Lấy chất lỏng từ mẫu phòng thí nghiệm, bảo đảm rằng phần mẫu thử được lấy đại diện cho toàn bộ chất lỏng có trong mẫu phòng thí nghiệm. Những chất lỏng có màu khác nhau phải được xử lý riêng.

Cân khoảng 1,0 g phần mẫu thử, chính xác đến 1 mg, cho vào ống polypropylen dung tích 50 ml. Thêm 15 ml nước (6.1) và khuấy trên máy khuấy Vortex® trong 30 s.

Rót dung dịch vào một cột kieselguhr xốp⁴ và cho hấp phụ trong 20 min.

Chiết cột kieselguhr 2 lần, mỗi lần bằng 40 ml ete tert-butyl metyl. Cho các dịch giải hấp thu được vào trong bình cầu dung tích 100 ml và cho bay hơi ở 50 °C cho đến còn khoảng 5 ml bằng cách sử dụng thiết bị cô quay dung môi.

Chuyển dịch chiết ete sang một ống nghiệm có chia độ 10 ml và sau đó cô đặc từ từ đến khoảng 1 ml dưới luồng nhẹ khí nitơ tại nhiệt độ phòng. Chuyển dịch chiết đã cô đặc sang lọ dung tích 2 ml và đậy nắp.

CHÚ THÍCH 1 Tránh để dịch chiết ete bay hơi đến khô vì điều này ảnh hưởng bất lợi đến việc thu hồi amin.

CHÚ THÍCH 2 Khả năng thu hồi các amin có thể cải thiện bằng cách chuyển hoá chúng thành muối hydroclorit.

Phân tích dịch chiết theo 5.4 trong TCVN 6238-11 : 2010 (EN 71-11:2005).

8.5.3 Chất bảo quản

Lấy chất lỏng từ mẫu phòng thí nghiệm, bảo đảm rằng phần mẫu thử được lấy đại diện cho toàn bộ chất lỏng có trong mẫu phòng thí nghiệm. Những chất lỏng có màu khác nhau phải được xử lý riêng.

Cân khoảng 1,0 g phần mẫu thử, chính xác đến 1 mg, cho vào ống polypropylen dung tích 50 ml. Thêm 15 ml nước (6.1) và khuấy trên máy khuấy Vortex® trong 30 s.

Rót dung dịch nổi bên trên vào một bình đựng thích hợp.

Phân tích dịch chiết theo 5.7 trong TCVN 6238-11 : 2010 (EN 71-11:2005); và theo phương pháp phân tích phenol ở 5.5.2 trong TCVN 6238-11 : 2010 (EN 71-11:2005); và phương pháp trong Chỉ thị EU liên quan đối với việc nhận dạng và xác định hàm lượng fomaldehyt tự do trong sản phẩm mỹ phẩm.

CHÚ THÍCH Tham khảo Chỉ thị 90/207/EEC.

8.6 Vật liệu đồ chơi dạng rắn để lại dấu vết - Chất màu và amin thơm sơ cấp

8.6.1 Chất màu

Lấy vật liệu đồ chơi dạng rắn để lại dấu vết từ mẫu phòng thí nghiệm. Chia chính xác phần vật liệu này và lưu trong một bình đựng thích hợp. Những vật liệu có màu khác nhau phải được xử lý riêng.

TCVN 6238-10 : 2010

Cân khoảng 0,5 g phần mẫu thử, chính xác đến 1 mg, cho vào lọ thủy tinh sẫm màu dung tích 40 ml có nắp vận lót nhựa PTFE. Thêm 10 ml etanol và đặt lọ vào bể siêu âm trong 15 min. Chuyển dịch chiết sang một ống nghiệm và cô đặc đến khoảng 1 ml dưới luồng không khí. Lọc dịch chiết, chuyển sang lọ dung tích 2 ml và đậy nắp.

Phân tích dịch chiết theo 5.3 trong TCVN 6238-11 : 2010 (EN 71-11:2005).

8.6.2 Amin thơm sơ cấp

Lấy vật liệu đồ chơi dạng rắn để lại dấu từ mẫu phòng thí nghiệm. Chia chính xác phần nguyên liệu này và lưu trong một bình đựng thích hợp. Những vật liệu có màu khác nhau phải được xử lý riêng.

Cân khoảng 1,0 g phần mẫu thử, chính xác đến 1 mg, cho vào ống polypropylen dung tích 50 ml. Thêm 15 ml nước (6.1) và khuấy trên máy khuấy Vortex[®] trong 30 s.

Quay ly tâm ống tại 2 000 g trong 15 min. Rót dung dịch nổi bên trên vào một cột kieselguhr xốp⁴ và cho hấp thụ trong 20 min.

Chiết cột kieselguhr 2 lần, mỗi lần bằng 40 ml ete tert-butyl metyl. Cho các dịch giải hấp thu được vào trong bình cầu dung tích 100 ml và cho bay hơi ở 50 °C cho đến còn khoảng 5 ml bằng cách sử dụng thiết bị cô quay dung môi.

Chuyển dịch chiết ete sang một ống nghiệm có chia độ 10 ml và sau đó cô đặc từ từ đến khoảng 1 ml dưới luồng nhẹ khí nitơ tại nhiệt độ phòng. Chuyển dịch chiết đã cô đặc sang lọ dung tích 2 ml và đậy nắp.

CHÚ THÍCH 1 Tránh để dịch chiết ete bay hơi đến khô vì điều này ảnh hưởng bất lợi đến việc thu hồi amin.

CHÚ THÍCH 2 Khả năng thu hồi các amin có thể cải thiện bằng cách chuyển hoá chúng thành muối hydroclorit.

Phân tích dịch chiết theo 5.4 trong TCVN 6238-11 : 2010 (EN 71-11:2005).

8.7 Đát nặn và các chất tương tự – Chất màu, amin thơm sơ cấp và chất bảo quản

8.7.1 Chất màu

Lấy đát nặn và các chất tương tự từ mẫu phòng thí nghiệm. Đồng nhất các phần mẫu thử này và lưu trong một bình đựng thích hợp. Xử lý riêng các vật liệu có màu khác nhau.

Cân khoảng 0,5 g phần mẫu thử, chính xác đến 1 mg, cho vào lọ thủy tinh sẫm màu dung tích 40 ml có nắp vận lót nhựa PTFE. Thêm 10 ml etanol và đặt lọ vào bể siêu âm trong 15 min. Chuyển dịch chiết sang một ống nghiệm và cô đặc đến khoảng 1 ml dưới luồng không khí. Lọc dịch chiết, chuyển sang lọ dung tích 2 ml và đậy nắp.

⁴ SPE cột Chromabond XTR, 70 ml, 14,5 g, là ví dụ về sản phẩm có trên thị trường. Thông tin trên được đưa ra nhằm tạo thuận lợi cho người sử dụng tiêu chuẩn này và không phải là chỉ định của GEN.

Phân tích dịch chiết theo 5.3 trong TCVN 6238-11 : 2010 (EN 71-11:2005).

8.7.2 Amin thơm sơ cấp

Lấy đất nặn và các chất tương tự từ mẫu phòng thí nghiệm. Đồng nhất các phần mẫu thử này và lưu trong một bình đựng thích hợp. Những vật liệu có màu khác nhau phải được xử lý riêng.

Cân khoảng 1,0 g phần mẫu thử, chính xác đến 1 mg, cho vào ống polypropylen dung tích 50 ml. Thêm 15 ml nước (6.1) và khuấy trên máy khuấy Vortex® trong 30 s.

Quay ly tâm ống tại 2 000 g trong 15 min. Rót dung dịch nổi bên trên vào một cột kieselguhr xốp⁴ và cho hấp thụ trong 20 min.

Chiết cột kieselguhr 2 lần, mỗi lần bằng 40 ml ete tert-butyl metyl. Cho các dịch giải hấp thụ được vào trong bình cầu dung tích 100 ml và cho bay hơi ở 50 °C cho đến còn khoảng 5 ml bằng cách sử dụng thiết bị cô quay dung môi.

Chuyển dịch chiết ete sang một ống nghiệm có chia độ 10 ml và sau đó cô đặc từ từ đến khoảng 1 ml dưới luồng nhẹ khí nitơ tại nhiệt độ phòng. Chuyển dịch chiết đã cô đặc sang lọ dung tích 2 ml và đậy nắp.

CHÚ THÍCH 1 Tránh để dịch chiết ete bay hơi đến khô vì điều này ảnh hưởng bất lợi đến việc thu hồi amin.

CHÚ THÍCH 2 Khả năng thu hồi các amin có thể cải thiện bằng cách chuyển hoá chúng thành muối hydroclorit.

Phân tích dịch chiết theo 5.4 trong TCVN 6238 -11 : 2010 (EN 71-11:2005).

8.7.3 Chất bảo quản

Lấy đất nặn và các chất tương tự từ mẫu phòng thí nghiệm. Đồng nhất các phần mẫu thử này và lưu trong một bình đựng thích hợp. Xử lý riêng các vật liệu có màu khác nhau.

Cân khoảng 1,0 g phần mẫu thử, chính xác đến 1 mg, cho vào ống polypropylen dung tích 50 ml. Thêm 15 ml nước (6.1) và khuấy trên máy khuấy Vortex® trong 30 s.

Quay ly tâm ống tại 2 000 g trong 15 min. Rót dung dịch nổi bên trên vào một bình đựng thích hợp.

Phân tích dịch chiết theo 5.7 trong TCVN 6238-11:2010 (EN 71-11 : 2005); và theo phương pháp phân tích phenol ở 5.5.2 trong TCVN 6238-11:2010 (EN 71-11 : 2005); và phương pháp trong Chỉ thị EU liên quan đối với việc nhận dạng và xác định hàm lượng fomaldehyt tự do trong sản phẩm mỹ phẩm.

CHÚ THÍCH Tham khảo Chỉ thị 90/207/EEC.

8.8 Các hợp chất làm bóng bay – Chất màu và amin thơm sơ cấp

8.8.1 Chất màu

⁴ SPE cột Chromabond XTR, 70 ml, 14,5 g, là ví dụ về sản phẩm có trên thị trường. Thông tin trên được đưa ra nhằm tạo thuận lợi cho người sử dụng tiêu chuẩn này và không phải là chỉ định của CEN.

TCVN 6238-10 : 2010

Lấy hợp chất làm bóng bay từ mẫu phòng thí nghiệm. Đồng nhất các phần mẫu thử này và lưu trong một bình đựng thích hợp. Xử lý riêng các hợp chất có màu khác nhau.

Cân khoảng 0,5 g phần mẫu thử, chính xác đến 1 mg, cho vào lọ thủy tinh sẫm màu dung tích 40 ml có nắp vận lót nhựa PTFE. Thêm 10 ml etanol và đặt lọ vào bể siêu âm trong 15 min. Chuyển dịch chiết sang một ống nghiệm và cô đặc đến khoảng 1 ml dưới luồng không khí. Lọc dịch chiết, chuyển sang lọ dung tích 2 ml và đậy nắp.

Phân tích dịch chiết theo 5.3 trong TCVN 6238-11 : 2010 (EN 71-11:2005).

8.8.2 Amin thơm sơ cấp

Lấy hợp chất làm bóng bay từ mẫu phòng thí nghiệm. Đồng nhất các phần mẫu thử này và lưu trong một bình đựng thích hợp. Xử lý riêng các hợp chất có màu khác nhau.

Cân khoảng 1,0 g phần mẫu thử, chính xác đến 1 mg, cho vào ống polypropylen dung tích 50 ml. Thêm 15 ml nước (6.1) và khuấy trên máy khuấy Vortex[®] trong 30 s.

Quay ly tâm ống tại 2 000 g trong 15 min. Rót dung dịch nổi bên trên vào một cột kieselguhr xốp⁴ và cho hấp thụ trong 20 min.

Chiết cột kieselguhr 2 lần, mỗi lần bằng 40 ml ete tert-butyl metyl. Cho các dịch giải hấp thụ được vào trong bình cầu dung tích 100 ml và cho bay hơi ở 50 °C cho đến còn khoảng 5 ml bằng cách sử dụng thiết bị cô quay dung môi.

Chuyển dịch chiết ete sang một ống nghiệm có chia độ 10 ml và sau đó cô đặc từ từ đến khoảng 1 ml dưới luồng nhẹ khí nitơ tại nhiệt độ phòng. Chuyển dịch chiết đã cô đặc sang lọ dung tích 2 ml và đậy nắp.

CHÚ THÍCH 1 Tránh để dịch chiết ete bay hơi đến khô vì điều này ảnh hưởng bất lợi đến việc thu hồi amin.

CHÚ THÍCH 2 Khả năng thu hồi các amin có thể cải thiện bằng cách chuyển hoá chúng thành muối hydroclorit.

Phân tích dịch chiết theo 5.4 trong TCVN 6238-11 : 2010 (EN 71-11 : 2005).

8.9 Đồ chơi mô phỏng hình xăm có keo dính - Chất màu, amin thơm sơ cấp và chất bảo quản

8.9.1 Chất màu

Kiểm tra mẫu phòng thí nghiệm và xác định màu nào hiện có trong các hình xăm mô phỏng.

Lấy các phần mẫu thử đồ chơi mô phỏng hình xăm, sao cho các màu đều được lấy mẫu. Cắt mỗi phần mẫu thử sao cho kích thước không vượt quá 3 mm. Lưu riêng mỗi phần mẫu thử trong một bình đựng thích hợp.

⁴ SPE cột Chromabond XTR, 70 ml, 14,5 g, là ví dụ về sản phẩm có sẵn trên thị trường. Thông tin trên được đưa ra nhằm tạo thuận lợi cho người sử dụng tiêu chuẩn này và không phải là chỉ định của CEN.

Cân khoảng 0,5 g phần mẫu thử, chính xác đến 1 mg, cho vào lọ thủy tinh sẫm màu dung tích 40 ml có nắp vận lót nhựa PTFE. Thêm 10 ml etanol và đặt lọ vào bể siêu âm trong 15 min. Chuyển dịch chiết sang một ống nghiệm và cô đặc đến khoảng 1 ml dưới luồng không khí. Lọc dịch chiết, chuyển sang lọ dung tích 2 ml và đậy nắp.

Phân tích dịch chiết theo 5.3 trong TCVN 6238-11 : 2010 (EN 71-11:2005).

8.9.2 Amin thơm sơ cấp

Lấy các phần mẫu thử từ mẫu phòng thí nghiệm theo cách mô tả trong 8.9.1.

Cân khoảng 1,0 g phần mẫu thử, chính xác đến 1 mg, cho vào ống polypropylen dung tích 50 ml. Thêm 15 ml nước (6.1) và khuấy trên máy khuấy Vortex® trong 30 s.

Quay ly tâm ống tại 2 000 g trong 15 min. Rót dung dịch nổi bên trên vào một cột kieselguhr xốp⁴ và cho hấp thụ trong 20 min.

Chiết cột kieselguhr 2 lần, mỗi lần bằng 40 ml ete tert-butyl metyl. Cho các nước giải hấp thu được vào trong bình cầu dung tích 100 ml và cho bay hơi ở 50 °C cho đến còn khoảng 5 ml bằng cách sử dụng thiết bị cô quay dung môi.

Chuyển dịch chiết ete sang một ống nghiệm có chia độ 10 ml và sau đó cô đặc từ từ đến khoảng 1 ml dưới luồng nhẹ khí nitơ tại nhiệt độ phòng. Chuyển dịch chiết đã cô đặc sang lọ dung tích 2 ml và đậy nắp.

CHÚ THÍCH 1 Tránh để dịch chiết ete bay hơi đến khô vì điều này ảnh hưởng bất lợi đến việc thu hồi amin.

CHÚ THÍCH 2 Khả năng thu hồi các amin có thể cải thiện bằng cách chuyển hoá chúng thành muối hydroclorit.

Phân tích dịch chiết theo 5.4 trong TCVN 6238-11 : 2005 (EN 71-11:2005).

8.9.3 Chất bảo quản

Lấy các phần mẫu thử từ mẫu phòng thí nghiệm theo cách mô tả trong 8.9.1.

Cân khoảng 1,0 g phần mẫu thử, chính xác đến 1 mg, cho vào ống polypropylen dung tích 50 ml. Thêm 15 ml nước (6.1) và khuấy trên máy khuấy Vortex® trong 30 s. Rót dung dịch vào một bình đựng thích hợp.

Phân tích dịch chiết theo 5.7 trong TCVN 6238-11 : 2010 (EN 71-11 : 2005); và phương pháp phân tích phenol ở 5.5.2 trong TCVN 6238-11 : 2010 (EN 71-11:2005); và phương pháp trong Chỉ thị EU liên quan đối với việc nhận dạng và xác định hàm lượng fomaldehit tự do trong sản phẩm mỹ phẩm.

CHÚ THÍCH Tham khảo Chỉ thị 90/207/EEC.

⁴ SPE cột chromabond XTR, 70 ml, 14,5 g, là một ví dụ của sản phẩm có trên thị trường. Thông tin này nhằm tạo thuận lợi cho người sử dụng tiêu chuẩn và không phải là chỉ định của CEN.

Phụ lục A

(quy định)

Phương pháp tác động đầu đối với chất màu và amin thơm sơ cấp

A.1 Nguyên tắc

Vải thử được ghép với một vải đa xơ và được làm ướt bằng dung dịch mồ hôi có tính axit hoặc kiềm. Phần mẫu thử được đặt giữa hai tấm acrylic trong thiết bị thử, dưới lực nén qui định trong 4 h ở nhiệt độ $(37 \pm 2) ^\circ\text{C}$. Sau đó làm khô vải đa xơ trong không khí và đánh giá sự dãn màu.

A.2 Thiết bị, dụng cụ và thuốc thử

A.2.1 Dụng cụ thử

Dụng cụ thử độ bền màu mồ hôi bao gồm một khung thép không gỉ, trong đó lắp chặt một quả nặng khối lượng khoảng 5 kg và một chân đế có kích thước (60×155) mm, sao cho có thể tác dụng một lực nén 12,5 kPa vào mẫu thử có kích thước (40×100) mm được đặt giữa các tấm acrylic kích thước $(60 \times 115 \times 1,5)$ mm. Dụng cụ thử được thiết kế sao cho, nếu lấy quả nặng ra thì trong suốt quá trình thử lực nén 12,5 kPa vẫn được duy trì.

A.2.2 Tủ sấy

Tủ sấy loại không tuần hoàn có khả năng duy trì nhiệt độ $(37 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

A.2.3 Dung dịch thử 1

Hoà tan 0,5 g L-histidin monohydroclorit monohydrate, 5,0 g muối natri clorit và 2,5 g dinatri hydro orthophotphat dihydrat vào khoảng 980 ml nước khử ion, hoặc nước tương tự. Điều chỉnh pH đến $8,0 \pm 0,1$ bằng 0,1 mol/l dung dịch natri hydroxit và cho thêm nước đến 1 000 ml.

A.2.4 Dung dịch thử 2

Hoà tan 0,5 g L-histidin monohydroclorit monohydrate, 5,0 g muối natri clorit và 2,2 g natri dihydro orthophotphat dihydrat vào khoảng 980 ml nước khử ion, hoặc nước tương tự. Điều chỉnh pH đến $5,5 \pm 0,1$ bằng 0,1 mol/l dung dịch natri hydroxit và cho thêm nước đến 1 000 ml.

A.2.5 Vải thử kèm

Vải thử kèm đa xơ loại DW phù hợp với TCVN 7835-F10 (ISO 105-F10). Vải này bao gồm các đoạn vật liệu sau: xenlulo axetat, bông, polyamit, polyeste, acrylic và len.

A.3 Cách tiến hành

Xử lý mỗi màu như một mẫu thử riêng biệt.

Kiểm tra mẫu phòng thí nghiệm và xác định các chi tiết bằng vật liệu dệt hiện có và tiếp xúc được.

Cắt các phần mẫu thử có kích thước (40 x 100) mm từ các chi tiết bằng vật liệu dệt tiếp xúc được. Nếu kích thước mẫu phòng thí nghiệm không đủ thì cắt phần mẫu thử sao cho phần đại diện của phần mẫu thử bao trùm các đoạn của vải thử kèm đa xơ.

CHÚ THÍCH Mục đích là bao trùm mỗi đoạn của vải đa xơ với một phần đại diện của mẫu phòng thí nghiệm.

Lấy hai mẫu thử của mỗi chi tiết tiếp xúc được, mỗi mẫu sử dụng một dung dịch thử.

Gắn mẫu thử với vải thử kèm (A.2.5) sử dụng bông chưa xử lý bằng cách may dọc theo một cạnh ngắn để tạo thành một mẫu thử ghép.

Cho hai mẫu thử ghép này vào dung dịch thử trong 30 min, một mẫu cho vào dung dịch thử 1 (A.2.3); một mẫu cho vào dung dịch thử 2 (A.2.4), đảm bảo dung dịch nước thấm đều vào các mẫu thử này. Sau 30 min, dùng đĩa thủy tinh để lấy mẫu thử ra và gạn dung dịch dư ra khỏi mẫu.

Đặt các mẫu thử ghép vào giữa hai tấm acrylic trong thiết bị thử đã được gia nhiệt trước và tác dụng lực nén 12,5 kPa. Đặt thiết bị thử vào trong tủ sấy (A.2.2) trong 4 h ở $(37 \pm 2) ^\circ\text{C}$. Mỗi dung dịch thử yêu cầu một dụng cụ thử riêng biệt.

Sau 4 h, lấy các mẫu thử ghép ra, mở và để khô trong không khí.

Kiểm tra sự dây màu của vải thử kèm đa xơ.

A.4 Đánh giá

Mẫu vật liệu dệt được đánh giá là bền màu nếu không có sự dây màu hoặc sự dây màu tương đương với sự thay đổi màu của vải thử kèm đa xơ nhỏ hơn cấp 3 đến 4 khi đánh giá bằng thang màu xám được qui định trong TCVN 5487 (ISO 105-A03).

Phụ lục B

(tham khảo)

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

B.1 Phạm vi áp dụng

Khi xét đến cách trẻ em có thể tiếp xúc với các hợp chất hữu cơ có trong đồ chơi thì phải tính đến tất cả các con đường tiếp xúc tiềm ẩn, ví dụ: qua miệng, ấn vào bụng, tiếp xúc với da, tiếp xúc với mắt, hít vào và tiếp xúc với dịch nhầy.

Tất cả các đường tiếp xúc trên đã được xác định trong nhiệm vụ mà Ủy ban Châu Âu ủy quyền cho CEN (M/229) thực hiện.

Mỗi đường tiếp xúc đã được xét đến về khoảng cách và sự tiếp xúc liên quan, các vấn đề về phân tích và các dấu hiệu ngộ độc đã được ưu tiên để thiết lập một tiêu chuẩn để sử dụng trong quản lý và sản xuất, kinh doanh.

B.2 Tiếp xúc được (xem 3.1)

Các hợp chất hữu cơ có trong các phần của đồ chơi không tiếp xúc được thì không phải xét đến tính độc. Do đó định nghĩa này được đưa ra để loại trừ các phần của đồ chơi không tiếp xúc được ra khỏi các yêu cầu trong TCVN 6238-9 (EN 71-9).

B.3 Phương pháp tác động đầu (xem 3.3)

Các phương pháp được nêu trong tiêu chuẩn này được dùng để chỉ ra sự phù hợp với TCVN 6238-9 (EN 71-9). Do đây không phải là các phương pháp đặc trưng và không xác định được định lượng từng hợp chất hữu cơ riêng biệt nên phương pháp này không được dùng để chỉ ra sự không phù hợp.

B.4 Mẫu phòng thí nghiệm (xem 3.5)

Mẫu phòng thí nghiệm là một đồ chơi. Các giới hạn trong TCVN 6238-9 (EN 71-9) và các quy trình lấy mẫu trong tiêu chuẩn này có tính đến sự tiếp xúc của trẻ từ các vật liệu đồ chơi cụ thể. Các giới hạn này không áp dụng cho các mẫu thử được tạo thành bằng cách thu thập từ vật liệu của nhiều đồ chơi.

B.5 Qua miệng (xem 3.7)

Các giới hạn trong TCVN 6238-9 (EN 71-9) được tính toán dựa trên việc liếm, mút, và nhai đồ chơi trong thời gian dài và dùng để ngậm vào miệng hoặc có khả năng trẻ ngậm vào miệng trong một thời gian đáng kể. Ví dụ như đồ chơi để nhai, xúc xắc hay các đồ chơi cầm tay bằng nhựa mềm dành cho trẻ nhỏ.

B.6 Yêu cầu chung (xem Điều 4)

Bảng 1 qui định những điều của tiêu chuẩn này sẽ sử dụng để xác định sự phù hợp hay không phù hợp với TCVN 6238-9 (EN 71-9); đó chính là quy trình dùng để chuẩn bị và chiết các vật liệu đồ chơi.

Phương pháp tác động đầu áp dụng cho một số trường hợp, dùng để chỉ ra rằng một hợp chất hoặc một nhóm hợp chất hữu cơ cụ thể có hàm lượng ít hơn khi so sánh với các giới hạn lớn nhất. Do phương pháp tác động đầu áp dụng cho chất màu và amin thơm sơ cấp không đặc trưng cũng như không xác định được định lượng từng hợp chất hữu cơ riêng biệt và khi dùng phương pháp này để xác định sự hít vào các dung môi và các monome không đại diện cho sự tiếp xúc thực tế, do đó không dùng phương pháp này để chứng minh sự không phù hợp.

B.7 Dung môi (xem 6.1)

Các thử nghiệm phân tích đã chỉ ra rằng đối với các hợp chất hữu cơ cần phân tích thì nước cũng là một dung môi tốt như các loại dung môi khác được sử dụng phổ biến trong phép phân tích sự thôi nhiễm. Sự thôi nhiễm vào nước đã được chỉ ra là phù hợp để đại diện cho tất cả các đường tiếp xúc (trừ việc hít vào).

Vì các lý do cơ bản trên, đã quyết định chỉ dùng nước làm dung môi cho sự thôi nhiễm và đó là một quy trình thôi nhiễm có thể được sử dụng để đánh giá tất cả các con đường tiếp xúc, trừ việc hít vào.

B.8 Chiết (xem 6.4)

Phương pháp chiết này dựa trên quy trình chiết chất làm dẻo phtalat đã được công nhận để đưa ra ý kiến của Ủy Ban khoa học Châu Âu về Tính độc, Loại độc và Môi trường (CSTEE) về việc công nhận phương pháp luận đối với việc giải phóng di-isononyl phtalat trong dung dịch giống nước bọt từ đồ chơi. Kích cỡ mẫu là 10 cm² đã được chọn để đại diện cho diện tích lớn nhất của một vật mà trẻ nhỏ có thể dễ dàng đưa vào miệng. Vì lượng nước bọt mà trẻ tiết ra không tỉ lệ với kích cỡ của vật mà trẻ ngậm trong miệng, nên không cho phép giảm thể tích dung môi nếu thử đồ chơi có kích cỡ nhỏ hơn 10 cm².

B.9 Phương pháp phân tích

Phần lớn các phương pháp sử dụng để đánh giá đồ chơi so với các yêu cầu trong TCVN 6238-9 (EN 71-9) là các phương pháp được nêu trong TCVN 6238-11 (EN 71-11). Các phương pháp này được sử dụng kết hợp với việc chuẩn bị mẫu và điều kiện chiết được qui định trong tiêu chuẩn này và được thiết kế gần giống các điều kiện thực tế hoặc cho các kết quả tương đương.

Trong một vài trường hợp, phương pháp tác động đầu được sử dụng để chỉ ra rằng một hợp chất hoặc nhóm hợp chất hữu cơ cụ thể có hàm lượng ít hơn khi so sánh với giới hạn lớn nhất.

Một số phương pháp được nêu trong tiêu chuẩn này có thể xác định các hợp chất hữu cơ mà các giới hạn cho các hợp chất đó không được qui định trong TCVN 6238-9 (EN 71-9). Trong phiên bản sau của TCVN 6238-9 (EN 71-9) có thể đánh giá mức giới hạn của các hợp chất này. Các phương pháp này được xây dựng dựa trên quan điểm đó.

Phụ lục ZA
(tham khảo)

**Sự liên quan giữa tiêu chuẩn này với các yêu cầu thiết yếu hoặc
các điều khoản khác của Chỉ thị EU**

Tiêu chuẩn này do Ủy ban Châu Âu và Hiệp hội Tự do Thương mại châu Âu uỷ quyền cho CEN biên soạn và dựa trên các yêu cầu quan trọng của Chỉ thị EU 88/378/EEC.

Tiêu chuẩn này được trích dẫn trong Ấn phẩm chính thức của ủy ban Châu Âu dưới dạng các Chỉ thị và được công bố là tiêu chuẩn quốc gia, trong giới hạn của phạm vi áp dụng tiêu chuẩn này, sự phù hợp với các điều của tiêu chuẩn được nêu trong Bảng ZA.1 đưa ra một giả định về sự phù hợp với các yêu cầu thiết yếu liên quan của Chỉ thị này và kết hợp các quy định của EFTA.

Bảng ZA.1 - Mối tương quan giữa tiêu chuẩn và Chỉ thị 88/378/EEC

Yêu cầu trong Chỉ thị 88/378/EEC	Điều tương ứng trong tiêu chuẩn
Phụ lục II. 3 .1 Tính chất hóa học	Điều 4
Phụ lục II. 3 .3 Tính chất hóa học	Điều 4

CẢNH BÁO: Các yêu cầu khác và chỉ thị EU khác có thể áp dụng được cho các sản phẩm thuộc phạm vi áp dụng của tiêu chuẩn này.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 5235 (ISO 105-E04), *Vật liệu dệt - Phương pháp xác định độ bền màu - Phần E04: Độ bền màu với mồ hôi.*
 - [2] Council Directive 82/711/EEC of 18 October, 1982 laying down the basic rules necessary for testing migration of the constituents of plastic materials and articles intended to come into contact with foodstuffs [Official Journal of the European Communities, No. L 297, 23.10.1982].
 - [3] Commission Directive 90/207/EEC of 4 April 1990 amending the Second Directive 82/434/EEC on the approximation of the laws of the Member States relating to methods of analysis necessary for checking the composition of cosmetic products: Identification and determination of free formaldehyde [Official Journal of the European Communities, No. L 108, 28.4.1990].
 - [4] Council Directive 88/387/EEC of May 1988 on the approximation of the laws of the Member States concerning the safety of toys [Official Journal of the European Communities, No. L 187, 16.7.1988].
 - [5] Standard Operating Protocol for Determination of release of di-isononyl phthalate (DINP) in saliva simulant from toys and childcare articles, EC report: 2001 EUR 19899 EN.
 - [6] Validation of methodologies for the release of di-isononyl phthalate (DINP) in saliva simulant from toys, JRC report 2001 EUR 19826 EN.
 - [7] CSTEE Opinion on the report: Validation of methodologies for the release of di-isononyl phthalate (DINP), in saliva simulant from toys, CSTEE opinion 2007 (2001) expressed at the 25th CSSTEE plenary meeting, Brussels, 20 July 2001.
 - [8] Final report of the work of CEN/TC 52/WG9/TG2 – Method development, Contract BC/CEN/97/29.3.1, May 2003, document CEN/TC 52 N 865 Rev 2.
 - [9] TCVN 6238-5 : 1997 (EN 71-5 : 1993), *Phần 5: Bộ đồ chơi hóa học ngoài bộ đồ chơi thực nghiệm.*
-