



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۶۲۰۱

چاپ اول

اردیبهشت ۱۳۹۲

INSO

16201

1st. Edition

Apr.2013

مواد فعال در سطح - تعیین مقدار ۱،۴- دی  
اکسان در محصولات آلکیل اتوکسی سولفات  
ها به روش تقطیر و کروماتوگرافی گازی

Surface active agents-Determination of  
1,4-dioxane content in alkyl-ethoxy- sulfate  
products by distillation and gas  
chromatography

ICS:71.100.40

## 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 ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ 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 پیشنهادات 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 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، 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  
« مواد فعال در سطح - تعیین مقدار ۱ و ۴- دی اکسان در محصولات آلکیل اتوکسی سولفات ها  
به روش تقطیر و کروماتوگرافی گازی»

رئیس:

تنکابنی، سیدمحمد باقر  
(دکترای تخصصی داروسازی)

سمت و/ یا نمایندگی

انجمن صنایع شوینده، بهداشتی و  
آرایشی ایران

دبیر:

محمدبیگی ، نسرین  
(فوق لیسانس مهندسی شیمی)

گروه بهداشتی فیروز

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

احسانی گرگری ، باقر  
(لیسانس شیمی)

پژوهشگاه استاندارد

حیدری ، افسانه  
(لیسانس شیمی)

شرکت پاکشو

رایگان ، زهرا  
(لیسانس شیمی)

کارشناس استاندارد

رنجبر ، مینا  
( لیسانس شیمی )

شرکت پاکسان

سمیعی ، اعظم  
(فوق لیسانس شیمی )

شرکت سرمایه گذاری مهدتابان

عدل نسب ، لاله  
(دکترای شیمی)

پژوهشگاه استاندارد

آزمایشگاه مهر

غفاری نظری ، پری  
( لیسانس شیمی )

عضو هیئت علمی دانشگاه کاشان/ شرکت  
پدیده شیمی پایدار

غلامی، علی  
(دکترای شیمی تجزیه)

انجمن صنایع شوینده، بهداشتی و  
آرایشی ایران

کاهه، بتول سادات  
( لیسانس شیمی )

شرکت سدر صحت

کریور ، مهناز  
( لیسانس شیمی )

شرکت شیمی و پتروشیمی

مسکوفیان ، روبرت  
(لیسانس مهندسی شیمی )

## فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
ز	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصول آزمون
۱	۴ مواد و یا/ واکنشگرها
۲	۵ وسایل و یا/ تجهیزات
۲	۶ کالیبراسیون
۳	۷ نمونه برداری
۴	۸ تهیه محلول نمونه مورد آزمون
۴	۹ روش آزمون
۵	۱۰ ارزیابی کروماتوگرام
۵	۱۱ بیان نتایج
۶	۱۳ تجدید پذیری و تکرارپذیری
۷	۱۴ شکل دستگاه تقطیر
۸	۱۵ نمونه‌ای از کروماتوگرام گرفته شده از نمونه مورد آزمون
۸	۱۶ منحنی کالیبراسیون
۹	۱۷ پیوست الف (اطلاعاتی)

## پیش‌گفتار

استاندارد "مواد فعال در سطح - تعیین مقدار ۱ و ۴- دی‌اکسان در محصولات آلکیل اتوکسی سولفات به روش تقطیر و کروماتوگرافی گازی" که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط انجمن صنایع شوینده، آرایشی و بهداشتی ایران تهیه و تدوین شده و در نهم و شصت و یکمین اجلاس کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ ۱۸/۷/۹۱ 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 خواهد شد. 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 نسخه تجدیدنظر شده استانداردهای ملی استفاده کرد.

منابع و مآخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

- ۱- آزمایشات و تحقیقات انجام شده در آزمایشگاه انجمن صنایع شوینده، آرایشی و بهداشتی ایران از سال ۱۳۸۶ تا سال ۱۳۹۰
- ۲- آزمایشات و تحقیقات انجام شده در آزمایشگاه شرکت کیمیاگران از سال ۱۳۸۶ تا سال ۱۳۹۰
- ۳- آزمایشات و تحقیقات انجام شده در آزمایشگاه شرکت مهدتابان از سال ۱۳۸۶ تا سال ۱۳۹۰
- ۴- آزمایشات و تحقیقات انجام شده در آزمایشگاه شرکت پاکشو از سال ۱۳۸۶ تا سال ۱۳۹۰

دی‌اکسان ماده‌ای است خطرناک و سرطان‌زا که به عنوان یک محصول فرعی در فرآیند ساخت الکل های چرب اتوکسیله و سولفات‌ها شدن آنها تولید می‌شود. در ابتدا این ماده بصورت گاز بوده و سپس به حالت محلول درآمده و کنار سایر اجزا باقی می‌ماند. دی‌اکسان به راحتی در پوست نفوذ کرده و وارد جریان خون می‌شود. از طرفی مقادیر بسیار جزئی آن در اثر دمای آب تبخیر 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. لذا تشخیص و اندازه‌گیری این ماده از نظر کنترل‌های ایمنی و حساسیت‌زایی محصولات حاوی الکل‌های چرب اتوکسیله و آلکیل اتوکسی سولفات، دارای اهمیت ویژه است. کاربردی بودن روش ارائه شده در این استاندارد، به دلیل استفاده از دستگاه گازکروماتوگرافی که در اکثر آزمایشگاه‌ها موجود است، می‌باشد.

## مواد فعال در سطح - تعیین مقدار ۴و۱- دی اکسان در محصولات آلکیل اتوکسی سولفات ها به روش تقطیر و کروماتوگرافی گازی

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین مقدار ۴و۱- دی اکسان در محصولات آلکیل اتوکسی سولفات به روش تقطیر و کروماتوگرافی گازی است.

### ۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن ها ارجاع داده شده است . بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می شود . در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد ، اصلاحیه ها و تجدید نظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست . در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن ها ارجاع داده شده است ، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه های بعدی آن ها مورد نظر است . استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است :

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

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره: ۳۰۹۵، سال ۱۳۷۴، مواد پاک کننده و مواد فعال در سطح - روش های تقسیم نمونه.

۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره: ۱۳۸۲۰، سال ۱۳۹۰، اندازه گیری ۴و۱- دی اکسان در آلکیل اتوکسی سولفات ها به روش فضای فوقانی

### ۳ اصول آزمون

در این روش مقدار مشخصی از نمونه ای که در اتانول با خلوص ۹۹٪ حل شده، را تقطیر کرده و مایع تقطیر شده از نمونه را جمع آوری کرده، به حجم مشخص رسانده و جزئی از محلول بدست آمده به دستگاه گاز کروماتوگراف تزریق می شود.

### ۴ مواد و/یا واکنشگرها

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

۱-۴ اتانول ۹۹٪ (V/V)

۲-۴ آب مقطر

۳-۴ ماده ۴و۱ - دی اکسان با خلوص ۹۸٪ (m/m) ( $\rho=1.03 \text{ g/ml } 20^{\circ}\text{C}$ )



۴-۴ ماده ۴-متیل او ۳-دی اکسان با خلوص (m/m) ۹۸٪ ( $\rho=0.98 \text{ g/ml } 20^{\circ}\text{C}$ )

۴-۵ گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم با خلوص ۹۹/۹۹۹٪ حجمی/حجمی

۴-۶ محلول آب مقطر/تانول ۱:۱ حجمی/حجمی

با استوانه مدرج ۵۰۰ میلی لیتر آب مقطر و ۵۰۰ میلی لیتر اتانول ۹۹٪ برداشته و با یکدیگر خوب مخلوط نماید.

## ۵ وسایل و / یا تجهیزات

۵-۱ دستگاه تقطیر مطابق شکل شماره (۱)

۵-۲ وسایل و لوازم شیشه‌ای معمول آزمایشگاهی

۵-۳ گاز کروماتوگراف

۵-۴ ستون موئینه که قادر به جداسازی مطابق شکل ۲ باشد.

یادآوری - ستون موئینه از نوع سیلیکای ترکیبی به طول ۵۰ m، قطر داخلی ۰/۵۳ mm، ضخامت فیلم  $\mu\text{m}$

۵ با فاز ساکن ۵٪ فنیل سیلوکسان و ۹۵٪ متیل سیلوکسان مناسب است.

۵-۵ آشکارساز یونش شعله‌ای، FID

۵-۶ انتگرال گیر الکترونیکی

۵-۷ ترازوی تجزیه‌ای با دقت  $\pm 0.0001 \text{ g}$

۵-۸ سبد گرم شونده الکتریکی، Heating Mantle

## ۶ کالیبراسیون

۶-۱ آماده‌سازی محلول‌های کالیبراسیون

۶-۱-۱ محلول ذخیره A (محلول مادر استاندارد داخلی)

در یک بالن حجمی ۱۰۰ ml، حدود ۲۵ ml محلول آب مقطر/تانول (۱:۱) بریزید. سپس بالن را

روی ترازوی با دقت  $\pm 0.0001 \text{ g}$  قرار داده و ۱۰۰ mg از ۴-متیل او ۳-دی اکسان را وزن نمایید. سپس با

محلول آب مقطر/تانول ۱:۱ به حجم ۱۰۰ ml برسانید. کاملاً بهم بزنید تا یکنواخت شود.

محلول نهایی A شامل ۱۰۰۰ mg/kg، ۴-متیل، او ۳-دی اکسان می‌باشد.

۶-۱-۲ محلول ذخیره B (محلول مادر استاندارد دی اکسان)

در یک بالن حجمی ۱۰۰ ml، حدود ۲۵ ml آب مقطر بریزید. سپس بالن را روی ترازوی با دقت

$\pm 0.0001 \text{ g}$  قرار داده و ۲۰۰ mg از او ۴-دی اکسان را وزن نمایید. سپس با محلول آب مقطر/تانول ۱:۱،

به حجم ۱۰۰ ml برسانید. کاملاً بهم بزنید تا یکنواخت شود.

محلول نهایی B شامل ۲۰۰۰ mg/kg، او ۴-دی اکسان می‌باشد.

۳-۱-۶ محلول کالیبراسیون C

۱۰ ml از محلول B را با پیپت حبابدار به یک بالن حجمی ۱۰۰ ml منتقل نموده با محلول آب مقطر/ اتانول ۱:۱، به حجم ۱۰۰ ml برسانید. کاملاً بهم بزنید تا یکنواخت شود. محلول C شامل ۲۰۰ mg/kg، ۱و۴- دی اکسان می باشد.

۴-۱-۶ محلول کالیبراسیون D

۱۱۰ ml از محلول B و ۵ ml از محلول A را با پیپت حبابدار به یک بالن حجمی ۱۰۰ ml منتقل نموده با محلول آب مقطر/ اتانول ۱:۱، به حجم ۱۰۰ ml برسانید. کاملاً بهم بزنید تا یکنواخت شود. محلول D شامل ۲۰۰ mg/kg، ۱و۴- دی اکسان و ۵۰ mg/kg، استاندارد داخلی ۴-متیل ۱و۳- دی اکسان می باشد.

۵-۱-۶ محلول کالیبراسیون E

۵ ml از محلول C و ۱۱۰ ml از محلول A را با پیپت حبابدار به یک بالن حجمی ۲۰۰ ml منتقل نموده با محلول آب مقطر/ اتانول ۱:۱، به حجم ۲۰۰ ml برسانید. کاملاً بهم بزنید تا یکنواخت شود. محلول E شامل ۵۰ mg/kg، ۱و۴- دی اکسان و ۵۰ mg/kg، استاندارد داخلی ۴-متیل ۱و۳- دی اکسان می باشد.

۶-۱-۶ محلول کالیبراسیون F

۱۰ ml از محلول C و ۵ ml از محلول A را با پیپت حبابدار به یک بالن حجمی ۱۰۰ ml منتقل نموده با محلول آب مقطر/ اتانول ۱:۱، به حجم ۱۰۰ ml برسانید. کاملاً بهم بزنید تا یکنواخت شود. محلول F شامل ۲۰۰ mg/kg، ۱و۴- دی اکسان و ۵۰ mg/kg، استاندارد داخلی ۴-متیل ۱و۳- دی اکسان می باشد.

۷-۱-۶ محلول کالیبراسیون G

۲۵ ml از محلول C و ۵ ml از محلول A را با پیپت حبابدار به یک بالن حجمی ۱۰۰ ml منتقل نموده با محلول آب مقطر/ اتانول ۱:۱، به حجم ۱۰۰ ml برسانید. کاملاً بهم بزنید تا یکنواخت شود. محلول G شامل ۵۰ mg/kg، ۱و۴- دی اکسان و ۵۰ mg/kg، استاندارد داخلی ۴-متیل ۱و۳- دی اکسان می باشد.

۸-۱-۶ محلول کالیبراسیون H

۵۰ ml از محلول C و ۵ ml از محلول A را با پیپت حبابدار به یک بالن ژوژه ۱۰۰ ml منتقل نموده با محلول آب مقطر/ اتانول ۱:۱، به حجم ۱۰۰ ml برسانید. کاملاً بهم بزنید تا یکنواخت شود.

محلول H شامل ۱۰۰ mg/kg، ۱ و ۴-دی-اکسان و ۵۰ mg/kg، استاندارد داخلی ۴-متیل ۱ و ۳-دی اکسان می باشد.

## ۷ نمونه برداری

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

## ۸ تهیه محلول نمونه مورد آزمون

۱-۸ جداکردن ۱ و ۴-دی-اکسان از اتوکسیلات‌ها

۱-۱-۸ حدود ۵۰ g گرم از نمونه را با دقت  $\pm 0.001g$  در بالن تقطیر شکل شماره ۱ توزین نموده و جرم برداشته شده را یادداشت نمایید (جرم  $m_1$ ).

۱-۲-۸ بدون اینکه به ترازو دست بزنید، به نمونه وزن شده اتانول اضافه نمایید تا وزن به ۱۰۰ g برسد.

۱-۳-۸ مقداری سنگ جوش داخل بالن اضافه کرده و دستگاه تقطیر را مطابق شکل ۱ نصب کنید.

۱-۴-۸ در یک بالن حجمی ۵۰ ml ، ۲۲/۵ ml آب مقطر و ۲/۵ ml از محلول A بریزید و این بالن را در زیر قطره‌گیر قرار دهید بطوری که حتماً سر قطره‌گیر در داخل محلول قرار گیرد.

۱-۵-۸ سبد گرم‌شونده را روشن کنید و اجازه دهید تا محلول تقطیر شود. عمل تقطیر را تا جایی که دهانه بالن پر شود، ادامه دهید. سپس کم‌کم قطره‌گیر را از داخل مایع خارج کرده و عمل تقطیر را تا جایی که حجم محلول به خط نشان بالن (۵۰ ml) برسد، ادامه دهید.

۱-۶-۸ در بالن را گذاشته و کاملاً بهم بزنید تا محلول یکنواخت شود.

## ۹ روش آزمون

۱-۹ شرایط دستگاه گاز کروماتوگراف

انتخاب شرایط کروماتوگرافی به نوع ستون و شرایط دستگاه بستگی دارد و می‌تواند با توجه به جداسازی مناسب ترکیب موردنظر، نسبت به آنچه که در زیر ارائه شده، متفاوت باشد. شرایط زیر برای ستون ذکر شده در بند ۴-۵ مناسب است.

۱-۱-۹ دمای آشکارساز:  $280^{\circ}C$

۱-۲-۹ دمای محفظه تزریق:  $250^{\circ}C$

۱-۳-۹ برنامه دمایی ستون:

۱-۳-۱-۹ دمای اولیه ستون  $45^{\circ}C$  و زمان باقی‌ماندن در این دما ۱۰ min

۱-۳-۲-۹ سرعت بالارفتن دما:  $15^{\circ}C/min$

۱-۳-۳-۹ دمای نهایی ستون:  $130^{\circ}C$  و زمان باقی‌ماندن در این دما ۱۵ min

۱-۴-۹ حجم تزریق:  $1/0 \mu l$

۱-۵-۹ فشار پشت ستون: ۶ psi

## ۹-۲ رسم منحنی کالیبراسیون

ابتدا محلول‌های استاندارد بند (۴-۱-۶) تا (۸-۱-۶) را تزریق کنید سپس منحنی کالیبراسیون را رسم کنید به طوریکه محور عمودی، نسبت سطح زیر پیک ۱و۴- دی‌اکسان به سطح پیک استاندارد داخلی ۴-متیل، ۱و۳-دی‌اکسان و محور افقی، غلظت هر یک از استانداردها بر حسب  $\text{mg/kg}$  ۱و۴- دی‌اکسان باشد. معادله منحنی کالیبراسیون به شرح زیر می باشد:

$$Y = aX + b \quad \text{معادله (۱)}$$

Y: نسبت سطح زیر پیک ۱و۴- دی‌اکسان به سطح پیک استاندارد داخلی ۳-متیل ۱و۴-دی‌اکسان

a: شیب منحنی کالیبراسیون

b: عرض از مبدا منحنی کالیبراسیون

## ۱۰ ارزیابی کروماتوگرام

مقدار  $1/0 \mu\text{l}$  از نمونه بند (۶-۱-۸) را به ستون تزریق کنید.

پیک‌های ۱و۴- دی‌اکسان و استاندارد داخلی ۴-متیل ۱و۳- دی‌اکسان را شناسایی کنید.

با استفاده از انتگرال‌گیر الکترونیکی و با توجه به منحنی کالیبراسیون مقدار ۱و۴- دی‌اکسان را محاسبه کنید.

## ۱۱ بیان نتایج

مقدار ۱و۴- دی‌اکسان موجود در نمونه را برحسب  $\text{mg/kg}$  از معادلات ۲ و ۳ محاسبه کنید.

$$C_1 = \frac{S_x - b}{a} \times \frac{V}{m_1} \quad \text{معادله (۲)}$$

$$C_2 = C_1 \times \frac{100}{A} \quad \text{معادله (۳)}$$

$C_1$  میزان ۱و۴- دی‌اکسان، بر حسب میلی‌گرم در کیلوگرم

$S_x$  سطح زیر پیک ۱و۴- دی‌اکسان در نمونه

$S_i$  سطح زیر پیک استاندارد داخلی ۴-متیل ۱و۳- دی‌اکسان در نمونه

$m_1$  جرم نمونه ماده فعال سطحی برداشته شده بر حسب گرم

$V$  حجم بالن گیرنده تقطیر (بالن بند ۸-۱-۲). در این دستورالعمل حجم بالن  $50 \text{ ml}$  می‌باشد.

$C_2$  مقدار ۱و۴- دی‌اکسان در نمونه برحسب میلی‌گرم در کیلوگرم با توجه به مقدار ماده فعال آنیونیک

$A$  درصد ماده فعال آنیونیک نمونه الکیل اتوکسی سولفات

a: شیب منحنی کالیبراسیون

b: عرض از مبدا منحنی کالیبراسیون

یادآوری: اگر غلظت خوانده شده از روی نمودار از کمترین مقدار استاندارد ۵ mg/kg کمتر بود، آزمایش را با مقادیر بیشتری از نمونه، از ابتدا تکرار کنید.

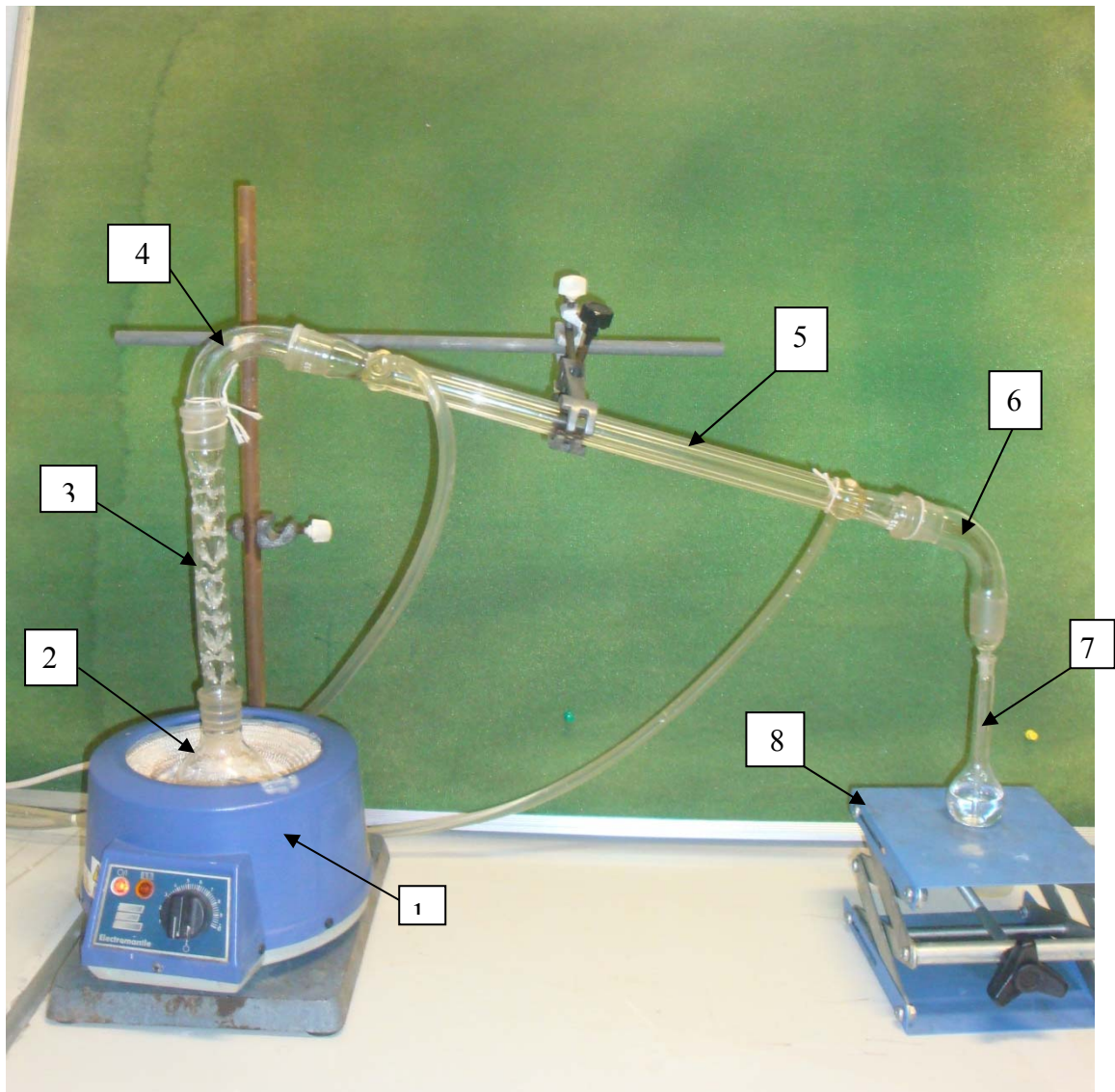
اگر غلظت خوانده شده از روی نمودار، از بیشترین مقدار استاندارد ۲۰۰ mg/kg بیشتر بود محلول را به نسبت مناسب با محلول آب مقطر / اتانول (۱:۱) رقیق نموده و در محاسبات نیز رقیق‌سازی را اعمال کنید.

## ۱۲ تجدیدپذیری و تکرارپذیری

تفاوت مطلق بین دو نتیجه آزمون مستقل یکسان ( بدست 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) حد تکرارپذیری "r" نامیده و بیش از ۰.۵٪ موارد نخواهد بود.

تفاوت مطلق بین دو نتیجه آزمون مستقل یکسان (بدست آمده توسط آزمایشگرهای مختلف با استفاده از روش و مواد یکسان، در آزمایشگاههای متفاوت و با استفاده از تجهیزات متفاوت) حد تجدیدپذیری "R" نامیده و بیش از ۰.۵٪ موارد نخواهد بود.

$\mu = \bar{x} \pm \frac{ts}{\sqrt{N}}$ t=2.45 (95%, 6)	S= $\sqrt{\frac{\sum(X_i - \bar{X})^2}{n-1}}$		X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	X <sub>3</sub>	X <sub>4</sub>	X <sub>5</sub>	X <sub>6</sub>	X <sub>7</sub>	نمونه
			آزمایشگاه ۱							
$\mu = 13.62 \pm 0.48$	0.515	13.62	13.92	13.99	13.55	13.08	14.12	12.77	13.93	A <sub>1</sub>
$\mu = 17.26 \pm 0.55$	0.592	17.26	16.52	17.47	17.75	17.98	17.59	17	16.5	A <sub>2</sub>
			آزمایشگاه ۲							
$\mu = 21.84 \pm 0.53$	0.577	21.84	22.15	21.72	21.3	21.34	21.42	22.9	22.06	A <sub>3</sub>

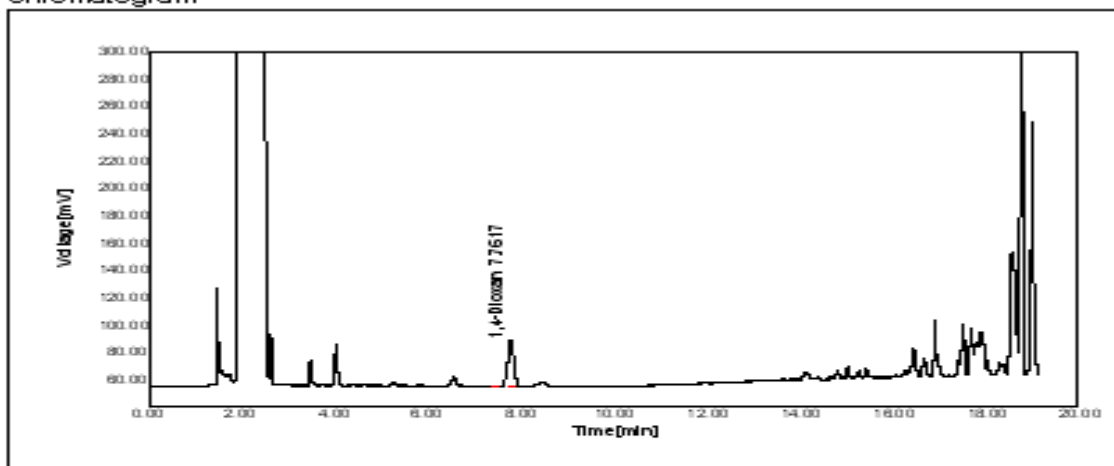


شکل شماره ۱- دستگاه تقطیر

راهنما :

- ۱ سبد گرم شونده الکتریکی، Heating Mantle
- ۲ بالن تقطیر ته صاف ۲۵۰ میلی لیتری
- ۳ ستون تقطیر
- ۴ زانویی ۱۲۰ درجه
- ۵ مبرد ساده
- ۶ قطره گیر
- ۷ بالن حجمی گیرنده محصول تقطیر ۵۰ میلی لیتری
- ۸ جک آزمایشگاهی

Chromatogram



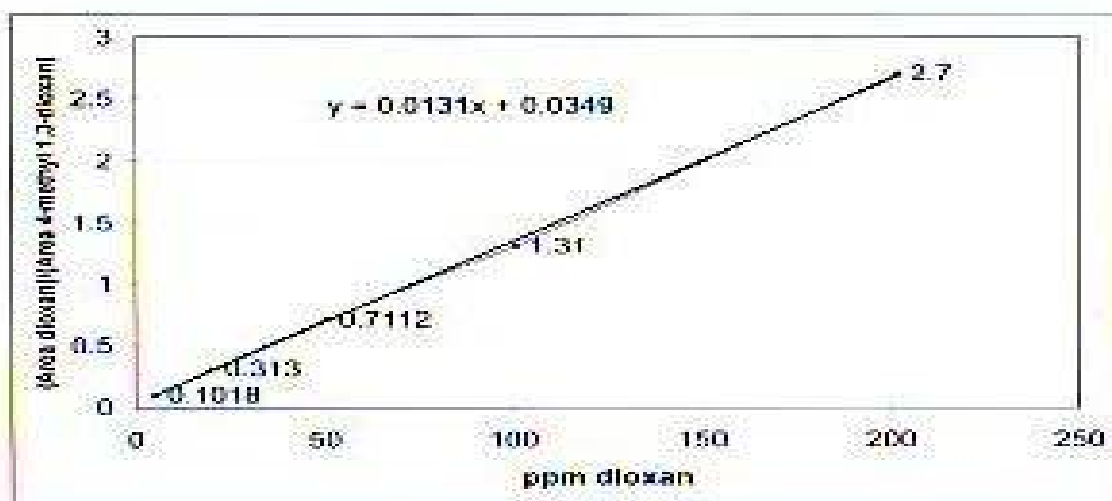
Signature

MASRIM MOHAMMAD BEGI, Authorship  
2010-01-12 AM 11:14:42

Result

No.	Name	RT[min]	Area[mV*s]	Area%	Amount[ppm]
1	1,4-Dioxan	7.7617	312.6474	100.00	34.2610
Sum			312.6474		34.2610

شکل ۲- نمونه‌ای از کروماتوگرام حاصل از تجزیه یک نمونه مورد آزمون



شکل ۳- منحنی کالیبراسیو

**پیوست الف**  
**(اطلاعاتی)**  
**صحه گذاری روش**

برای صحه گذاری روش آزمون بکاررفته در این دستورالعمل، از مقایسه با روش استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۸۲۰ سال ۱۳۸۹ (روش ۱ جدول ۱) استفاده شده است که نتایج و محاسبات آماری طبق جداول الف-۱ و ۲ و ۳ انجام شده است.

**جدول الف ۱- صحه گذاری روش آزمون با داده های بدست آمده در سال ۱۳۸۷**

محاسبات جهت صحت نتایج	$d=x_1-x_2$	نتایج روش ۲ (تقطیر و کروماتوگرافی گازی)	نتایج روش ۱ (کروماتوگرافی فضای فوقانی)	نمونه
$s_d = \sqrt{\frac{\sum(d-\bar{d})^2}{n-1}} = 32.26$ $t_{exp} = \frac{\bar{d}\sqrt{n}}{sd} = 0.26$ <p>از روی جداول آماری، با سطح اطمینان ۹۵ و درجه آزادی ۴</p> $t_{crit} = 2.571$ $t_{exp} < t_{crit}$ <p>لذا تفاوت معنی دار وجود ندارد</p>	۵	۱۵	۱۰	۱
	۱۰/۳۴	۶۵/۳۴	۵۵	۲
	۳/۴	۲۳/۴	۲۰	۳
	۱۶/۲	۷۶/۲	۶۰	۴
	۸۰	۷۰۰	۶۲۰	۵

**جدول الف ۲- صحه گذاری روش آزمون با داده های بدست آمده در سال ۱۳۸۸**

محاسبات جهت صحت نتایج	$d=x_1-x_2$	نتایج روش ۲ (تقطیر و کروماتوگرافی گازی)	نتایج روش ۱ (کروماتوگرافی فضای فوقانی)	نمونه
$s_d = \sqrt{\frac{\sum(d-\bar{d})^2}{n-1}} = 15.97$ $t_{exp} = \frac{\bar{d}\sqrt{n}}{sd} = 1.52$ <p>از روی جداول آماری، با سطح اطمینان ۹۵ و درجه آزادی ۴</p> $t_{crit} = 2.78$ $t_{exp} < t_{crit}$ <p>لذا تفاوت معنی دار وجود ندارد</p>	۱/۶۵	۶	۷/۶۵	۱
	-۳۰	۷۰۰	۶۷۰	۲
	-۴	۴۴	۴۰	۳
	۴	۶۶	۷۰	۴
	-۲۶	۲۸۶	۲۶۰	۵



جدول الف ۳- صحنه‌گذاری روش آزمون با داده‌های بدست آمده در سال ۱۳۸۹

محاسبات جهت صحت نتایج	$d=x_1-x_2$	نتایج روش ۲ (تقطیر و کروماتوگرافی گازی)	نتایج روش ۱ (کروماتوگرافی فضای فوقانی)	نمونه
$s_d = \sqrt{\frac{\sum(a-\bar{d})^2}{n-1}} = 1.776$ $t_{exp} = \frac{\bar{d}\sqrt{n}}{s_d} = 0.458$ <p>از روی جداول آماری، با سطح اطمینان ۹۵ و درجه آزادی ۴</p> $t_{crit} = 2.78$ $t_{exp} < t_{crit}$ <p>لذا تفاوت معنی‌دار وجود ندارد</p>	۲/۶۲	۲۷/۳۸	۳۰	۱
	-۲/۳	۳۷/۳	۳۵	۲
	۰/۸	۲۶/۲	۲۷	۳
	۰/۷	۳۶/۳	۳۷	۴
	۰	۲۷	۲۷	۵