



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۱۳۸۲۰

چاپ اول

**ISIRI**

**13820**

**1st. Edition**

مواد فعال در سطح - تعیین مقدار او ۴-دی  
اکسان در محصولات آلکیل اتوکسی سولفات  
به روش کروماتوگرافی گازی فضای فوقانی

**Surface Active Agents- Determination of  
the 1,4-dioxane Content in Alkyl-Ethoxy-  
Sulfate Products by Head Space GLC  
Method**

ICS:71.100.40

## به نام خدا

### آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه\* 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 ذیصلاح 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 شود که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که مؤسسه استاندارد تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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. مؤسسه می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد 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، مؤسسه استاندارد این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهی نامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آنها 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 مؤسسه است.

\* مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

- 1- International organization for Standardization
- 2 - International Electro technical Commission
- 3- International Organization for Legal Metrology (Organization International de Metrology Legal)
- 4 - Contact point
- 5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد  
«مواد فعال در سطح - تعیین مقدار او ۴-دی اکسان در محصولات آلکیل اتوکسی  
سولفات به روش کروماتوگرافی گازی فضای فوقانی»

رئیس:

غلامی، علی  
(دکترای شیمی تجزیه)

سمت و/یا نمایندگی

عضو هیئت علمی دانشگاه کاشان

دبیر:

سمیعی، اعظم  
(فوق لیسانس شیمی)

شرکت سرمایه گذاری مهد تابان

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اصل حریری، صبا  
(فوق لیسانس شیمی)

شرکت کف (داروگر)

تقی زادن، محمدحسین  
(لیسانس شیمی)

شرکت کیمیای ایران

تیموری، عزیزه  
(فوق لیسانس شیمی)

شرکت پاکشو

رایگان، زهرا  
(لیسانس شیمی)

کارشناس استاندارد

زمانی، بیتا  
(فوق لیسانس شیمی)

شرکت آناسیمین

سالاروند، زهره  
(فوق لیسانس شیمی)

پژوهشکده شیمی سازمان استاندارد و  
تحقیقات صنعتی ایران

شهباز قهرمانی  
(لیسانس شیمی)

شرکت کف (داروگر)

کمپانی، عارفه  
(دکتری شیمی)

شرکت پاکسان

محمدبیگی، نسرین  
(فوق لیسانس شیمی)

انجمن صنایع شوینده و بهداشتی ایران

## فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ج	آشنایی با مؤسسه استاندارد
د	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش‌گفتار
ز	مقدمه
۱	۱- هدف و دامنه کاربرد
۱	۲- مراجع الزامی
۲	۳- اصول آزمون
۲	۴- مواد و/یا واکنشگرها
۲	۵- تجهیزات و وسایل
۳	۶- کالیبراسیون
۴	۷- نمونه برداری
۵	۸- روش انجام آزمون
۶	۹- ارزیابی کروماتوگرام
۶	۱۰- نتیجه گیری
۷	۱۱- دقت
۷	۱۲- گزارش آزمون
	پیوست الف

## پیش گفتار

استاندارد "مواد فعال سطحی - تعیین مقدار ۴۱-دی اکسان در محصولات آلکیل اتوکسی سولفات به روش کروماتوگرافی گازی فضای فوقانی" که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت سرمایه گذاری مهد تابان تهیه و تدوین شده و در هفتصدونودونهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ ۹۰/۳/۳۱ 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 تجدیدنظر خواهند 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 تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

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

DIN EN 12974:2000, Surface Active Agents- Determination of the 1,4-Dioxane Content in Alkyl-ethoxy-sulfate Products by GLC/Head Space Procedure.

دی اکسان ماده‌ای است خطرناک و سرطان‌زا که به عنوان یک محصول فرعی در مراحل تولید لوریل اتر سولفات (پاک‌کننده اصلی شامپوها) تولید می‌شود. در ابتدا این ماده بصورت گاز بوده و پس از تولید بصورت محلول درآمده و کنار بقیه اجزا باقی می‌ماند. دی اکسان به راحتی در پوست نفوذ کرده و وارد جریان خون می‌شود. از طرفی مقادیر بسیار جزئی آن در اثر دمای آب گرم تبخیر شده و وارد مجاری تنفسی شده و به سرعت در ریه، کبد، طحال و بافت ماهیچه‌ها پخش و با تحریک سلول‌ها ایجاد سرطان می‌نماید. بروز حساسیت‌های چشمی و پوستی از عوارض به اثبات رسیده این ناخالصی می‌باشد.

مواد فعال در سطح- تعیین مقدار ۱و۴-دی اکسان در محصولات آلکیل اتوکسی سولفات به روش کروماتوگرافی گازی فضای فوقانی

## ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین مقدار ۱و۴-دی اکسان در محصولات آلکیل اتوکسی سولفات به روش کروماتوگرافی گازی فضای فوقانی (Head Space) می باشد.

## ۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد به آنها ارجاع شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی محسوب می شود. در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آنها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی آنها مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است

۱-۲- استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸: سال ۱۳۸۱، آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه- ویژگی‌ها و روش- های آزمون.

۲-۲- استاندارد ملی ایران شماره ۳۰۹۵: سال ۱۳۷۴، مواد پاک‌کننده و مواد فعال در سطح- روش‌های تقسیم نمونه.

## ۳ اصول آزمون

نمونه در یک ویال<sup>۱</sup>، توزین شده و محلول یا حلال کالیبراسیون به آن اضافه می‌شود. ویال پس از دربندی<sup>۲</sup> در محل نمونه‌گذاری قرار داده شده تا به تعادل دمایی برسد. پس از تبخیر و تجمع مواد فرار در فضای فوقانی ویال، قسمتی از فاز بخار بالای نمونه با یک برنامه‌ریزی حرارتی توسط کروماتوگرافی گازی آنالیز می‌شود.

از آشکارساز یونش شعله‌ای<sup>۳</sup> و روش افزایش استاندارد همراه استاندارد داخلی برای تعیین مقدار استفاده می‌شود.

---

1 - Vials

2 - Sealing

3 - Flame Ionization Detector (FID)

#### ۴ مواد و/ یا واکنشگرها

در طول آزمون فقط از مواد و/ واکنشگرها با خلوص تجزیه‌ای و آب درجه سه استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸، سال ۱۳۸۱ استفاده کنید.

۴-۱- ۴-دی‌اکسان با خلوص ۹۸٪ جرمی/جرمی ( دانسیته  $1/03 \text{ gr/ml}$  در دمای  $20^\circ\text{C}$ )  
۴-۲- ۴-متیل، ۳-دی‌اکسان با حداقل خلوص ۹۸٪ جرمی/جرمی ( دانسیته  $0/98 \text{ gr/m}$  در دمای  $20^\circ\text{C}$ )

۴-۳- N,N-دی‌متیل استامید (DMA)، برای تایید مناسب بودن، این ماده باید مطابق بند ۸ آنالیز شود، بدین معنی که باید پیک آن مزاحمتی برای پیک‌های ۱ و ۴-دی‌اکسان و ۴-متیل ۱ و ۳-دی‌اکسان نداشته باشد.

یادآوری - DMA با درجه HPLC مناسب است.

۴-۴- گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم با خلوص ۹۹/۹۹۹٪

#### ۵ وسایل و/ یا تجهیزات

۵-۱- وسایل و لوازم شیشه‌ای معمول آزمایشگاهی

۵-۲- کروماتوگراف مطابق بندهای ۳-۵ تا ۵-۵

۵-۳- ستون موئینه<sup>۱</sup> قادر به جداسازی ویژگی‌های نشان داده شده در شکل ۱

یادآوری- ستون موئینه سیلیکای ترکیبی به طول  $50 \text{ m}$ ، قطر داخلی  $0/53 \text{ mm}$  (ضخامت فیلم  $5 \mu\text{m}$ ) با فاز ساکن ۵٪ فنیل سیلیکون و ۹۵٪ متیل سیلیکون مناسب است.

۵-۴- آشکارساز یونش شعله‌ای

۵-۵- واحد نمونه‌گذاری Head Space، با ویال‌های شیشه‌ای  $20 \text{ ml}$  پرس‌شونده و مناسب برای تجهیزات کروماتوگرافی گازی Head Space.

۵-۶- گازبند<sup>۲</sup> و درب قابل پرس‌شدن، پوشیده شده با آلومینیم یا پلی تترا فلئوئور اتیلن، برای بستن ویال‌ها

۵-۷- ابزار پرس‌کننده

۵-۸- انتگرال‌گیر الکترونیکی

۵-۹- بالن ژوژه با حجم‌های  $100 \text{ ml}$ ،  $50 \text{ ml}$

۵-۱۰- سرنگ نوع گازی، با ظرفیت  $0/1 \text{ ml} \pm 1 \text{ ml}$

۵-۱۱- ترازوی تجزیه‌ای با دقت  $0/1 \text{ mg} \pm$



## ۶ کالیبراسیون

### ۶-۱- آماده‌سازی محلول‌های کالیبراسیون

#### ۶-۱-۱-۱ محلول کالیبراسیون A

حدود ۴۰ ml از DMA (بند ۳-۴) را به بالن حجمی ۵۰ ml (بند ۵-۸) منتقل کنید.  $400 \text{ mg} \pm 1 \text{ mg}$  از ۴-متیل، ۱ و ۳-دی‌اُکسان (بند ۲-۴) را درون آن وزن کرده و با DMA به حجم برسانید، کاملاً بهم بزنید تا یکنواخت شود. با دقت ۰/۵ ml از این محلول را در بالن ۱۰۰ ml با DMA تا حجم ۱۰۰ ml رقیق کنید. محلول نهایی A شامل  $40 \mu\text{g/ml}$ ، ۴-متیل ۱ و ۳-دی‌اُکسان است.

#### ۶-۱-۱-۲ محلول کالیبراسیون B

حدود ۴۰ ml از DMA (بند ۳-۴) را در یک بالن حجمی ۵۰ ml (بند ۵-۸) منتقل کنید.  $200 \text{ mg} \pm 1 \text{ mg}$  از ۱ و ۴-دی‌اُکسان (بند ۱-۴) و  $400 \text{ mg} \pm 1 \text{ mg}$  از ۴-متیل، ۱ و ۳-دی‌اُکسان (بند ۲-۴) را درون بالن وزن کنید. با DMA به حجم رسانده و کاملاً بهم بزنید تا یکنواخت شود. با دقت ۰/۵ ml از این محلول را تا حجم ۱۰۰ ml بوسیله DMA رقیق کنید. محلول نهایی B حاوی  $20 \mu\text{g/ml}$  از ۱ و ۴-دی‌اُکسان و  $40 \mu\text{g/ml}$  از ۴-متیل ۱ و ۳-دی‌اُکسان می‌باشد.

#### ۶-۱-۱-۳ محلول کالیبراسیون C

حدود ۴۰ ml از DMA (بند ۳-۴) را در یک بالن حجمی ۵۰ ml بریزید. مقدار  $400 \text{ mg} \pm 1 \text{ mg}$  از ۱ و ۴-دی‌اُکسان (بند ۱-۴) و  $400 \text{ mg} \pm 1 \text{ mg}$  از ۴-متیل، ۱ و ۳-دی‌اُکسان (بند ۲-۴) را در آن وزن کنید. بالن را با DMA به حجم رسانده و کاملاً بهم بزنید تا یکنواخت شود. با دقت ۰/۵ ml از این محلول را با DMA تا حجم ۱۰۰ ml رقیق کنید. محلول نهایی C شامل  $40 \mu\text{g/ml}$  از ۱ و ۴-دی‌اُکسان و  $40 \mu\text{g/ml}$  از ۴-متیل ۱ و ۳-دی‌اُکسان می‌باشد.

#### ۶-۱-۱-۴ محلول کالیبراسیون D

حدود ۴۰ ml از DMA (بند ۳-۴) را در یک بالن حجمی ۵۰ ml بریزید. سپس  $1000 \text{ mg} \pm 1 \text{ mg}$  از ۱ و ۴-دی‌اُکسان (بند ۱-۴) و  $400 \text{ mg} \pm 1 \text{ mg}$  از ۴-متیل، ۱ و ۳-دی‌اُکسان (بند ۲-۴) را درون آن وزن کنید. بالن را با DMA به حجم رسانده و کاملاً بهم بزنید تا یکنواخت شود. با دقت ۰/۵ ml از این محلول را تا حجم ۱۰۰ ml با DMA رقیق کنید. محلول نهایی D شامل  $100 \mu\text{g/ml}$  از ۱ و ۴-دی‌اُکسان و  $40 \mu\text{g/ml}$  از ۴-متیل ۱ و ۳-دی‌اُکسان می‌باشد.

#### ۶-۱-۱-۵ محلول کالیبراسیون E

حدود ۴۰ ml از DMA (بند ۳-۴) را در یک بالن حجمی ۵۰ ml بریزید.  $2000 \text{ mg} \pm 1 \text{ mg}$  از ۱ و ۴-دی‌اُکسان و  $400 \text{ mg} \pm 1 \text{ mg}$  از ۴-متیل، ۱ و ۳-دی‌اُکسان (بند ۲-۴) را درون بالن وزن کنید. بالن را با DMA به حجم رسانیده و خوب بهم بزنید تا یکنواخت شود. با دقت ۰/۵ ml از این محلول را با DMA تا حجم ۱۰۰ ml رقیق کنید. محلول نهایی E شامل  $200 \mu\text{g/ml}$  از ۱ و ۴-دی‌اُکسان و  $40 \mu\text{g/ml}$  از ۴-متیل ۱ و ۳-دی‌اُکسان می‌باشد.

## ۷ نمونه برداری

### نمونه ۷-۱ تهیه مورد آزمون

نمونه مورد آزمون را مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۳۰۹۵ سال ۱۳۷۴، آماده و نگهداری کنید.

### ۷-۲ تهیه محلول‌های نمونه مورد آزمون

#### ۷-۲-۱ روش استاندارد داخلی

برای نمونه‌های مورد آزمون با فاکتور پاسخ شناخته شده و فاکتور پاسخ نسبی محاسبه شده در بند ۸-۲، روش زیر را استفاده کنید.  
مقدار  $2 \text{ g} \pm 0.1 \text{ g}$  از نمونه مورد آزمون (بند ۷-۱) را در ویال وزن کنید. با استفاده از سرنگ گازی ۱ ml (بند ۵-۹)، مقدار  $1 \text{ ml} \pm 0.1 \text{ ml}$  از محلول کالیبراسیون A (بند ۶-۱-۱) را به آن اضافه کنید. بلافاصله با استفاده از گازبند و ابزار مخصوص پرس (بند ۵-۵) درب ویال را دربندی کرده و تکان دهید تا محلول کاملاً یکنواخت شود.

#### ۷-۲-۲ روش افزایش استاندارد

مقدار  $2 \text{ g} \pm 0.1 \text{ g}$  از نمونه مورد آزمون (بند ۷-۱) را به هر یک از سه ویال اضافه کنید. برای نمونه‌هایی که انتظار می‌رود حاوی مقادیر کمتر از  $20 \text{ mg/kg}$  از  $1$  و  $4$  دی‌اکسان باشند، روش توضیح داده شده در (بند ۷-۲-۲-۲) و برای نمونه‌هایی که انتظار می‌رود شامل مقادیر بین  $20 \text{ mg/kg}$  تا  $100 \text{ mg/kg}$  از  $1$  و  $4$  دی‌اکسان باشند، روش توضیح داده شده در (بند ۷-۲-۲-۳) را استفاده کنید.

#### ۷-۲-۲-۱ با استفاده از سرنگ گازی ۱ میلی‌لیتری (بند ۵-۹) مراحل زیر را انجام دهید:

الف- مقدار  $1 \text{ ml} \pm 0.1 \text{ ml}$  از محلول کالیبراسیون A (بند ۶-۱-۱) را به اولین ویال اضافه کنید. بلافاصله با استفاده از گازبند و ابزار مخصوص پرس، ویال را دربندی کرده، بشدت تکان دهید تا محلول یکنواخت شود.  
ب- مقدار  $1 \text{ ml} \pm 0.1 \text{ ml}$  از محلول کالیبراسیون B (بند ۶-۱-۲) را به دومین ویال اضافه کنید. بلافاصله با استفاده از گازبند و ابزار مخصوص پرس، ویال را دربندی کرده، بشدت تکان دهید تا محلول یکنواخت شود.  
این محلول حاوی  $10 \text{ mg/kg}$  از  $1$  و  $4$  دی‌اکسان اضافه شده است.  
ج- مقدار  $1 \text{ ml} \pm 0.1 \text{ ml}$  از محلول کالیبراسیون C (بند ۶-۱-۳) را به سومین ویال اضافه کنید. بلافاصله با استفاده از گازبند و ابزار مخصوص پرس، ویال را دربندی کرده، بشدت تکان دهید تا یکنواخت شود.  
این محلول حاوی  $20 \text{ mg/kg}$  از  $1$  و  $4$  دی‌اکسان اضافه شده است.

۷-۲-۲-۳ با استفاده از سرنگ گازی ۱ ml (بند ۵-۹) مطابق زیر به هر سه ویال موارد گفته شده را اضافه کنید:

- الف- مقدار  $1 \text{ ml} \pm 0.1 \text{ ml}$  از محلول کالیبراسیون A (بند ۶-۱-۱) را به اولین ویال اضافه کنید. بلافاصله با استفاده از گازبند و ابزار مخصوص پرس، ویال را دربندی کرده، بشدت تکان دهید تا یکنواخت شود.
- ب- مقدار  $1 \text{ ml} \pm 0.1 \text{ ml}$  از محلول کالیبراسیون D (بند ۶-۱-۴) را به دومین ویال اضافه کنید. بلافاصله با استفاده از گازبند و ابزار مخصوص پرس، ویال را دربندی کرده، بشدت تکان دهید تا محلول یکنواخت شود. این محلول حاوی  $50 \text{ mg/kg}$  از  $1$  و  $4$ -دی اکسان اضافه شده است.
- ج- مقدار  $1 \text{ ml} \pm 0.1 \text{ ml}$  از محلول کالیبراسیون E (بند ۶-۱-۵) را به سومین ویال اضافه کنید. بلافاصله با استفاده از گازبند و ابزار مخصوص پرس، ویال را دربندی کرده، بشدت تکان دهید تا محلول یکنواخت شود. این محلول حاوی  $100 \text{ mg/kg}$  از  $1$  و  $4$ -دی اکسان اضافه شده است.

## ۸ روش انجام آزمون

### ۸-۱ شرایط کروماتوگرافی

انتخاب شرایط کروماتوگرافی به ابزار مورد استفاده، بستگی دارد و می‌تواند با توجه به جداسازی مناسب ترکیبات مورد نظر، نسبت به آنچه که در زیر ارائه شده، متفاوت باشد. شرایط زیر برای ستون ذکر شده در (بند ۵-۲) مناسب می‌باشد:

۸-۱-۱ دمای محل تزریق:  $200^\circ\text{C}$

۸-۱-۲ تنظیمات ستون به صورت زیر:

- دمای اولیه  $60^\circ\text{C}$  و ماندگاری در این دما ۳ دقیقه

- سرعت برنامه دمایی اولیه  $4^\circ\text{C}/\text{min}$  تا رسیدن به دمای حدواسط  $80^\circ\text{C}$

- سرعت برنامه دمایی نهایی  $30^\circ\text{C}/\text{min}$  تا رسیدن به دمای نهایی  $300^\circ\text{C}$

- زمان ماندگاری در دمای نهایی ۵ دقیقه

۸-۱-۳ سرعت جریان گاز حامل  $10 \text{ ml}/\text{min}$

۸-۱-۴ دمای آشکارساز  $325^\circ\text{C}$

شرایط آماده‌سازی نمونه در Head Space باید مطابق با پیشنهاد سازنده دستگاه بهینه شود. دمای حمام نمونه آزمون باید  $70^\circ\text{C}$  و زمان تعادل باید ۳۰ دقیقه باشد.

### ۸-۲ فاکتور پاسخ نسبی

مقدار  $1$  و  $4$ -دی اکسان در نمونه مورد آزمون را با استفاده از روش افزایش استاندارد (بند ۸-۳-۲) تعیین کنید. نتیجه را برحسب میلی‌گرم بر کیلوگرم بصورت توضیح داده شده (بند ۱۰-۲) محاسبه کنید. فاکتور پاسخ نسبی  $F_d$  را با استفاده از معادله (۱) محاسبه کنید.

$$F_d = \frac{A_i \times C_d}{A_d \times C_i} \quad (1)$$

که در آن:

$A_i$ : مساحت پیک ۴-متیل  $1$  و  $3$  دی اکسان، بر حسب واحد مساحت

$A_d$ : مساحت پیک ۱ و ۴-دی اکسان ، بر حسب واحد مساحت  
 $C_d$ : مقدار ۱ و ۴-دی اکسان، بر حسب میلی گرم بر کیلوگرم  
 $C_i$ : مقدار ۴-متیل ۱ و ۳-دی اکسان در نمونه، به طور مثال ۲۰ mg/kg

### ۳-۸ تعیین مقدار

#### ۱-۳-۸ روش استاندارد داخلی

مخلوط نمونه را مطابق (بند ۷-۲-۱) آماده کنید. ویال نمونه را در واحد نمونه‌گذاری Head Space (بند ۵-۴) قرار داده و مطابق بند (۸-۱) عمل کنید.  
 یک نوع کروماتوگرام در شکل ۱ نشان داده شده است.

#### ۲-۳-۸ روش افزایش استاندارد

نمونه را مطابق (بند ۷-۲-۲) آماده کنید. هر یک از نمونه‌های مخلوط را جداگانه در قسمت نمونه‌گذاری Head Space (بند ۵-۴) قرار داده و مطابق بند ۸-۱ عمل کنید.  
 یک نوع کروماتوگرام در شکل ۱ نشان داده شده است.

### ۹ ارزیابی کروماتوگرام

۱-۹- هر یک از اجزا نمونه را با توجه به شکل ۱ شناسایی کنید.  
 ۲-۹- با استفاده از انتگرال‌گیر الکترونیکی (بند ۵-۷) مساحت سطح پیک ۱ و ۴-دی اکسان و در صورت نیاز مساحت ۴-متیل ۱ و ۳-دی اکسان را تعیین کنید.

### ۱۰ بیان نتایج

#### ۱-۱۰ روش استاندارد داخلی

مقدار ۱ و ۴-دی اکسان ،  $C_d$  ، بر حسب میلیگرم بر کیلوگرم با استفاده از معادله زیر بدست می آید.

$$C_d = \frac{A_d \times F_d \times C_i}{A_i} \quad (۲)$$

نشانه‌ها در معادله ۱ تعریف شده است.

مقدار ۱ و ۴-دی اکسان ،  $C_a$  ، را بر حسب میلیگرم بر کیلوگرم با توجه به مقدار ماده فعال آنیونیک با استفاده از معادله زیر بیان می شود.

$$C_a = \frac{A_d \times F_d \times C_i \times 100}{A_i \times A_{AM}} \quad (۳)$$

که در آن

$A_{AM}$  درصد ماده فعال آنیونیک در نمونه (وزنی/ وزنی)

$A_d, F_d, A_i$  در معادله ۱ تعریف شده است.

## ۱۰-۲ روش افزایش استاندارد

یک نمودار از مساحت پیک (محور Y) بر حسب مقدار ۱ و ۴-دی اکسان (محور X)، رسم کنید. خط را در نقطه‌ای که محور x را قطع می‌کند، برون‌یابی کنید. (شکل ۲ را مشاهده کنید). این تقاطع مقدار ۱ و ۴-دی اکسان  $C_d$  موجود در نمونه را بر حسب میلی‌گرم بر کیلوگرم بیان می‌کند. مقدار ۱ و ۴-دی اکسان،  $C_a$ ، با توجه به مقدار ماده فعال آنیونیک بر حسب میلی گرم بر کیلوگرم طبق رابطه (۴) بیان می‌شود.

$$C_a = \frac{C_d \times 100}{A_{AM}} \quad (۴)$$

نشانه‌ها در معادلات ۲ و ۳ تعریف شده است.

## ۱۱ دقت

### ۱۱-۱ حد تکرارپذیری

تفاوت مطلق بین دو نتیجه آزمون مستقل یکسان (به دست آمده توسط یک آزمایشگر با استفاده از روش و مواد یکسان، در یک آزمایشگاه و با استفاده از تجهیزات یکسان در یک فاصله زمانی کوتاه بدست آمده) "حد تکرارپذیری R" نامیده و بیش از ۵٪ موارد نخواهد بود. با استفاده از اطلاعات داده شده در پیوست الف، "حد تکرارپذیری نسبی" (بدست آمده از میانگین مقادیر ۱ و ۴-دی اکسان بر حسب درصد (وزنی/وزنی)) می‌تواند بصورت زیر بیان شود.

- ۲۰٪ برای مقادیر کمتر از ۲۰ mg/kg

- ۱۵٪ برای مقادیر بزرگتر یا مساوی ۲۰ mg/kg

یادآوری: به منظور محاسبه تکرارپذیری از آزمون حلقه برای مقادیر کم (نمونه ۱) و به منظور محاسبه حد تکرارپذیری (متناسب با مقدار ۱ و ۴-دی اکسان بر حسب درصد (m/m))، در ۱۰٪ نتیجه باید بعنوان میانگین ۵ اندازه‌گیری برای مقادیر کمتر از ۲۰ mg/kg یا سه اندازه‌گیری برای مقادیر بیشتر یا مساوی ۲۰ mg/kg تا دو رقم اعشار محاسبه شود.

### ۱۱-۲ حد تجدیدپذیری

تفاوت مطلق بین دو نتیجه آزمون مستقل یکسان (به دست آمده توسط آزمایشگرهای مختلف با استفاده از روش و مواد یکسان در آزمایشگاه‌های متفاوت و با استفاده از تجهیزات متفاوت) را "حد تجدیدپذیری R" نامیده و بیش از ۵٪ موارد نخواهد بود. با استفاده از اطلاعات داده شده در پیوست الف "حد تجدیدپذیری نسبی" (بدست آمده از میانگین مقدار ۱ و ۴-دی اکسان بر حسب درصد (وزنی/وزنی)) می‌تواند ۴۵٪ باشد.

## ۱۲ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

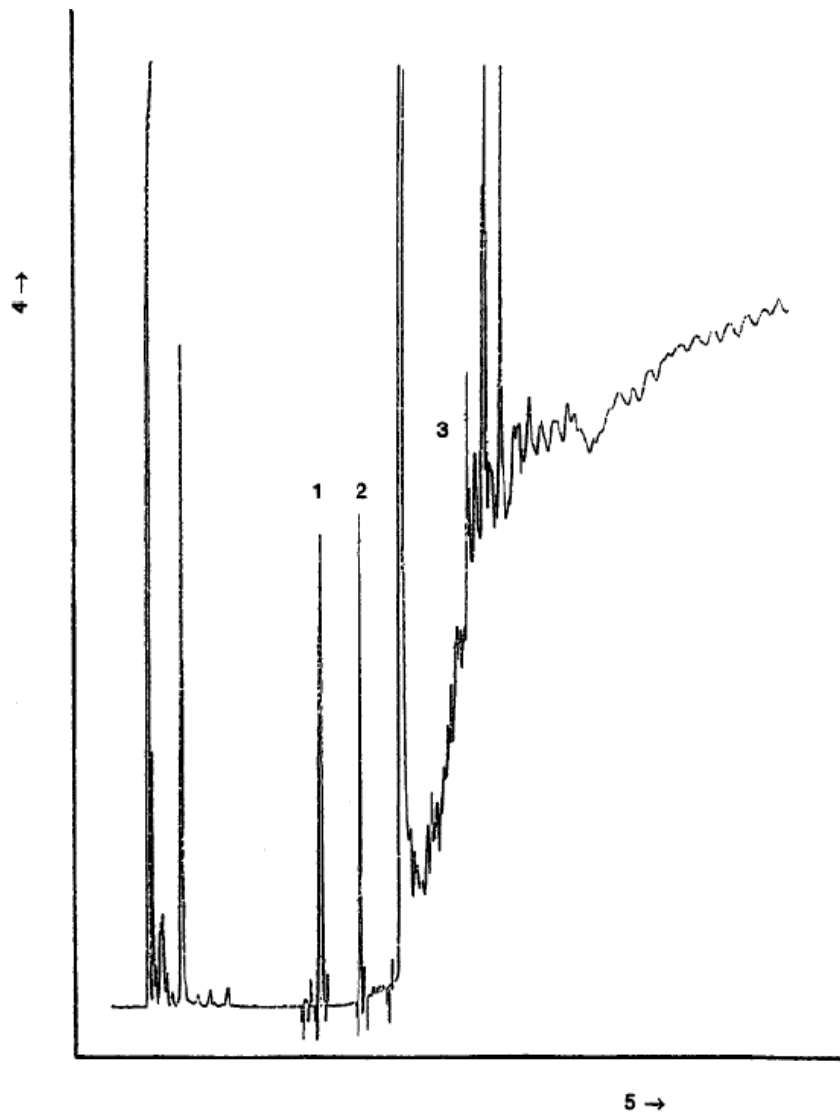
۱-۱۲ همه اطلاعات لازم برای شناسایی نمونه

۲-۱۲ روش آزمون طبق این استاندارد ملی

۳-۱۲ ارجاع به شماره این استاندارد ملی

۴-۱۲ نتایج بدست آمده و روش اندازه‌گیری مورد استفاده (بند ۸-۳)

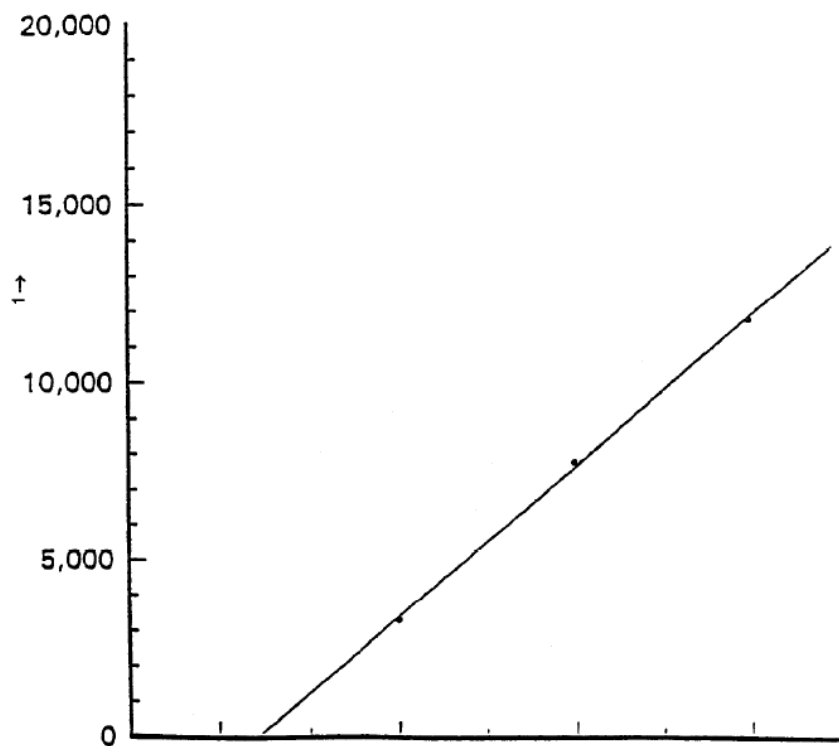
۵-۱۲ هر گونه عملیاتی که در این روش معین نشده یا اختیاری در نظر گرفته شده و ممکن است نتایج را تحت تأثیر قرار دهد.



نشانه ها:

- ۱ پیک ۱ و ۴-دی اکسان
- ۲ پیک ۴ متیل ۱ و ۳-دی اکسان
- ۳ پیک حلال DMA
- ۴ پاسخ آشکارساز بر حسب میلی ولت
- ۵ زمان بازداری بر حسب دقیقه

شکل ۱ - مثالی از یک کروماتوگرام در یک نمونه آزمون



نشانه ها:

- ۱- محور Y، مساحت پیک ۱ و ۴-دی اکسان
- ۲- محور X غلظت ۱ و ۴-دی اکسان بر حسب mg/kg

شکل ۲- مثالی از نمودار مساحت پیک بر حسب غلظت برای روش افزایش استاندارد



پیوست الف

اطلاعات آماری بدست آمده از آزمون حلقه انجام شده در سال ۱۹۹۶

	روش افزایش استاندارد		روش استاندارد داخلی	
	نمونه ۱	نمونه ۲	نمونه ۱	نمونه ۲
تعداد داده‌های حذف شده آزمایشگاهی	۶	۷	۶	۶
تعداد داده‌های حذف شده (آزمایشگاه‌ها)	۱	۰	۱	۱
تعداد نتایج مورد قبول	۲۴	۲۷	۲۶	۲۶
مقدار ۱ و ۴-دی‌اکسان برحسب میلی‌گرم بر کیلوگرم	۸/۷۲۷	۲۳/۶۰۳	۸/۵۶۰	۲۳/۱۹۵
انحراف استاندارد تکرارپذیری $S_r$	۰/۸۰۵	۱/۴۰۰	۰/۶۲۹	۱/۱۸۹
حد تکرارپذیری $r$ (برای $p=95\%$ )	۲/۲۷۹	۳/۹۶۱	۱/۷۸۱	۳/۳۶۵
درصد انحراف استاندارد نسبی تکرارپذیری برحسب %	۹/۲	۵/۹	۷/۳	۵/۱
تکرارپذیری وابسته به مقدار ۱ و ۴-دی‌اکسان برحسب درصد جرمی- جرمی	۲۶/۱	۱۶/۶	۲۰/۸	۱۴/۵
انحراف استاندارد تجدیدپذیری $S_R$	۱/۳۴۷	۳/۶۷۳	۱/۲۴۱	۳/۶۴۵
حد تجدیدپذیری $R$ (برای $p=95\%$ )	۳/۸۱۱	۱۰/۳۹۶	۳/۵۱۱	۱۰/۳۱۶
درصد انحراف استاندارد نسبی تجدیدپذیری برحسب %	۱۵/۴	۱۵/۴	۱۴/۵	۱۵/۷
حد تجدیدپذیری وابسته به مقدار ۱ و ۴-دی‌اکسان برحسب درصد وزنی/ وزنی	۴۳/۷	۴۳/۷	۴۱/۰	۴۴/۵