



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۶۲۰۴-۵

چاپ اول

۱۳۹۴

INSO

6204-5

1st.Edition

2016

ایمنی اسباب بازی ها -  
قسمت ۵: تعیین غلظت کل برخی  
عناصر در اسباب بازی ها

**Safety of toys —  
Part 5: Determination of total  
concentration of certain elements in  
toys**

ICS:97.200.50

## به نام خدا

### آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۱۳۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر یافته و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۱۳۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است. تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود. پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)<sup>۱</sup>، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)<sup>۲</sup> و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)<sup>۳</sup> است و به عنوان تنها رابط<sup>۴</sup> کمیسیون کدکس غذایی (CAC)<sup>۵</sup> در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2 - International Electrotechnical Commission

3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

## کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«ایمینی اسباب بازی‌ها - قسمت ۵: تعیین غلظت کل برخی عناصر در اسباب بازی‌ها»

### رئیس:

ولی پور، جواد

(دکتری شیمی تجزیه)

### دبیر:

قدیمی کلجاهی، فریده

(کارشناسی ارشد شیمی)

### سمت و / یا نمایندگی

دانشگاه صنعتی سهند

اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی

### اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

ترکمن، آزاده

(کارشناسی مهندسی الکترونیک)

کارشناس استاندارد در زمینه ایمنی وسایل

سرگرمی و کمک آموزشی کودکان

حنیفی نسب، محمداقرا

(کارشناسی مهندسی مکانیک)

اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی

زارعی، محمود

(دکتری شیمی)

دانشکده شیمی دانشگاه تبریز

ذاکر حمیدی، محمد صادق

(دکتری شیمی فیزیک)

پژوهشکده فیزیک کاربردی و ستاره‌شناسی

دانشگاه تبریز

سالک‌زمانی، مریم

(کارشناسی ارشد علوم تغذیه)

اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی

قدیمی، لیدا

(کارشناسی مترجمی زبان انگلیسی)

کارشناس

کبیری، رویا

(دکتری شیمی)

دانشکده شیمی دانشگاه تبریز

شرکت کیمیاگستر نوین آزمایش تبریز

گوگانیان، امیر محمد  
(دکتری شیمی)

اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی

ملازاده، میکائیل  
(کارشناسی ارشد شیمی)

دانشکده شیمی دانشگاه تبریز

نجار، رضا  
(دکتری شیمی)

## فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش‌گفتار
ز	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۲	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۳	۴ اصول آزمون
۴	۵ واکنشگرها و وسایل
۵	۶ انتخاب و ترکیب آزمون‌ها
۶	۷ آماده‌سازی آزمون‌ها
۹	۸ هضم آزمون‌ها و تجزیه دستگاهی
۱۲	۹ حدود تشخیص روش‌های دستگاهی
۱۲	۱۰ بیان نتایج
۱۳	۱۱ گزارش آزمون
۱۴	پیوست الف (اطلاعاتی) پیشینه و اساس
۱۹	پیوست ب (اطلاعاتی) کتاب‌نامه

## پیش‌گفتار

استاندارد «ایمنی اسباب‌بازی‌ها- قسمت ۵: تعیین غلظت کل برخی عناصر در اسباب‌بازی‌ها» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد تهیه و تدوین شده است و در بیست و نهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد ایمنی وسایل سرگرمی و کمک آموزشی کودکان مورخ ۱۳۹۱/۱۱/۲۱ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدید نظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

منبع و مأخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ISO 8124-5: 2015, Safety of toys — Part 5: Determination of total concentration of certain elements in toys

این قسمت از استاندارد، روشی را برای تعیین غلظت کل برخی عناصر در مواد اسباب‌بازی تعریف می‌کند و می‌تواند برای تصمیم‌گیری در خصوص نیاز به آزمون مهاجرت بر اساس استاندارد ISO 8124-3: 2010 یا استانداردهای مرتبط دیگر، مورد استفاده قرار گیرد. اگر غلظت کل یک ماده کمتر از حدود قابل‌انحلال تعیین‌شده در جدول ۱ استاندارد ISO 8124-3: 2010 باشد، مطابق با الزامات استاندارد ISO 8124-3: 2010 در نظر گرفته می‌شود. اگر حدود قابل‌انحلال تعیین‌شده از جدول ۱ استاندارد ISO 8124-3: 2010 بیشتر باشد، انجام آزمون مهاجرت طبق استاندارد ISO 8124-3: 2010 برای تعیین انطباق با استاندارد مذکور الزامی خواهد بود.

علاوه بر این، در محدوده دامنه این استاندارد، می‌توان برای انطباق ماده با هرگونه الزامات قانونی که محدودیت‌هایی در غلظت کل برخی عناصر اعمال می‌کند، تصمیم‌گیری کرد. اگر آزمون مهاجرت، مطابق قانون الزامی باشد، این استاندارد تنها می‌تواند برای اعلام غیرکمی انطباق با حدود قانونی مورد استفاده قرار گیرد.

کاربران این قسمت از استاندارد به یاد داشته باشند که این استاندارد فقط برای هشت عنصر بیان شده در جدول ۱ تدوین شده است. در صورت استفاده از این روش برای عناصر دیگر، روش باید توسط کاربر صحت‌گذاری شود.

## ایمینی اسباب‌بازی‌ها - قسمت ۵: تعیین غلظت کل برخی عناصر در اسباب‌بازی‌ها

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش‌های نمونه‌برداری و هضم، قبل از آنالیز غلظت کل عناصر آنتیموان، آرسنیک، باریم، کادمیم، کروم، سرب، جیوه و سلنیم مواد اسباب‌بازی و قسمت‌های تشکیل‌دهنده اسباب‌بازی است.

یادآوری - عناصر دیگر را نیز می‌توان با این روش اندازه‌گیری کرد، به شرطی که عملکرد تجزیه‌ای مناسب آن اثبات شود. به تولیدکنندگان سفارش می‌شود از روش‌های آزمون اشاره شده در این استاندارد و حدود اشاره شده در استاندارد ISO 8124-3، برای مواد خام مورد استفاده در ساخت اسباب‌بازی‌ها استفاده کنند تا اطمینان افزونتری از انطباق با الزامات استاندارد ISO 8124-3 حاصل شود.

۱-۲ روش‌های هضم برای عناصر بیان شده در بند ۱-۱، برای انواعی از مواد اسباب‌بازی که در زیر آمده است، کاربرد دارد:

الف- پوشش‌هایی از انواع رنگ‌ها، جلاها، لاک‌ها، مرکب‌های چاپ، پلیمرها و پوشش‌های مشابه؛

ب- مواد پلیمری و مواد مشابه، از جمله لمینت‌ها<sup>۱</sup>، خواه تقویت شده با منسوج باشد یا نباشد، به استثنای سایر منسوجات؛

پ- کاغذ، مقوای نازک<sup>۲</sup> و مقوای کنگره‌ای<sup>۳</sup>؛

ت- منسوجات طبیعی یا مصنوعی؛

ث- مواد فلزی پوشش‌دار یا بدون پوشش؛

ج- مواد دیگر، خواه توده رنگ شده<sup>۴</sup> باشد یا نباشد (مانند چوب، ورق فیبر، تخته فشاری، استخوان و چرم)؛

ح- مواد در نظر گرفته شده برای به‌جا گذاشتن اثر (به عنوان مثال مواد گرافیتی در مدادها و مرکب مایع در خودکارها)؛

خ- مواد انعطاف‌پذیر مدل‌سازی، از جمله خاک‌های رس و ژل‌های مدل‌سازی؛

چ- پوشش‌های مورد استفاده در اسباب‌بازی، از جمله رنگ‌های انگشتی، جلاها، لاک‌ها، و مواد مشابه به شکل جامد یا مایع.

د- مواد بسته‌بندی که قسمتی از اسباب‌بازی را تشکیل می‌دهد یا دارای ارزش بازی در نظر گرفته شده است (به بند الف-۱، بسته‌بندی مراجعه کنید).

یادآوری - روش‌های هضم برای شیشه، سرامیک، و سایر مواد سیلیس‌دار یا پلیمرهای فلئوردار یا پوشش‌های پلیمری فلئوردار در این استاندارد ملی توصیف نشده‌اند و در دامنه این استاندارد نیستند (به بند الف-۱، استفاده و قابلیت کاربرد مراجعه کنید).

- 1 - Laminates
- 2 - Paperboard
- 3 - Cardboard
- 4 - Mass-coloured

منظور این است که کل توده ماده با رنگ آمیخته و رنگ‌آمیزی شده است.



## ۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد محسوب می‌شود.

در مورد مراجع دارای تاریخ چاپ و یا تجدید نظر، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی این مدارک مورد نظر نیست. معه‌ذا بهتر است کاربران ذی‌نفع این استاندارد، امکان کاربرد آخرین اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای مدارک الزامی زیر را مورد بررسی قرار دهند. در مورد مراجع بدون چاپ و / یا تجدید نظر، آخرین چاپ و / یا تجدید نظر آن مدارک الزامی ارجاع داده شده مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

- ۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸، آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگی‌ها و روش‌های آزمون
- 2-2 ISO 8124-1, Safety of toys — Part 1: Safety aspects related to mechanical and physical properties
- 2-3 ISO 8124-3, Safety of toys — Part 3: Migration of certain elements

## ۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، تعاریف و اصطلاحات زیر به کار می‌رود.

۱-۳

ماده پایه<sup>۱</sup>

ماده‌ای که مواد پوششی (بند ۲-۳) روی آن نشانه یا تشکیل می‌شود.

۲-۳

ماده پوششی<sup>۲</sup>

همه لایه‌های ماده تشکیل شده یا نشانه شده روی ماده پایه (بند ۱-۳) اسباب‌بازی، از جمله پوشش‌ها، جلاها، لاک‌ها، مرکب‌ها، پلیمرها، یا مواد دیگر با ماهیت مشابه، چه آنهایی که حاوی ذرات فلزی باشند، چه آنهایی که نباشند و چگونگی اعمال به اسباب‌بازی اهمیت ندارد.

یادآوری - این تعریف شامل پوشش‌های فلزی نشانه شده روی یک سطح فلزی مانند یک پوشش آبکاری می‌باشد. با وجود این، فقط در صورتی که بتوان آبکاری را با خراشیدن (بند ۳-۸) جدا کرد، نیاز به آزمون خواهد داشت؛ در غیر این صورت، ممکن است همراه با ماده پایه آزمون شود.

۳-۳

هضم کامل<sup>۳</sup>

فروپاشی کامل ماده اصلی که فقط مواد مانده نامحلول به جا گذارد.

---

1- Base material  
2- Coating  
3- Complete digestion

۴-۳

#### آزمونه مرکب<sup>۱</sup>

آزمونه‌ای (بند ۳-۹) که از بیش از یک نوع ماده مشابه یا رنگ ماده، تشکیل شده است.

۵-۳

#### حد تشخیص دستگاه

سه برابر انحراف استاندارد نتیجه حاصل از آزمون بلانک با استفاده از دستگاه مورد نظر.

۶-۳

#### نمونه آزمایشگاهی

اسباب‌بازی در شکلی که به بازار عرضه می‌شود، یا در شکلی که قرار است به بازار عرضه شود.

۷-۳

#### نمونه بلانک

محلولی که فرایندهای هضم مشابه با هضم آزمونه (بند ۳-۹) را متحمل می‌شود و شامل تمام واکنشگرها به جز آزمونه است.

۸-۳

#### خراشیدن<sup>۲</sup>

فرآیند مکانیکی برای جداسازی کامل مواد پوششی (بند ۳-۲) از ماده پایه (بند ۳-۱) با استفاده از تیغه تیز مانند چاقوی کوچک جراحی است.

۹-۳

#### آزمونه

ماده برداشته شده از یک بخش قابل دسترس از یک نمونه آزمایشگاهی (بند ۳-۶) است.

یادآوری- این تعریف مانع از ترکیب مواد غیرمشابه می‌شود، به عنوان مثال ترکیب منسوجات و پوشش‌های رنگ مجاز نیست.

## ۴ اصول آزمون

آزمونه آماده شده، در شرایط بسیار اسیدی و دمایی بالا با استفاده از هضم روی یک هات پلیت<sup>۳</sup>، تکنیک هضم بلوک داغ<sup>۴</sup>، یا یک سیستم هضم مایکروویو هضم می‌شود. هضم اسیدی داغ، بافت ماده را تخریب می‌کند و اجازه می‌دهد عناصر مورد نظر حل شده و با دستگاه تجزیه‌ای مناسب اندازه‌گیری شود (به بند ۹، حدود تشخیص روش‌های دستگاهی مراجعه کنید).

---

1 - Composite test portion

2 - Scraping

3 - Hot plate

4 - Hot block

## ۵ واکنشگرها و وسایل

### ۱-۵ واکنشگرها

فقط از واکنشگرهای با درجه تجزیه‌ای یا معادل آن باید استفاده شود. غلظت آنالیت یا مواد مزاحم در واکنشگرها و آب باید در مقایسه با کمترین غلظت تعیین شده، قابل اغماض باشد.

برای استانداردهای کالیبراسیون مورد استفاده برای مرحله نهایی اندازه‌گیری دستگاهی، باید از واکنشگرهای با درجه «فلز کم مقدار»<sup>۱</sup> یا معادل استفاده شود.

۱-۱-۵ نیتریک اسید، غلیظ، ۱/۴۰ g/ml، ۶۵٪ (حجمی - حجمی)، درجه تجزیه‌ای.

۲-۱-۵ نیتریک اسید، ۱۰٪ (حجمی - حجمی)، ۱۰۰ ml نیتریک اسید غلیظ (بند ۱-۱-۵) را به ۵۰۰ ml آب (بند ۴-۱-۵) بیفزایید و با آب (بند ۴-۱-۵) تا حجم ۱۰۰۰ ml رقیق کنید.

۳-۱-۵ هیدروکلریک اسید، غلیظ، ۱/۱۹ g/ml، ۳۷٪ (حجمی - حجمی)، درجه تجزیه‌ای.

۴-۱-۵ آب، حداقل نوع ۳ مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸.

۵-۱-۵ هیدروژن پراکسید، ۳۰٪ (حجمی - حجمی).

یادآوری - هیدروژن پراکسیدی که پایداری نشده است باید در دماهای پایین (۴ °C یا کمتر) نگهداری شود.

۶-۱-۵ متیلن کلرید، درجه تجزیه‌ای.

۷-۱-۵ محلول استون/اتانول، مخلوط ۱ به ۱ اتانول مطلق و استون (درجه تجزیه‌ای).

### ۲-۵ وسایل

همه شیشه‌آلات باید در نیتریک اسید ۱۰٪ (حجمی - حجمی) (بند ۲-۱-۵) به مدت حداقل ۲ ساعت خیسانده و سپس قبل از استفاده با آب یون‌زدایی شده آبکشی شوند.

### ۱-۲-۵ سیستم هضم میکروویو

سیستم میکروویو آماده‌سازی نمونه مجهز به یک نگهدارنده نمونه و ظروف هضم میکروویو فشاربالا است (بند ۲-۲-۵، ظرف هضم میکروویو فشاربالا).

یادآوری ۱- در برخی از مدل‌های جدیدتر سیستم‌های هضم میکروویو از ظروف هضم فشاربالا استفاده نمی‌شود و این سیستم‌ها به شرطی که عملکرد معادلی ارائه دهند، به عنوان یک جایگزین مناسب در نظر گرفته می‌شوند.

یادآوری ۲- توصیه‌های ایمنی و عملیاتی خاص زیادی برای مدل و سازنده تجهیزات میکروویو مورد استفاده در تک‌تک آزمایشگاه‌ها وجود دارد. تجزیه کار<sup>۲</sup> برای بهره‌برداری مناسب و ایمن تجهیزات میکروویو و ظروف نیاز دارد تا از کتابچه راهنمای کاربر، تولید کننده و منابع مکتوب مربوط به تجهیزات خاص کمک بگیرد (به بند الف-۳، اقدامات احتیاطی مربوط به استفاده از هضم میکروویو مراجعه کنید).

### ۲-۲-۵ ظرف هضم میکروویو فشار بالا

ظرف در بسته، با گنجایش مناسب که مخصوصاً برای هضم میکروویو طراحی شده است. استفاده از ظرفی با توانایی تحمل درجه حرارت حداقل ۲۲۵ °C و فشار داخلی حداقل ۳۰۰۰ kPa توصیه شده است. پوشش داخلی

1 - Trace metal

واکنشگرهایی که حاوی مقادیر جزئی فلزات بوده و برای اندازه‌گیری فلزات در نمونه‌ها استفاده می‌شوند.

2 - Analyst

ظرف باید از جنس PTFE (پلی تترافلورواتیلن)/TFM [تریس ( $\alpha$ -تری فلورومتیل- $\beta,\beta$ -دی فلورووینیل)- $\beta,\beta$ -بنزن تری کربوکسیلات]، یا PTFE/PFA (پرفلوروآلکوکسی اتیلن) یا هر ماده شیمیایی بی اثر دیگر باشد. ظروف همچنین باید مجهز به یک شیر یا دیسک اطمینان باشد تا از پاره شدن ظرف یا از پس زنی<sup>۱</sup> سرپوش جلوگیری کند.

یادآوری ۱- پوشش داخلی باید به طور منظم از نظر هرگونه تخریب شیمیایی یا فیزیکی بازرسی شود.

یادآوری ۲- فشارهای داخلی بالاتر از ۳۰۰۰ kPa در برخی از نمونه‌ها، مانند مداد رنگی مومی می‌تواند روی دهد و بنابراین بهتر است در این موارد از ظرف متناسب با فشار مرتبط، به عنوان مثال، ۵۰۰۰ kPa استفاده شود.

۵-۲-۳ چاقوی کوچک جراحی، یا ابزار مناسب برای خراش دادن یا برش دادن.

۵-۲-۴ آسیاب آزمایشگاهی.

۵-۲-۵ خردکن دوار، ترجیحا با تیغه‌هایی از جنس کاربید.

۵-۲-۶ سانتریفیوژ، قادر به سانتریفیوژ در  $g^2 (500 \pm 500)$ ، با لوله‌های سازگار.

۵-۲-۷ ترازوی تجزیه‌ای، قادر به اندازه‌گیری با درستی  $g 0.10001$ .

۵-۲-۸ میکروفیلترهای پلی پروپیلنی یا PTFE با اندازه منافذ  $0.45 \mu m$ .

۵-۲-۹ بالن‌های حجم‌سنجی، به گنجایش ۲۵ ml یا ۱۰۰ ml دارای سرپوش.

۵-۲-۱۰ پیپت، مانند ۱ ml، ۵ ml، ۱۰ ml، ۲۰ ml و غیره.

۵-۲-۱۱ بشر، با گنجایش‌های مختلف شامل ۲۵ ml، ۵۰ ml، ۱۰۰ ml، غیره.

۵-۲-۱۲ هات‌پلیت برقی، مناسب برای کار با دمای سطح حداقل  $140^\circ C$ .

یادآوری - به شرطی که هات‌پلیت قادر به تامین دماهای بالاتر از دماهای مورد نیاز باشد، استفاده از صفحه شیشه‌ای مقاوم در برابر گرما، به ضخامت ۱۲ mm تا ۲۵ mm که روی هات‌پلیت قرار داده شده، می‌تواند به کاهش نقاط داغ که در هات‌پلیت‌های برقی متداول است، کمک کند.

۵-۲-۱۳ کاغذ صافی و قیف.

۵-۱-۱۴ هضم‌کننده‌ی بلوک داغ، بلوک فلزی گرم شده با تنظیمات دمایی متغیر تا حداقل  $140^\circ C$  (که به‌طور اختیاری می‌تواند دارای قابلیت برنامه‌ریزی و اعمال شیب دمایی باشد) با ظروف هضم‌سازگار و دارای گنجایش مناسب.

## ۶ انتخاب و ترکیب نمونه‌ها

به بند الف-۱-۲ (ملاحظات سودمند برای تصمیم‌گیری در خصوص ترکیب کردن نمونه‌ها) مراجعه کنید.

### ۶-۱ انتخاب نمونه‌ها

آزمونه‌ها باید از قسمت‌های دسترس‌پذیر (به استاندارد ISO 8124-1 مراجعه کنید) نمونه آزمایشگاهی مطابق با بند ۷ نمونه‌برداری شود. در صورت نیاز، قبل از در نظر گرفتن دسترس‌پذیری، آزمون‌های مربوط به نمونه

1 - Ejection

2 -  $g=9.80665 \text{ m/s}^2$

آزمایشگاهی باید مطابق با استاندارد ISO 8124-1 انجام شود. مواد یکسان در نمونه آزمایشگاهی می‌تواند ترکیب شود، و به عنوان یک نمونه تکی مورد آزمون قرار گیرد، اما استفاده از نمونه‌های آزمایشگاهی بیشتر مجاز نیست. اگر به دست آوردن حداقل ۱۰ mg مقدور نباشد، نباید آزمون‌های بیشتری انجام شود و این مورد باید طبق بند ۱۱ گزارش شود.

توصیه می‌شود که در صورت دسترسی به مواد کافی، جرم آزمون در حدود ۱۰۰ mg باشد.

## ۶-۲ ترکیب آزمون

می‌توان تا سه آزمون را برای تشکیل یک آزمون مرکب ترکیب کرد، به شرطی که حد تشخیص مورد نیاز همچنان حاصل شود (به بند الف-۱-۲، ملاحظات سودمند برای تصمیم‌گیری در خصوص ترکیب کردن آزمون‌ها، مراجعه کنید) و مواد ترکیب‌شده دارای ماهیت مشابه باشند.

ترکیب مواد نامشابه، به عنوان مثال ترکیب منسوجات و پوشش‌های رنگ مجاز نیست. هنگام محاسبه غلظت یک عنصر هدف در یک ماده، فرض بر این است که همه آن عنصر در نمونه هضم شده از همه مواد ترکیب‌شده موجود نشات گرفته است. با استفاده از این فرض و جرم تک‌تک مواد آزمون مرکب، محاسبه غلظت کل عنصر هدف دز تک‌تک مواد ممکن است.

## ۷ آماده‌سازی آزمون‌ها

مواد از نمونه آزمایشگاهی برای آزمون مطابق با بند ۶ (انتخاب و ترکیب آزمون) انتخاب می‌شوند و با استفاده از ابزار برش مانند چاقوهای کوچک جراحی، تیغ‌های ریش‌تراشی، قیچی‌ها، و ابزار خردکن و آسیاب‌کننده توصیف شده در بندهای زیر، نمونه‌برداری می‌شوند. اگر یک دستگاه خردکن [مانند آسیاب (بند ۵-۲-۴) یا ابزار خردکن دوار (بند ۵-۲-۵)] با تیغ‌های خردکن یکبار مصرف [استفاده شود، هریک از قسمت‌های آلوده باید کاملاً تمیز شوند یا مابین استفاده‌ها برای جلوگیری از آلودگی متقابل دور ریخته شوند. مطمئن شوید که خود وسیله نمی‌تواند باعث آلودگی ماده در حال آماده‌سازی شود.

مطابق بندهای ۷-۱ تا ۷-۹، مقدار کافی از ماده جمع‌آوری کنید تا آزمون‌های بین ۱۰ mg و ۱۰۰ mg حاصل شود. در مواردی که کمتر از ۱۰ mg ماده در دسترس باشد (به بند ۶-۱، انتخاب آزمون‌ها، مراجعه کنید) آزمون بیشتری نیاز نیست و طبق بند ۱۱ گزارش می‌شود.

آزمون تهیه شده را مطابق روش‌های توصیف شده در بند ۸-۱ (هضم میکروویو) یا بند ۸-۲ (هات پلیت و هضم بلوک داغ آزمون) هضم کنید.

## ۷-۱ پوشش‌های رنگ، جلا، لاک، مرکب چاپ، پلیمر و پوشش‌های مشابه

پوشش‌های مختلف نمونه آزمایشگاهی را با خراشیدن کامل پوشش از ماده پایه جدا کنید. مراقب باشید از وارد شدن ماده پایه جلوگیری شود. هرچاکه در آن پوشش‌های لیتوگرافی (چاپ نقطه‌ای) وجود داشته باشد،

جداکردن رنگ‌های تکی غیرعملی است و بنابراین این پوشش‌ها را با روشی جدا کنید که آزمون‌ه نمایاننده<sup>۱</sup> حاصل شود.

برای برخی از پوشش‌های نشانده شده بر روی ماده پایه غیرپلیمری، اضافه کردن چند قطره حلال، مانند مخلوط استون/اتانول (بند ۷-۱-۵) یا متیلن کلرید (بند ۵-۱-۶)، برای نرم کردن رنگ و کمک به جداکردن آن از ماده پایه مجاز است.

بهرتر است در ابتدا از استون/اتانول (بند ۷-۱-۵) استفاده شود. اگر این کار برای کمک به جداکردن موثر نباشد، می‌توان در زیر یک هود از متیلن کلرید استفاده کرد.

اگر از حلال استفاده شود، اطمینان حاصل کنید که تمام آثار حلال قبل از هضم میکروویو با عمل تبخیر حذف شده است (به بند ۸-۱، هضم میکروویو، مراجعه کنید). به منظور تسهیل هضم موثر، پوشش جداشده را به تکه‌های کوچک با قطر حداکثر ۲ mm در هر بُعد تقسیم کنید.

**۷-۲ مواد پلیمری و مشابه، شامل لمینت‌ها، خواه تقویت شده با منسوج باشد یا نباشد، به استثنای سایر منسوجات**

با استفاده از یک چاقوی کوچک جراحی یا سایر ابزار مناسب خراش یا برش، ماده تمیز و خشک را به قطعاتی با حداکثر قطر ۲ mm در هر بعد، خراش دهید، ببرید، یا خرد کنید.

#### **۷-۳ کاغذ، مقوای نازک و مقوای کنگره‌ای**

به بند الف-۲-۲ (کاغذ، مقوای نازک و مقوای کنگره‌ای) مراجعه کنید.

ماده را با استفاده از ابزار برش مناسب به قطعاتی با حداکثر بعد ۲ mm در هر بعد، برش دهید.

اگر کاغذ یا مقوای مورد آزمون با پوشش رنگ، جلا، لاک، مرکب چاپ، چسب، یا پوشش مشابه پوشش داده می‌شود، آزمون‌های پوشش نباید به طور جداگانه برداشته شوند. در چنین مواردی، آزمون‌ها را از ماده به شیوه‌ای بردارید که شامل قسمت‌های نمایاننده محل پوشش داده شده باشد.

چنانچه در ماده چاپ شده، مرکب به جزئی از ماده پایه تبدیل شده است، آماده‌سازی مانند حالتی که چاپ نشده، انجام می‌شود.

#### **۷-۴ منسوجات طبیعی یا مصنوعی**

ماده را با استفاده از ابزار برش مناسب به قطعاتی با حداکثر بعد ۲ mm در هر بعد، برش دهید.

اگر جنس یا رنگ نمونه یکنواخت نباشد، در صورت امکان، آزمون‌های از هر کدام از مواد یا رنگ موجود در نمونه‌ای با جرم بزرگتر از ۱۰۰ mg تهیه کنید. مواد یا رنگ‌های موجود در مقادیری مابین ۱۰ mg و ۱۰۰ mg باید بخشی از آزمون به دست آمده از ماده اصلی را تشکیل دهند.

آزمون‌های تهیه شده از منسوجات طرح‌دار باید نمایاننده کل ماده باشند.

#### ۷-۵ مواد دیگر، چه توده رنگ شده باشد یا نباشد

ماده را با استفاده از ابزار برش مناسب به قطعاتی با حداکثر بعد ۲ mm در هر جهت برش دهید، خراش دهید، یا خرد کنید.

#### ۷-۶ مواد مورد نظر برای به جا گذاشتن اثر

آزمونه‌ها را از هر ماده مختلف در نمونه آزمایشگاهی، به شکلی که در نمونه آزمایشگاهی به نظر می‌رسد، با اطمینان از این که ماده به قطعاتی با حداکثر بعد ۲ mm در هر جهت برش داده می‌شود، تهیه کنید.

#### ۷-۷ مواد انعطاف‌پذیر از جمله خاک‌های رس مدل‌سازی، و ژل‌ها

آزمونه‌ها را از هر ماده یا رنگ مختلف در ماده، به شکلی که در نمونه آزمایشگاهی به نظر می‌رسد، یعنی بدون این که به ماده اجازه دهید تا خشک شود، تهیه کنید. ماده را به قطعاتی با حداکثر بعد ۲ mm در هر جهت، برش دهید.

#### ۷-۸ پوشش‌رنگ‌ها، از جمله رنگ‌های انگشتی، جلاها، لاک‌ها، و مواد مشابه، به شکل جامد یا مایع

##### ۷-۸-۱ مواد به شکل جامد

ماده را با استفاده از ابزار برش مناسب به قطعاتی با حداکثر طول ۲ mm در هر بعد، برش دهید، آسیاب یا خرد کنید.

رنگ انگشتی عرضه شده به شکل پودر باید مطابق دستورالعمل سازنده، با آب (بند ۵-۱-۴) رقیق شود و سپس مطابق بند ۷-۸-۲ (مواد به شکل مایع) آماده‌سازی شود.

##### ۷-۸-۲ مواد به شکل مایع

اطمینان حاصل کنید که مواد ته‌نشین شده، با کمک خراش دادن و تکان دادن مکانیکی طولانی‌مدت، در کل نمونه به صورت یکنواخت پخش می‌شود. بلافاصله قبل از نمونه‌برداری، اطمینان حاصل کنید که مایع با هم‌زدن یا تکان دادن به مدت ۵ min همگن شده است. آزمونه‌ای به جرم ۱۰ mg تا ۱۰۰ mg تهیه کنید. در مواردی که ماده به مقدار کمتر از ۱۰ mg موجود است (به بند ۶-۱، انتخاب آزمونه، مراجعه کنید) آزمون بیشتری نیاز نیست و این مورد باید طبق بند ۱۱ (گزارش آزمون) گزارش شود. آزمونه تهیه شده را مطابق بند ۸-۱ (هضم میکروویو) یا بند ۸-۲ (هات‌پلیت و هضم بلوک داغ آزمونه) هضم کنید.

اگر در نظر است مایع در مدت استفاده، جامد یا خشک شود، باید بر روی یک صفحه شیشه‌ای تمیز پوشش داده شود و تا رسیدن به وزن ثابت، قبل از برداشتن آزمونه‌ها طبق بند ۷-۱ (پوشش رنگ، جلا، لاک، مرکب چاپ، پلیمر و پوشش‌های مشابه) خشک شود.

این که ماده به حالت خشک یا مایع مورد آزمون قرار گرفته است، طبق بند ۱۱ گزارش کنید.

#### ۷-۹ مواد فلزی که قسمتی از آن‌ها پوشش داده شده یا نشده

در صورت ممکن، آزمونه‌ای از یک قسمت بدون پوشش مواد فلزی تهیه کنید. اگر قسمت فلزی به طور جزئی پوشش داده شده، هرگونه پوشش قابل خراشیدن (از جمله پوشش‌های آبکاری شده) را بردارید. آبکاری که نتوان با خراشیدن حذف کرد، باید همراه با ماده پایه فلزی آزمون شود.

**یادآوری** - مواد فلزی که به طور کامل پوشش داده شده است، طوری که فلز در دسترس نیست، مطابق آنچه در استاندارد ISO 8124-1 تعریف شده است، آزمون نمی‌شوند. با این حال، این رویکرد در قوانین کشورهای مختلف جهان متفاوت است. به عنوان مثال، طبق قانون بهبود ایمنی محصول مصرف کننده ایالات متحده سال ۲۰۰۸، پوشش‌های سطحی، ماده پایه غیرقابل دسترس فراهم نمی‌کنند. علاوه بر این، ISO 8124-3 فقط آزمون اجزای فلزی را که قطعات کوچکی هستند، یعنی به طور کامل در داخل استوانه آزمون نشان داده شده در شکل ۱۷ استاندارد ISO 8124-1 جا می‌شوند، الزام می‌کند. با استفاده از ابزار برش و خردکن مناسب، آزمون‌های به جرم ۱۰ mg تا ۱۰۰ mg تهیه کنید. در مواردی که ماده به مقدار کمتر از ۱۰ mg موجود است (به بند ۶-۱، انتخاب آزمون، مراجعه کنید) آزمون بیشتری نیاز نیست و این مورد باید طبق بند ۱۱ گزارش شود.

## ۸ هضم آزمون‌ها و تجزیه دستگاهی

هشدار - در هضم‌های صفحه و بلوک داغ می‌توان از هیدروژن پراکسید استفاده کرد. اما در صورت استفاده از آن در هضم مایکروویو، به منظور جلوگیری از احتمال افزایش فشار در طول چرخه گرمایش که می‌تواند موجب بروز حادثه و هدررفت متعاقب نمونه شود، باید خیلی مراقب بود.

مراحل مندرج در بند ۸-۱ (هضم مایکروویو) و بند ۸-۲ (هضم آزمون در هات پلیت و بلوک داغ) در زیر هود یا در سیستم هضم مایکروویو (بند ۵-۲-۱) انجام می‌شود.

بند ۸-۱ (هضم مایکروویو) یا بند ۸-۲ (هضم آزمون در هات پلیت و بلوک داغ)، چگونگی هضم آزمون را با استفاده از تیزاب سلطانی [۳ قسمت هیدروکلریک اسید (بند ۵-۱-۳) و ۱ قسمت نیتریک اسید (بند ۵-۱-۱)] یا تیزاب سلطانی معکوس [۱ قسمت هیدروکلریک اسید (بند ۵-۱-۳) و ۳ قسمت نیتریک اسید (بند ۵-۱-۱)] و سپس با رقیق‌سازی و اندازه‌گیری با استفاده از روش دستگاهی پلاسمای جفت شده القایی - طیف‌سنجی جرمی (ICP-MS) یا پلاسمای جفت شده القایی - طیف‌سنجی نشر اتمی (ICP-AES) توصیف می‌کند. روش‌های دستگاهی دیگر به شرطی مورد استفاده قرار می‌گیرند که معیار مربوط به حدود تشخیص ارائه شده در جدول ۱ را برآورده کنند.

بهترین روش تهیه تیزاب سلطانی و تیزاب سلطانی معکوس آن است که در محل در حضور آزمون تهیه شوند. ترتیب مخلوط کردن هیدروکلریک اسید و نیتریک اسید مهم نیست، اما بهتر است طبق روال ثابت باشد. آزمون نمونه‌های بلانک باید با هر دسته از آزمون‌ها مطابق بند ۸-۱ (هضم مایکروویو) و بند ۸-۲ (هضم آزمون در هات پلیت و بلوک داغ) اجرا شوند.

### ۸-۱ هضم مایکروویو

در این استاندارد، فقط سیستم هضم مایکروویو (بند ۵-۲-۱) و نه شرایط مورد استفاده، مشخص می‌شوند. این به آزمایشگاه آزمون کننده اجازه می‌دهد تا از هر سیستم مایکروویو و شرایط هضم مناسب استفاده کند. با این حال، بهتر است آزمایشگاه آزمون کننده شرایط بهینه هضم را بر اساس توصیه‌های سازنده تجهیزات و تجارب خود در آزمایشگاه با انواع مواد مختلف تعیین کند. دستیابی به هضم کامل ضروری است. در صورتی که شیر اطمینان یا



سیستم ایمنی طی هضم فعال شود، تجزیه باید با استفاده از آزمون جدید و ظروف متناسب با فشار مرتبط تکرار شود.

#### ۸-۱-۱ اگر روش تجزیه دستگاهی، ICP-MS باشد

۱۰ mg تا ۱۰۰ mg آزمون تهیه شده مطابق بند ۷ (آماده سازی آزمونها) را به دقت (با تقریب ۰/۱ mg) درون ظرف هضم میکروویو (بند ۵-۲-۲) وزن کنید و سپس با دقت ۱/۵ ml هیدروکلریک اسید غلیظ (بند ۵-۱-۳) و ۴/۵ ml نیتریک اسید غلیظ (بند ۵-۱-۱) بیفزایید.

به منظور کاهش احتمال مزاحمت ماتریس، توصیه می شود از واکنشگرهای با درجه مشابه با استانداردهای کالیبراسیون استفاده شود.

قبل از آب بندی ظرف منتظر بمانید تا واکنش اولیه مطابق با دستورالعمل سازنده فروکش کند.

#### ۸-۱-۲ اگر روش تجزیه دستگاهی، ICP-AES باشد

اسیدهای بند ۸-۱-۱ را با مخلوط زیر جایگزین کنید: ۴/۵ ml هیدروکلریک اسید غلیظ (بند ۵-۱-۳) و ۱/۵ ml نیتریک اسید غلیظ (بند ۵-۱-۱) و مانند بند ۸-۱-۱ عمل کنید.

#### ۸-۱-۳ شرایط هضم میکروویو

ظرف هضم آب بندی شده (بند ۵-۲-۲) باید در سیستم هضم میکروویو (بند ۵-۲-۱) قرار داده شود و هضم مطابق شرایط و دمای توصیه شده توسط سازندگان تجهیزات، بر اساس شرایط بهینه شده توسط آزمایشگاه، انجام شود.

#### ۸-۱-۴ خنک کردن و رقیق سازی

پس از کامل شدن برنامه هضم، قبل از انتقال ظروف به زیر هود، اجازه دهید حداقل به مدت ۵ دقیقه خنک شود و سپس برای خنک شدن بیشتر تا رسیدن دمای نمونه به کمتر از ۴۰ °C به زیر هود منتقل کنید (معمولا حداقل ۱ ساعت). ظرف را به دقت باز کنید و بررسی کنید که آزمون به طور کامل هضم شده باشد.

**یادآوری** - اگر هضم ناقص باشد (به عنوان مثال شواهدی از نمونه اصلی، کلوخه های جامدی از آزمون سوخته مشاهده شود)، بهتر است آزمون با استفاده از آزمون جدید و شرایط هضم جایگزین تکرار شود تا زمانی که هضم کامل حاصل شود. در صورتی که هضم کامل حاصل نشود، از یک روش جایگزین باید استفاده شود (به بند الف-۴-۱، هضم ناقص، مراجعه کنید). چنین روش هایی در دامنه این استاندارد نمی باشند و استفاده از آنها باید در گزارش آزمون نهایی [بند ۱۱]، گزارش آزمون بیان شود.

هنگامی که هضم کامل شد، مواد هضم شده را به طور کمی با شستشو به یک بشر انتقال دهید و روی هات پلیت تا رسیدن به حجم حدود ۱ ml تبخیر کنید. اجازه دهید تا خنک شود و سپس در حدود ۴ ml تا ۵ ml آب و سپس ۳ تا ۴ قطره از هیدروکلریک اسید (بند ۵-۱-۳) بیفزایید. محلول هضم را به داخل بالن حجم سنجی ۲۵ ml (بند ۵-۲-۹) یا اگر نمونه محدودی موجود باشد، به داخل بالن حجم سنجی ۱۰ ml صاف کنید (بند ۵-۲-۸ یا ۵-۲-۱۳). با آب (بند ۵-۱-۴) به حجم برسانید، درپوش ظرف را بگذارید و کاملا مخلوط کنید. این محلول رقیق شده باید هر چه سریعتر با دستگاه اندازه گیری شود.

#### ۸-۲ هضم آزمون با هات پلیت و بلوک داغ

هشدار - بخارات نیتریک اسید و هیدروکلریک اسید سمی هستند؛ عملیات را زیر هود انجام دهید.

اگر آرسنیک و جیوه اندازه‌گیری می‌شود، در تکنیک هضم باید از یک ظرف بسته در هضم‌کننده بلوک داغ (بند ۵-۲-۱۴) یا در سیستم هضم مایکروویو (۵-۲-۱) استفاده شود.

**یادآوری ۱-** در مدت هضم با هات‌پلیت و بلوک داغ، عناصر فرار خاص مانند آرسنیک و جیوه، مستعد اتلاف هستند، اما آزمون‌های آزمایشگاهی نشان داده است که به هنگام استفاده از مخلوط تیزاب سلطانی، جیوه دچار اتلاف نمی‌شود.

**یادآوری ۲-** بهترین روش تهیه تیزاب سلطانی [سه قسمت هیدروکلریک اسید (بند ۵-۱-۳) و یک قسمت نیتریک اسید (بند ۵-۱-۱)] یا تیزاب سلطانی معکوس [یک قسمت هیدروکلریک اسید (بند ۵-۱-۳) و سه قسمت نیتریک اسید (بند ۵-۱-۱)] آن است که درمحل در حضور آزمون تهیه شوند. ترتیب مخلوط کردن هیدروکلریک اسید و نیتریک اسید مهم نیست، اما بهتر است طبق روال ثابتی باشد.

#### ۸-۲-۱ اگر روش تجزیه دستگاهی، ICP-AES باشد

۱۰ mg تا ۱۰۰ mg آزمون تهیه شده مطابق بند ۷ (آماده‌سازی آزمون‌ها) را به دقت (با تقریب ۰/۱ mg) درون ظرف بشر تمیز ۲۵ ml (بند ۵-۲-۱۱) یا ظرف بلوک داغ وزن کنید و سپس به دقت ۴/۵ ml هیدروکلریک اسید غلیظ (بند ۵-۱-۳) و ۱/۵ ml نیتریک اسید غلیظ (بند ۵-۱-۱) بیفزایید. بگذارید تا هرگونه واکنش احتمالی فروکش کند، سپس ۱ ml هیدروژن پراکسید (بند ۵-۱-۵) را قطره قطره بیفزایید (اختیاری) و اگر ظرف واکنش بشر باشد، آن را با یک شیشه ساعت بپوشانید. روی یک بلوک داغ (بند ۵-۲-۱۴) یا هات‌پلیت (بند ۵-۲-۱۲) (دمای سطح تقریباً ۱۴۰ °C) حرارت دهید تا بیشتر حجم اسید تبخیر شود.

**یادآوری -** در مورد هضم با هات‌پلیت، تا حجم نهایی حدود ۱ ml تبخیر کنید. ترکیب این ۱ ml محصول هضم عمدتاً نیتریک اسید غلیظ با محصولات واکنش حاصل از نمونه است. برای از بین بردن احتمال آلودگی متقابل یا هدررفت نمونه، از جوشیدن یا تبخیر تا خشکی کامل پرهیز کنید.

اگر پس از ۱ ساعت دود قهوه‌ای یا ذراتی در محلول مشاهده شود، گرمایش را ادامه دهید. برای جلوگیری از خشک شدن کامل نمونه لازم است چند میلی‌لیتر هیدروکلریک اسید غلیظ (بند ۵-۱-۳) و نیتریک اسید غلیظ (بند ۵-۱-۱) به همان نسبت (۳:۱) مطابق بند ۸-۲-۱ بیفزایید. زمانی که انتشار دود قهوه‌ای از نمونه متوقف شود، هضم کامل می‌شود. ظرف واکنش را از هات‌پلیت یا بلوک داغ بردارید و بگذارید تا دمای اتاق خنک شود. **یادآوری -** در صورتی که هضم کامل حاصل نشود، باید از یک روش جایگزین استفاده شود (به بند الف-۴-۱، هضم ناقص، مراجعه کنید).

**۸-۲-۱-۲** بشر و ته شیشه ساعت را با حدود ۴ ml تا ۵ ml آب (بند ۵-۱-۴) بشوید و سپس ۳ تا ۴ قطره هیدروکلریک اسید غلیظ بیفزایید. در صورت لزوم صاف کنید (بند ۵-۲-۸ یا ۵-۲-۱۳) و سپس مخلوط واکنش را با شستن به داخل بالن حجمی ۲۵ ml یا چنانچه نمونه محدودی در دسترس باشد، به یک بالن حجمی ۱۰ ml انتقال دهید، به حجم برسانید، درپوش بالن را بگذارید و کاملاً مخلوط کنید. این محلول رقیق شده باید هرچه سریعتر توسط دستگاه اندازه‌گیری شود.

اگر حجم محصول هضم رقیق شده ۲۵ ml باشد، محلول رقیق شده حاوی تقریباً ۴٪ (حجمی-حجمی) نیتریک اسید (۱ ml) و اندکی هیدروکلریک اسید (۰/۵٪ □) است. استانداردهای کالیبراسیون مورد استفاده

برای آنالیز دستگاهی بهتر است دارای این مقدار اسید باشد. اگر محصول هضم تا حجم ۱۰ ml رقیق شود، بهتر است استانداردهای کالیبراسیون نیز از اسیدیته مشابهی برخوردار باشند. قبل از اندازه‌گیری دستگاهی، هر گونه ریزذرات را با صاف کردن (بند ۵-۲-۸ یا ۵-۲-۱۳) یا سانتریفیوژ کردن (بند ۵-۲-۶) یا با فرصت دادن برای ته‌نشینی آن‌ها از محلول حذف کنید. این محصول رقیق شده هضم باید هرچه سریعتر با دستگاه اندازه‌گیری شود.

#### ۲-۲-۸ اگر روش تجزیه دستگاهی، ICP-MS باشد

اسیدهای بند ۸-۲-۱ را با مخلوط زیر جایگزین کنید: ۱/۵ ml هیدروکلریک اسید غلیظ (بند ۵-۱-۳) و ۴/۵ ml نیتریک اسید غلیظ (بند ۵-۱-۱) و مانند بند ۸-۲-۱ عمل کنید. یادآوری - به منظور کاهش احتمال مزاحمت ماتریس، توصیه می‌شود از واکنشگرهایی با درجه یکسان با استانداردهای کالیبراسیون استفاده شود.

### ۹ حدود تشخیص روش دستگاهی

برای تجزیه کمی محصول رقیق شده هضم، انتخاب روش تجزیه نهایی بر عهده آزمایشگاه می‌باشد، مشروط بر این که حدود تشخیص از مقادیر نشان داده شده در جدول ۱ بزرگتر نباشد. این مقادیر یک‌دهم بیشینه مقدار قابل قبول مهاجرت عنصر از مواد اسباب‌بازی طبق استاندارد ISO 8124-3 است.

#### جدول ۱- بیشینه حد تشخیص قابل قبول یک روش دستگاهی

مقادیر بر حسب میلی‌گرم بر کیلوگرم ماده اسباب بازی

عنصر (mg/kg)								ماده اسباب‌بازی
Se	Hg	Pb	Cr	Cd	Ba	As	Sb	
۵۰	۶	۹	۶	۷	۱۰۰	۲	۶	هرگونه ماده اسباب‌بازی مشخص شده در بند ۲-۱ به غیر از خاک رس مدل‌سازی و رنگ انگشتی
۵۰	۲	۹	۲	۵	۲۵	۲	۶	خاک رس مدل‌سازی و رنگ انگشتی

### ۱۰ بیان نتایج

غلظت عنصر هدف بر حسب میلی‌گرم در کیلوگرم را با استفاده از وزن ماده در آزمون مطابق فرمول زیر محاسبه کنید:

$$C_T = \frac{C_E \times V_f \times D_f}{M} \quad (1)$$

که در آن:

$C_T$  غلظت عنصر هدف در ماده اسباب‌بازی آزمون شده (mg/kg)؛

$C_E$  غلظت عنصر اندازه‌گیری شده با دستگاه (mg/l)؛

$V_f$  حجم بالن حجم سنجی (ml)؛

$D_f$  ضریب رقیق سازی؛

$M$  جرم آزمون یا آزمون مرکب (g).

هرجا که از آزمون مرکب استفاده شود، نتایج باید مانند بند الف-۱-۲ (ملاحظات سودمند برای تصمیم‌گیری در خصوص ترکیب کردن آزمون‌ها) محاسبه شود.

## ۱۱ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل حاوی اطلاعات زیر باشد:

۱-۱۱ روش آزمون طبق این استاندارد ملی؛

۲-۱۱ نوع و شناسایی محصول و/یا ماده مورد آزمون؛

۳-۱۱ شناسه‌گذاری موادی که به دلیل جرم ناکافی مورد آزمون قرار نمی‌گیرند (به بند ۶-۱، انتخاب آزمون، و بند ۷، آماده‌سازی آزمون، مراجعه کنید)؛

۴-۱۱ روش هضم مورد استفاده (در مواردی که هضم کامل با استفاده از روش‌های مندرج در این استاندارد قابل دستیابی نیست، می‌توان از روش‌های جایگزین استفاده کرد، اما استفاده از آنها و این که آنها خارج از دامنه این استاندارد هستند، باید در گزارش آزمون بیان شود)؛

۵-۱۱ نتایج آزمون محاسبه شده مطابق بند ۱۰ (بیان نتایج)؛

۶-۱۱ بیان برآوردی از عدم قطعیت اندازه‌گیری در هنگامی که عدم قطعیت، بر حد تشخیص یا سفارش مشتری تاثیر دارد؛

یادآوری - برای تعیین عدم قطعیت اندازه‌گیری بهتر است از ISO/IEC Guide 98-3 یا منبع معادل استفاده شود.

۷-۱۱ جزئیات انتخاب و ترکیب آزمون‌ها از جمله اینکه آیا از آزمون‌های مرکب استفاده شده است و در مورد مواد مایع، آیا در حالت مایع آزمون شده است یا حالت خشک؛

۸-۱۱ هر گونه انحراف، با توافق یا غیر آن، از روش‌های آماده‌سازی و هضم مشخص شده؛

۹-۱۱ امضای مسئول فنی یا مدیر مسئول؛

۱۰-۱۱ تاریخ انجام آزمون.

## پیوست الف

### (اطلاعاتی)

## پیشینه و اساس

### الف-۱ استفاده و قابلیت کاربرد

#### الف-۱-۱ کلیات

در نظر است این استاندارد روشی برای تعیین اینکه آیا یک عنصر غیرمجاز<sup>۱</sup> در یک ماده اسباب بازی موجود است و این که غلظت کل آن چه اندازه است، فراهم کند. این داده‌ها ممکن است برای تصمیم‌گیری در خصوص لزوم آزمون‌های بیشتر مطابق استاندارد ISO 8124-3: 2010 مورد استفاده قرار گیرد. به عنوان مثال در صورتی که غلظت کل تک‌تک عناصر مورد نظر، کمتر از مقادیر مشخص شده در جدول ۱ استاندارد ISO 8124-3 باشد، غیرممکن خواهد بود که مقدار مهاجرت مواد بیش از حدود مشخص شده در جدول ۱ باشد.

**یادآوری-** در این قسمت از استاندارد، تنها هشت عنصر بیان شده در جدول ۱ بررسی شده است. بهتر است، آزمایشگاه‌های آزمون، اعتبارسنجی داخلی روش‌های مشخص شده در این استاندارد را انجام دهد.

از داده‌های غلظت کل همچنین می‌توان برای تعیین اینکه آیا محدودیت‌های جهانی دیگر نقض شده است یا خیر، استفاده کرد. به عنوان مثال، در برخی از کشورها برای غلظت کل سرب در مواد اسباب‌بازی محدودیت وجود دارد. باید مراقب بود تا مواد نادیده گرفته شده یا محدودیت‌های اندازه نمونه منجر به نتیجه‌گیری‌های نادرست نشود.

همانطور که در بند ۱-۲ (هدف و دامنه کاربرد) بیان شد، این قسمت از استاندارد برای شیشه، سرامیک، مواد سیلیس‌دار کاربرد ندارد. روش‌های اندازه‌گیری غلظت کل عناصر خاص در این مواد را می‌توان در منابع دیگر مانند CPSC-CH-E1002-08.1 پیدا کرد.

#### الف-۱-۲ ملاحظات سودمند برای تصمیم‌گیری در خصوص ترکیب کردن آزمون‌ها

آزمون ترکیبی آزمون‌ها از نظر آنالیز یک فرآیند معتبر است، اما باید دقت شود تا از تفسیر نادرست نتایج آنالیز اجتناب به عمل آید. اگر جرم‌های بسیار کوچک نمونه در آزمون‌های ترکیبی استفاده شود، خطا در توزین می‌تواند حائز اهمیت باشد. بنابراین، در صورت امکان، توصیه می‌شود که جرم آزمون‌های مرکب در حدود ۱۰۰ mg باشد. در مواردی که این امر عملی نیست، جرم یک آزمون منفرد نباید کمتر از ۱۰ mg باشد.

با در نظر گرفتن قابلیت توزین ترازوی مورد استفاده، حدود تشخیص زیر رقت نمونه هضم شده (به جدول ۱ مراجعه کنید) و نیز با لحاظ تجزیه دستگاهی بعدی، از هر یک از مواد در آزمون مرکب، باید مقدار کافی مورد استفاده قرار گیرد.

آمیختن مواد نامشابه، به عنوان مثال ترکیب منسوجات و پوشش رنگ، مجاز نیست. تنها مواد مشابه می‌توانند برای تشکیل یک آزمون مرکب، در یک گروه قرار داده شوند.

هنگام محاسبه غلظت یک عنصر هدف در یک ماده، فرض بر این است که همه آن عنصر موجود در نمونه هضم شده فقط از یکی از مواد ترکیب شده سرچشمه گرفته باشد. با استفاده از این فرض و جرم تک تک مواد آزمون مرکب، محاسبه غلظت کل عنصر هدف در تک تک مواد ممکن است.

با ملاحظه نتایج حاصل از چنین نمونه مرکبی، ضروری است که «ضریب ایمنی» کافی برای جبران عدم درستی توزین و انتشار خطاهای ناشی از هر مرحله در روش تجزیه، اعمال شود تا از شناسایی درست مواد نامنطبق اطمینان حاصل شود. در آزمون مرکب تا ۳ آزمون منفرد، توصیه می‌شود، هر آزمون که دارای بیش از ۸۰٪ حد قانونی است، بهتر است به عنوان یک آزمون تکی مورد آزمون مجدد قرار گیرد. یک مثال کارشده در زیر نشان داده شده است:

مثال: کادمیم در مواد پلیمری

دستورالعمل 2011/65/EU اتحادیه اروپا (EU) در مورد محدودیت استفاده از برخی مواد خطرناک در تجهیزات الکتریکی و الکترونیکی (RoHS)، حد بیشینه  $100 \text{ mg/kg}$  را مشخص می‌کند و ۸۰٪ این مقدار برابر  $80 \text{ mg/kg}$  است.

$80 \text{ mg/kg}$  ممکن است به عنوان یک حد عمل<sup>۱</sup> در نظر گرفته شود، یعنی غلظتی که در مقادیر بالاتر از آن، آزمون‌های تشکیل دهنده آزمون مرکب باید به صورت جداگانه آزمون شوند. فرض کنید داده‌های زیر از آزمون ترکیب سه پلاستیک زرد، قرمز و آبی برای اندازه‌گیری مقدار کادمیم حاصل شود:

جدول الف-۱- نتایج آزمون کادمیم حاصل از آزمون مرکب

جرم آزمون (mg)	حد عمل (mg/kg)	نتیجه آنالیز آزمون مرکب (mg/kg)	مقدار کادمیم محاسبه شده (mg/kg)	مقدار کادمیم محاسبه شده با فرض این که از یک آزمون حاصل شده است (mg/kg)
۱۰۰	۸۰	۰٫۱۱	۲۷٫۵	۸۲٫۵
۳۱	۸۰	-	-	۸۸٫۷ <sup>a</sup>
۳۴	۸۰	-	-	۸۰٫۹ <sup>a</sup>
۳۵	۸۰	-	-	۷۸٫۶ <sup>a</sup>

<sup>a</sup> جرم تک تک آزمون‌ها را می‌توان در معادله ارائه شده در بند ۱۰، با جایگزین کردن جرم آزمون مرکب ( $M$ ) با جرم تک تک آزمون‌ها ( $M_i$ ) که در فرمول (الف-۲) نشان داده شده است، به کار برد.

$$C_T = \frac{C_E \times C_f}{M_1} \quad \text{(الف-۲)}$$

1 - Action limit

منظور حدودی است که در صورت عبور از آن حدود، انجام اقدامات مناسب الزامی است.

که در آن:

$C_T$  غلظت عنصر هدف در ماده اسباب بازی آزمون شده (mg/kg)؛

$C_E$  غلظت عنصر اندازه‌گیری شده با دستگاه (mg/L)؛

$V_f$  حجم بالن حجم‌سنجی (ml) (در این مثال،  $V_f$  برابر ۲۵ ml است)؛

$M_1$  جرم آزمون تکی (g).

در مثال بالا، می‌توان مشاهده کرد که نتیجه آزمون مرکب (۸۲٫۵ mg/kg) اندکی بیش از حد عمل است؛ اما با استفاده از جرم دقیق تک‌تک آزمون‌ها، تصمیم‌گیری دقیق‌تر برای انجام آزمون مجدد را می‌توان به صورت ماده به ماده انجام داد. در این مثال، نتایج پلاستیک زرد و قرمز هر دو بیش از حد عمل ۸۰ mg/kg است و بنابراین باید به صورت تکی دوباره آزمون شوند. پلاستیک آبی پایین‌تر از حد عمل است و بنابراین نیاز به آزمون دوباره ندارد.

تصمیم‌گیری در مورد آزمون مهاجرت مواد اسباب بازی مطابق با استاندارد ISO 8124-3: 2010 را می‌توان در شیوه‌ای مشابه با حدود مهاجرت مانند حدود قانونی و اقدام به روش بالا انجام داد. استفاده از ضریب ایمنی در این مثال لازم نیست چون که مهاجرت عناصر نزدیک به ۱۰۰٪ غلظت کل نیست و به طور معمول به مراتب کوچکتر است.

## الف-۲ دامنه

### الف-۲-۱ بسته‌بندی

به بند ۱-۲ (هدف و دامنه کاربرد) مراجعه کنید.

عبارت «که قسمتی از اسباب‌بازی را تشکیل می‌دهد» در بند ۱-۲ به معنی، برای مثال، برای جعبه‌های حاوی پازل تصویری یا در مورد بازی‌ها، بسته‌بندی که در آن دستورالعمل ذکر شده در نظر گرفته شده است. این عبارت قرار نیست، برای مثال، بسته‌های بلیستر<sup>۱</sup> را که حاوی دستورالعمل‌های ساده هستند، دربرگیرد.

### الف-۲-۲ کاغذ، مقوای نازک و مقوای کنگره‌ای

به بند ۳-۷ (کاغذ، مقوای نازک و مقوای کنگره‌ای) مراجعه کنید.

کاغذ، مقوای نازک و مقوای کنگره‌ای چاپ شده، که در آن مرکب بخشی از ماده پایه شده است، مانند موادی که چاپ نشده‌اند، مطابق بند ۳-۷ آماده‌سازی می‌شوند. به عنوان مثال، کاغذ را می‌توان با مرکب چاپ کرد و با یک جلای نازک پوشش داد. می‌توان جلا را خراش داد و به عنوان یک پوشش در نظر گرفت، اما کاغذ چاپ شده باقی‌مانده را به عنوان کاغذ در نظر گرفت.

### الف-۳ احتیاط‌های مربوط به استفاده از هضم میکروویو

این قسمت از استاندارد، سیستم هضم میکروویو را مشخص می‌کند و نه شرایط مورد استفاده را. این امر اجازه می‌دهد تا آزمایشگاه آزمون کننده از یک سیستم میکروویو و شرایط هضم مناسب استفاده کند. با این حال،

آزمایشگاه آزمون بهتر است شرایط هضم بهینه را بر اساس توصیه‌های سازنده تجهیزات و تجارب خود آزمایشگاه با هضم انواع مواد تعیین کند. ضروری است که هضم کامل حاصل شود.

تجهیزات هضم مایکروویو از یک تولیدکننده به تولیدکننده دیگر متفاوت است. همیشه از کتابچه راهنما و دستورالعمل سازنده برای عملیات مناسب و ایمن تجهیزات و ظروف مایکروویو راهنمایی بگیرید. برخی از اقدامات احتیاطی برای بسیاری از طرح‌ها مشترک هستند و در زیر بیان شده‌اند:

الف- آستر داخلی ظروف هضم مایکروویو را به طور منظم به منظور کنترل هرگونه تخریب شیمیایی یا فیزیکی بررسی کنید و هرگونه قطعات معیوب را تعویض کنید.

ب- روش‌های هضم شامل استفاده از اسیدهای قوی که خورنده بوده، باعث سوختگی می‌شوند، هستند. بهتر است به هنگام کار با اسیدها از روپوش آزمایشگاه، دستکش، و عینک ایمنی استفاده شود.

پ- از نیتریک اسید و هیدروکلریک اسید گازهای سمی و تحریک‌کننده منتشر می‌شود. همیشه هضم و افزایش اسید به نمونه را در زیر هود انجام دهید.

بهتر است از اجاق‌های مایکروویو خانگی (آشپزخانه) استفاده نشود زیرا خطرات بسیار زیادی در ارتباط با استفاده از آنها برای روش توصیف شده در این استاندارد وجود دارد. به عنوان مثال، بخارات اسید آزاد شده در داخل محفظه می‌تواند باعث خوردگی وسایل ایمنی شود که مانع خاموش شدن مگنترون در هنگام باز شدن درب می‌شود، و کاربر را به صورت بالقوه در معرض انرژی مایکروویو قرار می‌دهد. همچنین، دودهای تولیدشده می‌تواند بسیار مخاطره‌انگیز باشد.

#### الف-۴ انتخاب مخلوط اسیدها برای هضم

به بندهای ۸-۱ (هضم مایکروویو) و ۸-۲ (هضم نمونه با هات پلیت و بلوک داغ) مراجعه کنید. این قسمت از استاندارد، استفاده از تیزاب سلطانی و تیزاب سلطانی معکوس را بسته به انتخاب نهایی اندازه‌گیری دستگاهی مشخص می‌کند. استفاده از تیزاب سلطانی مطلوب است، زیرا در غلظت زیاد کلرید، عناصری مانند جیوه، کمپلکس پایدار کلر تشکیل می‌دهند، اما در غیر این صورت اکسید شده از محلول خارج می‌گردد. با این حال، در صورت استفاده از روش دستگاهی ICP-MS، عیب و ایراد غلظت زیاد کلرید این است که در پلاسما، یون‌های چنداتمی (به عنوان مثال آرگون کلرید  $^{40}\text{Ar}^{35}\text{Cl}^+$ ) تولید می‌شوند که ممکن است با همپوشانی با عناصر مورد نظر (به عنوان مثال آرسنیک  $^{75}\text{As}^+$ ) تداخل داشته باشد. پیش‌بینی می‌شود این نوع تداخل در اندازه‌گیری با دستگاه ICP-AES تأثیری نداشته باشد، چون که روش ICP-AES به جای سیگنال‌های حاصل از یون‌های ایزوتوپ، به شدت تابش نشر بستگی دارد. بنابراین، در صورت استفاده از روش دستگاهی ICP-AES، استفاده از تیزاب سلطانی و در صورت استفاده از روش دستگاهی ICP-MS، استفاده از تیزاب سلطانی معکوس بیان شده است. معلوم شده است که استفاده از سل‌های واکنش در تجهیزات ICP-MS تداخل‌های چنداتمی را به طور چشمگیری کاهش می‌دهد.



#### الف-۴-۱ هضم ناقص

برخی از انواع مواد پلیمری ممکن است با روش‌های هضم مشخص شده به طور کامل هضم نشود. در چنین مواردی، به منظور اندازه‌گیری عناصر خاص، نیاز به استفاده از روش‌های جایگزین خواهد شد. گزینه‌های احتمالی موجود عبارتند از:

الف- خاکسترسازی خشک در دمای کم با استفاده از یک کوره موفلی<sup>۱</sup>. با توجه به فراریت جیوه و نمک‌های آن، اندازه‌گیری جیوه با این روش نامناسب است.

ب- مخلوط‌های گداز را مانند آنچه در روش اشکا<sup>۲</sup> به کار می‌رود، می‌توان به‌طور موفقیت‌آمیزی برای اندازه‌گیری برخی عناصر به کار برد.

ارائه روش‌های با جزئیات بیشتر برای چنین روش‌های جایگزینی در دامنه این استاندارد نمی‌باشد و استفاده از آنها بهتر است طبق بند ۱۱ بیان شود.

اگر هدف اصلی از اندازه‌گیری یک عنصر، تصمیم‌گیری در خصوص انجام یا عدم انجام آزمون مهاجرت بر اساس استاندارد ISO 8124-3 باشد، هضم ناقص باعث لزوم انجام آزمون مهاجرت می‌شود.

#### الف-۴-۲ بلانک‌های نمونه

در راستای رویه خوب آزمایشگاهی، بهتر است بلانک‌های نمونه و بلانک‌های حلال با هر دسته از آزمون‌ها که در معرض آنالیز هستند، اجرا شوند.

---

1 - Muffle furnace  
2 - Eschka

## کتابنامه

- [1] EN 71-3:1994, Safety of toys — Migration of certain elements (and EN 71-3:1994/AC:2002, EN 71-3:1994/A1:2000, EN 71-3:1994/A1:2000/AC:2000)
- [2] ASTM F963-11, Standard Consumer Safety Specification for Toy Safety
- [3] CPSC-CH-E1002-08.1, Standard Operating Procedure for Determining Total Lead (Pb) in Non-Metal Children's Products, Revised June 21, 2010
- [4] ISO/IEC Guide 98-3, Uncertainty of measurement — Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)
- [5] Directive 2011/65/EU of the European Parliament and of the Council of 8 June 2011 on the restriction of the use of certain hazardous substances in electrical and electronic equipment