

O'ZBEKISTON MILLIY STANDARTI

O'yinchoq xavfsizligi. 3-qism: Muayyan elementlarning ko'chishi

Rasmiy nashr

NATIONAL STANDARD OF UZBEKISTAN

Safety of toys Part 3: Migration of certain elements

Official edition

Ushbu milliy standart EN 71-3:2019+A1:2021 ning bir xil qo'llanilishidir. Rue de la Science 23, B-1040 Brussels ruxsati bilan qabul qilingan.

This national standard is the identical implementation of EN 71-3:2019+A1:2021 and is adopted with permission of Rue de la Science 23, B-1040 Brussels

Ushbu standart 2024-yil 01-apreldan boshlab O'zbekiston standartlar institutining 2024-yil 01-martdagi 22/XSt-son buyrug'i bilan amalga kiritildi.

Ushbu standartni O'zbekiston Respublikasi hududida rasmiy chop etish mutloq huquqi O'zbekiston standartlar institutiga tegishli

O‘ZBEKISTON MILLIY STANDARTI

O‘yinchoq xavfsizligi. 3-qism: Muayyan elementlarning ko‘chishi

(EN 71-3:2019+A1:2021, IDT)

Rasmiy nashr

O‘zbekiston standartlar instituti

Toshkent

So‘z boshi

1 O‘zbekiston standartlar instituti tomonidan QABUL QILISHGA TAQDIM ETILDI.

2 O‘zbekiston standartlar institutining 2024-yil 45/XSt-sonli buyrug‘i bilan TASDIQLANDI.

3 Ushbu standart EN 71-3:2019+A1:2021 “Safety of toys. Part 3: Migration of certain elements” xalqaro standartiga aynan o‘xshash.

4 DASTLABKI AMALGA KIRITILISHI

Ushbu standart va unga bo‘lgan o‘zgartishlarni O‘zbekiston hududida amalga kiritish haqidagi axborot Standartlashtirish bo‘yicha milliy organning rasmiy veb-saytlari va standartlarning yillik axborot ko‘rsatkichlarida qayd etiladi. Ushbu standartni qayta ko‘rib chiqish yoki bekor qilish haqidagi muvofiq axborot Standartlashtirish bo‘yicha milliy organning rasmiy veb-saytlari va standartlarning yillik axborot ko‘rsatkichlarida qayd etiladi.

Ushbu standartni O‘zbekiston Respublikasi hududida rasmiy chop etish mutlaq huquqi O‘zbekiston standartlar institutiga tegishli

Mundarija

	Yevropa muqaddimasi.....	v
	Kirish.....	vii
1	Qo‘llanish doirasi.....	1
2	Standartlarga havolalar	2
3	Atama va ta’riflar.....	2
4	Talablar.....	3
5	Tamoyil.....	4
6	Reaktivlar va apparatlar.....	5
7	Namuna olish va namuna tayyorlash.....	5
8	Migratsiya metodologiyasi.....	9
9	Migratsiya yechimlarini barqarorlashtirish va tahlil qilish.....	12
10	Natijalarni hisoblash.....	13
11	Usulning ishlashi.....	14
12	Sinov hisoboti.....	17
	A ilova (ma’lumot uchun).....	19
	B ilova (ma’lumot uchun).....	21
	C ilova (ma’lumot uchun).....	23
	D ilova (ma’lumot uchun).....	25
	E ilova (ma’lumot uchun).....	28
	F ilova (ma’lumot uchun).....	32
	G ilova (ma’lumot uchun).....	35
	H ilova (ma’lumot uchun).....	49
	ZA ilova (ma’lumot uchun).....	54
	Bibliografiya.....	55

Yevropa muqaddimasi

Ushbu hujjat (EN 71-3:2019+A1:2021) CEN/TC 52 “O‘yinchoqlar xavfsizligi” texnik qo‘mitasi tomonidan tayyorlangan bo‘lib, uning kotibiyati DS tomonidan amalga oshiriladi.

Ushbu Evropa standartiga milliy standart maqomi eng kech 2021 yil oktyabrgacha bir xil matnni nashr qilish yoki tasdiqlash yo‘li bilan beriladi va qarama-qarshi milliy standartlar 2021 yil oktyabrgacha bekor qilinadi.

Ushbu hujjatning ayrim elementlari patent huquqlarining predmeti bo‘lishi mumkinligiga e‘tibor qaratiladi. CEN bunday patent huquqlarining birortasini yoki bar-chasini aniqlash uchun javobgar emas.

Ushbu hujjat CEN tomonidan 2021 yil 2 fevralda tasdiqlangan 1-tuzatishni o‘z ichiga oladi.

Ushbu hujjat "EN 71-3:2019" ni o‘zgartiradi.

Tuzatish bilan kiritilgan yoki o‘zgartirilgan matnning boshlanishi va tugashi matnda teglar bilan ko‘rsatilgan".

Ushbu hujjat Yevropa Komissiyasi va Yevropa erkin savdo assotsiatsiyasi tomonidan CENga berilgan mandat asosida tayyorlangan va 2009/48/EC Yevropa Ittifoqi Direktivasining muhim talablarini qo‘llab-quvvatlaydi.

2009/48/EC Yevropa Ittifoqi Direktivi bilan aloqalar uchun ushbu hujjatning ajralmas qismi bo‘lgan ZA ma‘lumotli ilovasiga qarang.

Ushbu standartning oldingi nashridagi muhim o‘zgarishlar A ilovasida batafsil bayon etilgan. "Ushbu hujjat o‘yinchoqlar xavfsizligi bo‘yicha EN 71 seriyali standartlarning uchinchi qismini tashkil qiladi." EN 71, O‘yinchoqlar xavfsizligi quyidagi qismlardan iborat:

- 1-qism: Mexanik va fizik xossalari;
- 2-qism: Yonuvchanlik;
- 3-qism: Ayrim elementlarning ko‘chishi (ushbu hujjat);
- 4-qism: Kimyo va u bilan bog‘liq faoliyat uchun eksperimental to‘plamlar;
- 5-qism: Kimyoviy o‘yinchoqlar (to‘plamlar) tajriba to‘plamlaridan tashqari;
- 7-qism: Barmoq bo‘yoqlari — Talablar va sinov usullari;
- 8-qism: maishiy foydalanish uchun o‘yinchoqlar;
- 9-qism: Organik kimyoviy birikmalar — Talablar;
- 10-qism: Organik kimyoviy birikmalar — Namuna tayyorlash va olish;
- 11-qism: Organik kimyoviy birikmalar — Tahlil usullari;
- 12-qism: N-Nitrosaminlar va N-nitrosa bo‘ladigan moddalar;
- 13-qism: Xushbo‘y stol o‘yinlari, kosmetika to‘plamlari va ta‘mli o‘yinlar;
- 14-qism: maishiy foydalanish uchun trambolinlar.

!O‘yinchoq EN 71-seriyaning yuqoridagi bir nechta qismlariga kiritilganmi yoki yo‘qligini aniqlash va har bir amaldagi standartni shunga mos ravishda qo‘llash standart foydalanuvchisiga bog‘liq. EN 71 seriyasining bir qismidan boshqasiga normativ havolalar odatda alohida qismlarda berilmaydi."

!Izoh 1 EN 71 ning yuqoridagi qismlariga qo‘shimcha ravishda quyidagi texnik hisobotlar nashr etilgan:

- CEN/TR 15071, O‘yinchoqlar xavfsizligi - EN 71 seriyasida foydalanish bo‘yicha ogohlantirishlar va ko‘rsatmalarning milliy tarjimalari; - CEN/TR 15371 (1 va 2-qismlar), O‘yinchoqlar xavfsizligi - Sharhlar;

- CEN/TR 16918, O‘yinchoqlar xavfsizligi - O‘yinchoqlar bilan aloqa qilganda bolalarning og‘zini tutishi;

O'zMSt EN 71-3:2019+A1:2024 (EN 71-3:2019+A1:2021, IDT)
- CEN ISO/TR 8124-8, O'yinchoqlar xavfsizligi - Yoshni aniqlash bo'yicha ko'rsatmalar."

Izoh 2 Kursivdagi so'zlar 3-bandda (Atamalar va ta'riflar) ta'riflangan.

CEN-CENELEC ichki qoidalariga ko'ra, quyidagi mamlakatlarning milliy standartlar tashkilotlari ushbu Evropa standartini amalga oshirishlari shart: Avstriya, Belgiya, Bolgariya, Xorvatiya, Kipr, Chexiya, Daniya, Estoniya, Finlyandiya, Frantsiya, Germaniya, Gretsiya, Vengriya, Islandiya, Irlandiya, Italiya, Latviya, Litva, Lyuksemburg, Malta, Niderlandiya, Norvegiya, Polsha, Portugaliya, Shimoliy Makedoniya Respublikasi, Ruminiya, Serbiya, Slovakiya, Sloveniya, Ispaniya, Shvetsiya, Shveytsariya, Turkiya va Buyuk Britaniya.

Kirish

O'yinchoqlar xavfsizligi direktivasi (2009/48/EC) [1] o'yinchoq materiallarining uchta toifasi uchun maksimal migratsiya chegaralarini belgilaydi. Ba'zi chegara qiymatlari o'zgartirildi (qarang [4, 5, 6, 7]). Muayyan elementlarning migratsiyasi chegaralari kilo-gramm o'yinchoq materialiga milligramda ifodalanadi va 2-jadvalda batafsil bayon etil-gan. Cheklovlarning maqsadi bolalarning ayrim potentsial toksik elementlarga ta'sirini minimallashtirishdir..

O‘yinchoq xavfsizligi. 3-qism: Muayyan elementlarning ko‘chishi

Безопасность игрушек. Часть 3: Миграция определенных элементов

Safety of toys. Part 3: Migration of certain elements

Amalga kiritish sanasi 12.10.2024

1 Qo‘llanish doirasi

Ushbu hujjat alyuminiy, surma, mishyak, bariy, bor, kadmiy, xrom (III), xrom (VI), ko-balt, mis, qo‘rg‘oshin, marganets, simob, nikel, selen, stronsiy, qalayning migratsiya tal-ablari va sinov usullarini belgilaydi. , o‘yinchoq materiallaridan va o‘yinchoq qismlari-dan organik qalay va sink.

Qadoqlash materiallari, agar ular o‘yin qiymatiga ega bo‘lmasa, o‘yinchoqning bir qismi hisoblanmaydi.

Izoh 1 Yevropa Komissiyasining № 2-sonli yo‘riqnomasiga qarang. 12 O‘yinchoqlar - qadoqlash xavfsizligi to‘g‘risidagi direktivani qo‘llash to‘g‘risida [2].

Standart o‘yinchoq materiallarining quyidagi toifalaridan ma’lum elementlarning ko‘chishi uchun talablarni o‘z ichiga oladi:

- I toifa: Quruq, mo‘rt, kukunga o‘xshash yoki egiluvchan materiallar;
- II toifa: Suyuq yoki yopishqoq materiallar;
- III toifa: qirib tashlangan materiallar.

Ushbu hujjatning talablari o‘yinchoqlar yoki o‘yinchoqlarning qismlariga taalluqli emas, ular foydalanish imkoniyati, funktsiyasi, hajmi yoki massasi tufayli so‘rish, yalash yoki yutish yoki o‘yinchoq yoki o‘yinchoqning bir qismi bo‘lganida teri bilan uzoq vaqt aloqa qilish natijasida yuzaga keladigan har qanday xavfni aniq istisno qiladi. bolalarning xulq-atvorini inobatga olgan holda, maqsadli yoki oldindan aytib bo‘ladigan tarzda foy-dalaniladi.

Izoh 2 Ushbu hujjatning maqsadlari uchun quyidagi o‘yinchoqlar va o‘yinchoqlar qismlari uchun o‘yinchoqlarni so‘rish, yalash yoki yutish ehtimoli muhim hisoblanadi (H.2 va H.3 ga qarang):

— Og‘izga yoki og‘izga solish uchun mo‘ljallangan barcha o‘yinchoqlar, o‘yinchoqlar deb tasniflangan kosmetik o‘yinchoqlar va yozuv asboblari so‘rilgan, yalangan yoki yutilgan deb hisoblanishi mumkin;

— 6 yoshgacha bo‘lgan bolalar uchun mo‘ljallangan o‘yinchoqlarning barcha kirish mumkin bo‘lgan qismlari va tarkibiy qismlari og‘iz bo‘shlig‘iga tegib ketgan deb hisoblash mumkin. Kattaroq bolalar uchun mo‘ljallangan o‘yinchoqlar qismlari bilan og‘izga tegish ehtimoli ko‘p hollarda muhim deb hisoblanmaydi (Qarang: H.2).

2 Standartlarga havolalar

Quyidagi hujjatlar matnda shunday atalganki, ularning bir qismi yoki barcha mazmuni ushbu hujjat talablarini tashkil qiladi. Sana ko‘rsatilgan havolalar uchun faqat keltiril-gan nashr amal qiladi. Sana ko‘rsatilmagan havolalar uchun havola qilingan hujjatning so‘nggi nashri (shu jumladan har qanday tuzatishlar) qo‘llaniladi.

3 Atama va ta'riflar

Ushbu hujjatning maqsadlari uchun quyidagi atamalar va ta'riflar qo'llaniladi.

ISO va IEC quyidagi manzillarda standartlashtirishda foydalanish uchun terminologik ma'lumotlar bazasini saqlaydi: • IEC Electropedia: <http://www.electropedia.org/> saytida mavjud.

• ISO Onlayn brauzer platformasi: <http://www.iso.org/obp> saytida mavjud

3.1 asosiy material

qoplamalar hosil bo'lishi yoki yotqizilishi mumkin bo'lgan material

3.2 qoplama

tayanch material ustida hosil bo'lgan yoki yotqizilgan material qatlami, uni qirib tash-lash orqali olib tashlash mumkin

1-izoh: Qoplamalarga bo'yoqlar, laklar, laklar, siyohlar, polimer qoplamalar yoki shunga o'xshash tabiatdagi boshqa moddalar, ular tarkibida metall zar-rachalar bo'ladimi yoki yo'qmi, qo'llash usulidan qat'i nazar, o'z ichiga olishi mumkin.

3.3 qog'oz

Birlik maydoniga massasi 400 g/m dan ortiq bo'lgan tartibsiz aralashgan tolalardan hosil bo'lgan 2 varaq

Birlik maydoniga 400 g/m² massasi bo'lgan tartibsiz aralashgan tolalardan hosil bo'lgan varaq

3.4 qog'oz taxta

1-izoh: muddatli qog'oz taxtasi, shuningdek, umumiy maydon birligi uchun massasi 400 g/m² dan ortiq bo'lgan kartochka yoki karton deb ataladigan materi-allarni ham o'z ichiga oladi.

3.5 qirib tashlash

asosiy materialni hisobga olmaganda, qoplamalarni mexanik ravishda olib tashlash

3.6 o'yinchoq materiali

EN 71-1:2014+A1:2018, 8.10 ga muvofiq aniqlanganidek, o'yinchoqlarda mavjud va foydalanish mumkin bo'lgan material

3.7 namuna

o'yinchoq yoki sinovdan o'tkaziladigan material

3.8 laboratoriya namunasi

namunadan olingan material

4 Talablar

4.1 O'yinchoq materiallari toifalari (H.4 ga qarang)

1-jadvalda umumiy o'yinchoq materiallari va ularning tegishli toifalari ro'yxati mavjud. 1-jadvalda ko'rsatilmagan o'yinchoq materiallari toifalardan biriga kiritilishi kerak.

1-jadval - Kategoriyani aniqlash uchun o'zaro mos yozuvlar jadvali

O'yinchoq materiali	Kategoriya I	Kategoriya II	Kategoriya III
Bo'yoqlar, laklar, laklar, bosma siyohlar, polimerlar,			X

ko'piklar va shunga o'xshash qoplamalar			
Polimer va shunga o'xshash materiallar, shu jumladan laminatlar, to'qimachilik bilan mustahkamlangan yoki mustahkamlanmagan, lekin boshqa to'qimachilik mahsulotlari bundan mustasno			X
Qog'oz va qog'oz taxtasi			X
To'qimachilik, tabiiy yoki sintetik			X
Shisha, keramika, metall materiallar			X
Yog'och, tolali taxta, qattiq taxta, suyak, teri va boshqa qattiq materiallar			X
Siqilgan bo'yoq tabletkalari, iz qoldirish uchun mo'ljallangan materiallar yoki o'yinchoqda xuddi shunday ko'rinadigan qattiq shakldagi shunga o'xshash materiallar (masalan, bo'yash qalamlari, bo'r, rangli qalamlar)	X		
Egiluvchan modellash materiallari, shu jumladan modellash uchun loy va gips	X		
Suyuq bo'yoqlar, shu jumladan barmoqlar bo'yoqlari, laklar, laklar, qalamlardagi suyuq siyoh va o'yinchoqda ko'rinadigan suyuq shakldagi shunga o'xshash materiallar (masalan, shilimshiqlar, qabariq eritmasi)		X	
Yelim tayoqchalari		X	

4.2 Maxsus talablar

4.1-bandga muvofiq tasniflangan o'yinchoq materiallaridan elementlarning migratsiyasi 7-bandga (namuna olish va namuna tayyorlash), 8-bandga (migratsiya tartibi) va 9-bandga (barqarorlashtirish va tahlil qilish) muvofiq sinovdan o'tkazilganda 2-jadvalda keltirilgan migratsiya chegaralaridan oshmasligi kerak. migratsiya yechimlari).

2-jadval - O'yinchoq materiallaridan migratsiya cheklavlari

Element	Kategoriya I (mg/kg)	Kategoriya II (mg/kg)	Kategoriya III (mg/kg)
Alyuminiy	5625 / 2250 ^a	1406 / 560 ^a	70000 / 28130 ^a
Surma	45	11,3	560
Arsenik	3,8	0,9	47

Bariy	1500	375	18750
Bor	1200	300	15000
Kadmiy	1,3	0,3	17
Xrom (III)	37,5	9,4	460
Xrom (VI)	0,02	0,005	0,053
Kobalt	10,5	2,6	130
Mis	622,5	156	7700
Qo'rg'oshin	2,0	0,5	23
Marganets	1200	300	15000
Merkuriy	7,5	1,9	94
Nikel	75	18,8	930
Selen	37,5	9,4	460
Stronsiy	4500	1125	56000
Qalay	15000	3750	180000
Organik qalay	0,9	.0,2	12
Sink	3750	938	46000
<p>A Alyuminiy uchun migratsiya chegaralari Komissiya Direktivasi (Yevropa Ittifoqi) 2019/1922 [19] bilan o'zgartirildi. Yangi chegara qiymatlari (mos ravishda 2 250 mg/kg, 560 mg/kg va 28 130 mg/kg) 2021-05-20 dan boshlab amal qiladi. Bu sanadan oldin chegara qiymatlari 5 625 mg/kg, 1 406 mg/kg va 70 000 mg/kg, mos ravishda qo'llaniladi.</p>			

5 Tamoyil

Eriydigan elementlar o'yinchoq materiallaridan yutib yuborilgandan keyin ma'lum vaqt davomida me'da shirasi bilan aloqada qolgan materialni taqlid qiluvchi sharoitlardan foydalangan holda olinadi. Eriydigan elementlarning konsentratsiyasi uch xil usul bi-lan miqdoriy jihatdan aniqlanadi:

— umumiy elementlarni aniqlash usuli: alyuminiy, surma, mishyak, bariy, bor, kadmiy, xrom, kobalt, mis, qo'rg'oshin, marganets, simob, nikel, selen, stronsiy, qalay va rux;

6 Reaktivlar va apparatlar

EN 71-3:2019+A1:2021 (E)

6.1 Reaktivlar

Tahlil qilish uchun ishlatiladigan barcha reagentlar, shu jumladan suv, analitik darajada bo'lishi kerak yoki agar mavjud bo'lmasa, tahlilni o'tkazish uchun maqbul darajada past darajadagi aralashmalarga ega ekanligi aniqlangan texnik darajadagi reagentlar bo'lishi kerak.

6.1.1 Xlorid kislota eritmasi, $c(\text{HCl}) = (0,07 \pm 0,005) \text{ mol/l}$.

6.1.2 Xlorid kislota eritmasi, $c(\text{HCl}) = (0,14 \pm 0,010) \text{ mol/l}$.

6.1.3 Xlorid kislota eritmasi, $c(\text{HCl}) = \text{taxminan } 1 \text{ mol/l}$.

6.1.4 Xlorid kislota eritmasi, $c(\text{HCl}) = \text{taxminan } 2 \text{ mol/l}$.

6.1.5 Xlorid kislota eritmasi, $c(\text{HCl}) = \text{taxminan } 6 \text{ mol/l}$.

6.1.6 Izooktan, (C_8H_{18}), 99 %.

6.2 Qurilma

Standart laboratoriya jihozlari va quyidagilardan foydalanish kerak.

6.2.1 Ushbu Evropa standarti maqsadlari uchun kalibrlangan va yetarlicha aniq pH o'lchash uchun uskunalar.

Izoh H.10 pH o'lchash uchun uskunalar haqida qo'shimcha ma'lumotlarni o'z ichiga oladi.

6.2.2 Qattiq moddalarni ajratish uchun yuqori tezlikda santrifuj qilishga qodir santrifuj (H.8 ga qarang).

6.2.3 A aralashmani $(37 \pm 2)^\circ \text{S}$ haroratda aralashtirish uchun vositadir.

Migratsiya eritmasini namunaga nisbatan doimiy harakatda ushlab turishga qodir bo'lgan orbital yoki chiziqli silkituvchi yoki chayqaladigan suv hammomi.

6.2.4 Xlorid kislotasi ekstrakti hajmining 1,6 baravaridan 5,0 barobarigacha bo'lgan yalpi hajmdagi plastik idishlar.

6.2.5 Yuqori ushlab turuvchi filtr qog'ozi, kulsiz filtr qog'ozi, suyuqliklarda zarracha-larni ushlab turish 2,5 mkm.

6.2.6 Teshik o'lchamlari 0,45 mkm va 0,02 mkm bo'lgan membranali filtrlar.

0,45 mkm filtr uchun tsellyuloza asetat membranasidan tayyorlangan shpritsli filtrlar tavsiya etiladi.

7 Namuna olish va namuna tayyorlash

7.1 Sinov qismlarini tanlash

Sinov uchun namuna sotiladigan shakldagi bitta o'yinchoqdan iborat bo'lishi kerak. Si-nov qismlari bitta o'yinchoq namunasining o'yinchoq materiallaridan olinishi kerak. O'yinchoqdagi bir xil materiallar birlashtirilishi va bitta sinov qismi sifatida ko'rib chiqilishi mumkin, ammo qo'shimcha o'yinchoq namunalari kattaroq sinov qismlarini tayyorlash uchun ishlatilmasligi kerak. Sinov qismlari har bir o'yinchoq materialining har bir rangidan olinadi. Sinov qismlari bir nechta o'yinchoq materialidan yoki rangdan iborat bo'lishi mumkin, faqat diskret namunalarni jismoniy jihatdan ajratib bo'lmaydi-gan hollarda, masalan. nuqtali bosma, naqshli to'qimachilik, ko'p rangli bosma yuzalar va boshqalar. Bunday sinov qismlari butun materialni ifodalashi kerak.

Izoh Ushbu talab material va u yotqizilgan har qanday asosiy materialni ifodalovchi si-nov qismlarini tayyorlashga to'sqinlik qilmaydi.

0,010 g dan kam miqdorda mavjud bo'lgan o'yinchoq materiallarini tahlil qilish talab qilinmaydi (H.5 ga qarang).

Yuqoridagilar o'yinchoq materiallarini o'yinchoq (xom ashyo) ishlab chiqarish uchun ishlatishdan oldin sinovdan o'tkazishga to'sqinlik qilmaydi. Bunday hollarda, ishlab chiqarish jarayoni o'yinchoq materiallaridan elementlarning migratsiyasiga ta'sir qilmasligini ta'minlash uchun baholanishi kerak.

7.2 Namuna tayyorlash

7.2.1 Umumiy

Tegishli bo'sh eritmalar kerak bo'lganda tegishli tuzatishlar kiritilishi uchun tahlil qilinishi kerak (masalan, reagentlar va materiallarning ifloslanishi). Agar bo'sh natija labora-toriya hisobot bermoqchi bo'lgan eng past qiymatning yarmidan oshsa (laboratoriya hisobotining chegarasi) kamida ikkita bo'sh eritma tahlil qilinadi va analitik natija blanka eritmalarining o'rtacha qiymati bilan tuzatiladi.

7.2.2 Namuna olish

Iloji bo'lsa, 3-jadvalda ko'rsatilgan namuna olish usulidan foydalangan holda labora-toriya namunasining har bir o'yinchoq materialidan kamida 0,100 g sinov qismini oling.

3-jadval — Namuna olish usullari

O'yinchoq materiali	Kategoriya (Jadval 1)	Namuna olish usuli
Suyuq bo'yoqlar, shu jumladan barmoqlar bo'yoqlari, laklar, laklar, ruchkalardagi suyuq siyoh va o'yinchoqlarda ko'rinadigan suyuq shakldagi shunga o'xshash materiallar (masalan, shilimshiqlar, pufak eritmaları)	II	Laboratoriya namunasini aralashtiramiz. Qalamlardagi siyohni aralashtirishdan oldin ruchkani to'ldirishdan olib tashlash kerak.
Bo'yoqlar, laklar, laklar, bosma siyohlar, polimerlar, ko'piklar va shunga o'xshash qoplamalar	III	Izoh 1 Bo'yoq, lak, lak, bosma siyoh, yopishtiruvchi yoki shunga o'xshash materiallar bilan qoplangan qog'oz yoki qog'oz karton namunasi ushbu namuna olish usuliga taalluqli emas, balki qog'oz yoki qog'oz karton uchun namuna olish usuliga muvofiq ishlov beriladi. Asosiy materialning qo'shilishiga yo'l qo'ymaslik uchun xona haroratida qirib tashlash orqali labora-toriya namunasidan qoplamani olib tashlang. Taxminan 0,5 mm zarrachalarni oling. Vizual o'lchamlarni taqqoslash uchun oldindan tayyorlangan materiallardan foydalanish tavsiya etiladi (D ilovasiga qarang). Qalin yoki olib tashlash qiyin bo'lgan qatlam (masalan, egiluvchan yoki plastiklashtirilgan qatlamlar) bo'lsa, qoplamani kesib tashlash va polimer material sifatida sinab ko'rish mumkin. Polimer bo'lmagan asosiy materialga yotqizilgan qoplamalar uchun qoplamani yumshatish va uni asosdan olib tashlashga yordam berish

		<p>uchun aseton/etanol (1:1) aralashmasi, metilen-xlorid yoki tetrahidrofuran kabi bir necha tomchi erituvchi qo'shishga ruxsat beriladi. Agar erituvchi ishlatilsa, migratsiyadan oldin faqat bug'lanish yo'li bilan erituvchi izlarini olib tashlang. Agar erituvchilardan foydalanish elementning qoplamadan ko'chishiga ta'sir qilishi mumkin bo'lgan belgilar mavjud bo'lsa, bu protsedura qo'llanilmaydi.</p> <p>Izoh 2 Plastmassa materiallardan tayyorlangan qirib tashlash asboblardan foydalanish, erituvchini qo'llashdan keyin asosiy materialni olib tashlashning oldini olishga yordam beradi.</p> <p>Ushbu hal qiluvchi yordami bilan qo'llaniladigan protsedura oldingi yuqori natijalarni tekshirish uchun ishlatilishi mumkin, bu qoplamaning tagida yirtilgan asosiy materiallardan elementlarning chiqishi natijasida yuzaga kelgan bo'lishi mumkin, masalan. ruxni o'z ichiga olgan asosiy materialdan qirib tashlangan qoplamadan sinkning yuqori chiqishi.</p>
Qog'oz va qog'oz taxtasi	III	<p>Tegishli asboblarda yordamida laboratoriya namunasini kesib, sinov qismini tayyorlang. Toza kesilgan qirralarning hosil bo'lishiga e'tibor bering. Sinov qismlarining har bir o'lchami imkon qadar 6 mm ga yaqin bo'lishi kerak (H.6 ga qarang). Vizual o'lchamlarni taqqoslash uchun oldindan tayyorlangan materiallardan foydalanish tavsiya etiladi (D ilovasiga qarang). Agar qog'oz yoki qog'oz karton namunasi uning yuzasiga bo'yoq, lak, lak, bosma siyoh, yopishtiruvchi yoki shunga o'xshash materialga ega bo'lsa, qoplamaning sinov qismlari alohida olinmaydi. Bunday holatlarda sinov qismlari o'yinchoq materialidan olinishi kerak, shunda ular qoplangan maydonning vakillik qismlarini ham o'z ichiga oladi.</p>
O'yinchoqlar va olinadigan komponentlar, shisha, keramika va metall materiallarni o'z ichiga olgan kichik qismlar tsilindrga (qarang. EN 71-1:2014+A1:2018,8.2).	III	<p>Migratsiya protsedurasini butun komponentga, shu jumladan har qanday qoplamaga qo'llang. Qoplamalari tahlil qilish uchun olib tashlangan komponentlar ishlatilmaydi. Alohida o'zgarmagan komponentdan foydalanish kerak.</p>
Siqilgan bo'yoq tabletkalari, iz qoldirish uchun mo'ljallangan materiallar yoki o'yinchoqda xuddi shunday ko'rinadigan qattiq shakldagi shunga o'xshash materiallar (masalan, bo'yash qalamlari, bo'r,	I	<p>Tegishli asboblarda yordamida laboratoriya namunasini kesib, sinov qismini tayyorlang. Toza kesilgan qirralarni hosil qilish uchun ehtiyot bo'ling. Sinov qismlarining har bir o'lchami imkon qadar 6 mm ga yaqin bo'lishi</p>

rangli qalamlar)		kerak (H.6 ga qarang). Vizual o'lcham uchun tayyorlangan materiallardan foydalanish taqqoslash tavsiya etiladi (D ilovasiga qarang)
Egiluvchan modellash materiallari, shu jumladan modellash uchun loy va gips.	I	
Yelim tayoqchalari	II	
Polimer va shunga o'xshash materiallar, shu jumladan laminatlar, to'qimachilik bilan mustahkamlangan yoki mustahkamlanmagan, ammo boshqa to'qimachilik mahsulotlari bundan mustasno.	III	
To'qimachilik, tabiiy yoki sintetik, shu jumladan to'qimachilik iplari	III	
Yog'och, tolali taxta, qattiq taxta, suyak, teri va boshqa qattiq materiallar.	III	

Izoh: Kichkina tsilindrda to'g'ri kelmaydigan o'yinchoq materiallari yoki shisha, keramika va metall o'yinchoq komponentlari uchun namuna olish tartibi belgilanmagan, chunki ular ushbu Evropa standarti doirasiga kirmaydi. Kirish qiyin bo'lgan materiallar-dan va yutib bo'lmaydigan kattaroq qattiq qismlardan ma'lum elementlarga ta'sir qilish muhim hisoblanmaydi.

Agar 0,1 g yoki undan ortiq sinov qismini olishning iloji bo'lmasa, sinov qismi 0,010 g dan ortiq massadagi namunada mavjud bo'lgan har bir o'yinchoq materialidan olinishi kerak. Agar olingan sinov qismining og'irligi 0,010 g dan 0,100 g gacha bo'lsa, bu hisobotda ko'rsatilishi kerak (12-band h) ga qarang). Bunday holda analitik natijalar 0,100 g sinov qismi ishlatilgandek hisoblanishi kerak ($W_{tp} = 0,100 \text{ g}$, H.5 ga qarang).

7.2.3 Dewaxing (Qarang: H.11)

7.2.3.1 Umumiy

Sinov qismida yog', moy, mum yoki shunga o'xshash materiallar mavjudligi haqida belgilar mavjud bo'lsa, sinov qismini 7.2.3.2 ga muvofiq dewakslash.

0,07 mol/l HCLda tarqatilishi mumkin bo'lgan II toifadagi sinov qismlari mumsizlantirilmasligi kerak. Organik qalayni tahlil qilish uchun tayyorlangan sinov qismlarida mumni tozalash amalga oshirilmaydi.

Izoh Yog', moy, mum yoki shunga o'xshash materiallarni o'z ichiga olgan ma'lum turdagi namunalar mavjud. Qaysi namunalarda mum borligi va shuning uchun ularni mumsizlantirish kerakligi haqida ko'proq ma'lumot olish uchun H.11 ga qarang.

7.2.3.2 Dewaxing protsedurasi

Mumni tozalash jarayonida sinov qismini yo'qotish xavfisiz imkon qadar kichik bo'lishi kerak bo'lgan yuqori ushlab turuvchi filtr qog'ozidan foydalaning (6.2.5 ga qarang). Sinov qismini filtr qog'oziga (W_{tp}) 0,001 g aniqlikda torting. Sinov natijalarini hisoblash uchun sinov qismining ushbu massasidan foydalaning. Yog', moy, mum yoki shunga o'xshash materiallarni o'z ichiga olgan II toifali namunalar uchun sinov qismini $(37 \pm 2)^\circ \text{C}$ da taxminan 4 soat quriting. Sinov qismini yo'qotmasdan yopish uchun filtr qog'ozini ehtiyotkorlik

O'zMSSt EN 71-3:2019+A1:2024 (EN 71-3:2019+A1:2021, IDT) bilan katlayin. Filtr qog'ozini Soxhlet ekstraktorining teshigiga soling. Ekstraktorning qaynab turgan kolbasiga uskunaga mos keladigan miqdorda izooktan qo'shing va kamida 60 daqiqa davomida soatiga 10 dan kam bo'lmagan qaytarilish davri bilan ekstrakt qiling. Agar 60 daqiqadan so'ng yog', moy, mum yoki shunga o'xshash materiallar qoldiqlari belgilari bo'lsa, kerak bo'lganda ekstraktsiyani davom ettiring.

Ekstraktsiyadan so'ng, qoldiq erituvchini olib tashlash uchun mumsizlangan sinov qismini o'z ichiga olgan buklangan filtr qog'ozini taxminan 1 soat davomida $(80 \pm 2)^\circ \text{C}$ da quriting. Quritilgan filtr qog'oz paketini 0,001 g (Wfp) aniqlikda torting. Migratsiya protsedurasida foydalanilgan suv hajmini va 0,14 mol/l HCl ni hisoblash uchun Wfp dan foydalaning (8.1.2.1, moy, moy, mum yoki shunga o'xshash materiallarni o'z ichiga olgan namunalari).

Demsizlantirish bosqichidan foydalanish haqida xabar berilishi kerak (12-band h) ga qarang).

8 Migratsiya metodologiyasi

8.1 Migratsiya sinovidan oldin sinov qismlarini tayyorlash

8.1.1 Umumiy

Quyidagi kichik bandlar uchun suv va xlorid kislotasi eritmasining zichligi 1,0 g/ml deb qabul qilinishi mumkin va eritmalar 0,05 ml ga aniqlikdagi tegishli dispenserlar yordamida hajmli qo'shilishi mumkin.

Natijalarni hisoblash uchun qo'shilgan simulyatorning hajmi (V) yozilishi kerak.

8.1.2 I toifa: Quruq, mo'rt, kukunga o'xshash yoki egiluvchan materiallar va II toifa: Suyuq yoki yopishqoq materiallar

8.1.2.1 Yog ', moy, mum yoki shunga o'xshash materiallarni o'z ichiga olgan namunalari

Demsizlantirishdan so'ng (7.2.3-bandga qarang) filtr qog'ozini bo'lgan tegishli o'lchamdagi idishga (6.2.4-bandga qarang) 0,05 g Wfp \times 25 suvni $(22 \pm 3)^\circ \text{C}$ da torting.

Tegishli mexanik vositalardan (masalan, shisha tayoqcha, pestle yoki shunga o'xshash asbobdan) foydalanib, suvda mumsizlangan sinov qismini o'z ichiga olgan filtr qog'ozini bir hil holga keltiring.

0,05 g Wfp \times 25 0,14 mol/l xlorid kislota eritmasidan (6.1.2 ga qarang) $(22 \pm 3)^\circ \text{C}$ da qo'shing va aralashtiring.

8.2 (pH moslamasi) da ko'rsatilgan tegishli pH sozlash protsedurasi bilan kechiktirmasdan davom eting.

8.1.2.2 Yog ', moy, mum yoki shunga o'xshash materiallardan iborat bo'lmagan namunalari

Sinov qismini mos o'lchamdagi idishga 0,001 g (Wtp) aniqlikda torting (6.2.4 ga qarang). 0,05 g Wtp \times 50 0,07 mol/l HCl (6.1.1 ga qarang) suvli eritmasidan $(22 \pm 3)^\circ \text{C}$ da qo'shing.

0,010 g dan 0,100 g gacha bo'lgan sinov qismlari uchun $(22 \pm 3)^\circ \text{C}$ da 5,0 ml 0,07 mol/l HCl (6.1.1 ga qarang) qo'shing.

8.2 (pH moslamasi) da ko'rsatilgan tegishli pH sozlash protsedurasi bilan kechiktirmasdan davom eting.

8.1.3 III toifa: Olib tashlangan materiallar

8.1.3.1 Shisha, keramika va metall materiallar

O'yinchoq yoki komponentni nominal balandligi 60 mm va nominal diametri 40 mm bo'lgan 50 ml li idishga 0,001 g (Vtp) aniqlikda torting.

O'yinchoq yoki komponentni qoplash uchun yetarli miqdorda 0,07 mol/l HCl (6.1.1 ga qarang) $(22 \pm 3) ^\circ\text{C}$ suvli eritmasini qo'shing.

Izoh Ushbu konteyner o'lchamida silindrning kichik qismlariga mos keladigan komponentlar/o'yinchoqlar bo'lishi mumkin.

8.2 (pH moslamasi) da ko'rsatilgan tegishli pH sozlash protsedurasi bilan kechiktirmasdan davom eting.

8.1.3.2 Qog'oz va qog'ozli karton

Sinov qismini mos o'lchamdagi idishga 0,001 g (Wtp) aniqlikda torting (6.2.4 ga qarang). $(22 \pm 3) ^\circ\text{C}$ da 0,05 g $V_t \times 25$ g suv qo'shing.

Tegishli mexanik vositalardan (masalan, shisha tayoqcha, pestle yoki shunga o'xshash asbob) foydalanib, sinov qismini suvda bir hil holga keltiring.

0,05 g $V_t \times 25$ g 0,14 mol/l xlorid kislota eritmasidan (6.1.2 ga qarang) $(22 \pm 3) ^\circ\text{C}$ da qo'shing va aralashtiring.

8.2 (pH moslamasi) da ko'rsatilgan tegishli pH sozlash protsedurasi bilan kechiktirmasdan davom eting.

8.1.3.3 Boshqa materiallar

Sinov qismini mos o'lchamdagi idishga 0,001 g (Wtp) aniqlikda torting (6.2.4 ga qarang). $(22 \pm 3) ^\circ\text{C}$ da 0,07 mol/l HCl (6.1.1 ga qarang) ning 0,05 g $V_t \times 50$ g suvli eritmasidan eng yaqin masofada qo'shing.

0,010 g dan 0,100 g gacha bo'lgan sinov qismlari uchun $(22 \pm 3) ^\circ\text{C}$ da 5,0 ml 0,07 mol/l HCl (6.1.1 ga qarang) qo'shing.

8.2 (pH moslamasi) da ko'rsatilgan tegishli pH sozlash protsedurasi bilan kechiktirmasdan davom eting.

8,2 pH sozlanishi (H.10 ga qarang)

8.2.1 Umumiy

Migratsiya jarayonini boshlashdan oldin pH ni quyidagida ko'rsatilganidek sozlang:

- 8.2.2 (pH sozlamalari - o'yinchoq materialining buferlash ta'siri yo'q), agar sinov qismida ishqoriy/buferlash materiallarining katta miqdori bo'lishi kutilmasa; yoki

- 8.2.3 (pHni sozlash - o'yinchoq materialining buferlash ta'siri), agar sinov qismida ishqoriy/buferlash materiallarining katta miqdori bo'lishi kutilsa.

Yaqin pH nazorati eng muhim bo'lgan namunalar turlariga bo'r, barmoq bo'yoqlari, rangli qalamlar, pigmentlar, bo'yoqlar, qattiq bo'yoq tabletkalari va xususan, qog'oz va qog'ozli karton kiradi.

Sinov qismlarining har bir partiyasi uchun (ya'ni, bir vaqtning o'zida migratsiya protsedurasi orqali olingan sinov qismlari) pH nazoratini tekshirish o'lchovi partiya ichidagi har bir material turidan kamida bitta eritmada amalga oshirilishi kerak. Agar o'lchangan pH 1,10 dan kam yoki 1,30 dan yuqori bo'lsa, ushbu turdagi sinov qismlari uchun partiyadagi qolgan eritmalar ham tekshirilishi kerak.

8.2.2 pH sozlamalari - o'yinchoq materiali tomonidan buferlash ta'siri yo'q

8.2.2.1 8.1 ning tegishli kichik bandida ko'rsatilganidek suyultirilgan xlorid kislota qo'shilgandan so'ng (migratsiya sinovidan oldin sinov qismlarini tayyorlash), tarkibni aralashtirish uchun aralashmani taxminan 1 daqiqa davomida sekin silkiting.

8.2.2.2 Aralashmaning pH qiymatini $(22 \pm 3) ^\circ\text{C}$ da o'lchang.

8.2.2.3 Agar pH 1,30 dan yuqori bo'lsa, pH ga qadar aralashtirib, tomchilab 2 mol/l HCl qo'shing (6.1.4 ga qarang).

1,10 dan 1,30 oralig'ida. Migratsiya bosqichlariga o'ting (8.3, migratsiya tartibiga qarang).

8.2.3 pH sozlanishi - o'yinchoq materiali bilan buferlash effekti

8.2.3.1 Tarkibni aralashtirish uchun aralashmani sekin silkiting.

8.2.3.2 Aralashmaning (22 ± 3) °C da 5+2 daqiqa turishiga ruxsat bering. 0

8.2.3.3 Aralashmaning pH qiymatini (22 ± 3) °C (pHa) da o'lchang.

Agar pHa 1,10 - 1,20 oralig'ida bo'lsa, migratsiya protsedurasiga o'ting (8.3, migratsiya protsedurasi). Agar pHa 1,20 dan yuqori bo'lsa, 6 mol/l HCl (6.1.5 ga qarang) tomchilab qo'shing va pH qiymati belgilangan chegaraga yetguncha aralashtiring.

diapazon 1,10 – 1,20.

8.2.3.4 Aralashmaning (22 ± 3) °C da 5+2 daqiqa turishiga ruxsat bering.

8.2.3.5 Aralashmaning pH qiymatini (22 ± 3) °C (pHb) da o'lchang.

Agar pHb 1,10 - 1,20 oralig'ida bo'lsa, migratsiya protsedurasiga o'ting (8.3, ko'chirish tartibi).

Agar pHb 1,20 dan yuqori bo'lsa, pH qiymati belgilangan chegarada bo'lguncha aralashtirib, tomchilab 6 mol/l HCl qo'shing (6.1.5 ga qarang).

diapazon 1,10 – 1,20.

8.2.3.6 Aralashmaning (22 ± 3) °C da 10+2 daqiqa turishiga ruxsat bering.

8.2.3.7 Aralashmaning pH qiymatini (22 ± 3) °C (pHc) da o'lchang.

Agar pHc 1,10 - 1,20 oralig'ida bo'lsa, migratsiya protsedurasiga o'ting (8.3, migratsiya tartibi).

Agar pHc 1,20 dan yuqori bo'lsa, 6 mol/l HCl (6.1.5 ga qarang) tomchilab qo'shing, shu bilan birga pH qiymati belgilangan chegarada bo'lguncha aralashtiring.

diapazon 1,10 - 1,20.

8.2.3.8 Aralashmaning (22 ± 3) °C da 10+2 daqiqa turishiga ruxsat bering.

8.2.3.9 Aralashmaning pH qiymatini (22 ± 3) °C (pHd) da o'lchang.

Agar pHd 1,10 - 1,20 oralig'ida bo'lsa, migratsiya protsedurasiga o'ting (8.3, migratsiya tartibi).

Agar pHd 1,20 dan yuqori bo'lsa, pH 1,10 - 1,20 oralig'ida bo'lgunga qadar aralashtirib, tomchilab 6 mol/l HCl (6.1.5 ga qarang) qo'shing. Keyin migratsiya protsedurasiga o'ting (8.3, migratsiya tartibi).

8.3 Migratsiya tartibi

8.3.1 Migratsiya

8.3.1.1 Migratsiya shartlari

Shisha, keramika va metall materiallar uchun idishni yoping va tarkibini turishiga ruxsat bering (37 ± 2) °C da 120+10 min. Boshqa barcha materiallar uchun idishni yoping (6.2.4 ga qarang) va aralashmani (37 ± 2) °C da 60 ga aralashtiramiz.min (150 ± 10) min tezlik bilan. Ajitasyonni to'xtating va idishlarni yana bir muddat turish uchun qoldiring

8.3.1.2 Migratsiyadan keyin pH nazorati (H.10 ga qarang)

Migratsiyani tugatgandan so'ng, migratsiya jarayoni davomida to'g'ri pH darajasi saqlanib qolganligiga ishonch hosil qilish uchun pH darajasi tekshirilishi kerak. Agar ba'zi materiallar (masalan, plastmassa) uchun pH o'zgarishi yo'qligini ko'rsatish mumkin bo'lsa, migratsiyadan keyin ushbu material uchun pHni nazorat qilish shart emas.

8.2.2 ga muvofiq sozlangan pH qiymati 1,10 dan kam yoki 1,30 dan yuqori bo'lgan mi-gratsiya eritmalari (pH sozlamalari - o'yinchoq materialining buferlash ta'siri yo'q) tashlanishi va yangi sinov qismi migratsiya yordamida tahlil qilinishi kerak. yuqori buferlash qobiliyatiga ega bo'lgan o'yinchoq materiallari uchun protsedura (8.2.3 ga qarang, pH sozlamalari - o'yinchoq materiali bilan buferlash effekti).

8.2.3 ga muvofiq sozlangan pH 1,10 dan kam yoki 1,30 dan yuqori bo'lgan migratsiya eritmalari uchun (pHni sozlash - o'yinchoq materialining buferlash ta'siri) mi-gratsiyadan keyin o'lchangan pH sinov hisobotida ko'rsatilishi kerak.

Partiyadagi har bir turdagi materialdan bitta eritma uchun pH nazoratini tekshirish kifoya. Agar o'lchangan pH 1,10 dan kam yoki 1,30 dan yuqori bo'lsa, ushbu turdagi sinov qismlari uchun partiyadagi qolgan eritmalar ham tekshirilishi kerak.

8.3.2.1 Umumiy

Kechiktirmasdan qattiq moddani 0,45 mkm bo'lgan teshik o'lchamli membranali filtr or-qali filtrlash orqali eritmada ajrating (6.2.6-bandga qarang). Agar filtrlash juda sekin bo'lsa, filtrlashdan oldin zarrachalarni olib tashlash uchun santrifujlash (H.8 ga qarang) ishlatilishi mumkin.

Yuqori mis ko'rsatkichlari bo'yicha alohida tashvishlar uchun 8.3.2.2 ga qarang (mis chegara qiymatidan oshib ketgan namunalar).

8.3.2.2 Mis chegara qiymatidan oshib ketgan namunalar

Ba'zi kamdan-kam hollarda misning erimaydigan zarrachalari (odatda, masalan, Tyndall nuri yoki ko'k yoki yashil rangli filtrat bilan ko'rsatilgan) tufayli yuqori mis natijalarini olish mumkin. Mis uchun migratsiya chegaralari oshib ketganda, ko'chish va filtrlash bosqichlarini 0,02 mikron gozenek o'lchamiga ega bo'lgan membrana filtri (6.2.6 ga qarang) yordamida takrorlang. Migratsiya aralashmasini santrifuj qilish tavsiya etiladi (H.8 ga qarang) va 0,02 mkm filtr bilan yakuniy filtrlashdan oldin uni 0,45 mkm filtr bilan filtrlash, erimaydigan mis zarralarini olib tashlash uchun.

Ushbu hujjat Yevropa Komissiyasi va Yevropa erkin savdo assotsiatsiyasi tomonidan CENga berilgan M/445 mandati asosida tayyorlangan va Yevropa Ittifoqi 2009/48/EC direktivasining muhim talablarini qo'llab-quvvatlaydi.

2009/48/EC Yevropa Ittifoqi Direktivi bilan aloqalar uchun ushbu hujjatning ajralmas qismi bo'lgan ZA ma'lumotli ilovasiga qarang.

9 Migratsiya yechimlarini barqarorlashtirish va tahlil qilish

9.1 Umumiy

9.2 dan 9.4 gacha ko'rsatilgan usullarning har biri tayyorlangan migratsiya eritmasining ma'lum hajmini talab qiladi (8.3, migratsiya tartibiga qarang). Umumiy elementlarni tahlil qilish uchun taxminan 4 ml, Xrom (VI) tahlili uchun kamida 2 ml va organik qalay tahlili uchun taxminan 5 ml talab qilinadi.

Tahlillar uchun yetarli hajmni ta'minlash uchun migratsiya eritmalarini suyultirish maqbul bo'lsa-da, buni aniq va laboratoriyaning aniqlash chegarasi va boshqa tahliliy sifat parametrlarini buzmasdan bajarishga e'tibor berish kerak.

9.2 Umumiy elementlar

Agar migratsiya eritmalari (8.3-bandga qarang, ko'chirish tartibi) tahlildan oldin 24 soatdan ko'proq vaqt davomida saqlanishi kerak bo'lsa, ular tegishli miqdorda xlorid kislota

O'zMSt EN 71-3:2019+A1:2024 (EN 71-3:2019+A1:2021, IDT) qo'shilishi bilan barqarorlashtirilishi kerak, shunda saqlangan eritmaning HCl konsentratsiyasi taxminan 1 bo'ladi. mol/l.

E ilovasiga muvofiq migratsiya yechimini tahlil qiling.

Tahlil qilishning muqobil usullari yoki ushbu Evropa standarti usullariga o'zgartirishlar, agar ular E-ilovada ko'rsatilgan usullarning hech bo'lmaganda aniqligi va aniqligiga erishishga qodir bo'lsa, qabul qilinadi. Har qanday muqobil usullar yoki o'zgartirishlarning sezgirligi yetarli bo'lishi kerak va ular erishilgan natijalar ushbu hujjatdagi usullarga teng ekanligini ko'rsatish uchun tasdiqlangan. Xususan, miqdor chegaralari (LOQ) 2-jadvalda ko'rsatilgan tegishli chegara qiymatlarining 50% dan oshmasligi kerak.

Izoh Tajriba shuni ko'rsatadiki, ICP-OES yordamida aniqlash III toifadagi o'yinchoq materiallari uchun mos keladi.

9.3 Xrom (VI)

F.4 ga binoan migratsiya eritmasini kechiktirmasdan zararsizlantiring (8.3, migratsiya tartibiga qarang). Neytrallashtirishdan keyin eritma kamida 4 soat davomida barqaror bo'ladi.

Muqobil tahlil usullari yoki ushbu Evropa standartidagi usullarga o'zgartirishlar kiritish, agar ular hech bo'lmaganda F-ilovada ko'rsatilgan usullarning aniqligi va aniqligiga erishishga qodir bo'lsa, qabul qilinadi. Har qanday muqobil usullar yoki o'zgartirishlarning sezgirligi adekvat bo'lishi kerak va ular erishilgan natijalar ushbu Evropa standartidagi usullarga teng ekanligini ko'rsatish uchun tasdiqlangan. Xususan, miqdor chegaralari (LOQ) 2-jadvalda ko'rsatilgan tegishli chegara qiymatlarining 50% dan oshmasligi kerak.

Izoh Tajriba shuni ko'rsatdiki, ustundan keyingi derivatizatsiya va UV/VIS aniqlash bilan IC yordamida aniqlash III toifadagi o'yinchoq materiallari uchun mos keladi.

9.4 Organik qalay

Migratsiya yechimi (migratsiya tartibi, 8.3-bandga qarang) G ilovasiga muvofiq imkon qadar tezroq, yaxshisi 24 soat ichida tahlil qilinishi kerak.

Tahlil qilishning muqobil usullari yoki ushbu Evropa standartidagi usullarga o'zgartirishlar, agar ular hech bo'lmaganda G ilovasida tasvirlangan usullarning aniqligi va aniqligiga erisha oladigan bo'lsa, qabul qilinadi. Har qanday muqobil usullar yoki o'zgartirishlarning sezgirligi adekvat bo'lishi kerak va ular erishilgan natijalar ushbu standartdagi usullarga ekvivalent ekanligini ko'rsatish uchun tasdiqlangan. Xususan, alohida organik qalay birikmalarining miqdoriy chegaralari (LOQ) 2-jadvalda ko'rsatilgan organik qalay chegaraviy qiymatlarining taxminan 15% dan oshmasligi kerak.

10 Natijalarni hisoblash

10.1 Migratsiyani hisoblash

10.1.1 Umumiy

O'yinchoq materialidan elementlarning migratsiyasini quyidagicha hisoblang:

- E.5 umumiy elementlar uchun (alyuminiy, surma, mishyak, bariy, bor, kadmiy, xrom, bu yerda:

Kobalt, mis, qo'rg'oshin, marganets, simob, nikel, selen, stronsiy, qalay va rux);

— Xrom (VI) uchun F.6;

- G.6 organik qalay uchun.

10.1.2 Xromni hisoblash (III)

Xrom (III) quyidagi formula bo'yicha hisoblanadi:

$$C = C_{\text{C}} - (1)$$

Cr(III) Cr(jami) Cr(VI)

C CCr(III)

CCr(jami) Cr(VI)

xrom (III) konsentratsiyasi, mg/kg;

xrom konsentratsiyasi (barcha shakllar), mg/kg; xrom (VI) ning mg/kg konsentratsiyasi.

Izoh Xrom (VI) konsentratsiyasi ko'p hollarda umumiy konsentratsiyaning 2% dan past bo'ladi va odatda (1) formulada e'tibordan chetda qolishi mumkin.

10.2 Natijalarni talqin qilish

Namunalarning migratsiya chegarasi talablariga mos kelishi yoki mos kelmasligini baholashda tahliliy natijalar 11-banddagi ma'lumotlardan foydalangan holda talqin qilinishi kerak (usulning ishlashi).

Oddiy analitik sifatni ta'minlash choralari muvofiq, laboratoriyalar o'zlarining usullar samaradorligi ma'lumotlarini, shu jumladan o'lchov noaniqligini aniqlashlari kerak (11-modda, usul samaradorligi va C ilovasiga qarang).

Izoh Eurachem Guides [8, 9] o'lchov noaniqligini baholash va muvofiqlikni baholash bilan bog'liq holda analitik natijalarni talqin qilish uchun o'lchov noaniqligini qanday ishlatish bo'yicha ko'rsatmalar beradi.

11 Usulning ishlashi

11.1 Takroriylik va takrorlanuvchanlik

4-jadval, 5-jadval va 6-jadvalda 2017-yil sentabr oyida o'tkazilgan laboratoriyalararo taqqoslash natijalari ko'rsatilgan.

4-jadval - Umumiy elementlar uchun laboratoriyalararo taqqoslash natijalari

Element	Material kategoriy	Material Raqami	I ^b	n ^c	X ^d mg/kg	CV _R ^e %	CV _r ^f %	CV _f ^g %
Al	I	1	18	17	7122	7,6	2,7	5,7
Al	II	5	18	16	133,8	6,2	3,6	5,6
B	II	4	18	15	303,7	10,3	3,0	5,8
As	I	1	18	17	3,74	12,6	5,8	9,5
As	II	6	17	16	0,958	13,5	7,9	5,8
Cd	III	12	18	17	26,2	12,1	2,0	5,9
Ba	II	5	18	16	363,4	6,4	2,5	4,7
Ba	III	13	15	13	5021	18,7	6,4	8,2

Co	III	12	18	17	223,4	10,8	2,9	5,0
Cr(III)	I	1	18	16	37,3	7,4	2,7	6,1
Cr(III)	II	9	18	17	7,25	8,0	2,4	5,8
Cr(III)	III	12	18	16	1110	17,6	3,5	8,0
Cu	I	1	18	17	767,3	11,5	3,6	7,4
Cu	II	4	18	16	156,5	5,8	2,5	4,8
Hg	II	6	17	16	1,23	23,4	7,5	13,1
Mn	I	2	18	15	1676	10,2	2,5	6,4
Mn	II	4	18	16	301	6,2	3,4	4,2
Ni	III	11	15	12	1688	19,8	2,3	7,1
Pb	III	11	15	12	35,8	20,6	3,2	8,5
Pb	I	2	18	16	2,11	15,7	6,4	9,2
Pb	II	6	18	15	0,613	19,8	5,4	8,7
Sb	III	12	18	16	712,7	33,9	3,3	19,8
Se	II	6	18	16	9,53	8,5	4,1	7,7
Sn	III	13	15	14	2864	47,7	9,9	13,5
Sr	III	12	18	16	10017	10,3	2,2	6,7
Sr	I	2	18	16	5310	14,8	2,3	5,6
Zn	III	12	18	15	9236	12,4	1,9	9,4
Zn	II	4	18	16	108,6	16,1	10,0	11,1

Laboratoriyalararo taqqoslashda ishlatiladigan materiallar haqida ko'proq ma'lumot olish uchun B.2 ga qarang. 1 - ushbu parametr bo'yicha natijalarni bildiruvchi laboratoriyalar soni.

n - chet ko'rsatkichlar olib tashlanganidan keyin statistik hisob-kitoblarda qo'llaniladigan natijalar soni. x - qabul qilingan natijalarning o'rtacha qiymati.

CVR - takrorlanuvchanlikning o'zgaruvchanlik koeffitsienti.

CVr - takrorlanuvchanlikning o'zgarish koeffitsienti (takroriy o'lchovlar orasidagi nisbiy tarqalishni ko'rsatuvchi)

xuddi shu migratsiyadan).

CVi - nisbiy oraliq standart og'ish (bir xil migratsiya kunlarida ikkita migratsiya o'rtasidagi nisbiy tarqalishni ko'rsatadi).

5-jadval-Xrom (VI) uchun laboratoriyalararo taqqoslash natijalari

Element	Material kategoriy	Material Raqami	I ^b	n ^c	X ^d mg/kg	CV _R ^e %	CV _r ^f %	CV _i ^g %
Cr (VI)	I	3	9	7	0,022	62,4	4,0	25,8
Cr (VI)	II	8	9	8	0,012	56,3	7,8	30,2
Cr (VI)	III	14	8	9	2,97	36,5	6,2	12,6

Laboratoriyalararo taqqoslashda ishlatiladigan materiallar haqida ko'proq ma'lumot olish uchun B.2 ga qarang. 1 - ushbu parametr bo'yicha natijalarni bildiruvchi laboratoriyalar soni.

n - chet ko'rsatkichlar olib tashlanganidan keyin statistik hisob-kitoblarda qo'llaniladigan natijalar soni. x - qabul qilingan natijalarning o'rtacha qiymati.

CVr - takrorlanuvchanlikning o'zgaruvchanlik koeffitsienti.

CVr - takrorlanuvchanlikning o'zgarish koeffitsienti (takroriy o'lchovlar orasidagi nisbiy tarqalishni ko'rsatuvchi)

xuddi shu migratsiyadan).

CVi - nisbiy oraliq standart og'ish (bir xil migratsiya kunlarida ikkita migratsiya o'rtasidagi nisbiy tarqalishni ko'rsatadi).

6-jadval-Organik qalay birikmalarini laboratoriyalararo taqqoslash natijasi

Element	Material kategoriy	Material Raqami	I ^b	n ^c	X ^d mg/kg	CV _R ^e %	CV _r ^f %	CV _i ^g %
Butil qalay	II	7	11	7	0,137	40,5	7,5	15,2
Butil qalay	III	15	11	10	27,6	37,7	7,8	10,9
Dibutil qalay	II	7	11	8	0,072	55,5	7,9	10,8
Dibutil qalay	III	15	11	10	20,4	37,1	5,0	8,5
Tributil qalay	III	15	11	10	7,64	71,7	4,3	14,0
Butil qalay + dibutil qalay yig'indisi	II	7	11	8	0,205	41,0	8,1	9,5
Sum butil qalay+dibutil qalay+tributil	III	15	11	10	55,7	34,8	5,6	8,5

qalay								
<p>Laboratoriyalararo taqqoslashda ishlatiladigan materiallar haqida ko'proq ma'lumot olish uchun B.2 ga qarang. 1 - ushbu parametr bo'yicha natijalarni bildiruvchi laboratoriyalar soni.</p> <p>n - chet ko'rsatkichlar olib tashlanganidan keyin statistik hisob-kitoblarda qo'llaniladigan natijalar soni. x - qabul qilingan natijalarning o'rtacha qiymati.</p> <p>CVR - takrorlanuvchanlikning o'zgaruvchanlik koeffitsienti.</p> <p>CVr - takrorlanuvchanlikning o'zgarish koeffitsienti (takroriy o'lchovlar orasidagi nisbiy tarqalishni ko'rsatuvchi)</p> <p>xuddi shu migratsiyadan).</p> <p>CVi - nisbiy oraliq standart og'ish (bir xil migratsiya kunlarida ikkita migratsiya o'rtasidagi nisbiy tarqalishni ko'rsatadi).</p>								

Laboratoriyalararo taqqoslash bo'yicha qo'shimcha ma'lumot B ilovasida keltirilgan.

11.2 Noto'g'rilikni baholash

Usulning noto'g'riligini baholash uchun laboratoriyalararo taqqoslash paytida spiking tajribalari o'tkazildi. Ishtirokchi laboratoriyalarga noma'lum va ishlatilgan har bir analit/matritsa birikmasi uchun migratsiya eritmasining konsentratsiyasi taxminan 3 barobar oshdi. Ushbu ko'tarilish tajribalari natijasi har bir tahlil qiluvchi modda uchun 100% ga yaqin tiklanishni ko'rsatdi. Shunday qilib, usulning moyilligi minimal edi.

Cr(VI) va organik qalay uchun aniqlash chegaralari (LOD) va miqdoriy aniqlash chegaralari (LOQ) mos ravishda F va G ilovalarida keltirilgan. Umumiy elementlar uchun ushbu standartda ko'rsatilgan protseduralar bo'yicha ICP-MS bilan olingan LOQ har qanday material toifalari uchun chegara qiymatlarining muvofiqligini baholash uchun talab qilinganidan 50 baravar yaxshiroq (2-jadvalga qarang).

11.3 Aniqlanish chegarasi (LOD) va miqdor chegarasi (LOQ)

Laboratoriyalararo taqqoslashda II toifadagi materialning bo'sh namunasi Chromium (VI) uchun sinovdan o'tkazildi. 8 ta laboratoriyadan 5 tasi Chromium (VI) hisobotining LOQs chegara qiymatidan past bo'lganini aniqlamadi. 1 ta laboratoriya natijasi maksimal migratsiya chegarasidan oshib ketdi. Shunday qilib, ushbu standartda ko'rsatilgan usul II toifadagi o'yinchoq materiallari namunalari uchun yetarlicha past LOQga erishish-ga qodir.

Laboratoriyalararo taqqoslash natijalari, shuningdek, reagentlar, eritmalar yoki ishlatilgan materiallardan kelib chiqadigan Chromium (VI) ning noto'g'ri musbat topilmalariga yo'l qo'ymaslik uchun alohida e'tibor berish kerakligini tasdiqlaydi.

12 Sinov hisoboti

Oddiy laboratoriya amaliyotiga muvofiq, sinov hisobotida kamida quyidagilar bo'lishi kerak:

- sarlavha, masalan. Sinov hisoboti, Sinov sertifikat;
- laboratoriya nomi va manzili hamda mijozning nomi va manzili;
- hisobotning seriya raqami yoki shunga o'xshash noyob identifikatori, har bir sahifada sahifalash bilan birga sahifa .. ning .. shaklidagi;
- laboratoriya tomonidan ishlatiladigan namunalar va identifikatorlar uchun mijozning identifikatsiya ma'lumotlari, masalan, namuna raqamlari;
- buyumlarni qabul qilish sanasi va sinov sanasi (sanalari);
- qo'llaniladigan analitik texnikani aniqlash;

g) ushbu hujjatga havola (masalan, EN 71-3:2019);

h) standartlardan har qanday og'ishlar va natijalarga olib kelishi mumkin bo'lgan har qanday atrof-muhit sharoitlari to'g'risida eslatma;

i) namunaning dewakslanganligi to'g'risidagi eslatma;

j) migratsiyadan keyingi pH, agar u 1,1 dan 1,3 gacha bo'lgan diapazondan tashqarida bo'lsa;

k) sinov natijalarining o'zi birliklari va o'lchov noaniqligi (agar natijalarni sharhlashda yordam berish uchun kerak bo'lsa);

l) hisobot uchun mas'uliyatni o'z zimmasiga olgan shaxsning ismi, lavozimi va imzosi yoki boshqa identifikatsiyasi va hisobot berilgan sana;

m) natijalar faqat sinovdan o'tgan narsalarga tegishli ekanligi haqidagi bayonot.

Ilova A**(ma’lumot uchun)****Ushbu hujjat va oldingi versiya o‘rtasida sezilarli texnik o‘zgarishlar****Jadval A.1 - Ushbu Evropa standarti va oldingi versiya o‘rtasidagi muhim texnik o‘zgarishlar.**

Bo‘lim/paragraf/jadval/rasm	O‘zgarish
3	Namuna va laboratoriya namunasi uchun yangi atamalar va ta’riflar qo‘shildi va aniqlash chegarasi, miqdoriy chegarasi va boshqa materiallar (ommaviy rangli yoki bo‘lmagan) bo‘yicha atamalar va ta’riflar olib tashlandi.
4	2-jadvalda III toifadagi materiallar uchun Chromium (VI) uchun chegara qiymati mavjud yangi qonuniy chegara qiymatlariga moslashtirildi. Bundan tashqari, barcha materiallar toifalari uchun alyuminiy uchun chegara qiymatlari yangi qonuniy chegaraga moslashtirildi qiymatlar (2021-05-20 dan amal qiladi).
6	Reaktivlar va apparatlar ro‘yxati qayta ko‘rib chiqildi.
7	Namuna olish va namuna tayyorlash qayta ko‘rib chiqildi va qayta tuzildi standartning foydalanuvchilarga qulayligini yaxshilash. Xususan, elakdan o‘tkazish endi talab qilinmaydi va elak talablari bilan mos keladigan ilova (sobiq C ilovasi) o‘chirildi. Bundan tashqari, dewaxing jarayoni qayta ko‘rib chiqilgan.
8	Migratsiya tartibi qayta ko‘rib chiqildi va migratsiyadan oldin va keyin pHni tekshirish uchun batafsilroq tartiblar joriy etildi.
9	Migratsiya yechimining barqarorlashuvi qayta ko‘rib chiqildi. Sinov holati-usullari (E, F va G ilovasiga kiritilgan) normativga o‘zgartirildi. Ilovalarga o‘zgartirishlar kiritish va ko‘rsatilgan sinov usullariga alternativlardan foydalanish bo‘yicha ishlash talablari mavjud joriy etildi.
10	Hisoblash qayta ko‘rib chiqildi, xususan, Chromium (III) endi Xrom (VI) konsentratsiyasini umumiy qiymatdan ayirish yo‘li bilan hisoblanadi. Xrom konsentratsiyasi.
11	Usul samaradorligi to‘g‘risidagi ma’lumotlar sinov usulini tekshirish natijalari va xususan, laboratoriyalararo natijalar asosida kiritilgan, solishtirish.
B ilova	Usulni ishlab chiqish bo‘yicha ma’lumotlarni o‘z ichiga olgan yangi ma’lumot ilovasi joriy etildi.
C ilova	Qayta ishlab chiqarish baholari bilan yangi axborot ilovasi qo‘shildi.
D ilova	Vizual zarrachalar hajmini taqqoslash materiallaridan foydalanishga oid yangi ilova qo‘shildi.

E ilova	Umumiy elementlar uchun sinov usulini kichik qayta ko'rib chiqish amalga oshirildi.
F ilova	Xrom (III) va Xrom (VI) uchun sinov usuli Xrom (VI) uchun sinov usuli bilan almashtirildi, bu Xrom (VI) ni barcha materiallar toifalari uchun chegara qiymatlarida aniqlashga qodir.
G ilova	Organik qalay uchun sinov usuli qayta ko'rib chiqildi.
H ilova	Turli mantiqiy asoslar qayta ko'rib chiqildi va namuna olish va dewakslash bo'yicha yangi asoslar qo'shildi.
Izoh Yuqorida sanab o'tilgan texnik o'zgarishlar avvalgi versiyaga kiritilgan muhim o'zgarishlardir. Ro'yxat avvalgi versiyaga kiritilgan barcha o'zgarishlarning to'liq ro'yxati emas.	

B ilova**(ma'lumot uchun)****Usulni tekshirish haqida ma'lumot****B.1 Umumiy**

Ushbu standartda ko'rsatilgan sinov usullari EN 71-3: 2013 + A1: 2014 qayta ko'rib chiqilgan texnik loyiha rahbari tomonidan va o'zaro tekshirish laboratoriyasi tomonidan, shuningdek, laboratoriyalararo taqqoslashda tasdiqlangan. Laboratoriyalararo taqqoslash natijalari 11.1-bandda keltirilgan (takroriylik va takroriylik). Texnik loyiha rahbari va tengdoshlarni tekshirish laboratoriyasining natijalari laboratoriyalararo taqqoslash natijalariga mos keladi va C ilovasida keltirilgan hisob-kitoblarda hisobga olingan.

B.2 Laboratoriyalararo taqqoslash namunalari

B.1-jadvalda laboratoriyalararo taqqoslashda tekshirilgan namunalarning umumiy ko'rinishi keltirilgan. Namunalar usulni tekshirish maqsadida maxsus ishlab chiqarilgan. Namunalar uchta material toifasini qamrab olgan bo'lsa-da, mumkin bo'lgan o'yinchoq materiallarining barcha turlarini qamrab olish mumkin emas edi (bu turli xil matritsa effektlarini keltirib chiqarishi mumkin). Shuningdek, ushbu standartda ko'rsatilgan namunalarni tayyorlashning barcha maxsus bosqichlarini qamrab oladigan namunalarni ishlab chiqarish mumkin emas edi, masalan, tamponlash qobiliyatiga ega bo'lgan materiallarni dewakslash, qirib tashlash va pH sozlash.

Jadval B.1-Laboratoriyalararo taqqoslash namunalari.

Material kategoriya	Material raqami	Elementlar	Asosiy material
I	1	Al,As,Cr,Cu	Kaltsiy sulfat va magniy oksidi aralashmasi
	2	Mn,Pb,Sr	Kvarts kukuni
	3	Cr(VI)	Kaltsiy sulfat va magniy oksidi aralashmasi
II	4	B,Cu,Mn,Zn	Suvga asoslangan bo'yoq
	5	Al,Ba	Suvga asoslangan bo'yoq
	6	As,Hg,Pb,Se	Suvga asoslangan bo'yoq
	7	Organik qalay birikmalari	Barmoq bo'yog'i
	8	Cr (VI)	Barmoq bo'yog'i
	9	Cr	Barmoq bo'yog'i
	10	Yo'q	Barmoq bo'yog'i
III	11	Ni,Pb	Polimer material

	12	Co,Cd,Cr,Sb,Sr,Zn	Polimer material
	13	Ba,Sn	Polimer material
	14	Cr (VI)	Sol Gel SiO ₂ - asosida
	15	Organik qalay birikmalari	Polimer material

B.3 Materiallar toifasi/element birikmalarini tanlash

2009/48/EC direktivasiga muvofiq, ushbu Evropa standarti uchta turli xil materiallar toifalari uchun 19 ta elementning ko‘chishi uchun chegara qiymatlarini, ya’ni jami 57 ta chegaraviy qiymatlarni belgilaydi (2-jadvalga qarang). Cheklangan resurslar tufayli barcha 57 ta element/material toifalari kombinatsiyasi uchun ma’lumotnoma material-larini ishlab chiqarish va sinovdan o‘tkazish mumkin emas edi. Shu sababli, EN 71-3:2013+A1:2014 ni qayta ko‘rib chiqishni rejalashtirishda elementlar/materiallar toifalari birikmalarining ustuvorligi amalga oshirildi. Ushbu ustuvorlik asosan element-larning amalda ko‘chirilishi va usulni ishlab chiqish va tasdiqlash uchun dolzarbligiga asoslangan edi.

EN 71-3:2013+A1:2014 ni qayta ko‘rib chiqish uchun ma’lumotnoma materiallariga element/material toifasi birikmasi kiritilganligi to‘g‘risidagi qaror quyidagilarga asoslanadi:

— element/material toifasi birikmalarining ustuvorligi, ya’ni yuqori ustuvorlikka ega kombinatsiyalar (materiallar toifasidagi elementlarning ko‘chishi haqida xabar berilgan) afzallik berilgan;

— har bir elementning kamida bitta material toifasida ko‘rsatilishi usulni ishlab chiqish/validatsiya qilish uchun hal qiluvchi ahamiyatga ega, chunki bu barcha ko‘rib chiqilayotgan elementlar uchun ma’lumotnoma(lar)ga ega bo‘lish imkonini beradi;

— EN 71-3 ni qayta ko‘rib chiqish uchun byudjet va vaqt oralig‘idagi cheklovlarni hisobga olgan holda, barcha elementlar / materiallar toifalari birikmalarini qamrab olish mumkin emas edi.

Loyiha usulni ishlab chiqish/tasdiqlashga e’tibor qaratganligi sababli, yuqori/o‘rta ustuvorlikdagi barcha elementlar/material birikmalarini qamrab olishdan ko‘ra kamida bitta material toifasidagi barcha elementlarni qamrab olish jihati muhimroq deb hisoblangan. Bino-barin, elementlar/materiallar toifalari birikmalarining sonini cheklash uchun barcha moddiy toifalarga juda oz sonli elementlar kiritilgan.

Ba’zi elementlar/materiallar toifalari birikmalari bo‘yicha etishmayotgan ma’lumotlarning o‘rnini qoplash uchun takrorlanuvchanlikni baholash C ilovasiga kiritilgan.

C ilova**(ma'lumot uchun)****Qayta ishlab chiqarishni baholash**

EN 71-3:2013+A1:2014 ni qayta ko'rib chiqish jarayonida juda ko'p ma'lumotlar, masa-lan. texnik loyiha rahbari va o'zaro baholash laboratoriyasidan, shuningdek, laboratoriyalararo taqqoslashdan olingan. Standartda faqat bir nechta ma'lumotlar berilishi mumkin edi. Ma'lumotlar va jalb qilingan mutaxassislarning tajribasiga asoslanib, mas'ul ish-chi guruh foydalanuvchiga yordam berish uchun ushbu loyihani qayta ko'rib chiqish (SA/CEN/2013-03 Ba'zi elementlarning ko'chishi) natijasida olingan natijalar va bilim-larni umumlashtirishga harakat qildi. 2009/48/EC direktivasi talablarini bajarishda ush-bu standartning.

- laboratoriyalararo taqqoslashda ishtirok etuvchi laboratoriyalarning, xususan, organik qalay va xrom (VI) uchun modifikatsiyalangan usullari bo'yicha cheklangan tajribasi, chunki bu usullar laboratoriyalararo taqqoslashdan biroz oldin taqdim etilgan;

- standartni qo'llashni osonlashtirish uchun nisbiy takrorlanishning to'rtta muvozanatli darajasi joriy etildi, ular laboratoriyalararo taqqoslash ma'lumotlari va texnik loyiha rahbari va o'zaro tahlil laboratoriyasi ma'lumotlaridan olingan;

- Laboratoriyalararo taqqoslashda ham ko'rsatilgan elementlar konsentratsiyasi pasayganda, ayniqsa takrorlanuvchanlik bo'yicha standart og'ishlar odatda ortadi. Umu-man olganda, bu holat C.1-jadvalda 10 mg/kg dan past bo'lgan yuqori takrorlanish darajasi bilan ko'rib chiqilgan;

- elementlar/materiallar toifalari birikmalarining ustuvorligini va standartni qayta ko'rib chiqishda ma'lumotnoma materiallari mavjud bo'lmagan kombinatsiyalar uchun bo'shliqlarni to'ldirish zarurligini hisobga olgan holda (B ilovasiga qarang);

- standartni materiallar toifalaridagi turli xil tarkibga ega bo'lgan o'yinchoqlarning keng spektriga qo'llash, lekin taxminiy takrorlanuvchanlik ma'lumotlari eng yomon holatni anglatmasligini tan olgan holda (masalan, ba'zi o'yinchoqlar materiallari uchun C.1-jadvalda hisoblanganidan yuqori qayta ishlab chiqarishga olib kelishi mumkin) ;

- ushbu standartda berilgan usullar bilan natijalarga nisbatan boshqa usullarning printsiptial ekvivalentligi bo'yicha qo'llanmani ishlab chiqish;

- qayta ishlab chiqarishning taxminiy ma'lumotlari har bir laboratoriya tomonidan tayyorlanadigan standart og'ish (va o'lchov noaniqligi) ma'lumotlarini almashtirish uchun mo'ljallanmaganligini tan olish.

C.1-jadvalda har bir material toifasi bo'yicha elementlarning nisbiy takrorlanuvchanligining taxminiy chegara qiymatidagi konsentratsiyadagi baholari mavjud.

C.1-jadval - 2-jadvaldagi chegaraviy qiymatlarga taxminan mos keladigan konsentratsiyalarda nisbiy takrorlanuvchanlikni baholash

Element	Reproduktivlikning taxminiy o'zgarishi koeffitsienti (CV _R)		
	Kategoriya I %	Kategoriya II %	Kategoriya III %
Alyuminiy	15	15	15
Surma	30	30	20

Arsenik	20	20	30
Bariy	20	15	30
Bor	15	15	15
Kadmiy	20	20	15
Xrom (III)	15	20	15
Xrom (VI)	50	50	50
Kobalt	15	20	15
Mis	15	15	15
Qo'rg'oshin	20	20	30
Marganets	15	15	15
Merkuriy	30	30	20
Nikel	20	20	20
Selen	15	20	15
Stronsiy	15	15	15
Qalay	20	20	30
Organik qalay	50	50	50
Sink	15	15	15

D ilova**(ma'lumot uchun)****O'yinchoq materiallari vizual zarrachalar hajmini taqqoslash materiallari**

O'yinchoq materiallarining sinov qismlarini tahlil qilish uchun tayyorlashda zarrachalar hajmini nazorat qilish muhimdir. Sinovlar shuni ko'rsatdiki, zarrachalar hajmini nazorat qilish uchun sinov qismlarini elakdan o'tkazishning afzalliklari noqulaylik va ba'zi hol-larda sinov qismlarini yo'qotishdan ustun turadi. Shu sababli, sinov qismlarini vizual tarzda solishtirish mumkin bo'lgan taqqoslash materiallaridan foydalanish tavsiya etiladi.

Vizual taqqoslash materiallarini oddiy o'yinchoqlar materiallaridan qulay tarzda tayyorlash mumkin, masalan: - Polimer materiallar;

- qog'oz va qog'oz taxta;
- to'qimachilik materiallari;
- bo'yoqlar va qoplamalar;
- Tabiiy materiallar, masalan, yog'och, tolali taxta, suyak, teri va boshqalar.

Ushbu standart vizual taqqoslash materiallarini 7.2 ga muvofiq tayyorlashni tavsiya qiladi (3-jadval). Taqqoslash uchun vizual materiallar tayyorlanishi mumkin, ular o'lcham mezonlariga javob beradi (pastga qarang) va ularning bajarilishini ta'minlash uchun o'l-changan yoki elakdan o'tkazilgan. Taqqoslash materiallari foydalanish qulayligi uchun shaffof idishlarda saqlanishi va zarrachalarning o'lchamlari vaqt o'tishi bilan sezilarli darajada o'zgarmasligi uchun ehtiyotkorlik bilan ishlov berilishi mumkin. Ular vaqti-vaqti bilan tekshirilishi kerak.

Jadval D.1 - O'yinchoq materiallari vizual zarrachalar hajmini taqqoslash materiallari

O'yinchoq materiali	Kategoriy (Jadval 1)	Taqqoslash materialning zarracha hajmi
Bo'yoqlar, laklar, laklar, bosma siyohlar, polimerlar, ko'piklar va shunga o'xshash qoplamalar	III	taxminan 0,5 mm materiallarni qirib tashlash va nominal diafragma 0,500 mm bo'lgan metall elakdan o'tkazish yo'li bilan tayyorlanadi.
Polimer va shunga o'xshash materiallar, shu jumladan laminatlar, to'qimachilik bilan mustahkamlangan yoki mustahkamlanmagan, lekin boshqa to'qimachilik mahsulotlari bundan mustasno	III	Kamida bitta o'lchamda taxminan 6 mm dona). Siqilgan bo'yoq tabletkalari, I kamida bitta o'lchamda taxminan 6 mm dona). Egiluvchan modellash materiallari, I kamida bitta o'lchamda taxminan 6 mm dona). Suyuq bo'yoqlar, shu jumladan barmoq II Taqqoslash materiallari talab qilinmaydi. Yechimlar) Yelim tayoqchalari II kamida bitta o'lchamda taxminan 6 mm. Vizual taqqoslash materiallari tahlilchiga har xil qalinlikdagi, ba'zilar 3 o'lchamli 6 mm va ba'zilar atigi 2 o'lchamli 6 mm (ular yuqaroq bo'lganda) turli xil materiallardan qabul qilinadigan o'lchamdagi qismlarni ko'rsatishi kerak.

Qog'oz va qog'oz taxta	III	Kamida bitta o'lchamda taxminan 6 mm.Ko'rsatadigan turli qalinlikdagi materiallardan turli xil zarrachalarni tayyorlang
To'qimachilik, tabiiy yoki sintetik	III	Kamida bitta o'lchamda taxminan 6 mm.Ko'rsatadigan turli qalinlikdagi materiallardan turli xil zarrachalarni tayyorlang
Kichkina tsilindrga to'liq sig'adigan o'yinchoqlar va olinadigan qismlar (qarang: EN 71-1: 2014 + A1: 2018, 8, 2) o'z ichiga kirish mumkin bo'lgan shisha, keramika, metall materiallar	III	Taqqoslash materiallari talab qilinmaydi
Yog'och, tolali taxta], qattiq taxta, suyak, teri va boshqa qattiq materiallar	III	Kamida bitta o'lchamda taxminan 6 mm dona).Siqilgan bo'yoq tabletkalari, I kamida bitta o'lchamda taxminan 6 mm dona).Egiluvchan modellash materiallari, I kamida bitta o'lchamda taxminan 6 mm dona).Suyuq bo'yoqlar, shu jumladan barmoq II Taqqoslash materiallari talab qilinmaydi.yechimlar)Yelim tayoqchalari II kamida bitta o'lchamda taxminan 6 mm.Vizual taqqoslash materiallari tahlilchiga har xil qalinlikdagi, ba'zilar 3 o'lchamli 6 mm va ba'zilar atigi 2 o'lchamli 6 mm (ular yuqaroq bo'lganda) turli xil materiallardan qabul qilinadigan o'lchamdagi qismlarni ko'rsatishi kerak.
Siqilgan bo'yoq tabletkalari, iz qoldirish uchun mo'ljallangan materiallar yoki o'yinchoqda xuddi shunday ko'rinadigan qattiq shakldagi shunga o'xshash materiallar (masalan, rangli qalamlar, bo'r, rangli qalamlar yadrolari)	I	Kamida bitta o'lchamda taxminan 6 mm dona).Siqilgan bo'yoq tabletkalari, I kamida bitta o'lchamda taxminan 6 mm dona).Egiluvchan modellash materiallari, I kamida bitta o'lchamda taxminan 6 mm dona).Suyuq bo'yoqlar, shu jumladan barmoq II Taqqoslash materiallari talab qilinmaydi.yechimlar)Yelim tayoqchalari II kamida bitta o'lchamda taxminan 6 mm.Vizual taqqoslash materiallari tahlilchiga har xil qalinlikdagi, ba'zilar 3 o'lchamli 6 mm va ba'zilar atigi 2 o'lchamli 6 mm (ular yuqaroq bo'lganda) turli xil materiallardan qabul qilinadigan o'lchamdagi qismlarni ko'rsatishi kerak.
Egiluvchan modellash materiallari, shu jumladan loy va gipsni modellashtirish	I	Kamida bitta o'lchamda taxminan 6 mm dona).Siqilgan bo'yoq tabletkalari, I kamida bitta o'lchamda taxminan 6 mm dona).Egiluvchan modellash materiallari, I kamida bitta o'lchamda taxminan 6 mm dona).Suyuq bo'yoqlar, shu jumladan barmoq II Taqqoslash materiallari talab qilinmaydi.yechimlar)Yelim tayoqchalari II kamida bitta o'lchamda taxminan 6 mm.Vizual taqqoslash materiallari

		tahlilchiga har xil qalinlikdagi, ba'zilar 3 o'lchamli 6 mm va ba'zilar atigi 2 o'lchamli 6 mm (ular yupqaroq bo'lganda) turli xil materiallardan qabul qilinadigan o'lchamdagi qismlarni ko'rsatishi kerak.
Suyuq bo'yoqlar, shu jumladan barmoqlar bo'yoqlari, laklar uchun laklar, ruchkalardagi suyuq siyoh va o'yinchoqlarda paydo bo'ladigan suyuq shakldagi shunga o'xshash materiallar (masalan, shilimshiqlar, pufakchalar, eritmalar)	II	Taqqoslash materiallari talab qilinmaydi
Yelim tayoqchalari	II	Kamida bitta o'lchamda taxminan 6 mm dona).Siqilgan bo'yoq tabletkalari, I kamida bitta o'lchamda taxminan 6 mm dona).Egiluvchan modellash materiallari, I kamida bitta o'lchamda taxminan 6 mm dona).Suyuq bo'yoqlar, shu jumladan barmoq II Taqqoslash materiallari talab qilinmaydi.yechimlar)Yelim tayoqchalari II kamida bitta o'lchamda taxminan 6 mm.Vizual taqqoslash materiallari tahlilchiga har xil qalinlikdagi, ba'zilar 3 o'lchamli 6 mm va ba'zilar atigi 2 o'lchamli 6 mm (ular yupqaroq bo'lganda) turli xil materiallardan qabul qilinadigan o'lchamdagi qismlarni ko'rsatishi kerak.

E ilova**(ma’lumot uchun)****O‘yinchoq materiallari vizual zarrachalar hajmini taqqoslash materiallari****E.1 tamoyil**

Bu usul migratsiya eritmasida alyuminiy, surma, mishyak, bariy, bor, kadmiy, xrom, ko-balt, mis, qo‘rg‘oshin, marganets, simob, nikel, selen, stronsiy, qalay va rux miqdorini aniqlaydi (8.3, migratsiya tartibiga qarang). Migratsiya eritmasi va uning suyultirilishi bevosita ICP-MS tomonidan tahlil qilinadi.

E.2 Ishchi yechimlar**E.2.1 Stok eritmasi (M1)**

Biror kishining sotuvda mavjud bo‘lgan eritmalarini suyultiruvchi eritma (M1) tayyorlang elementlar (konsentratsiya = 1 000 mg/l) xlorid kislota eritmasida (6.1.1 ga qarang) E.1-jadvaldagi sxema bo‘yicha 50 ml hajmgacha.

Jadval E.1 - M1 birja eritmasini tayyorlash sxemasi

Element	Hajmli zaxira (ml)	Hajm (ml)	Konsentratsiya (ml)
Alyuminiy	0,5	50	10
Surma	0,5	50	10
Arsenik	0,5	50	10
Bariy	0,5	50	10
Bor	0,5	50	10
Kadmiy	0,5	50	10
Xrom (III)	0,5	50	10
Xrom (VI)	0,5	50	10
Kobalt	0,5	50	10
Mis	0,5	50	10
Qo‘rg‘oshin	0,5	50	10
Marganets	0,5	50	10
Merkuriy	0,05	50	1,0
Nikel	0,5	50	10

Selen	0,5	50	10
Stronsiy	0,5	50	10
Qalay	0,5	50	10
Organik qalay	0,5	50	10
Sink	0,5	50	10

E.2.2 Suyultirilgan eritma (M2)

0,5 ml eritma M1 xlorid kislotada (6.1.1 ga qarang) 50 ml gacha suyultiriladi.

E.2.3 Ishchi yechimlar

E.2-jadvaldagi sxema bo'yicha kalibrlash uchun ishlatiladigan standartlarni olish uchun suyultirilgan eritma eritmalarini (M1) va (M2) xlorid kislota eritmasi bilan ketma-ket suyultiring (6.1.1).

Jadval E.2 - tayyorlash sxemasi ishchi yechimlari

Ishlaydigan yechimlar	Hajm M ₁	Hajm M ₂	Hajm HCl (6.1.1)	Umumiy hajm	Har bir ele- mentning konsen- tratsiyasi (mg/l ^a)
Ishlaydigan yechimlar W ₁		1,25	48,75	50	2,5
Ishlaydigan yechimlar W ₂		2,5	47,50	50	5,0
Ishlaydigan yechimlar W ₃		5,0	45,0	50	10,0
Ishlaydigan yechimlar W ₄	0,125		49,875	50	25,0
Ishlaydigan yechimlar W ₅	0,250		49,75	50	50,0
Ishlaydigan yechimlar W ₆	0,50		49,50	50	100,0
a Simob konsentratsiyasi mos ravishda 0,25 mkg/l, 0,50 mkg/l, 1,00 mkg/l, 2,5 mkg/l, 5,0 mkg/l va 10,0 mkg/l ni tashkil qiladi.					

E.2.4 Ichki standart zaxira eritmasi

Kamida bitta elementni o'z ichiga olgan sotiladigan 250 mkl eritma eritmasini suyultiru-vchi ichki standart eritma tayyorlang, masalan. Vismut, indiy, litiy yoki itriy, (7% HNO₃da 100 mkg/ml) (hajm ulushi)) 500 ml hajmgacha. Ushbu eritma standart va namunali eritmalarini tayyorlash uchun yoki püskürtme kamerasiga kirishdan oldin doimiy oqim yordamida bu eritmalar bilan aralashtirish orqali ishlatilishi mumkin.

E.3 Jarayon

Migratsiya yechimidan foydalaning (8.3, migratsiya tartibiga qarang). Elementlar kalibrlash egri diapazonida bo'lishi kerak, shuning uchun migratsiya eritmalarini suyultirish kerak bo'lishi mumkin. Masalan, suyultirish diapazoni 2, 20, 200 va 2 000 dan foydalanish mumkin.

E.4 Tahlil

Migratsiya eritmasi umumiy elementlarning (alyuminiy, surma, mishyak, bariy, bor, kadmiy, kobalt, xrom, mis, qo'rg'oshin, Marganets, simob, nikel, selen, stronsiy, qalay va sink).

Asbobni ishlab chiqaruvchining ko'rsatmalariga muvofiq optimallashtiring. Har bir element uchun miqdor chegarasi migratsiya sinovi (50) natijasida yuzaga kelgan suyultirishga bo'lingan holda 2-jadvalda belgilangan chegaralardan ancha past bo'lishi kerak. Migratsiya chegarasiga yaqin yoki undan yuqori elementlarni aniqlashda ko'pincha suyultirish talab qilinadi (2-jadvalga qarang).

E.3-jadvalda ICP-MS yordamida migratsiya eritmasi migratsiyasida elementlarni aniqlash uchun tavsiya etilgan izotoplar (m/z) mavjud.

E.3-jadval - ICP-MS yordamida migratsiya eritmasidagi elementlarni aniqlash uchun tavsiya etilgan izotoplar (m/z).

Element	Tavsiya etilgan izotop	Element	Tavsiya etilgan izotop
Alyuminiy	^{27}Al	Qo'rg'oshin	^{208}Pb
Surma	^{121}Sb	Marganets	^{55}Mn
Arsenik	^{75}As	Merkuriy	^{202}Hg
Bariy	^{137}Ba	Nikel	^{60}Ni
Bor	^{11}B	Selen	^{82}Se
Kadmiy	^{111}Cd	Stronsiy	^{82}Sr
Xrom	^{52}Cr	Qalay	^{118}Sn
Kobalt	^{59}Co	Rux	^{66}Zn
Mis	^{65}Cu		

Ko'p atomli va izobarik shovqinlarni oldini olish uchun ehtiyot bo'lish kerak (masalan, ArC Chromium), ya'ni asbob to'qnashuv/reaktsiya tizimi yoki yuqori aniqlikdagi massa spektrometri bilan jihozlangan bo'lishi kerak.

E.5 Hisoblash

O'lchov signaliga nisbatan qiziqish elementi etalonlarining konsentratsiyasini chizib, har bir qiziq elementning kalibrlash egri chiziqlarini tayyorlang.

E.5.1 Kalibrlash egri chizig'i

Analitik natijalarni hisoblash uchun ishlatiladigan kalibrlash egri chiziqlari korrelyatsiya koeffitsienti 0,990 dan kam bo'lmash kerak.

E.5.2 Migratsiyani hisoblash

Sinov qismidan elementning migratsiyasini quyidagicha hisoblang (E,1):

$$M = \frac{C \cdot V \cdot f}{W_{tp} \cdot 1000}$$

Bu yerda:

M - o'yinchoq materialidan elementning ko'chishi, mg / kg;

C - migratsiya eritmasidagi elementning konsentratsiyasi, mkg/l

V - qo'shilgan simulyatorning hajmi, ml;

W_{tp} - sinov qismining og'irligi, g;

f - suyultirish omili bo'lib, tahlil davomida qilingan har qanday suyultirish uchun mos keladi.

Natijalarni tahlilning aniqligiga mos keladigan muhim raqamlar soniga xabar qiling.

F ilova**(ma'lumot uchun)****Chromium (VI) uchun tahlil usuli****F.1 Tamoyil**

Bu usul migratsiya eritmasida Chromium (VI) miqdorini aniqlaydi (8.3, migratsiya tart-ibiga qarang).

Chromium (III) va Chromium (VI) ning o‘zaro konversiyasini oldini olish uchun migratsiya eritmasi migratsiya bosqichidan keyin to‘g‘ridan-to‘g‘ri neytrallanadi. Tajribalar shuni ko‘rsatdiki, pH 7 dan 8 gacha bo‘lganida ikkala tur ham barqaror. Xrom (VI) boshqa Xrom turlaridan ion almashinadigan ustun yordamida ajratiladi va induktiv bog‘langan plazma-mass-spektrometriya (ICP-MS) yordamida aniqlanadi.

Bu yerda tavsiflangani kabi boshqa xromatografik tizimlardan (asbob, ajratish ustuni, eluent, xromatografik sharoitlar) quyidagi usulda foydalanish mumkin:

- ion almashinuvini ajratish mexanizmidan foydalanadi;
- xrom (VI) ning Xrom (III) dan yetarli darajada ajralishiga erisha oladi (asosiy ajrat-ish; shuningdek, migratsiya eritmasida Xrom (VI) ga nisbatan Xrom (III) ko‘p bo‘lsa),

Izoh Cr(III) dan keyin Cr(VI) ning elutsiyasi, Cr(III) kontsentratsiyasi juda yuqori bo‘lsa va cho‘qqilari boshlang‘ich bo‘lmasa, Xrom (III) ning cho‘qqi qoldig‘i LOQ va Xrom (VI) aniqlan-ishining takrorlanishiga sezilarli ta’sir ko‘rsatishi mumkin. ajratilgan.

- tahlil davomida Chromium (VI) va Chromium (III) o‘rtasida o‘zaro konversiya yo‘qligini ta’minlaydi

- ushbu standartda belgilangan chegaraviy qiymatlar uchun yetarli LOQga erishadi.

O‘lchanishi kerak bo‘lgan juda past konsentratsiyalar tufayli, reagentlar, eritmalar yoki ishlatilgan materiallardan kelib chiqadigan har qanday noto‘g‘ri musbat Chromium (VI) ma'lumotlarining oldini olishga alohida e'tibor berish kerak.

F.2 Reaktivlar

Tahlil qilish uchun ishlatiladigan barcha reagentlar, shu jumladan suv, analitik dara-jada bo‘lishi kerak yoki agar mavjud bo‘lmasa, tahlilni o‘tkazish uchun maqbul darajada past darajadagi aralashmalarga ega ekanligi aniqlangan texnik darajadagi reagentlar bo‘lishi kerak.

F.2.1 Azot kislotasi, (65 % dan 69 %) izzsiz metal F.2.2 Ammiak, NH₃ (suvda 25%)

F.2.3 Ammiak eritmasi, 0,7 mol/l

100 ml o‘lchov kolbasiga 5,3 ml ammiak qo‘shing (F.2.2 ga qarang). Belgisigacha suv bi-lan to‘ldiring va aralashtiring ehtiyotkorlik bilan.

F.2.4 Xlorid kislota eritmasi, 0,07 mol/l

F.2.5 Mobil faza, 75 mM HNO₃ (F.2.1 ga qarang) ammiak (F.2.2 ga qarang) va/yoki ammiak eritmasi bilan pH = 7,0 ga sozlangan (F.2.3 ga qarang)

F.2.6 Kaliy dixromati (K₂Cr₂O₇), (16 ± 2) soat (102 ± 2) ° C da quritilgan

F.2.7 Xrom (VI) zahirali eritmasi

2829 g kaliy dixromat (K₂Cr₂O₇) (F.2.6 ga qarang) 1000 ml o‘lchov kolbasida su-vda eritiladi va suv bilan belgigacha to‘ldiring. Shu bilan bir qatorda, 1000 mg/l olti valentli xromda sotiladigan eritmada foydalanish mumkin. Ushbu yechim kamida uch oy davomida barqaror bo‘ladi.

Izoh Tijorat yechimining barqarorligi haqidagi ma'lumot odatda yetkazib beruvchi tomoni-dan taqdim etiladi.

F.2.8 Xrom (VI) eritmasi (M1), 1 mg/l

Xrom (VI) eritmasini (M1) tayyorlang, 0,1 ml standart eritma (F.2.7 ga qarang) mobil fazada (F.2.5 ga qarang) 100 ml hajmgacha suyultiriladi. Mobil faza bilan belgini to'ldiring (F.2.5 ga qarang) va aralashtirmoq. Ushbu yechim kamida bir hafta davomida barqaror bo'ladi.

Izoh Tijorat yechimlarining barqarorligi haqidagi ma'lumot odatda yetkazib beruvchi tomonidan taqdim etiladi.

F.2.9 Suyultirilgan xrom (VI) eritmasi (M2), 1 mkg/l, yangi tayyorlangan

0,05 ml xrom (VI) eritmasi M1 (F.2.8 ga qarang) mobil fazada (F.2.5 ga qarang) 50 ml hajmda suyultiriladi. Mobil faza bilan belgigacha to'ldiring (F.2.5 ga qarang) va ehtiyotkorlik bilan aralashtiring.

F.2.10 Ishchi yechimlar (Kalibrlash standartlari), yangi tayyorlangan

F.1-jadvalga muvofiq 6 ta ishchi yechim tayyorlang.

Xlorid kislotaga ammiak eritmasi qo'shilgandan so'ng (F.2.3 ga qarang) (F.2.4 ga qarang) pH ni tekshiring va agar kerak bo'lsa, ammiak eritmasi yordamida pH ni $7,5 \pm 0,5$ ga sozlang (F.2.3 ga qarang) yoki xlorid kislotasi (F.2.4 ga qarang).

Jadval F.1-Ishchi yechimlarni tayyorlash sxemasi

Ishlaydigan yechimlar	Hajm M ₂ (F.2.9) ml	Hajmli xlorid kislota erit- masi (F.2.4) ml	Hajmi am- miak erit- masi (F.2.3) ml	Ovozli mobil faza (F.2.5) ml	Jami hajm ml	Xrom kontsen- tratsiyasi (VI) mg/l
W ₁	0	4,0	0,4	umumiy hajm 10,0ml ga er- ishish uchun zarur bo'lgan miqdor	10,0	0
W ₂	0,2	4,0	0,4		10,0	0,020
W ₃	0,4	4,0	0,4		10,0	0,040
W ₄	0,8	4,0	0,4		10,0	0,080
W ₅	1,2	4,0	0,4		10,0	0,120
W ₆	1,6	4,0	0,4		10,0	0,160

F.3 Qurilma

F.3.1 Bir martali ishlatiladigan uchli o'zgaruvchan pipetkalar, o'zgaruvchan diapazon Ejektor uchi zanglamaydigan po'latdan yasalgan bo'lmasligi kerak.

F.3.2 Volumetrik kolbalar A sinfi, plastmassa

F.3.3 Polimer, g'ovak bo'lmagan, zaif ion almashinuv fazasi bilan o'ralgan ustun

F.3.4 Iz metallarini tahlil qilish uchun mos bo'lgan xromatografik tizim (masalan, bioinert suyuqlik xromatografi, Ion xromatografi)

F.3.5 Xromatografik tizim bilan jihozlangan induktiv bog'langan plazma massa spek-trometri (ICP-MS) (F.3.4 ga qarang). Asbob yuqori sezuvchanlik bilan ⁵²Cr ni aniqlay olishi kerak.

Bu odatda to'qnashuv/reaktsiya tizimiga ega ICP-MS yoki yuqori aniqlik-dagi massa spektrometrini talab qiladi.

F.3.6 Kichik hajmlarda pH ni o'lchash uchun uskunalar, kalibrlangan va ushbu Evropa standarti maqsadlari uchun yetarlicha aniq.

F.4 Protsedura

I va II toifali namunalar uchun 2 ml (V1) migratsiya eritmasidan pipetka bilan o'tkazing (8.3, ko'chirish tartibiga qarang)

va 0,2 ml ammiak eritmasi (F.2.3 ga qarang). 2,8 ml harakatlanuvchi faza qo'shing (F.2.5 ga qarang) va yaxshilab aralashtiriladi. Olingan eritmaning pH qiymatini tekshiring va agar kerak bo'lsa, tegishli konsentratsiyali ammiak eritmasi yoki tegishli konsentratsiyali xlorid kislotasi yordamida pH ni $7,5 \pm 0,5$ ga sozlang. pH sozlanganidan keyin olingan eritmaning yakuniy hajmini ml (V2) da yozing.

Izoh pH ni sozlash uchun ammiak eritmasining quyidagi konsentratsiyalari mos deb topildi: — pH < 2: 2 mol/l ammiak eritmasi;

— pH 2 dan 3 gacha: 0,4 mol/l ammiak eritmasi;

— pH > 3: 0,1 mol/l ammiak eritmasi.

III toifali namuna uchun 0,2 ml (V1) migratsiya eritmasidan pipetka bilan (8.3, ko'chirish tartibiga qarang) va

0,02 ml ammiak eritmasi (F.2.3 ga qarang). 4,78 ml mobil faza qo'shing (F.2.5 ga qarang) va yaxshilab aralashtiriladi. Olingan eritmaning pH qiymatini tekshiring va agar kerak bo'lsa, ammiak eritmasi (F.2.3 ga qarang) yoki xlorid kislotasi (F.2.4 ga qarang) yordamida pH ni $7,5 \pm 0,5$ ga sozlang. pH sozlanganidan keyin olingan eritmaning yakuniy hajmini ml (V2) da yozing.

F.5 Tahlil

Ishlab chiqaruvchining tavsiyalariga ko'ra, odatda 52 massada Chromiumni optimal aniqlash uchun ICP-MS ni optimallashtiring. Asbob sozlamalari yetarli darajada ka-maytirishni ta'minlashi kerak

F.5.1 Umumiy

Noto'g'ri ijobiy natijalarni bartaraf etish uchun $40\text{Ar}12\text{C}$ signali. MS uchun mos integratsiya vaqti 1 s.

F.5.2 Xromatografik sharoitlar

Jadval F.2 - Xromatografik sozlamalarga misol

Parametr	Sozlash
Mobil faza	75mM HNO ₃ pH=7,0 ga sozlangan
Oqim tezligi	0,8 ml/min
Ustun	Polimerik bo'lmagan, zaif ion almashinadigan faza 5 mkm, 4,6 mm x 50 mm
Ustun harorati	Atrof muhit
In'ektsiya hajmi	100 mkl

Umumiy tahlil vaqti	3 min
---------------------	-------

F.5.3 Aniqlash va miqdorni aniqlash chegarasi

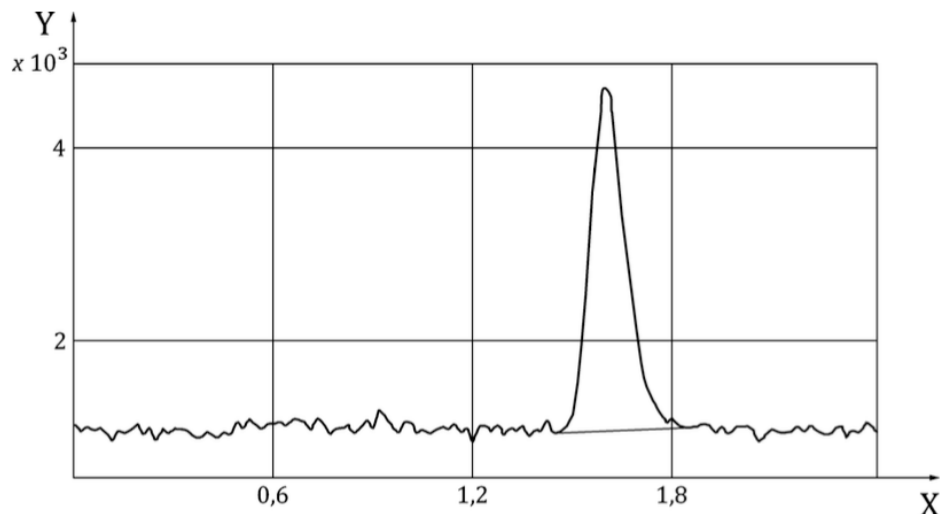
F.5.3.1 Umumiy

F.3-jadvalda mg/kg o'yinchoq materialida ifodalangan aniqlashning odatiy chegaralari (LOD) va miqdoriy aniqlash (LOQ) mavjud.

F.3-jadvalda aniqlashning odatiy chegaralari (LOD) va miqdoriy aniqlash (LOQ) mavjud.

Element	LOD mg/kg	LOQ mg/kg
Xrom(VI)	0,00075	0,0025

F.5.3.2 Xromatogramma misoli



Kalit

Y intensivligi, cps

X saqlash vaqti, min

F.1-rasm — F.2-jadvaldagi shartlardan foydalangan holda 0,08 mkg/l Xrom (VI) xromatogrammasining namunasi

F.6 Hisoblash

F.6.1 Kalibrlash egri chizig'i

Standartlarning kontsentratsiyasini o'lchash signaliga nisbatan chizib, kalibrlash egri chiziqlarini tayyorlang. Miqdorni aniqlash uchun kalibrlash egri chizig'i 0,990 ga teng yoki yaxshiroq korrelyatsiya koeffitsientiga ega bo'lishi kerak.

F.6.2 Migratsiyani hisoblash

Formula (F.1) bo'yicha ko'chirilgan Chromium (VI) miqdorini hisoblang:

$$M = \frac{C \cdot V \cdot f}{W_{tp} \cdot 1000}$$

bu yerda

Migratsiya - Bu o'yinchoq materialidan Xrom (VI) migratsiyasi, mg/kg.

C - regressiya egri chizig'idan olingan Xrom (VI) ning mkm/l konsentratsiyasi;

V - migratsiya protsedurasi uchun qo'shilgan simulyator hajmi (8.3, migratsiya tartibiga qarang), ml.

Wtp - sinov qismining og'irligi, g;

F - formula (F.2) bilan hisoblangan tuzatish koeffitsientidir.

$$F = \frac{V_1}{V_2}$$

bu yerda

V1 - migratsiya protsedurasidan olingan eritma hajmi (8.3, ko'chirish tartibiga qarang)

Xrom (VI) ni aniqlash uchun ishlatiladi, odatda 0,2 yoki 2, ml;

V2 - neytrallashtirishdan keyin va eluent bilan yakuniy suyultirishdan keyingi hajm, ml."

Natijalarni o'lchovning aniqligi bilan oqlangan muhim raqamlar soniga xabar bering.

G ilova**(ma'lumot uchun)****Organik qalay uchun tahlil usuli (H.9 ga qarang)****G.1 Tamoyil**

Bu usul migratsiya eritmasidagi G.1-jadvalda ko'rsatilganidek, organik qalay birikmalari va/yoki kationlarning miqdorini aniqlaydi (8.3, migratsiya tartibiga qarang) va o'yinchoqlarda bo'lishi mumkin bo'lgan asosiy organik qalay kationi/aralashma qo'shimchalarini qamrab oladi. Organik qalay kationiga bog'langan anion qismi asosan kimyoviy muhitga bog'liq va bu usul yordamida aniqlanmaydi.

G.1-jadval - Organik qalay birikmalari va kationlari

$R_nSn^{(4-n)+}$	R	n	Ism	Qisqartma
$MeSn^{3+}$	Metil	1	Metiltin kationi	MeT
Me_2Sn^{2+}	Metil	2	Dimetiltin kationi	DMT
$BuSn^{3+}$	Butil	1	Butiltin kationi	BuT
Bu_2Sn^{2+}	Butil	2	Dibutiltin kationi	DBT
Bu_3Sn^+	Butil	3	Tributiltin kationi	TBT
Bu_4Sn	Butil	4	TetraButiltin	TeBT
$OcSn^{3+}$	Oktil	1	Monokiltin kationi	MOT
Oc_2Sn^{2+}	Oktil	2	Diokiltin kationi	DOT
Pro_2Sn^{2+}	Propil	2	Dipropiltin kationi	DProT
Ph_2Sn^{2+}	Fenil	2	Difeniltin kationi	DPhT
Ph_3Sn^+	Fenil	3	Trifeniltin kationi	TPhT

Ko'pgina organik qalay birikmalari to'g'ridan-to'g'ri gaz-xromatografiya bilan tahlil qilish uchun juda qutbli va tahlil qilishdan oldin qutbsiz alkiltin birikmalarini hosil qilish uchun hosil bo'lishi kerak.

Per-alkillangan organik qalay birikmalari o'zlarining asosiy birikmalaridan butunlay boshqacha harakat qiladilar. Tetra-alkillangan organik qalay birikmalari, masalan, tetrabutiltin kabi per-alkillangan, agar ular derivatizatsiya ta'sir qilmasa ham, xuddi shu tahlilda aniqlanadi.

Ushbu standart usul etil organik qalay hosilalarini ishlab chiqarish uchun tetraetilborat yordamida in situ derivatizatsiyasidan foydalanadi. Etillangan hosilalar geksan bilan ekstraksiya qilinadi va GC-MS tomonidan tahlil qilinadi. Migratsiya chegaralarida miqdorni aniqlash uchun

O'zMSSt EN 71-3:2019+A1:2024 (EN 71-3:2019+A1:2021, IDT) yetarli darajada past LOQga erishish uchun yagona ion rejimidan foydalanish kerak (2-jadvalga qarang).

Konsentratsiya ichki standart aralashma yordamida umumiy protsedurani kalibrlash orqali aniqlanadi. Ichki standartlar manfaatdor organik qalay birikmasiga imkon qadar o'xshash kimyoviy xususiyatlarga ega bo'lishi kerak. G.2-jadvalda tavsiya etilgan ichki standartlar mavjud.

G.2-jadval - Organik qalay birikmalari uchun tavsiya etilgan ichki standartlar

Organik qalay birikmasi	Ichki standart
Metiltin kationi	Butil qalay (d9)
Dimetiltin kationi	Butil qalay (d9)
Butiltin kationi	Butil qalay (d9)
Dibutiltin kationi	Butil qalay (d9)
Tributiltin kationi	Tributil qalay (d27)
TetraButiltin	Terabutil qalay (d36)
Monokiltin kationi	Butil qalay (d9)
Diokiltin kationi	Butil qalay (d9)
Dipropiltin kationi	Butil qalay (d9)
Difeniltin kationi	Trifenil qalay (d15)
Trifeniltin kationi	Trifenil qalay (d15)

G.4.1.3 da qo'llaniladigan protsedura qo'llanilgandan keyin ham ichki standartning past darajada tiklanishiga olib keladigan matritsalar uchun miqdorni aniqlash uchun standart qo'shimchadan foydalanish kerak (G.4.1.4 ga qarang).

G.2 Reaktivlar

Eng yuqori tozalikdagi reagentlardan foydalaning.

G.2.1 Xlorid kislotasi, HCl (37 %).

G.2.2 Sirka kislotasi, CH₃COOH, muzlik.

G.2.3 Natriy asetat, CH₃COONa.

G.2.4 Metanol, CH₃OH.

G.2.5 Geksan, C₆H₁₄.

G.2.6 Natriy tetraetilborat, NaB(C₂H₅)₄, CAS # 15523-24-7.

G.2.7 Metiltin triklorid, MeTCl, CH₃SnCl₃, CAS # 993-16-8.

G.2.8 Dimetiltin dixlorid, DMTCl, (CH₃)₂SnCl₂, CAS # 753-73-1.

G.2.9 Butiltin triklorid, BuTCl, C₄H₉SnCl₃, CAS # 1118-46-3.

G.2.10 Dibutiltin dixlorid, DBTCl, (C₄H₉)₂SnCl₂, CAS # 683-18-1.

G.2.11 Tributiltin xlorid, TBTCl, (C₄H₉)₃SnCl, CAS # 1461-22-9.

G.2.12 Tetrabutiltin, TeBT, (C₄H₉)₄Sn, CAS # 1461-25-2.

G.2.13 Monokiltin triklorid, MOTCl, C₈H₁₇SnCl₃, CAS # 3091-25-6.

G.2.14 Diokiltin dixlorid, DOTCl, (C₈H₁₇)₂SnCl₂, CAS # 3542-36-7.

G.2.15 Dipropiltin dixlorid, DProTCl, (C₃H₇)₂SnCl₂, CAS # 867-36-7.

G.2.16 Difeniltin dixlorid, DPhTCl, (C₆H₅)₂SnCl₂, CAS # 1135-99-5.

G.2.17 Trifeniltin xlorid, TPhTCl, (C₆H₅)₃SnCl, CAS # 639-58-7.

G.2.18 Tributit-d27-tin xlorid, TBTCl (d27), (C₄D₉)₃SnCl, CAS # 1257647-76-9.

G.2.19 Tetrabutit-d36-tin, TeBT (d36), (C₄D₉)₄Sn, CAS # 358731-92-7.

G.2.20 Monobutit-d9-tin triklorid, BuTCl (d9), C₄D₉SnCl₃.

G.2.21 Trifenil-d15-tin xlorid, TPhTCl (d15), (C₆D₅)₃SnCl, CAS # 358731-94-9.

G.2.22 Tetrahidrofuran (THF), C₄H₈O, CAS # 109-99-9.

G.2.23 Natriy xlorid, NaCl, CAS # 7647-14-5.

G.2.24 Diklorometan (DCM), CH₂Cl₂, CAS # 75-09-2.

G.2.25 Ko'p komponentli eritmalar va tayyorlangan reaktivlar

G.2.25.1 Metanoldagi ko'p komponentli standart eritma, stok eritmasi A

1000 mg/l organik qalay kationi eritmasini tayyorlash uchun TBT ekvivalentida G.3-jadvalda ko'rsatilgan organik qalay birikmalarining miqdorini 0,1 mg aniqlikda 100 ml hajmli o'lchov kolbasiga torting. Ushbu birikmalarni oz miqdorda metanolda eritib yuboring (G.2.4 ga qarang). Keyin metanol bilan belgigacha to'ldiring (G.2.4 ga qarang) va ehtiyotkorlik bilan aralashtiring.

Qorong'ida 4 ° C haroratda saqlansa, eritma kamida ikki oy davomida barqaror bo'ladi.

Izoh Agar tijorat organik qalay standart eritmasidan foydalansangiz, barqarorlik haqidagi ma'lumot odatda yetkazib beruvchi tomonidan taqdim etiladi.

G.3-jadval - 100 mg organik qalay kationlariga to'g'ri keladigan organik qalay birikmalarining talab qilinadigan qismlari va ularning tortish omillari (TBT kationi sifatida ifodalangan)

Modda	Olingan qism mg	MW modda g/mol	MW organik qalay kationi g/mol	Og'irlik omili ^a	Organik qalay kationi	Nisbiy molekulyar og'irlik ^b
Metil qalay triklorid	82,8	240,1	133,7	0,557	MeT	2,169
Dimetil qalay dixlorid	75,7	219,7	148,8	0,677	DMT	1,949
Di-n-propil qalay dixlorid	95,1	275,8	204,9	0,743	BuT	1,416
Butil qalay triklorid	97,3	282,2	175,8	0,623	DBT	1,650
Dibutit qalay dixlorid	104,8	303,8	232,9	0,767	TBT	1,245
Tributit qalay triklorid	112,2	325,5	290,0	0,891	TeBT	1,000

Trixloriddagi n-oktil	116,2	338,3	231,9	0,686	MOT	1,251
Dixloriddagi di-n-oktil	143,4	416,0	345,1	0,830	DOT	0,840
Tetrabutil qalay	119,7	347,2	347,1	1,000	DProT	0,835
Difenil qalay dixlorid	118,5	343,8	272,9	0,794	DPhT	1,063
Trifenil qalay xlorid	132,9	385,5	350,0	0,908	TPhT	0,829

A Og'irlik omili = molyar massa (organik qalay kationi) / molyar massa (organik qalay xlorid).

B Tributiltin bilan solishtirganda. Nisbiy molekulyar og'irlik = molyar massa (tributil qalay kationi) / molyar massa (organik qalay kationi).

G.2.25.2 Organik qalay kationlarining kalibrlash eritmasi, BI, BII va BIII ishchi eritmalari BIII ishchi eritmasi uchun (III toifali materiallar uchun mos) A eritmasidan (G.2.25.1 ga qarang) metanoldagi har bir litr uchun 10 mg organik qalay kationi (TBT kationi sifatida ifodalangan) konsentratsiyasigacha suyultiriladi (G ga qarang). .2.4, suyultirish koeffitsienti 100, stok eritmasiga nisbatan A).

BII ishchi eritmasi uchun (II toifali materiallar uchun mos) BIII ishchi eritmasidan litrda har bir organik qalay kationining (TBT kationi sifatida ifodalangan) 0,25 mg konsentratsiyasigacha (suyultirish koeffitsienti 40, BIII ishchi eritmasiga nisbatan) suyultiriladi. metanol (Qarang: G.2.4.).

BI ishchi eritmasi (I toifali materiallar uchun mos) uchun BIII ishchi eritmasidan metanoldagi har bir organik qalay kationining (TBT kationi sifatida ifodalangan) 1 mg konsentratsiyasiga (suyultirish omili 10, BIII ishchi eritmasiga nisbatan) suyultiriladi. G.2.4.ga qarang).

Izoh Ishchi yechim BI faqat I toifa namunalariga standart qo'shimchani qo'llashda kerak bo'ladi.

G.2.25.3 Ichki standartlarning metanoldagi aralash eritmasi, ichki standart eritma S

Taxminan 100 mg tributil-d27-tin xlorid (G.2.18 ga qarang), 100 mg tetrabutil-d36-tin (G.2.19 ga qarang), 100 ml hajmli o'lchov kolbasiga 0,1 mg aniqlikda torting. mg trifetil-d15-tin xlorid (G.2.21 ga qarang) va 100 mg monobutil-d9-tin triklorid (G.2.20 ga qarang) va oz miqdorda metanolda eritiladi (G.2.4 ga qarang). Belgisigacha metanol bilan to'ldiring (G.2.4 ga qarang) va ehtiyotkorlik bilan aralashtiring.

Eritma 4 ° C haroratda qorong'i joyda saqlanganida bir yilgacha barqaror bo'ladi.

Izoh Agar tijorat organik qalayning ichki standart eritmasidan foydalansangiz, barqarorlik haqidagi ma'lumot odatda yetkazib beruvchi tomonidan taqdim etiladi.

G.2.25.4 Metanoldagi ichki standartlarning ishchi eritmasi, D ichki standart ishchi eritmasi (metanoldagi litr uchun 2 mg deyterlangan organik qalay birikmasi)

100 ml hajmli o'lchov kolbasiga 0,200 ml ichki standart eritma C dan pipetka bilan soling. Belgisigacha metanol bilan to'ldiring (G.2.4 ga qarang) va ehtiyotkorlik bilan aralashtiring.

G.2.26 Xlorid kislota eritmasi, $c(\text{HCl}) = (0,070 \pm 0,005) \text{ mol/l}$.

G.2.27 Asetat bufer eritmasi

Taxminan 10,0 g natriy asetat (G.2.3 ga qarang) 250 ml suvda 500 ml o'lchov kolbasiga eritiladi. 1,2 ml muzli sirka kislotasi qo'shing (G.2.2 ga qarang). Belgisigacha suv bilan to'ldiring va ehtiyotkorlik bilan aralashtiring.

G.2.28 Derivatizatsiya agenti

Inert atmosfera ostida, masalan. azot, 10 ml derivatizatsiya reagenti eritmasini tayyorlash uchun taxminan 2 g natriy tetraetilboratni (G.2.6 ga qarang) 10 ml o'lchov kolbasiga torting va tetrahidrofuran (THF, G.2.22) bilan hajmgacha oshiring. Ushbu yechim kamida bir hafta davomida barqaror.

Izoh Agar tijorat organik qalayning ichki standart eritmasidan foydalansangiz, barqarorlik haqidagi ma'lumot odatda yetkazib beruvchi tomonidan taqdim etiladi.

DIQQAT — Derivatizatsiya reagenti yonuvchan va havo bilan ta'sirlanganda o'z-o'zidan yonib ketadi.

G.3 apparati

Izoh 1 Kontaminatsiyani oldini olish uchun ehtiyot bo'lish muhimdir. Shuning uchun, kolbalar, asbob-uskunalar va namunalar va ularning ekstraktlari bilan aloqa qiladigan barcha narsalar maxsus bo'lishi kerak. Idish yuvish mashinasida tozalashni oldini olish juda muhimdir. Buning o'rniga etanol va geksan bilan yuvish afzalroqdir (G.2.5 ga qarang).

Izoh 2 Adsorbsiya yo'li bilan tiklanish yo'qotishlarini minimallashtirish uchun derivatizatsiyadan oldin plastik idishlardan va derivatizatsiya paytida va undan keyin shisha idishlardan foydalanish afzalroqdir.

Izoh 3 Bo'sh qiymatlarni tekshirish muhimdir.

G.3.1 Volumetrik kolbalar.

G.3.2 Organik suyuqliklar uchun bir martali ishlatiladigan uchlari bo'lgan o'zgaruvchan pipetkalar, hajmi 10 mkl dan

100 mkl, 100 mkl dan 1 000 mkl va 1 ml dan 5 ml gacha.

G.3.3 Gaz o'tkazmaydigan qopqoqli 20 ml shisha flakonlar (masalan, bosh bo'shlig'i flakonlari).

G.3.4 Aralashmani kuchli aralashtirishga qodir shaker.

G.3.5 Elektron ta'sir (EI) rejimidan foydalangan holda bo'linadigan / bo'linmaydigan injektor va massa spektrometri bilan jihozlangan gaz xromatografi.

G.4 Jarayon**G.4.1 Namuna derivatizatsiyasi****G.4.1.1 Derivatizatsiya**

Shisha flakonga (G.3.3 ga qarang) 5,00 ml migratsiya eritmasini qo'shing (8.3, migratsiya tartibiga qarang). 0,100 ml ichki standart eritma D qo'shing (G.2.25.4 ga qarang). Migratsiya eritmasiga 5 ml asetat buferi (G.2.27 ga qarang) qo'shiladi. Keyin 0,050 ml 20% natriy tetra etilborat (G.2.28 ga qarang) va 2 ml geksan (G.2.5 ga qarang) olinadi qo'shiladi va flakon eng uchuvchan hosilalangan organik qalay birikmalarining bug'lanishiga yo'l qo'ymaslik uchun darhol yopiladi. Aralash taxminan 60 daqiqa davomida chayqash vositasi bilan chayqatiladi (G.3.4 ga qarang) va fazalarni ajratish tugaguniga qadar turish uchun qoldiriladi. Ikki bosqich to'liq aniq bo'lishi kerak. Namuna moddiy toifasiga qarab G.4.1.2 yoki G.4.1.3 bilan davom eting.

DIQQAT Reaksiya idishi devorlarida loyqalik, gel hosil bo'lishi, ko'pik, yog'ingarchilik yoki suyuqlik tomchilari kabi belgilar ekstraktsiya samaradorligini sezilarli darajada pasaytirishi aniqlangan. Bunday holda, turli xil organik qalay birikmalari odatda juda boshqacha darajada ta'sirlanadi, ularni turli ichki standartlarga normallashtirish orqali tuzatish mumkin. Shubha tug'ilsa, I va III toifadagi materiallar namunalari uchun ham G.4.1.3 ga to'g'ridan-to'g'ri murojaat qilish mumkin.

G.4.1.2 I va III toifadagi materiallar

I va III toifadagi materiallar uchun fazalar odatda yaxshi ajratiladi. Bunday holda, geksan fraktsiyasi GC-MS tahlili uchun ishlatilishi mumkin va tahliliy moddalarni tashqi standart kali-

O'zMSSt EN 71-3:2019+A1:2024 (EN 71-3:2019+A1:2021, IDT) brlashdan (ichki standartga normallashtirilgandan keyin) miqdoriy aniqlash mumkin (G.4.2 ga qarang). Agar fazalarni ajratish yomon bo'lsa, G.4.1.3da ko'rsatilgandek davom eting.

GC-tahlildan so'ng, ichki standartni qayta tiklash > 60% ekanligini tasdiqlang (kalibrlash eritmalaridagi ichki standart tepalik joylari bilan solishtirganda ichki standart tepalik hududlari), aks holda derivatizatsiya (G.4.1.1-ga qarang), so'ngra ajratish jarayoni qayta amalga oshiriladi. G.4.1.3.

G.4.1.3 II toifadagi materiallar

Izoh 1 II toifadagi namunalar uchun fazalar ko'pincha yaxshi ajratilmaydi va ekstraktsiya samaradorligini oshirish juda muhim, shuning uchun maxsus ishlov berish kerak.

3 g NaCl (s), 0,9 ml HCl (37 %) va 0,5 ml DCM (diklorometan, G.2.24) derivatizatsiya qilingandan so'ng (G.4.1.1 ga qarang) va aralashtiriladi, masalan. vorteks orqali, NaCl ning erishi to'liq yoki deyarli tugagunga qadar.

Ikki faza to'liq ajratilguncha turishga qoldiring. Agar fazalarni ajratish bilan bog'liq muammolar yuzaga kelsa, ultratovushni 30 daqiqa davomida ishlatib va ikki faza to'liq ajratilguncha turing. GC-MS bilan organik fraktsiyani tahlil qiling. Agar ichki standartlarning javoblari kalibrlash eritmalaridagi o'rtacha javoblarga nisbatan 50% dan ortiq bo'lsa, G.4.2 ga muvofiq miqdorni belgilang. Agar ichki standartlarning tiklanishi undan past bo'lsa, G.4.1.4 ga muvofiq davom eting.

Izoh 2 50% qayta tiklanish G.4.1.2 dagi taxminan 60% tiklanishga to'g'ri keladi, chunki organik faza suyultiriladi.

G.4.1.4 Standart qo'shish usuli

Jarayonni boshqa sinov qismi bilan takrorlang (G.4.1.1-ga qarang), lekin asetat buferi qo'shilishidan oldin, har bir organik qalayning namuna toifasi (2-jadval) migratsiya chegarasidan 5-10 baravarga to'g'ri keladigan konsentratsiyali migratsiya eritmasini ko'paytirib. kation (namuna toifasiga qarab 0,200 ml kalibrlash standarti, ishchi eritma BI, BII yoki BIII (G.2.25.2 ga qarang) dan foydalaning).

60 daqiqa chayqalgach, hosil bo'lgandan keyin eritmaga 3 g NaCl (s), 0,9 ml HCl (37 %) va 0,5 ml DCM (diklorometan, G.2.24) qo'shing va aralashtiriladi, masalan. vorteks orqali, NaCl ning erishi to'liq yoki deyarli tugagunga qadar.

G.6.2 ga muvofiq standart qo'shimchalar bo'yicha, G.4.1.3 dan shpikli eritma va qo'shilmagan eritma yordamida miqdorini aniqlang.

Izoh 1 Agar tetrabutiltin-d36 ning reaksiyasi yaxshi bo'lsa, lekin butiltin-d9, tributiltin-d27 yoki trifeniltin-d15 ning javobi past bo'lsa va ayniqsa, agar u nayzalangan eritmada qo'shilmagan eritmaga qaraganda pastroq bo'lsa, bu derivatizatsiya reagentining yetarli emasligi belgisi. Tetraetilborat miqdori yuqori bo'lgan boshqa sinov qismi bilan protsedurani takrorlash juda muhimdir.

Izoh 2 Agar tahlil qiluvchi moddaning cho'qqili eritmada eng yuqori maydoni cho'qqisiz eritmada tepalik maydonidan 5 baravar kam bo'lsa, ya'ni konsentratsiya migratsiya chegarasidan ancha yuqori bo'lsa, ishonchli hisob-kitoblar uchun yuqori ko'tarilish konsentratsiyasi zarur.

G.4.2 Kalibrlash standartlari

6 20 ml shisha flakonlarni oling (G.3.3 ga qarang), har bir flakonga 5 ml xlorid kislota eritmasi qo'shing (G.2.26 ga qarang) va har bir flakonga pipetka bilan qo'shing (G.3.2 ga qarang), mos ravishda 0,020 ml, 0,100 ml va 0,400 ml ishchi eritma BII (Qarang: G.2.25.2) va 0,020 ml, 0,100 ml va 0,400 ml ishchi eritma BIII (G.2.25.2 ga qarang). 0,100 ml ichki standart eritma D (G.2.25.4 ga qarang) va 5 ml asetat buferini qo'shing (G.2.27 ga qarang). Keyin 0,050 ml 20% natriy tetra etilborat (G.2.28 ga qarang) va 2 ml geksan (G.2.5 ga qarang) qo'shiladi. Aralash 60 daqiqa davomida silkitgich bilan chayqatiladi (G.3.4 ga qarang) va fazalarni ajratish tugaguniga qadar turish uchun qoldiriladi. Keyin geksan fraktsiyasi GC-MS tomonidan tahlil qilinadi.

Jadval G.4 - Kalibrlash standartlarini tayyorlash sxemasi

Kalibrlash standartlari	Ishlaydigan yechimlar (G.2.25.2)	Hajmli ishlaydigan echimlar mkl	Xlorid kislotaning hajmli eritmasi (G.2.26) ml	Har bir organo qalay birikmasining konsentratsiyasi (TBT ekvivalentlari) mg/l ^a
Standart 1	BII	20	5,0	0,001
Standart 2	BII	100	5,0	0,005
Standart 3	BII	400	5,0	0,02
Standart 4	BIII	20	5,0	0,04
Standart 5	BIII	100	5,0	0,2
Standart 6	BIII	400	5,0	0,8
A mg/l migratsiya eritmasidagi ekvivalent konsentratsiyani bildiradi.				

G.5 Tahlil**G.5.1 Umumiy**

Ishlab chiqaruvchining ko'rsatmalariga muvofiq asbobni optimallashtiring (G.3.5 ga qarang).

Analitik moddalarni selektiv ion monitoringi (SIM) rejimida (G.5-jadvalga qarang) yoki bir nechta reaksiya monitoringi (MRM) rejimida tahlil qiling (G.6-jadvalga qarang). Odatda, shovqinni minimallashtirish uchun yuqori massali fragmentli ionlar afzalroqdir, lekin ishlatiladigan tizimga bog'liq (ustun va boshqalar). Iloji bo'lsa, bitta kvant va ikkita kvalifikatsiya qiluvchi ionlardan foydalanish kerak.

G.5-jadval - Organik qalay kationlari uchun tanlangan ion monitoringi

Organik qalay etil hosilasi	Qisqartirish	m/z
Dimetil qalay	DMT	135, 151, 179
Metil qalay	MeT	163, 165, 191, 193 121, 149, 179,
Butil qalay	Lekin T	235 191, 193, 233, 235 205, 207,
Di-n-propil qalay Dibutil qalay	DProT	261, 263 205, 207, 289, 2919, 2919, , 289, 291 195 , 301, 305
Tributil qalay	DBT	261, 263, 375
n-oktil qalay	TBT	347, 349, 351

Tetrabutyl qalay Difenil qalay	MOT	
Di-n-oktil qalay Trifenil qalay	TeBT	180, 242, 244
Ichki standartlar	DPhT	217, 281, 318
Butil qalay (d9)	DOT	190, 254, 318
Tributyl qalay (d27)	TPhT	364, 366
Tetrabutyl qalay (d36)	LekinT (d9)	
Trifenil qalay (d15)	TBT (d27)	
	TeBT (d36)	
	TPhT (d15)	

Jadval G.6 - MRM ma'lumotlariga misol

Analit	Prekursor ioni	Ion miqdorini aniqlash	Ion miqdorini aniqlash 1
MeT	193	165	137
DProT	235	151	193
MBT-d9	244	152	180
MBT (BuT)	235	151	179
DBT	263	151	
TBT-d27	318	190	254
TBT	291	179	235
MOT	291	179	
	179		151
TeBT-d36	318	190	254
TeBT	291	179	235
DPhT	303	197	275
DOT	263	151	
TPhT-d15	366	201	

TPhT	351	197	
Izoh Laboratoriyalararo taqqoslash shuni ko'rsatdiki, kvalifikatsiya ion 123 ma'lum matritsalar uchun mos kelmasligi mumkin. Shuning uchun bu ion jadvaldan o'chirildi. Agar ko'proq kvalifikatsiya qiluvchi ionlar kerak bo'lsa, prekursor ion boshqa molekulaga o'zgartirilishi mumkin. turli qalay izotopi.			

Gaz xromatografik signallarining miqdorini aniqlang. Baholash eng yuqori nuqtalardan foydalanish tavsiya etiladi.

Odatdagi inyeksiya ketma-ketligi quyidagicha:

- geksan;
- kalibrlash yechimlari;
- bo'sh ekstrakti;
- namunali yechimlar (takroriy ishlarda);
- sifat nazorati namunasi.

GC va MS shartlariga misollar mos ravishda G.5.2 va G.5.3 da keltirilgan.

G.5.2 GC shartlariga misol

In'ektsiya shartlari: Pulsatsiyalangan bo'linmasdan, puls bosimi = 30 kPa, puls vaqti = 0,5 min Tozalash oqimi = 50 ml/min, tozalash vaqti = 2,00 min.

Inyeksiya harorati: 275 °C

Tashuvchi: geliy; Doimiy oqim: 1,7 ml/min

Ustun: 5%-difenil-95%-dimetil polisiloksan sopolimeri,

30 m × 0,32 mm ID × 0,25 mkm plyonka qalinligi Pechdagi harorat dasturi: 50 °C (1 min) – 20 °C/min – 325 °C (4 min)

In'ektsiya hajmi: 2 mkl

G.5.3 MS shartlariga misol

O'tkazish liniyasi: 280 ° S

Elektron ta'siri: 70 eV

Elektron multiplikatori: manbaga bog'liq

Tanlangan ion monitoringi kamida uchta eng intensiv aralashmaydigan ionlar rejimini tanlaydi:

Izoh: Organik qalay birikmasining konsentratsiyasi allaqachon TBT sifatida ifodalangan, chunki ishchi eritmalar shunday tayyorlanadi (G.3-jadvalga qarang).

G.5.4 Aniqlash va miqdorni aniqlash chegarasi

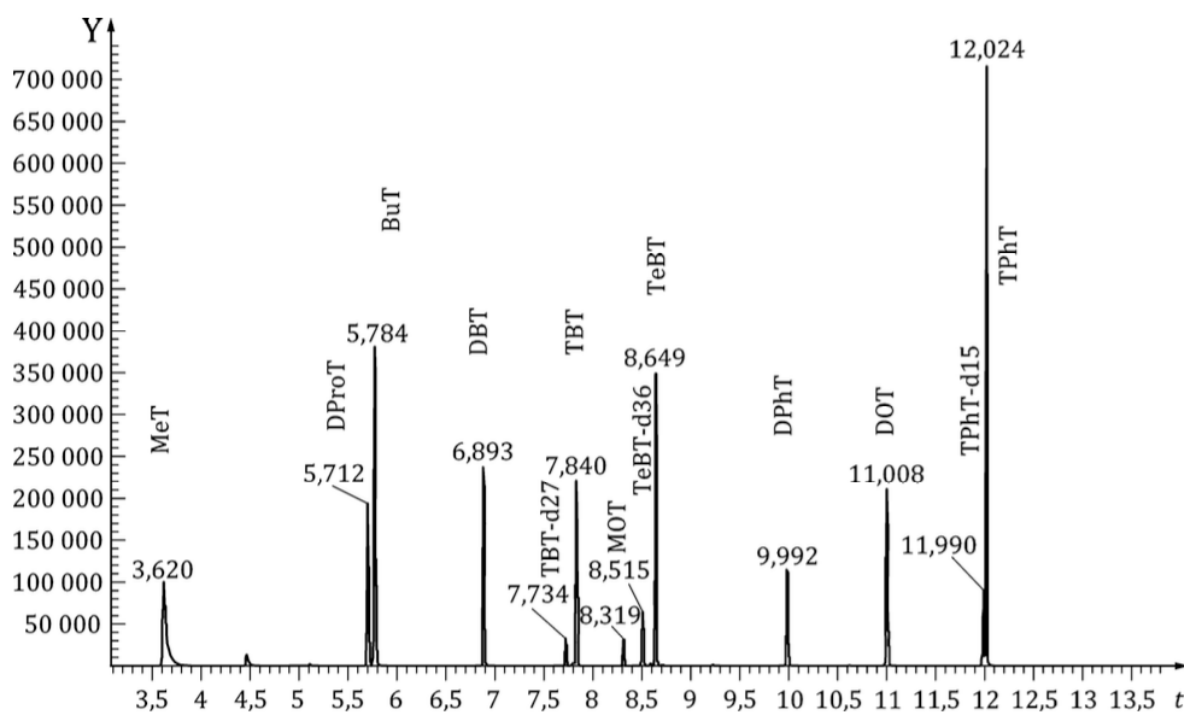
G.7-jadvalda organik qalay birikmalari uchun odatiy aniqlash chegaralari (LOD) va miqdoriy aniqlash (LOQ) berilgan. Namunada bir nechta organik qalay birikmalari mavjud bo'lishi mumkin va bitta birikmaning LOQ migratsiya chegarasining 1/3 qismidan past bo'lishi kerak (2-jadvalga qarang).

G.7-jadval - mg/kg o'yinchoq materialida (TBT ekvivalenti sifatida) ifodalangan odatiy aniqlash chegaralari (LOD) va miqdoriy chegaralari (LOQ)

Element	LOD mg/kg	LOQ mg/kg
Metiltin	0,02	0,06

Dimetiltin	0,02	0,05
Butiltin	0,02	0,06
Tributiltin	0,02	0,06
Monookiltin	0,01	0,03
Diokiltin	0,01	0,04
Dibutiltin	0,02	0,06
Dipropiltin	0,02	0,06
Tetrabutiltin	0,02	0,05
Difeniltin	0,02	0,06
Trifeniltin	0,01	0,04

G.5.5 GC-MS xromatogrammasiga misol

**Kalit**

Y mo'l-ko'llik

t vaqt, min

G.1 -rasm. Etillangan organik qalay birikmalarining GC-MS xromatogrammasiga misol

G.6 Hisoblash

G.6.1 Kalibrlash egri chizig'i

Jarayon, qiziqtirgan organik qalay birikmasi bilan taqqoslanadigan ichki standartlardan foydalangan holda sozlanishi kerak. Kalibrlash egri chizig'ida turli organotin birikmalari uchun eng yuqori maydonlar tegishli ichki standart bo'yicha cho'qqi maydoniga bo'lingan (G.2-jadvalga qarang) organotin moddasining konsentratsiyasiga nisbatan chizilgan. Miqdorni aniqlash uchun kalibrlash egri chizig'i yaxshiroq yoki 0,990 ga teng korrelyatsiya koeffitsientiga ega bo'lishi kerak.

Kalibrlash egri chizig'idan foydalanib, migratsiya eritmasidagi birikmaning konsentratsiyasi (G.6.3-dagi C ga qarang) migratsiya eritmasidagi tegishli ichki standartdan cho'qqi maydoniga bo'lingan birikmaning eng yuqori maydonidan hisoblanadi.

G.6.2 Standart qo'shimcha

Standart qo'shimchadan foydalanganda, migratsiya eritmasidagi har bir aniqlangan organik qalay kationining konsentratsiyasi C quyidagi formula bo'yicha hisoblanadi:

$$C = \frac{A_{sample}}{A_{IS, sample}} \cdot \left(\frac{C_{spike}}{\frac{A_{spiked sample}}{A_{IS, spiked sample}} - \frac{A_{sample}}{A_{IS, sample}}} \right) \quad (G.1)$$

bu yerda

C - migratsiya eritmasidagi moddaning konsentratsiyasi, mg/l TBT ekvivalentlari.

C_{spike} - migratsiya eritmasiga boshqoq bilan qo'shilgan konsentratsiya, mg/l TBT ekvivalenti sifatida;

A_{sample} - tiklanmagan eritmaning xromatogrammasidagi moddaning eng yuqori maydoni;

$A_{IS, sample}$ - tiklanmagan eritmaning xromatogrammasida tegishli ichki standartning eng yuqori maydoni (G.2-jadvalga qarang);

$A_{spiked, sample}$ - shpikli eritmaning xromatogrammasidagi moddaning eng yuqori maydoni;

$A_{IS, spiked, sample}$ - shpikli eritmaning xromatogrammasida tegishli ichki standart (G.2-jadvalga qarang) uchun tepalik maydoni;

G.6.3 Organik qalayning migratsiyasini hisoblash

Har bir aniqlangan organik qalay kationi uchun migratsiya quyidagi formula bo'yicha hisoblanadi:

$$M = \frac{C \cdot V}{W_{tp}}$$

bu yerda:

M - o'yinchoq materialidan organik qalay birikmasining migratsiyasi, TBT ekvivalenti sifatida mg/kg;

C - migratsiya eritmasidagi moddaning konsentratsiyasi (G.6.1 yoki G.6.2 dan), TBT ekvivalentlari sifatida mg/l;

V - qo'shilgan simulyatorning hajmi, ml; W_{tp} - sinov qismining og'irligi, g.

G.3-jadvalda ko'rsatilganlardan boshqa organik qalay birikmalari ham o'yinchoqlarda

O'zMSSt EN 71-3:2019+A1:2024 (EN 71-3:2019+A1:2021, IDT)
bo'lishi mumkin va ular organik qalay konsentratsiyasini hisoblashda kiritilishi kerak.

Organik qalayning migratsiyasi barcha yagona organik qalay birikmalari uchun tributiltin sifatida ko'rsatilgan migratsiya qiymatlarini qo'shish yo'li bilan hisoblanishi kerak (shuningdek, H.9 ga qarang).

H ilova**(ma'lumot uchun)****Mantiqiy asos****H.1 Umumiy**

O'yinchoq materiallari yoki o'yinchoqlar qismlaridagi ayrim elementlarning migratsiya chegaralari O'yinchoqlar xavfsizligi bo'yicha 2009/48/EC direktivasining II, III.13-ilovasida keltirilgan [1]. O'yinchoqlar xavfsizligi bo'yicha direktivadagi cheklovlariga tegishli Ilmiy qo'mita mezonlariga muvofiq RIVM hisoboti ta'sir ko'rsatdi, bu elementlar, agar mavjud bo'lsa, bolalar uchun xavfsiz darajada va yaxshi ishlab chiqarish amaliyotiga mos kelishini ta'minlash uchun. Baholash turli taxminiy iste'molga asoslangan o'yinchoqlarni uchta o'yinchoq toifasiga ajratishni o'z ichiga oladi. Migratsiya cheklovlari o'yinchoqlar yoki o'yinchoqlarning tarkibiy qismlariga taalluqli emas, ular foydalanish imkoniyati, funktsiyasi, hajmi yoki massasi tufayli normal va oldindan ko'rish mumkin bo'lgan xatti-harakatlarni hisobga olgan holda, so'rish, yalash, yutish yoki teri bilan uzoq vaqt aloqa qilish natijasida yuzaga keladigan har qanday xavfni aniq istisno qiladi. bolalarning.

Ushbu standart namuna olish, namuna tayyorlash, ko'chirish tartibini (6-banddan 8-bandga) va mos ravishda ICP-MS va GC-MS asosida migratsiya eritmasidagi elementlarning miqdorini aniqlashning uchta usulini belgilaydi (Ilova E, F-ilova va G ilovasi). . Migratsiya protsedurasi o'yinchoq materialining yutishdan keyin ma'lum vaqt davomida me'da shirasi bilan aloqa qilishini simulyatsiya qiladi.

11-bandda natijada migratsiya yechimida ma'lum bir element miqdorini aniqlash uchun tahlil usullari uchun ishlash mezonlari berilgan. Ushbu usullar Yevropa Komissiyasi (SA/CEN/2013-03 Ba'zi elementlarning ko'chishi) tomonidan moliyalashtirilgan loyihada texnik loyiha rahbari tomonidan ishlab chiqilgan va tasdiqlangan. Ular tengdoshlarni tekshirish laboratoriyasi tomonidan tasdiqlangan va nihoyat laboratoriyalararo taqqoslash natijalari bilan tasdiqlangan. Natijalar va ma'lumotlar 11-bandda va B ilovasida keltirilgan. Usulning ishlashi qayta ko'rib chiqish jarayonida ma'lumotnoma materiallari tayyorlangan ustuvor elementlar uchun mavjud. Barcha elementlarni barcha 3 ta moddiy toifaga kiritish uchun takrorlanuvchanlik ma'lumotlarining bahosi axborotga oid ilova Cda keltirilgan. Boshqa standartlarni tayyorlash va tahlil qilish usullari, agar ular 11-bandda ko'rsatilgan talablarga javob bersa va ushbu standartlarda bo'lsa, foydalanish mumkin. C ilovasining kutilmalariga muvofiq.

Ushbu standart o'yinchoqlar va o'yinchoq materiallarining keng assortimentida ma'lum elementlarning ko'chishi uchun talablar va sinov usullarini o'z ichiga oladi. O'yinchoqlarning 2009/48/EC direktivasining [1] element migratsiya talablariga muvofiqligi ushbu standartga muvofiqligi bilan ko'rsatilishi mumkin.

H.2 Bolalarning og'zaki nutqi (1-bandga qarang)

Og'iz bo'shlig'i xatti-harakatlari bo'yicha ko'plab tadqiqotlar uch yoshgacha bo'lgan bolalarga qaratiladi. Uch yoshdan oshgan bolalarni kuzatish bo'yicha atigi 3 ta tadqiqot ma'lum [11, 12, 13], ulardan faqat bittasi og'izni og'izlash davomiyligi haqidagi ma'lumotlarni taqdim etadi [11]. 4 yosh va 5 yoshli bolalar uchun o'yinchoqlarni og'izlashning o'rtacha vaqti juda past edi (mos ravishda kuniga 3 daqiqa va 1 minut), o'yinchoqlarda kuniga 20 minut va 11 minut og'izlashning maksimal kuzatilgan vaqti.

6 yoshga kelib, bolalar o'yinchoqlarini sezilarli darajada og'izga chiqarmaydilar.

H.3 Teri bilan aloqa qilish (1-bandga qarang)

RIVM elementlarga e'tibor qaratgan holda o'yinchoqlarning kimyoviy xavfsizligini baholash metodologiyasi bo'yicha tadqiqot o'tkazdi va tegishli yo'nalish sifatida elementlarning

O'zMSt EN 71-3:2019+A1:2024 (EN 71-3:2019+A1:2021, IDT) og'zaki ta'sirini aniqladi [10]. Aksariyat o'yinchoqlar yoki o'yinchoqlarning kirish mumkin bo'lgan qismlari bo'lmasa ham, teri bilan aloqa qiladi, bu teriga ta'sir qilishi va qo'shimcha og'iz orqali qo'l bilan og'izga tegishi mumkin. Elementlarga tizimli ta'sir qilish uchun teriga ta'sir qilish usuli og'iz orqali yuborishga qaraganda kamroq ahamiyatga ega, chunki elementlarning teri orqali so'rilishi ularning og'iz orqali so'rilishi kabi sezilarli darajada past bo'ladi. Shuning uchun, eng yomon holatda, boshqa ta'sir qilish yo'llarini o'z ichiga olgan migratsiya uchun oshqozon simulyatori sifatida xlorid kislota simulyatori tanlangan.

H.4 O'yinchoq toifalari (4.1 ga qarang)

2009/48/EC direktivasi [1] materiallarning qabul qilinishiga asoslanib, uch xil o'yinchoq toifasidagi ayrim elementlar uchun migratsiya chegaralarini belgilaydi. Materiallarning taxminiy qabul qilinishi RIVM hisoboti [10] va SCHER fikriga [15] asoslanadi. Kategoriyalarning qo'shimcha tushuntirishlari tushuntirish yo'riqnomasida keltirilgan [3].

I toifaga o'yin paytida kukunga o'xshash material chiqariladigan qattiq o'yinchoq material kiradi. Materialni yutish mumkin. Qo'llarning kukun bilan ifloslanishi og'iz orqali ta'sir qilishning kuchayishiga yordam beradi. Taxminan qabul qilish kuniga 100 mg ni tashkil qiladi.

I toifa: Quruq, mo'rt, kukunga o'xshash yoki egiluvchan

II toifa: Suyuq yoki yopishqoq

II toifaga yutish mumkin bo'lgan va/yoki teriga ta'sir qiladigan suyuqlik yoki yopishqoq o'yinchoqlar kiradi.

o'yin paytida sodir bo'ladi. Taxminan qabul qilish kuniga 400 mg ni tashkil qiladi.

III toifaga tishlash, tishlarni qirib tashlash, so'rish yoki yalash natijasida yutish mumkin bo'lgan qoplamali yoki qoplamasiz qattiq o'yinchoq materiallari kiradi. Ushbu toifaga I va II toifalarga kirmaydigan materiallar kiradi. Taxminan qabul qilish kuniga 8 mg ni tashkil qiladi.

H.5 Sinov qismlari (7-bandga qarang)

0,100 g o'yinchoq materialini olish har doim ham mumkin emas, ayniqsa III toifadagi o'yinchoqlar uchun (qirilib ketgan).

Agar 0,010 g dan kam o'yinchoq materialini olish mumkin bo'lsa, uni tahlil qilish shart emas. Bunday kichik miqdordan

O'yinchoq materialining ba'zi elementlarga ta'siri ahamiyatsiz deb hisoblanadi.

Agar 0,010 g dan 0,100 g gacha o'yinchoq materiali mavjud bo'lsa, sinov 100 mg material kabi amalga oshiriladi. Migratsiya sinov qismining 100 mg ishlatilgani kabi hisoblanadi. Bu kam miqdordagi o'yinchoq materialidan ko'chib o'tish orqali ma'lum elementlarning past ta'sirini qoplaydi.

H.6 Sinov qismlarining o'lchami (7.2 ga qarang)

Laboratoriyalararo taqqoslash natijalari (yuqori elementlar tarkibiga ega bo'lgan polimer disk) zarrachalar hajmining sinov natijalariga sezilarli ta'sir ko'rsatishini ko'rsatdi. Shuning uchun D ilovasini hisobga olgan holda 7.2-banddagi zarrachalar hajmi bo'yicha ko'rsatmalarga qat'iy rioya qilish muhimdir.

Sinov qismlari kamida 6 mm bo'lgan kamida bitta o'lchamga ega bo'lishi kerak, lekin yaxshisi ikki yoki uch o'lchamli bo'lishi kerak. Misol tariqasida, qog'oz varag'i taxminan 6 mm dan 6 mm gacha bo'laklarga kesilishi kerak. Shnur taxminan 6 mm uzunlikdagi bo'laklarga kesilishi kerak. Maqsad, turli laboratoriyalarda tayyorlangan sinov qismlarining o'xshash sirt maydonlari va namunalarni tayyorlash uchun taqqoslanadigan protseduralarga erishishdir.

H.7 Migratsiya eritmasida xrom (VI) barqarorligi (9.3 ga qarang)

Chromium (III) va Chromium (VI) ning o'zaro konversiyasi sodir bo'lishi mumkin. Bu

O'zMSSt EN 71-3:2019+A1:2024 (EN 71-3:2019+A1:2021, IDT) muvozanat pH ta'sir qiladi. Shuning uchun, migratsiya protsedurasidan so'ng (shu jumladan filtratsiya) darhol neytrallashtirish bosqichini bajarish orqali migratsiya eritmasi barqarorlashtirilishi kerak. Tajribalar shuni ko'rsatdiki, pH 7 dan 8 gacha bo'lgan Chromium (VI) 4 soat davomida yetarlicha barqaror bo'lib, tahlil qilish uchun kerak bo'lgan taxminiy vaqt.

H.8 Migratsiya eritmalarini filtrlash (8.3.2 ga qarang)

Tajribalar shuni ko'rsatdiki, kamida 7000 g vaznga ega bo'lgan santrifugalar erimaydigan materialni qulay vaqt ichida ajratishga qodir. Taxminan 7 000 g (6.2.2) da yuqori tezlikda 45 daqiqa davomida yuqori tezlikda santrifüjlash filtrlashni sezilarli darajada osonlashtiradigan migratsiya eritmasini beradi. Vaqt va tezlashtirish samaraliroq santrifugadan foydalanganda moslashtirilishi mumkin.

Kichik pigment zarralari 0,45 mkm membranali filtrdan o'tishi mumkin (6.2.6). Bu, ba'zi hollarda, to'xtatilgan zarrachalar bilan kimyoviy bog'langan elementlar tufayli noto'g'ri yuqori natijalarga olib kelishi mumkin.

Hozirgi vaqtda bu hodisa mis ftalosiyani uchun ma'lum (masalan, ko'k pigment 15, barmoq bo'yoqlarida ishlatilishi mumkin va EN 71-7 tomonidan ruxsat etilgan). 0,02 mkm gözenek o'lchamli membrana filtri (6.2.6) tomonidan olib tashlanmasa, bu pigmentlar misning haddan tashqari ko'payishiga olib keladi. Ushbu pigmentlar yashil yoki ko'k rangli eritma beradi va zarralar Tyndall nuriga olib kelishi mumkin.

Shu sababli, standart migratsiya eritmalar uchun 0,02 mkm filtrli qo'shimcha filtrlash bosqichini talab qiladi:

- mis chegara qiymatidan oshib ketish va
- tavsiflangan xususiyatlarni ko'rsatish (ya'ni, rangli eritma, asosan ko'k yoki yashil; Tyndall nuri) juda yuqori natijalarga yo'l qo'ymaslik uchun.

Agar yuqori mis kontsentratsiyasiga bunday pigmentlar sabab bo'lgan bo'lsa, eritma rangsiz bo'lishi kerak yoki 0,02 mkm gözenek o'lchamli membrana filtri (6.2.6) bilan filtrlangandan so'ng uning yashil yoki ko'k rangli qismi olib tashlanishi tufayli rangi o'zgargan bo'lishi kerak. umumiy rang. Filtrlashdan keyin mis natijasi ham ancha past bo'lishi kerak. Filtrlash 0,07 M xlorid kislotaning asl eritmasi bilan yoki 0,07 M xlorid kislota yoki suv bilan suyultirilgandan keyin (ba'zan filtrlashni tezlashtirish uchun kerak bo'ladi) o'tkazilishi mumkin.

H.9 Organik qalay (G ilovasiga qarang)

O'yinchoqlar xavfsizligi bo'yicha direktivadagi talab umumiy ko'chiriladigan organik qalay uchundir. G ilovasidagi usul alohida organik qalay birikmalarining migratsiyasini belgilaydi. Usul ushbu loyiha uchun mas'ul ishchi guruh tomonidan shu maqsadda tanlangan organik qalay birikmalari ro'yxati yordamida tasdiqlangan (CEN/TC 52/WG 5 "O'yinchoqlar xavfsizligi - Kimyoviy xususiyatlar"). Tanlash toksiklik va ta'sirga (o'yinchoqlarda mavjudligi) asoslangan. Boshqa organik qalay birikmalari ham o'yinchoqlarda bo'lishi mumkin va ular tahlil qilinishi va xabar qilinishi kerak.

EFSA iste'molchilarning organik qalay birikmalariga og'zaki ta'siri bo'yicha fikrni e'lon qildi [14]. Organik qalay birikmalari uchun TDI guruhi Sn tarkibi yoki TBT xlorid sifatida ifodalanaadi. Ushbu Evropa standarti uchun alohida organik qalay birikmalarining migratsiyasini TBT sifatida ifodalash uchun tanlangan, chunki derivatizatsiya bosqichida xlorid chiqariladi.

Yaqinda noorganik qalay moddalari kutilayotgan mahsulot tetraetil qalaydan tashqari, trietilmonometil qalay hosil qiluvchi natriy tetraetilborat (G.2.6) derivatizatsiya reagenti bilan ma'lum sharoitlarda reaksiyaga kirishishi ko'rsatildi. Bu, masalan, metil qalay uchun noto'g'ri ijobiy natijaga olib kelishi mumkin.

Qoplangan qalay o'yinchoqlar, bu yerda qoplamaning sinov qismlari qirib tashlash yo'li

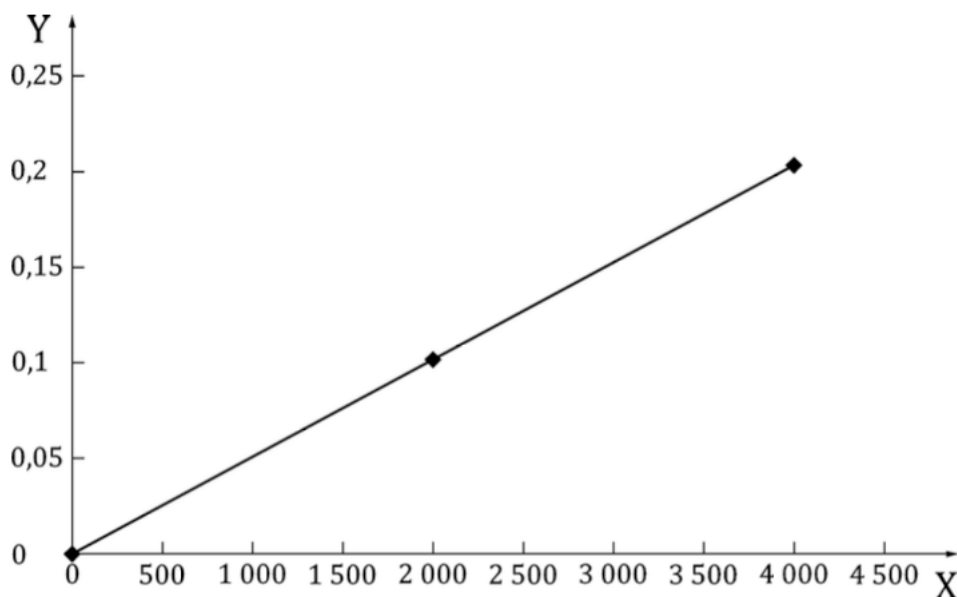
bilan olingan yoki tunuka idishlarda saqlangan nam moyli bo'yoqlar namunalari uchun.

Tajribalar shuni ko'rsatdiki:

— noorganik qalay konsentratsiyasining oshishi bilan metil qalayning aniqlangan konsentratsiyasi ham ortadi (H.1-rasm),

- hosil bo'lgan MeT miqdori derivatizatsiya reagentining sifatiga bog'liq.

Ushbu tajriba natijalari shuni ko'rsatadiki, metillanish derivatizatsiya reagentidagi nopoklik tufayli yuzaga kelishi mumkin, ya'ni bu ta'sirning metil qalay natijalariga ta'siri derivatizatsiya reagentining har bir yangi partiyasi uchun baholanishi kerak.



Kalit

Migratsiya eritmasida noorganik qalayning X konsentratsiyasi, mg/l

Y migratsiya eritmasida MeSn^{3+} sifatida aniqlangan, mg TBT/l da

H.1 -rasm. Noorganik qalay konsentratsiyasi bilan noto'g'ri musbat metil qalay munosabati

Metil qalay natijalari noto'g'ri ijobiy ekanligiga shubha qilinganida, natijalar noto'g'ri ijobiy ekanligini tekshirish va to'g'riroq natijalarga erishish uchun quyidagi harakatlar amalga oshirilishi mumkin:

— qirib tashlash jarayonini takrorlang va asosiy materialdan metall materialni qirib tashlamang; — boshqa organik qalay usulidan foydalaning (masalan, ISO 22744);

— boshqa derivatizatsiya reagentidan foydalaning, masalan. tetrapropilborat;

— sinov qismidagi kabi bir xil noorganik qalay konsentratsiyasiga ega bo'sh namunani tayyorlang (odatda umumiy elementlarning tahlilidan ma'lum) va G ilovasiga muvofiq organik qalayni aniqlashni o'tkazing. Ushbu natijadan noto'g'ri musbat metil qalay miqdorini va shuning uchun uning natijaga ta'siri. Ehtimol, namunadagi metil qalay natijasi bo'sh namunani o'z ichiga olgan qalaydan olingan metil qalay natijasi bilan tuzatilishi mumkin.

G ilovasidagi usul derivatizatsiya paytida to'g'ri pH qiymatini ta'minlash uchun optimalashtirilgan.

H.10 pH qiymati (8.2 va 8.3.1.2 ga qarang)

Namuna tayyorlashdan keyin kislotali sharoitda migratsiya jarayoni amalga oshiriladi. Hidroklorik kislota konsentratsiyasi va pH nazorati ushbu migratsiya jarayonida muhim parametrdir. Shuning uchun, ekstraksiya bosqichida ishlatiladigan xlorid kislota eritmalarini ishlatishdan oldin ehtiyotkorlik bilan tayyorlash va standartlashtirish muhimdir. Xlorid kislota eritmasi kamida 3 oy davomida barqaror ekanligi ko'rsatilgan.

Tajriba shuni ko'rsatadiki, migratsiya protsedurasi paytida pH qiymatidagi og'ishlar tahlil natijalariga sezilarli ta'sir ko'rsatishi mumkin. Shuning uchun belgilangan tartibni aniq bajarish muhimdir.

Xlorid kislota qo'shilgandan so'ng, barqaror pH qiymatiga erishilgunga qadar bir necha daqiqa o'tishi mumkin. Aksariyat hollarda pH qiymati barqaror bo'ladi. Ba'zi maxsus holatlarda (masalan, qog'oz namunalari) pH qiymati migratsiya davomida o'zgarishi mumkin va buning ta'siri ushbu Evropa standartida o'rganilgan va ko'rib chiqilgan.

6.2.1-bandda ko'rsatilgan uskunalar pH ni ushbu Evropa standartida talab qilinadigan aniqlik bilan o'lchash qobiliyatiga ega bo'lishi muhimdir. Amalda, $\pm 0,02$ aniqlikdagi pH o'lchagich yetarli. PH ni taxminan 1,2 da aniq aniqlash uchun elektrodni kalibrlashda ushbu pH ga yaqin pH tamponlaridan foydalanish kerak. PH 1,00 va 2,00 bo'lgan kalibrlash buferlari tavsiya etiladi. Aralastirmasdan pH o'lchovlari o'lchovning barqarorligini yaxshilashi aniqlandi.

H.11 Mumni tozalash (7.2.3 ga qarang)

Har bir namunani 7.2.3.2-bandda ko'rsatilgan mumni tozalash protsedurasi zarur yoki kerak emasligini aniqlash uchun baholash kerak. Namunada moy, moy, mum yoki shunga o'xshash materiallar mavjudligini ko'rsatishi mumkin:

- o'yinchoq materialining tarkibi to'g'risidagi deklaratsiya;
- namunaning hidrofobik ekanligi;
- materialning silliqiligi.

Bundan tashqari, quyidagi namunalar odatda mumni o'z ichiga oladi:

- 1-toifa: mumli qalamlar, ba'zi modellashtiruvchi gillar, rangli qalamlar, ba'zi o'yinchoqlar kosmetikasi (masalan,

lab bo'yog'i, ko'zoynak);

- 2-toifa: ba'zi o'yinchoqlar kosmetikasi (masalan, lab bo'yog'i).

Demsizlantirishdan oldin va keyin sinov qismlarini quritish uchun turli haroratlar qo'llaniladi. Demsizlantirishdan oldin qo'llaniladigan past harorat mumning erishini oldini oladi va undan keyin qo'llaniladigan yuqori harorat quritish vaqtini qisqartiradi.

ZA ilova**(ma’lumot uchun)****Ushbu Yevropa standarti va 2009/48/EC Yevropa Ittifoqi Direktivining asosiy talablari o‘rtasidagi bog‘liqlik yoritilgan.**

Ushbu Evropa standarti 2009/48/EC direktivasining asosiy talablariga mos keladigan bitta ixtiyoriy vositani taqdim etish uchun Komissiyaning M/445 standartlashtirish bo‘yicha so‘rovi asosida tayyorlangan.

Ushbu standart Evropa Ittifoqining rasmiy jurnalida ushbu Direktivga muvofiq keltirilgandan so‘ng, ZA.1-jadvalda keltirilgan ushbu standartning me’yoriy bandlariga muvofiqligi ushbu standart doirasidagi tegishli standartlarga muvofiqlik prezumpsiyasini beradi. ushbu Direktivning asosiy talablari va tegishli EFTA qoidalari.

ZA.1-jadval - Ushbu Evropa standarti va 2009/48/EC direktivasi o‘rtasidagi muvofiqlik

2009/48/EC direktivasining asosiy talablari	Ushbu ENning band(lar)i/kichik band(lar)i	Izohlar / Eslatmalar
II, III ilova 13-band	4.2 Maxsus talablar	Cheklangan qiymatlar 2012/7/EU Komissiya Direktivi [4] (kadmiy), Komissiya reglamenti (EI) No 681/2013 [5] (bariy), Kengash Direktivi (EI) 2017/738 [6] (qo‘rg‘oshin) bilan o‘zgartirilgan. , Komissiya Direktivasi (Yevropa Ittifoqi) 2018/725 [7] (Chromium(VI)) va Komissiya Direktivasi (EI) 2019/1922 (alyuminiy) [19].

OGOHLANTIRISH 1 - Muvofiqlik prezumpsiyasi faqat ushbu Evropa standartiga havola Evropa Ittifoqining rasmiy jurnalida chop etilgan ro‘yxatda saqlanib qolsagina amal qiladi. Ushbu standart foydalanuvchilari tez-tez Evropa Ittifoqining rasmiy jurnalida chop etilgan so‘nggi ro‘yxat bilan tanishishlari kerak.

OGOHLANTIRISH 2 - Ushbu standart doirasiga kiruvchi mahsulot(lar)ga Ittifoqning boshqa qonun hujjatlari qo‘llanilishi mumkin."

Bibliografiya

- [1] Directive 2009/48/EC of the European Parliament and of the Council of 18 June 2009 on the safety of toys
- [2] European Commission Guidance document No. 12 on the application of the Directive on the safety of toys – packaging
- [3] The European Commission, An explanatory guidance document (to Directive 2009/48/EC)
- [4] Commission Directive 2012/7/EU of 2 March 2012 amending, for the purpose of adaptation to technical progress, part III of Annex II to Directive 2009/48/EC of the European Parliament and of the Council relating to toy safety
- [5] Commission Regulation (EU) No 681/2013 of 17 July 2013 amending part III of Annex II to Directive 2009/48/EC of the European Parliament and of the Council on the safety of toys
- [6] Council Directive (EU) 2017/738 of 27 March 2017 amending, for the purpose of adapting to technical progress, Annex II to Directive 2009/48/EC of the European Parliament and of the Council on the safety of toys, as regards lead
- [7] Commission Directive (EU) 2018/725 of 16 May 2018 amending, for the purpose of adaptation to technical and scientific developments, point 13 of part III of Annex II to Directive 2009/48/EC of the European Parliament and of the Council on the safety of toys, as regards chromium VI
- [8] ELLISON S.L.R., WILLIAMS A., eds. Eurachem/CITAC guide: Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, Third edition, (2012), available from www.eurachem.org
- [9] ELLISON S.L.R., WILLIAMS A., eds. Eurachem/CITAC guide: Use of uncertainty information in compliance assessment. (First Edition (2007), available from www.eurachem.org
- [10] Chemicals in toys. A general Methodology for assessment of safety of toys with a focus on elements. RIVM report 320003001/2008
- [11] SMITH S.A., NORRIS B.J. Research into the mouthing behaviour of children up to 5 years old. Report URN 02/748, Consumer and Competition Policy Directorate. Dept. of Trade and Industry, UK, 2002
- [12] TULVE N.S., SUGGS J.C., MCCURDY T., COHEN HUBAL E.A., MOYA J. Frequency of mouthing behavior in young children. J. Expo. Anal. Environ. Epidemiol. 2002, 12 pp. 259–264
- [13] BLACK K., SHALAT S.L., FREEMAN N.C.G., JIMENEZ M., DONNELLY K.C., CALVIN J.A. Children's mouthing and food-handling behavior in an agricultural community on the US/Mexico border. J. Expo. Anal. Environ. Epidemiol. 2005, 15 pp. 244–251
- [14] Opinion of the Scientific panel on Contaminants in the Food Chain on a request from the Commission to assess the health risks to consumers associated with exposure to organotins in foodstuffs, 2004, The EFSA Journal 102, 1-119
- [15] Scientific Committee on Health and Environmental Risks (SCHER), Final Opinion on Estimates of the amount of toy materials ingested by children, adopted on 8 April 2016
- [16] Measurement of pH Definition, Standards and procedure IUPAC Recommendations 2002. Pure Appl. Chem. 2002, 74 (11) pp. 2169–2200
- [17] ISO 8124-3, Safety of toys — Part 3: Migration of certain elements
- [18] ISO 22744 (all parts), Textiles and textile product — Critical substances potentially present in components of textile product materials — Determination of organotin compounds
- [19] Commission Directive (EU) 2019/1922 of 18 November 2019 amending, for the purposes of adaptation to technical and scientific developments, point 13 of part III of Annex II to Directive 2009/48/EC of the European Parliament and of the Council on the safety of toys, as regards aluminium"