**APENDICE NORMATIVO A**

**METODO DE PRUEBA PARA LA DETERMINACION DE LA BIODISPONIBILIDAD DE Sb, As, Ba, Cd, Cr, Pb, Hg, y Se EN LOS MATERIALES DE JUGUETES Y ARTICULOS ESCOLARES.**

**A1.0 Principio**

Los elementos solubles son extraídos de los juguetes o artículos escolares bajo condiciones que simulan la situación donde los materiales permanecen 4 horas en el tracto alimentario después de ingerirse. El contenido del elemento soluble en el extracto, es determinado por ICP/ masas, ICP de emisión óptica, Espectroscopia de Absorción Atómica utilizando la técnica de flama, Generador de Hidruros u Horno de Grafito para la determinación de mercurio, arsénico, antimonio, cadmio, cromo, plomo, bario y selenio.

**A2.0 Reactivos y Aparatos**

**A2.1 Reactivos**

Los reactivos utilizados durante el análisis no deben contener los elementos a medir en cantidades que alteren la confiabilidad del resultado.

**A2.1.1** Solución de ácido clorhídrico 0,07 M.

**A2.1.2** Solución de ácido clorhídrico 0,14 M.

**A2.1.3** Solución de ácido clorhídrico aproximadamente 2,0 M ( 7,3% m/m).

**A2.1.4** Solución de ácido clorhídrico aproximadamente 6,0 M ( 21,9% m/m).

**A2.1.5** Soluciones estándares de Sb, As, Ba, Cd, Cr, Pb, Hg, Se

**A2.1.6** n-heptano u otro disolvente adecuado

**A2.1.7** Agua con una conductividad máxima de 1 S/cm a 25 °C cuando se utilice EAA por la técnica de flama o por Generador de Hidruros o el ICP masas o el EAA por Horno de grafito el agua utilizada debe tener una conductividad menor a 0,1 S/cm a 25 °C.

**A2.2 Aparatos**

**A2.2.1** Espectrofotómetro de absorción atómica (EAA) construido de flama, horno de grafito y/o generador de hidruros.

**A2.2.2** Aditamentos del generador de hidruros u horno de grafito.

**A2.2.3** ICP de emisión óptica.

**A2.2.4** ICP masas

**A2.2.5** Balanza analítica, con una sensibilidad mínima de 0,1 mg.

**A2.2.6** Tamices de acero inoxidable de un tejido simple de 0,5 mm de abertura nominal de malla.

**A2.2.7** pH-metro con una exactitud de 0,1 unidades de pH.

**A2.2.8** Sistema de filtración adecuado al instrumento empleado.

**A2.2.9** Una centrífuga que pueda girar a 5000 + 500 rpm

**A2.2.10** Un sistema de calentamiento con agitación que pueda mantener una temperatura de 37+2 °C.

**A2.2.11** Un conjunto de recipientes de un volumen adecuado (aproximado de 1,6 a 5,0 veces del ácido clorhídrico de extracción).

**A2.2.12** Equipos de extracción Soxhlet o equivalente.

**A3.0 Elección de las muestras de ensayo**

Un juguete o artículo escolar puede constar de 1 o varias muestras de ensayo para análisis, dependiendo de los distintos materiales en los que se encuentren presentes los colores. La muestra de ensayo debe tomarse del juguete o artículo escolar, tal y como se comercializa o bien tal y como está destinado a comercializarse. Dichas muestras deben tomarse de las partes accesibles de un solo juguete o artículo escolar muestra, es decir que está admitido combinar los materiales iguales de un juguete o artículo escolar y considerarlos como una sola y misma muestra de ensayo, pero no utilizar otros juguetes o artículos escolares de muestra. No está permitido componer muestras de ensayo con más de un material o color, salvo que la separación física o una masa demasiado limitada impida la formación de muestras discretas (por ejemplo: por puntos, tejidos impresos). Este requisito no impide que las muestras de ensayo se puedan tomar de modo que sean representativas del material en cuestión especificado y del sustrato sobre el que estén depositadas.

No se realizará el análisis a muestras en las que haya menos de 10 mg de materia.

Cuando los artículos escolares se destinen a ser usados en partes o se desensamblen sin el uso de herramienta, cada pieza se considerará separadamente.

**A3.1 Muestreo**

El muestreo de los productos que serán analizados en el laboratorio se hará, siempre que sea posible, siguiendo los lineamientos marcados en el punto A3.0. En caso de que existan problemas en la selección de las muestras de ensayo por sus características de combinación de colores, tamaño de muestra insuficiente para el ensayo o por la separación de los diferentes materiales que componen a un mismo artículo, se tomarán en cuenta los criterios establecidos en el anexo 1.

**A4.0 Preparación y análisis de las muestras de ensayo**

Para facilitar el análisis de las muestras de ensayo, se requiere una cantidad mínima de 100 mg, sin embargo, en algunas ocasiones el laboratorio de pruebas requerirá de una mayor cantidad de muestra dependiendo del artículo que se trate, pudiendo obtener una mayor cantidad de la misma para su análisis, siempre y cuando se guarde la proporción de masa/masa de 1,50.

Si la muestra de laboratorio no es uniforme en su material, deberá obtenerse una muestra de ensayo a partir de cada material diferente cuya masa sea superior a 10 mg. Si hay entre 10 mg y 100 mg de material uniforme pulverizado, la masa de la muestra de ensayo debe mencionarse en el informe de prueba descrito en el punto A6.0 e) y la cantidad de los elementos correspondientes debe reportarse como si se hubieran utilizado 100 mg de muestra de ensayo.

Nota: Una vez hecha la extracción y siempre respetando la relación 1:50 (masa/muestras/sol. de extracción) se podrá llevar a mayor volumen en el entendido de que en la validación del método se evidencie que los equipos y materiales utilizados son adecuados para que se cumpla con la condición de detectar 1/10 de los valores máximos permitidos para cada elemento establecido en la norma.

**A4.1 Recubrimientos, pinturas, barnices, lacas, tintas de impresión, polímeros y recubrimientos similares.**

**A4.1.1 Toma y preparación de la muestra**

Raspar el recubrimiento de la muestra de laboratorio y molerla a temperatura ambiente. Obtener una porción de muestra no menor de 100 mg. Pasarla a través de un tamiz metálico de acero inoxidable de 0,5 mm (véase A2.2.6).

Si la muestra de laboratorio no es uniforme en su recubrimiento, obtener una porción de cada recubrimiento diferente como se especificó antes.

En el caso donde el recubrimiento uniforme es insuficiente para realizar la prueba con porciones de 100 mg, raspe del recubrimiento disponible. La porción obtenida no se molerá a fin de obtener la mayor cantidad de la porción de prueba. La masa deberá ser reportada.

Si el recubrimiento no puede ser raspado o el área total recubierta cubre un área menor de aproximadamente 100 mm2, las porciones de prueba no se tomarán separadamente del recubrimiento. En tales casos las porciones de prueba serán tomadas del material base, de modo que también incluyan el área cubierta. Las porciones de prueba así obtenidas serán sometidas a la prueba de acuerdo con los métodos especificados en esta norma para el material base.

En el caso de un recubrimiento que por su naturaleza no puede ser molido (ejemplo: pinturas elásticas/plásticas), quite una porción de prueba de la muestra de laboratorio, sin moler el recubrimiento.

**A4.1.2 Método de ensayo**

En un recipiente de tamaño adecuado (véase A2.2.11) se mezcla la muestra de ensayo preparada con 50 veces su masa de una solución acuosa de HCl 0,07 M a 37+2 °C. Si la masa de la muestra de ensayo estuviera comprendida entre los 10 mg y 100 mg, deberá mezclarse la muestra de ensayo con 5,0 ml de dicha solución a 37+2 °C.

Se agita durante 1 min y se verifica el pH de la mezcla. Si el pH fuera superior a 1,5 se añadirá, gota a gota, sin dejar de agitar la mezcla, una solución acuosa de HCl 2 M hasta que el pH esté comprendido entre 1,0 y 1,5. Se protege la mezcla de la luz. Se agita la mezcla a 37+2°C continuamente durante 1 h, dejándola reposar a continuación durante 1 h a 37+2 °C.

Se separan a continuación las partes sólidas de la mezcla, primero mediante filtrado (véase A2.2.8) y si es necesario mediante centrifugado a máximo 5000 rpm (véase A2.2.9). La separación se debe efectuar lo antes posible tras el periodo de reposo. El centrifugado no debe superar los 10 min y debe mencionarse en el punto A6.0 e).

Si las soluciones resultantes deben conservarse durante más de una jornada de trabajo antes de ser analizadas, deben estabilizarse añadiendo ácido clorhídrico hasta que el pH de la solución que se vaya a conservar sea como máximo 1,5.

**A4.2** **Polímeros y materiales similares, incluidos los laminados, tanto si se trata de textiles reforzados o no, con exclusión del resto de los textiles.**

**A4.2.1** **Toma y preparación de la muestra**

Obtener una muestra de ensayo de al menos 100 mg del polímero o del material similar evitando el calentamiento de los materiales, con arreglo a las indicaciones siguientes:

Se cortan las piezas de prueba de las áreas que tienen el material de menor espesor, para asegurar un área superficial de las piezas de prueba tan grande como sea posible en proporción a sus masas. Cada pieza de prueba deberá estar en forma no comprimida y no tener una dimensión superior a 6 mm.

Ejemplo: El material más delgado de 6 mm deberá estar de acuerdo con este requerimiento y ser cortado en cuadros de 6 x 6 mm.

Evitar calentamiento del material cuando se corta la pieza.

Si la muestra de laboratorio no es uniforme en su material a probar, debe tomarse una porción de cada material diferente, formando una masa mayor de 100 mg. El material cuya masa es menor de 100 mg deberá formar parte de la porción obtenida del material principal.

Si el material a probarse está cubierto con un recubrimiento, pintura, barniz, laca, tintas de impresión o revestimientos similares y su recubrimiento puede ser raspado y cubrir un área mayor de aproximadamente 100 mm2, se deben obtener porciones de prueba separadamente del recubrimiento, raspando de acuerdo A4.1.1 y del material base de acuerdo con ese punto.

Si el recubrimiento no puede ser raspado o el área cubierta es menor que aproximadamente 100 mm2, las porciones no serán tomadas separadamente del recubrimiento. En tal caso, las porciones se tomarán del material base de acuerdo con este punto de forma que éstas también incluyan el área cubierta.

Si la muestra de laboratorio no es uniforme en su material, deberá obtenerse una muestra de ensayo a partir de cada material diferente cuya masa sea superior a 10 mg. Si hay entre 10 mg y 100 mg de material uniforme, la masa de la muestra de ensayo debe mencionarse en el punto A6.0 e) y la cantidad de los elementos correspondientes debe calcularse como si se hubieran utilizado 100 mg de muestra de ensayo.

**A4.2.2 Método de ensayo**

Se sigue el método de acuerdo con el apartado A4.1.2.

**A4.3 Papel y cartón**

**A4.3.1 Toma y preparación de la muestra**

Se obtiene una muestra de ensayo de al menos 100 mg de papel o cartón.

Si la muestra de laboratorio no fuera uniforme en su material, debe obtenerse una muestra de ensayo a partir de cada material diferente cuya masa sea de, al menos 100 mg. Cuando la masa del material uniforme esté comprendida entre 10 mg y 100 mg debe mencionarse la masa de la muestra de ensayo en el punto A6.0 e) y se calculará la cantidad de los elementos correspondientes como si se hubieran utilizado 100 mg de muestra de ensayo.

Si el papel o el cartón que se vayan a ensayar estuvieran recubiertos de pintura, barniz, laca, tinta de imprenta, adhesivo o recubrimiento similar, las muestras de ensayo no deben tomarse por separado. En este caso, deben tomarse del material de acuerdo con este apartado de modo que incluyan también partes representativas de la superficie recubierta. Las muestras de ensayo así obtenidas deben ensayarse de acuerdo con los métodos apropiados que se especifican en este apartado. Lo que deberá hacerse constar en el punto A6.0 e).

**A4.3.2 Método de ensayo**

Se deja macerar la muestra de ensayo así preparada en 25 veces su masa de agua (véase A2.1.7) a 37+2 °C de modo que la mezcla resultante sea homogénea. Se traslada cuantitativamente la mezcla a un recipiente de tamaño adecuado (véase A2.2.11). Se añade a la mezcla 25 veces la masa de la muestra de ensayo de una solución acuosa de HCl 0,14 M a 37+2 °C.

Se agita durante 1 min, y se verifica el pH de la solución. Si el pH es superior a 1,5 se añade gota a gota, agitando la mezcla, una solución acuosa de HCl 2 M hasta que el pH esté comprendido entre 1,0 y 1,5. Se protege la mezcla de la luz. Se agita la mezcla a 37+2 °C continuamente durante 1 h, dejándola reposar a continuación durante 1 h a 37+2 °C.

Se separan después las partes sólidas de la mezcla. En primer lugar mediante filtrado (véase A2.2.8) y si es necesario, mediante centrifugado a 5000 rpm como máximo (véase A2.2.9). La separación se debe efectuar lo antes posible tras el periodo de reposo, el centrifugado no debe superar los 10 min y debe mencionarse en el punto A6.0 e).

Si las soluciones resultantes deben conservarse durante más de una jornada de trabajo antes de ser analizadas, deberán estabilizarse añadiendo ácido clorhídrico hasta que el pH de la solución que se vaya a conservar sea como máximo 1,5.

**A4.4 Textiles Naturales o Sintéticos.**

**A4.4.1 Toma y Preparación de la muestra.**

Se obtiene una muestra de ensayo de al menos 100 mg de los materiales textiles, cortando trozos que en reposo no deben tener dimensiones superiores a 6 mm.

Si la muestra no es uniforme en su material o en su color, deberá obtenerse una muestra de ensayo a partir de cada material cuya masa sea superior a 100 mg. Una muestra con una masa comprendida entre 10 mg y 100 mg deberá formar parte de la muestra de ensayo obtenida a partir del material principal.

Las muestras tomadas de textiles impresos deberán ser representativas del material en conjunto.

**A4.4.2 Método de ensayo**

Se sigue el método que se describe en el apartado A4.1.2.

**A4.5 Vidrio, cerámica, materiales metálicos**

**A4.5.1 Toma y preparación de la muestra**

Si el juguete, artículo escolar o uno de sus componentes entran totalmente en el cilindro para pequeñas partes, descrito en la figura 1 del Apéndice Normativo B, en cualquier orientación, sin ser comprimidos o contienen vidrios, cerámicas o materiales metálicos accesibles, deberán someterse a ensayo de acuerdo con el apartado A4.5.2 tras retirar cualquier recubrimiento de acuerdo con el apartado A4.1.1.

**A4.5.2 Método de ensayo**

Se coloca el juguete, artículo escolar o el componente en un recipiente de vidrio de 50 ml y de dimensiones nominales: 60 mm de alto y 40 mm de diámetro. Se añade un volumen suficiente de solución acuosa de HCl 0,07 M a 37+2 °C para cubrir el juguete, artículo escolar o el componente. Se tapa el recipiente, se protege su contenido de la luz y se deja reposar 2 h a 37+2 °C.

Se separan a continuación las partes sólidas de la mezcla, primero por decantación, a continuación por filtrado con un filtro (véase A2.2.8) y si es necesario, por centrifugado a 5000 rpm como máximo (véase A2.2.9). La separación se debe efectuar lo antes posible tras el periodo de reposo, el centrifugado no debe superar los 10 min y debe mencionarse en el punto A6.0 e).

Si las soluciones resultantes deben conservarse durante más de 24 h, antes de ser analizadas deben estabilizarse añadiendo ácido clorhídrico hasta que el pH de la solución que se vaya a conservar sea como máximo 1,5

**A4.6 Otros materiales.**

**A4.6.1 Toma y preparación de la muestra**

Se obtiene una muestra de ensayo de al menos 100 mg del material, de acuerdo con los apartados A4.2.1, A4.3.1, A4.4.1 y A4.5.1, siendo apropiado cualquiera de ellos.

Si la muestra de laboratorio no es uniforme en su material, deberá obtenerse una muestra de ensayo a partir de cada material diferente cuya masa sea superior a 10 mg. Cuando la masa de material uniforme esté comprendida entre 10 mg y 100 mg la masa de la muestra de ensayo deberá mencionarse en el punto A6.0 e) y la cantidad de elementos apropiados deberá calcularse como si se hubieran utilizado 100 mg de muestra de ensayo.

Si el material que se vaya a someter al ensayo está recubierto con un recubrimiento de pintura, barniz, laca, tinta de imprenta o revestimiento similar, se sigue el método del apartado A4.1.1.

**A4.6.2 Métodos de ensayo**

Los materiales deben someterse al ensayo de acuerdo con el más apropiado de los métodos de los apartados A4.2.2, A4.3.2, A4.4.2 y A4.5.2. El método utilizado debe mencionarse en el punto A6.0 e).

**A4.7 Materiales destinados a dejar trazas**

**A4.7.1 Toma y preparación de la muestra para los materiales en forma sólida**

Se obtiene una muestra de ensayo de al menos 100 mg de material, cortando fragmentos que en reposo no deben tener dimensiones superiores a 6 mm.

Debe obtenerse una muestra de ensayo a partir de cada uno de los diferentes materiales destinados a dejar trazas, presentes en la muestra de laboratorio cuya masa sea superior a 10 mg. Cuando la masa de material esté comprendida entre 10 mg y 100 mg, la masa de la muestra de ensayo deberá mencionarse en el punto A6.0 e) y la cantidad de los elementos correspondientes deberá calcularse como si se hubieran utilizado 100 mg de muestra de ensayo. Si el material contiene grasa, aceite, cera o sustancias similares, la muestra de ensayo deberá colocarse en un filtro o papel endurecido y dichas sustancias deberán extraerse con n-heptano (véase A2.1.6) o cualquier otro disolvente adecuado para su extracción. Deben realizarse mediciones analíticas para garantizar que la extracción de estas sustancias es cuantitativa. La naturaleza del disolvente utilizado debe mencionarse en el punto A6.0 e).

**A4.7.2 Toma y preparación de la muestra para los materiales en forma líquida**

Se obtiene una muestra de ensayo de, al menos, 100 mg del material a partir de la muestra de laboratorio. Se autoriza la utilización de un disolvente adecuado para facilitar la obtención de la muestra de ensayo. Se debe obtener una muestra de ensayo a partir de cada uno de los diferentes materiales destinados a dejar traza, presente en la muestra de laboratorio, cuya masa sea superior a 10 mg. Cuando la masa del material esté comprendido entre 10 mg y 100 mg, la masa de la muestra de ensayo deberá mencionarse en el punto A6.0 e) y la cantidad de elementos correspondientes deberá calcularse como si se hubieran utilizado 100 mg de muestra de ensayo. Si el material está destinado a solidificarse durante su uso normal o si contiene grasa, cera o sustancias similares, la muestra de ensayo debe dejarse solidificar en las condiciones de uso normal. El material resultante deberá colocarse en un filtro de papel endurecido y la grasa, el aceite, la cera o las sustancias similares deberán extraerse con n-heptano (véase A2.1.6) o cualquier otro disolvente adecuado para la extracción. Deben realizarse mediciones analíticas para garantizar que la extracción de estas sustancias es cuantitativa. La naturaleza del disolvente utilizado debe mencionarse en el punto A6.0 e).

**A4.7.3 Método de ensayo para muestras que no contengan grasa, aceite, cera o sustancias similares**

En un recipiente de tamaño adecuado (véase A2.2.11) se mezcla la muestra de ensayo así preparada con 50 veces su masa de una solución acuosa de HCl de 0.07 M a 37+2 °C. Si la masa de la muestra de ensayo está comprendida entre 10 mg y 100 mg, se mezcla la muestra de ensayo con 5.0 ml de esta solución a 37+2 °C. Se agita durante 1 min. Se verifica el pH de la solución.

Si la muestra de ensayo contiene importantes cantidades de derivados alcalinos, generalmente en forma de carbonatos de calcio, se ajusta el pH entre 1,0 y 1,5 con HCl 6 M para evitar una disolución excesiva. El volumen de ácido clorhídrico utilizado y su relación con el volumen de la solución deben mencionarse en el punto A6.0 e). Si la cantidad de derivados alcalinos contenida en la mezcla es despreciable y si el pH de la mezcla es superior a 1,5, se añade gota a gota sin dejar de agitar la mezcla, una solución acuosa de HCl 2 M hasta que el pH esté comprendido entre 1,0 y 1,5. Se protege la mezcla de la luz. Se agita la mezcla continuamente durante 1 h a 37+2 °C y se deja en reposo durante 1 h a 37+2 °C.

**A4.7.4 Métodos de ensayo para las muestras que contengan grasa, aceite, cera o sustancias similares**

Se utiliza la muestra de ensayo que haya quedado en el filtro de papel endurecido. Se deja macerar la muestra de ensayo así preparada en una masa de agua (véase A2.1.7) a 37+2 °C que corresponda a 25 veces la masa del material inicial, de modo que la mezcla resultante sea homogénea. Se traslada cuantitativamente la mezcla a un recipiente de tamaño adecuado (véase A2.2.11). Se añade a la mezcla una solución acuosa de HCl de 0,14 M a 37+2 °C, en la proporción de 25 veces la masa de la muestra de ensayo inicial. Si la masa de la muestra de ensayo está comprendida entre 10 mg y 100 mg, se deja macerar la muestra de ensayo en 2,5 ml de agua (véase A2.1.7). Se traslada cuantitativamente la mezcla a un recipiente de tamaño adecuado (véase A2.2.11). Se añaden 2,5 ml de HCl de 0,14 M a 37+2 °C a la mezcla. Se agita durante 1 min. Se verifica el pH de la solución. Si la muestra de ensayo contiene importantes cantidades de derivados alcalinos, generalmente en forma de carbonatos de calcio, se ajusta el pH entre 1,0 y 1,5 con HCl 6 M para evitar una dilución demasiado importante. El volumen de ácido clorhídrico utilizado y su relación con el volumen de la solución deben mencionarse en el punto A6.0 e).

Si la cantidad de derivados alcalinos contenida en la mezcla es despreciable y si el pH de la mezcla es superior a 1,5 se añade gota a gota sin dejar de agitar la mezcla una solución acuosa de HCl de aproximadamente 2 M (véase A2.1.3) hasta que el pH esté comprendido entre 1,0 y 1,5. Se protege la mezcla de la luz. Se agita la mezcla continuamente durante 1h a 37+ 2 °C y se deja reposar a continuación durante 1 h a 37+2 °C.

NOTA: El volumen de la solución de HCl de 0,07 M o de 0,14 M dependiendo de los casos, se calcula en función de la masa de la muestra de ensayo antes del desengrasado.

Se preparan inmediatamente los sólidos de la mezcla. En primer lugar por filtrado (véase A2.2.8) y sí es necesario, por centrifugado a 5000 rpm como máximo (véase A2.2.9). La separación se debe efectuar lo antes posible después del periodo de reposo. El centrifugado no debe superar los 10 min y deben mencionarse en el punto A6.0 e).

Si las soluciones resultantes deben conservarse durante más de una jornada de trabajo antes de ser analizadas, deberán estabilizarse añadiendo ácido clorhídrico hasta que el pH de la solución que se vaya a conservar sea como máximo 1,5.

**A4.8 Materiales para moldear y modelar, incluidas las pastas para moldear y modelar, así como los geles**

**A4.8.1 Toma y preparación de la muestra**

Se obtiene una muestra de ensayo de al menos 100 mg de material a partir de la muestra de laboratorio. Debe obtenerse una muestra de ensayo a partir de cada uno de los diferentes materiales presentes en la muestra de laboratorio. Si el material contiene grasa, cera o sustancias similares, la muestra de ensayo deberá colocarse en un filtro de papel endurecido y estas sustancias deberán extraerse con n-heptano (véase A2.1.6) o cualquier otro disolvente adecuado. Deben realizarse mediciones analíticas con el fin de asegurarse de que la extracción de las sustancias en cuestión es cuantitativa. La naturaleza del disolvente utilizado debe mencionarse en el punto A6.0 e).

**A4.8.2 Métodos de ensayo para muestras que no contengan grasa, aceite, cera, o sustancias similares**

En un recipiente de tamaño adecuado (véase A2.2.11) después de haber desmenuzado, si es necesario, la arcilla y los materiales terrosos, se mezcla la muestra de ensayo así preparada con 50 veces su masa de una solución acuosa de HCl de 0,07 M a 37+2 °C. Se agita la mezcla durante 1 min. Se verifica el pH de la solución. Si la muestra de ensayo contiene importantes cantidades de derivados alcalinos, generalmente en forma de carbonatos de calcio, se ajusta el pH entre 1,0 y 1,5 con HCl de aproximadamente 6 M para evitar una dilución excesiva. El volumen de ácido clorhídrico utilizado y su relación con el volumen de la solución deben mencionarse en el punto A6.0 e). Si la cantidad de derivados alcalinos contenida en la mezcla es despreciable y si el pH de la mezcla es superior a 1,5 se añade, gota a gota, sin dejar de agitar la mezcla, una solución acuosa de ácido clorhídrico de aproximadamente 2 M hasta que el pH esté comprendido entre 1,0 y 1,5. Se protege la mezcla de la luz. Se agita la mezcla continuamente durante 1 h a 37+2 °C y se deja reposar a continuación durante 1 h a 37+ 2 °C.

**A4.8.3 Método de ensayo para las muestras que contengan grasa, aceite, cera o sustancias similares**

Se utiliza la muestra de ensayo que haya quedado en el filtro de papel endurecido. Se deja macerar la muestra de ensayo así preparada en una masa de agua (véase A2.1.7) a 37+ 2 °C que corresponda a 25 veces la masa del material inicial, de modo que la mezcla resultante sea homogénea. Se traslada cuantitativamente la mezcla a un recipiente de tamaño adecuado (véase A2.2.11). Se añade a la mezcla la solución acuosa de HCl de 0,14 M a 37+ 2 °C en la proporción de 25 veces la masa de la muestra de ensayo inicial. Se agita durante 1 min. Se verifica el pH de la solución. Si la muestra de ensayo contiene importantes cantidades de derivados alcalinos, generalmente en forma de carbonatos de calcio, se ajusta el pH entre 1,0 y 1,5 con ácido clorhídrico de aproximadamente 6 M para evitar una dilución excesiva. El volumen de ácido clorhídrico utilizado y su relación con el volumen de la solución deben mencionarse en el punto A6.0 e). Si la cantidad de derivados alcalinos contenida en la mezcla es despreciable y si el pH de la mezcla es superior a 1,5 se añade gota a gota, sin dejar de agitar la mezcla, una solución acuosa de ácido clorhídrico de aproximadamente 2 M hasta que el pH esté comprometido entre 1,0 y 1,5. Se protege la mezcla de la luz. Se agita la mezcla continuamente durante 1 h a 37+ 2 °C y se deja reposar a continuación durante 1 h a 37+2 °C.

NOTA: El volumen de la solución de HCl 0,07 M o HCl 0,14 M dependiendo de los casos, se calcula en función de la masa de la muestra antes del desengrasado.

Se separan inmediatamente los sólidos de la mezcla, en primer lugar por filtrado (véase A2.2.8) y si es necesario, por centrifugado a 5000 rpm como máximo (véase A2.2.9). La separación se debe efectuar lo antes posible después del periodo de reposo. El centrifugado no debe superar los 10 min y debe mencionarse en el punto 6.0 e).

Si las soluciones resultantes deben conservarse durante más de una jornada de trabajo antes de ser analizadas, deberán estabilizarse añadiendo ácido clorhídrico hasta que el pH de la solución que se vaya a conservar sea como máximo 1,5.

**A4.9 Pinturas, incluidas las pinturas para dedos, barnices, lacas, polvos de esmaltar y sustancias similares en forma sólida o líquida**

**A4.9.1 Toma y preparación de la muestra para los materiales en forma sólida**

Se obtiene una muestra de ensayo de al menos 100 mg del material por raspado o cortando fragmentos, que en reposo, no deben tener dimensiones superiores a 6 mm.

Debe obtenerse una muestra de ensayo para cada uno de los diferentes materiales, presentes en la muestra de laboratorio, cuya masa sea superior a 10 mg. Cuando la masa de material esté comprendida entre 10 mg y 100 mg la masa de la muestra de ensayo deberá mencionarse en el punto A6.0 e) y la cantidad de elementos apropiados deberá calcularse como si hubieran utilizado 100 mg de muestra de ensayo. Si el material contiene grasa, aceite, cera o sustancias similares la muestra de ensayo deberá colocarse en un filtro de papel endurecido y dichas sustancias deberán extraerse con n-heptano (véase A2.1.6) o cualquier otro disolvente adecuado.

Deben realizarse mediciones analíticas para garantizar que la extracción de estas sustancias es cuantitativa. La naturaleza del disolvente utilizado debe mencionarse en el punto A6.0 e).

Si la muestra de ensayo se obtiene por raspado, se pulveriza de modo que el material pueda pasar a través de un tamiz metálico de 0,5 mm de abertura de malla (véase A2.2.5).

**A4.9.2 Tomas y preparación de la muestra para los materiales en forma líquida a partir de la muestra de laboratorio**

Se obtiene a partir de la muestra de laboratorio una muestra de ensayo de al menos 100 mg de material. Se autoriza la utilización de un disolvente adecuado para facilitar la obtención de la muestra de ensayo.

Se obtiene una muestra de ensayo a partir de cada uno de los diferentes materiales presentes en la muestra de laboratorio, cuya masa sea superior a 10 mg. Cuando la masa de material esté comprendida entre 10 mg y 100 mg la masa de la muestra de ensayo deberá mencionarse en el punto A6.0 e) y la cantidad de elementos apropiados deberá calcularse como si se hubieran utilizado 100 mg de muestra de ensayo. Si el material está destinado a solidificarse con un uso normal y si contiene grasa, aceite, cera o sustancias similares, se dejará solidificar la muestra de ensayo en condiciones de uso normal, el material resultante se colocará en un filtro de papel y la grasa, el aceite, la cera o las sustancias similares deberán extraerse en n-heptano (véase A2.1.6) o cualquier otro disolvente adecuado. Deben realizarse mediciones analíticas para garantizar que la extracción de las sustancias en cuestión sea cuantitativa. Debe mencionarse en A6.0 e) la naturaleza del disolvente utilizado.

**A4.9.3 Método de ensayo para las muestras que no contengan grasa, aceite, cera o sustancias similares**

Se sigue el método de acuerdo con el apartado A4.7.3.

**A4.9.4 Métodos de ensayo para las muestras que contengan grasa, aceite, cera o sustancias similares**

Se sigue el método de acuerdo con el apartado A4.7.4.

**A5.0 Determinación de la cantidad de elementos biodisponibles**

Para la determinación de la cantidad de elementos dados en el punto A1, deben ser aplicados los métodos que tengan un límite de detección (véase A3.7) de 1/10 de los valores a determinar.

**A6.0 Informe de la prueba**

El reporte de la prueba contendrá al menos la siguiente información:

**a)** Tipo de identificación del producto probado, esto incluye: nombre y descripción del producto, marca, modelo, número de lote, país de origen y proveedor, en caso de que no se tenga el conocimiento de alguno de estos detalles, se debe mencionar igualmente en el informe;

**b)** La referencia de esta norma;

**c)** Los métodos usados para determinar la cantidad de cada elemento presente;

**d)** El resultado de las pruebas expresados en mg del elemento por kg de material (mg/kg), manifestando que el resultado está reportado respecto al elemento soluble;

**e)** Los detalles del método utilizado para preparar la muestra de ensayo (incluido, por ejemplo, si se han incorporado elementos del material base, si se ha tenido que recurrir a un centrifugado para separar las partes sólidas de la solución antes del análisis, si se ha tenido que añadir ácido para bajar el pH y el disolvente utilizado para extraer cualquier grasa, aceite, cera u otras sustancias similares en el material del juguete o artículo escolar y si la muestra se ha tenido que ajustar a una concentración de HCl 1 M para una conservación más allá de una jornada de trabajo). Para el caso de los materiales señalados en el numeral A4.5, se debe incluir la descripción de las muestras (tipo de vidriado, color y si presenta decoración y ubicación con fotografías; medida de la altura interior y diámetro; volumen de la solución usada para la lixiviación.

**f)** Cualquier desviación, por acuerdo o cualquier otra causa, de los procedimientos de prueba especificados;

**g)** Fecha de ensayo;

**h)** Código de identificación interna del laboratorio.

**APENDICE NORMATIVO B**

**CILINDRO PARA PARTES PEQUEÑAS**

****

Figura 1. Cilindro para partes pequeñas