



سیستم مدیریت ایزو  
www.isomanagement.ir

تماس تلفنی جهت دریافت مشاوره:

۱. مشاور دفتر تهران (آقای محسن ممیز)

☎ ۰۹۱۲ ۹۶۳ ۹۳۳۶

۲. مشاور دفتر اصفهان (سرکار خانم لیلا ممیز)

☎ ۰۹۱۳ ۳۲۲ ۸۲۵۹

مجموعه سیستم مدیریت ایزو با هدف بهبود مستمر عملکرد خود و افزایش رضایت مشتریان سعی بر آن داشته، کلیه استانداردهای ملی و بین المللی را در فضای مجازی نشر داده و اطلاع رسانی کند، که تمام مردم ایران از حقوق اولیه شهروندی خود آگاهی لازم را کسب نمایند و از طرف دیگر کلیه مراکز و کارخانه جات بتوانند به راحتی به استانداردهای مورد نیاز دسترسی داشته باشند.

این موسسه اعلام می دارد در کلیه گرایشهای سیستم های بین المللی ISO پیشگام بوده و کلیه مشاوره های ایزو به صورت رایگان و صدور گواهینامه ها تحت اعتبارات بین المللی سازمان جهانی IAF و تامین صلاحیت ایران می باشد.

هم اکنون سیستم خود را با معیارهای جهانی سازگار کنید...





سیستم مدیریت ایزو  
www.isomanagement.ir

تماس تلفنی جهت دریافت مشاوره:

۱. مشاور دفتر تهران (آقای محسن ممیز)

☎ ۰۹۱۲ ۹۶۳ ۹۳۳۶

۲. مشاور دفتر اصفهان (سرکار خانم لیلا ممیز)

☎ ۰۹۱۳ ۳۲۲ ۸۲۵۹

مجموعه سیستم مدیریت ایزو با هدف بهبود مستمر عملکرد خود و افزایش رضایت مشتریان سعی بر آن داشته، کلیه استانداردهای ملی و بین المللی را در فضای مجازی نشر داده و اطلاع رسانی کند، که تمام مردم ایران از حقوق اولیه شهروندی خود آگاهی لازم را کسب نمایند و از طرف دیگر کلیه مراکز و کارخانه جات بتوانند به راحتی به استانداردهای مورد نیاز دسترسی داشته باشند.

این موسسه اعلام می دارد در کلیه گرایشهای سیستم های بین المللی ISO پیشگام بوده و کلیه مشاوره های ایزو به صورت رایگان و صدور گواهینامه ها تحت اعتبارات بین المللی سازمان جهانی IAF و تامین صلاحیت ایران می باشد.

هم اکنون سیستم خود را با معیارهای جهانی سازگار کنید...





جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran  
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۵۶۹۸

چاپ اول

۱۳۹۷

INSO

15698

1 st. Edition

2019

شامپو - تعیین مقدار ۱،۴- دی اکسان به روش  
کروماتوگرافی گازی فضای فوقانی - روش آزمون

**Shampoo - Determination of 1,4- dioxane  
content by head space gas chromatography- Test  
method**

ICS: 71.100

استاندارد ملی ایران شماره ۱۵۶۹۸ (چاپ اول): سال ۱۳۹۷

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹ تهران - ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۳۱۵۸۵-۱۶۳ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: [standard@isiri.org.ir](mailto:standard@isiri.org.ir)

وبگاه: <http://www.isiri.org>

**Iranian National Standardization Organization (INSO)**

No. 2592 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: [standard@isiri.org.ir](mailto:standard@isiri.org.ir)

Website: <http://www.isiri.org>

## به نام خدا

### آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد 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 حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود 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، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود 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 می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)<sup>۱</sup>، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)<sup>۲</sup> و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)<sup>۳</sup> است و به عنوان تنها رابط<sup>۴</sup> کمیسیون کدکس غذایی (CAC)<sup>۵</sup> در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سامانه‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، 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 for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«شامپو - تعیین مقدار ۱،۴- دی اکسان به روش کروماتوگرافی گازی فضای فوقانی - روش آزمون»

رئیس:

کمپانی سعید، عارفه  
(دکتری شیمی)

انجمن صنایع شوینده و بهداشتی و آرایشی ایران

دبیر:

احسانی گرگری، باقر  
(کارشناسی شیمی)

پژوهشگاه استاندارد

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

آتش، امیر فرزین  
(کارشناسی ارشد شیمی)

شرکت یونیلیور ایران

آریانسب، فضا  
(دکتری شیمی)

پژوهشگاه استاندارد

اردشیری، حمید  
(دکتری شیمی)

آزمایشگاه معیار دانش پارس

اسداله زاده، ندا  
(کارشناسی ارشد شیمی)

انجمن صنایع شوینده و بهداشتی و آرایشی

باباجانی، مهناز  
(کارشناسی ارشد شیمی)

شرکت گل‌تاش

بیات، مژگان  
(کارشناسی شیمی)

شرکت اکتیو

بنکدارسخی، علیرضا  
(کارشناسی ارشد شیمی)

شرکت پاکشو

چیت‌سازان، مهدی  
(کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)

آزمایشگاه آزما نانو سیستم

خالقی‌وند، ناهید  
(کارشناسی ارشد شیمی)

شرکت صنعتی و بازرگانی صحت

سمت و/یا محل اشتغال:

آزمایشگاه همکار مهر طاهر

اداره کل نظارت بر اجرای استاندارد صنایع غیر فلزی

شرکت پاکسان

شرکت سهامی عام کف

شرکت مهد تاژ

آزمایشگاه همکار مهر طاهر

شرکت اکتیو

دانشگاه الزهرا

شرکت سهامی عام کف

پژوهشگاه استاندارد

آزمایشگاه همکار مهر طاهر

اداره کل استاندارد تهران

دانشگاه شهید بهشتی

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

جباری، عادل

(کارشناسی ارشد شیمی)

جوادی، افسانه

(کارشناس مهندسی فناوری شیمی)

رنجبر، مینا

(کارشناسی ارشد شیمی)

زینالزاده، افسانه

(کارشناسی شیمی)

سمیعی، اعظم

(کارشناسی ارشد شیمی)

شاهی، مریم

(دکتری شیمی)

ضیائیان، مونا

(کارشناسی ارشد شیمی)

عابدی، غزاله

(دکتری شیمی)

عاصمی پور، سمیه

(کارشناسی ارشد شیمی)

عدل نسب، لاله

(دکتری شیمی)

غفاری نطنزی، پری

(کارشناسی ارشد شیمی)

فاطمی، پری ناز

(کارشناسی ارشد شیمی)

قاسم پور، علیرضا

(دکتری شیمی)

سمت و/یا محل اشتغال:

آزمایشگاه معیار دانش پارس

آزمایشگاه آزما نانو سیستم

آزمایشگاه کنترل مرکزی قم

شرکت صنعتی و بازرگانی صحت

شرکت گروه بهداشتی فیروز

آزمایشگاه معیار دانش پارس

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

قیصری، محمد مهدی

(دکتری شیمی)

لطفی، صابر

(کارشناسی ارشد شیمی)

محب علی، علیرضا

(دکتری شیمی)

مفاخری، شیرین

(کارشناسی شیمی)

محمدبیگی، نسرين

(کارشناسی ارشد شیمی)

نبی، مهدی

(دکتری شیمی)

ویراستار:

خانه زر، حسن

(کارشناسی ارشد شیمی)

پژوهشگاه استاندارد



## پیش‌گفتار

استاندارد «شامپو - تعیین مقدار ۱،۴- دی‌اکسان به روش کروماتوگرافی گازی فضای فوقانی- روش آزمون» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد تهیه و تدوین شده است و در یک‌هزار و ششصد و هشتاد و نهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد شیمی و پلیمر. مورخ ۱۳۹۷/۱۲/۱۹ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه 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 همواره از آخرین تجدید نظر آن‌ها استفاده کرد.

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

- ۱ نتایج حاصل از طرح تحقیقاتی به شناسه ۹۵۰۳۰۱۵ با عنوان "شناسایی و تعیین مقدار ۱،۴-دی‌اکسان باقیمانده از فرآیند تولید در محصولات آرایشی-بهداشتی" توسط پژوهشگاه استاندارد در سال ۱۳۹۷.
- ۲ باباجانی، مهناز و همکاران، آزمایشات شیمیایی، شرکت گل‌تاش
- ۳ بنکدارسخی، علیرضا و همکاران، آزمایشات شیمیایی، شرکت پاکشو
- ۴ چیت‌سازان، مهدی و همکاران، آزمایشات شیمیایی، آزمایشگاه همکار آزما نانو سیستم
- ۵ جباری، عادل و همکاران، آزمایشات شیمیایی، آزمایشگاه همکار مهر طاهر
- ۶ زینال‌زاده، افسانه و همکاران، آزمایشات شیمیایی، شرکت داروگر
- ۷ سمیعی، اعظم و همکاران، آزمایشات شیمیایی، شرکت مهدتاژ
- ۸ کمپانی سعید، عارفه و همکاران، آزمایشات شیمیایی، انجمن صنایع شوینده و بهداشتی و آرایشی ایران
- ۹ محب‌علی، علیرضا و همکاران، آزمایشات شیمیایی، آزمایشگاه همکار کنترل مرکزی قم
- ۱۰ محمدبیگی، نسرين و همکاران، آزمایشات شیمیایی، شرکت فیروز
- ۱۱ نبی، مهدی و همکاران، آزمایشات شیمیایی، آزمایشگاه همکار معیار دانش پارس
- ۱۲ خالقی‌وند، ناهید و همکاران، آزمایشات شیمیایی، شرکت صنعتی و بازرگانی صحت

## شامپو - تعیین مقدار ۱،۴- دی اکسان به روش کروماتوگرافی گازی فضای فوقانی - روش آزمون

هشدار - در این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی درج نشده است. در صورت مواجهه با چنین مواردی مسئولیت برقراری شرایط بهداشت و ایمنی مناسب و اجرای آن بر عهده کاربر این استاندارد است.

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، اندازه گیری مقدار ناخالصی ۴،۱- دی اکسان در فرآورده شامپوبه روش کروماتوگرافی گازی فضای فوقانی می باشد.

### ۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آنها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می شوند. در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آنها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه های بعدی برای این استاندارد الزام آور است. استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

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

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۸۲۰، مواد فعال در سطح- تعیین مقدار ۴،۱- دی اکسان در محصولات الکیل اتوکسی سولفات به روش کروماتوگرافی گازی فضای فوقانی

۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۳۰۹۵، روش های تقسیم بندی نمونه در مواد پاک کننده و مواد موثر سطحی

### ۳ اصول آزمون

نمونه در ویال فضای فوقانی<sup>۱</sup> توزین شده و محلول کالیبراسیون به آن اضافه می‌شود. ویال پس از درزبندی، در محل نمونه‌گذاری دستگاه فضای فوقانی قرار داده شده تا به تعادل دمایی برسد. پس از تبخیر و تجمع مواد فرار در فضای فوقانی ویال، حجم مشخصی از بخار بالای نمونه با استفاده از سرنگ مخصوص به کروماتوگراف گازی تزریق شده و با یک برنامه‌ریزی دمایی مشخص، آنالیز می‌شود. از آشکارساز یونش شعله‌ای<sup>۲</sup> (FID) و روش افزایش استاندارد برای تعیین مقدار استفاده می‌شود.

### ۴ روش آزمون

#### ۱-۴ مواد و/یا واکنشگرها

۱-۱-۴ ۴،۱- دی‌اکسان با خلوص ۹۸٪ جرمی/جرمی

۲-۱-۴ ۴- متیل-۳،۱- دی‌اکسان با حداقل خلوص ۹۸٪ جرمی/جرمی

۳-۱-۴ گاز حامل: نیتروژن یا هلیم با خلوص ۹۹،۹۹۹٪

۴-۱-۴ N,N- دی‌متیل استامید (DMA) با خلوص HPLC

یادآوری: به جای DMA می‌توان از حلال‌های دیگر نیز استفاده کرد. قابلیت کاربرد حلال باید با اعتبارسنجی مناسب ارزیابی شود. از جمله حلال‌هایی که می‌توان استفاده کرد عبارتند از:

- N,N- دی‌متیل فرمامید (DMF)؛

- دی‌متیل سولفوکسید (DMSO)؛

- دی‌اتیل فرمامید (DEF)؛

- فرمامید.

#### ۲-۴ وسایل

۲-۴-۱ لوازم شیشه‌ای معمول آزمایشگاه

۲-۲-۴ کروماتوگراف گازی (GC)، مجهز به تجهیز برنامه‌ریزی دمایی و آشکارساز یونش شعله‌ای

۳-۲-۴ ستون موئین، قادر به جداسازی اجزاء مخلوط

---

1- Head space

2- Flame Ionization Detector

یاد آوری : ستون موئین سیلیکای ترکیبی به طول ۵۰ متر ، قطر داخلی ۰٫۵۳ mm و ضخامت ۳ μm با فاز ساکن ۵٪ فنیل سیلیکون و ۹۵٪ متیل سیلیکون مانند TRB-G43 یا ستون‌های معادل با آن مناسب است.

۴-۲-۴ تجهیز فضای فوقانی خودکار یا دستی، به همراه ملزومات آن

۵-۲-۴ ویال شیشه‌ای فضای فوقانی با ظرفیت ۲۰ ml، مجهز به درپوش پیچشی

۶-۲-۴ سرنگ نوع گازی، با ظرفیت ۱ ml ± ۰٫۱ ml

۷-۲-۴ ترازو، با دقت ۰٫۰۰۰۱ g

۸-۲-۴ آون، با قابلیت تنظیم دما

۳-۴ آماده‌سازی محلول‌های کالیبراسیون

۱-۳-۴ محلول کالیبراسیون A

حدود ۴۰ ml از حلال DMA را به بالن حجمی ۵۰ ml منتقل کنید.  $1 \text{ mg} \pm 100 \text{ mg}$  از ۴ - متیل - ۳،۱ - دی‌اکسان را درون آن وزن کرده و با DMA به حجم برسانید، کاملاً به هم بزنید تا محلول یکنواخت گردد.  $200 \mu\text{l}$  از این محلول را به بالن ۱۰۰ ml منتقل کرده و با DMA به حجم برسانید

محلول نهایی A شامل  $4 \mu\text{g/ml}$  از ۴ - متیل - ۳،۱ - دی‌اکسان می‌باشد.

۲-۳-۴ محلول کالیبراسیون B

حدود ۴۰ ml از حلال DMA را به بالن حجمی ۵۰ ml منتقل کنید.  $1 \text{ mg} \pm 100 \text{ mg}$  از ۴،۱ - دی‌اکسان و  $1 \text{ mg} \pm 100 \text{ mg}$  از ۴ - متیل - ۳،۱ - دی‌اکسان به بالن اضافه کنید و با DMA به حجم برسانید، کاملاً به هم بزنید تا محلول یکنواخت گردد.  $200 \mu\text{l}$  از این محلول را به بالن ۱۰۰ ml منتقل کرده و با DMA به حجم برسانید.

محلول نهایی B شامل  $4 \mu\text{g/ml}$  از ۴ - متیل - ۳،۱ - دی‌اکسان و  $4 \mu\text{g/ml}$  از ۴،۱ - دی‌اکسان می‌باشد.

۳-۳-۴ محلول کالیبراسیون C

حدود ۴۰ ml از حلال DMA را به بالن حجمی ۵۰ ml منتقل کنید.  $1 \text{ mg} \pm 200 \text{ mg}$  از ۱،۴ - دی‌اکسان و  $1 \text{ mg} \pm 100 \text{ mg}$  از ۴ - متیل - ۳،۱ - دی‌اکسان به بالن اضافه کنید و با DMA به حجم برسانید، کاملاً به هم بزنید تا محلول یکنواخت گردد.  $200 \mu\text{l}$  از این محلول را به بالن ۱۰۰ ml منتقل کرده و با DMA به حجم برسانید.

محلول نهایی C شامل  $4 \mu\text{g/ml}$  از ۴- متیل- ۳،۱- دی اکسان و  $8 \mu\text{g/ml}$  از ۴،۱- دی اکسان می باشد

#### ۴-۳-۴ محلول کالیبراسیون D

حدود  $40 \text{ ml}$  از حلال DMA را به بالن حجمی  $50 \text{ ml}$  منتقل کنید.  $1 \text{ mg} \pm 300 \text{ mg}$  از ۴،۱- دی اکسان و  $1 \text{ mg} \pm 100 \text{ mg}$  از ۴- متیل- ۳،۱- دی اکسان به بالن اضافه کنید و با DMA به حجم برسانید، کاملاً به هم بزنید تا محلول یکنواخت گردد.  $200 \mu\text{l}$  از این محلول را به بالن  $100 \text{ ml}$  منتقل کرده و با DMA به حجم برسانید.

محلول نهایی D شامل  $4 \mu\text{g/ml}$  از ۴- متیل- ۱،۳- دی اکسان و  $12 \mu\text{g/ml}$  از ۴،۱- دی اکسان می باشد. در جدول ۱ غلظت ۴،۱- دی اکسان و استاندارد داخلی در هر کدام از محلول های کالیبراسیون نشان داده شده است.

جدول ۱- غلظت ۴،۱- دی اکسان و استاندارد داخلی در محلول های کالیبراسیون تهیه شده

محلول استاندارد	غلظت ۴- متیل- ۳،۱- دی اکسان ( $\mu\text{g/ml}$ )	غلظت ۴،۱- دی اکسان ( $\mu\text{g/ml}$ )
محلول A	۴	۰
محلول B	۴	۴
محلول C	۴	۸
محلول D	۴	۱۲

#### ۵ نمونه برداری

##### ۱-۵ تهیه نمونه مورد آزمون

نمونه برداری را مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۳۰۹۵ انجام دهید

##### ۲-۵ تهیه محلول های نمونه مورد آزمون

در چهار ویال فضای فوقانی (زیربند ۴-۲-۵)، مقدار  $0.1 \text{ g} \pm 2 \text{ g}$  از نمونه مورد آزمون را اضافه کنید. با استفاده از سرنگ گازی  $1 \text{ ml}$  (زیربند ۴-۲-۶) مراحل زیر را انجام دهید:

الف- مقدار  $0.1 \text{ ml} \pm 1 \text{ ml}$  از محلول کالیبراسیون A را به اولین ویال اضافه کنید. بلافاصله با استفاده از گازبند و ابزار مخصوص پرس ویال را دربندی کرده، به شدت تکان دهید تا محلول یکنواخت شود.

ب- مقدار  $1 \text{ ml} \pm 0.1 \text{ ml}$  از محلول کالیبراسیون B را به دومین ویال اضافه کنید. بلافاصله با استفاده از گازبند و ابزار مخصوص پرس، ویال را دربندی کرده، به شدت تکان دهید تا محلول یکنواخت شود.

این محلول حاوی  $2 \text{ mg/kg}$  از ۴،۱- دی اکسان اضافه شده، به عنوان استاندارد داخلی، است.

پ- مقدار  $1 \text{ ml} \pm 0.1 \text{ ml}$  از محلول کالیبراسیون C را به سومین ویال اضافه کنید. بلافاصله با استفاده از گازبند و ابزار مخصوص پرس، ویال را دربندی کرده، به شدت تکان دهید تا محلول یکنواخت شود.

این محلول حاوی  $4 \text{ mg/kg}$  از ۴،۱- دی اکسان اضافه شده، به عنوان استاندارد داخلی، است.

ث- مقدار  $1 \text{ ml} \pm 0.1 \text{ ml}$  از محلول کالیبراسیون D را به دومین ویال اضافه کنید. بلافاصله با استفاده از گازبند و ابزار مخصوص پرس، ویال را دربندی کرده، به شدت تکان دهید تا محلول یکنواخت شود.

این محلول حاوی  $6 \text{ mg/kg}$  از ۴،۱- دی اکسان اضافه شده، به عنوان استاندارد داخلی، است.

## ۶ روش انجام آزمون

### ۱-۶ استخراج دی اکسان از نمونه

نمونه را مطابق (بند ۵-۲) آماده کنید. هر یک از نمونه‌های مخلوط را جداگانه در قسمت نمونه‌گذاری فضای فوقانی در دمای  $70^\circ \text{C}$  به مدت  $30 \text{ min}$  قرار دهید. سپس با سرنگ گازی (زیربند ۴-۲-۶)  $1 \text{ ml}$  از فضای فوقانی را استخراج و به کروماتوگراف گازی با شرایط بند (۶-۲) تزریق و تعیین را انجام دهید.

### ۲-۶ 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:

تنظیمات دمایی ستون به صورت زیر است:

- دمای محل تزریق  $200^\circ \text{C}$ ؛

- دمای اولیه  $60^\circ \text{C}$  و ماندگاری در این دما  $3 \text{ min}$ ؛

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

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

- زمان ماندگاری در دمای نهایی  $5 \text{ min}$ ؛

- سرعت جریان گاز حامل ۱۰ ml/min؛

- دمای آشکارسازی ۳۲۵ °C.

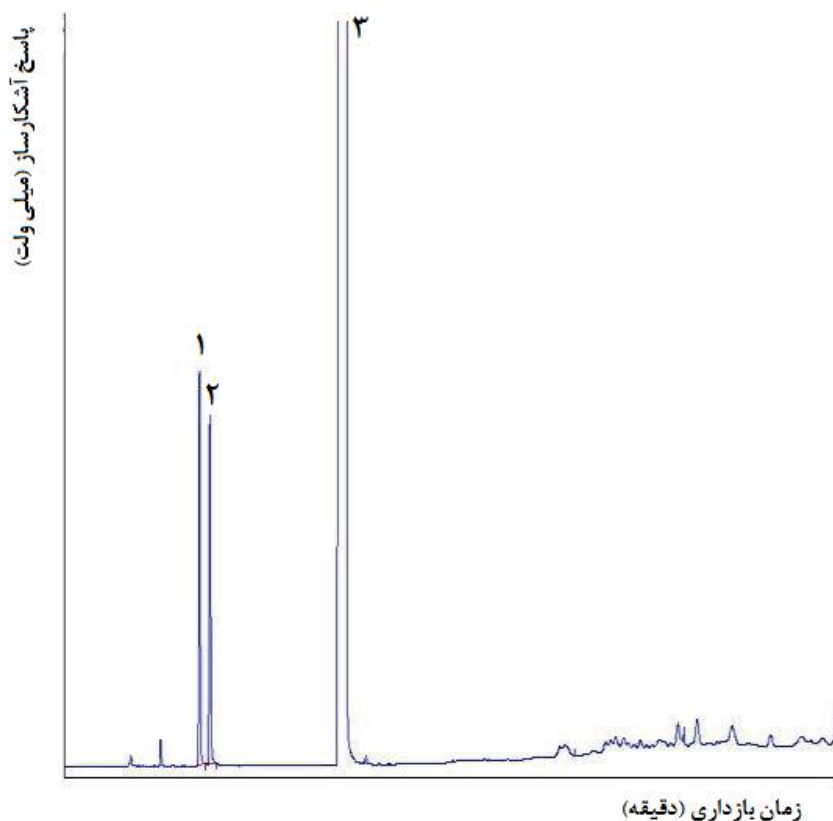
شرایط آماده‌سازی نمونه در فضای فوقانی باید مطابق با پیشنهاد سازنده دستگاه بهینه شود. دمای حمام نمونه آزمون باید ۷۰ °C و زمان تعادل باید ۳۰ min باشد.

## ۷ ارزیابی کروماتوگرام

یک نوع کروماتوگرام در شکل ۱ نشان داده شده است.

هر یک از اجزاء نمونه را با توجه به شکل ۱ شناسایی کنید.

با استفاده از انتگرال‌گیر الکترونیکی مساحت سطح پیک ۴،۱- دی‌اکسان و مساحت ۴- متیل-۳،۱- دی‌اکسان را تعیین کنید.



راهنما:

پیک ۱: ۴،۱- دی‌اکسان،

پیک ۲: ۴- متیل ۳،۱- دی‌اکسان (استاندارد داخلی)،

پیک ۳: DMA (حلال)

شکل ۱- کروماتوگرام تعیین ۴،۱- دی‌اکسان با استفاده از روش کروماتوگرافی گازی فضای فوقانی

## ۸ بیان نتایج

یک نمودار از مقادیر حاصل تقسیم مساحت پیک ۴،۱- دی اکسان بر مساحت سطح پیک ۴- متیل-۳،۱- دی اکسان (محور Y) را بر حسب مقدار ۴،۱- دی اکسان (محور X)، رسم کنید. خط را در نقطه‌ای که محور X را قطع می‌کند، برون‌یابی کنید. این تقاطع مقدار ۴،۱- دی اکسان،  $C_d$ ، موجود در نمونه را بر حسب  $mg/kg$  بیان می‌کند.

### ۸-۱ 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 به دست آمده) «حد تکرارپذیری r» نامیده و بیش از ۵٪ موارد نخواهد بود.

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)، نتیجه باید به عنوان میانگین پنج اندازه‌گیری برای مقادیر کمتر از  $20 mg/kg$  یا سه اندازه‌گیری برای مقادیر  $20 mg/kg$  تا دو رقم اعشار محاسبه شود.

### ۸-۲ 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.

## ۹ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

۱-۹ ارجاع به این استاندارد ملی؛

۲-۹ همه اطلاعات لازم برای شناسایی نمونه؛

۳-۹ نتایج به دست آمده و روش اندازه‌گیری مورد استفاده؛

۴-۹ هر گونه عملیاتی که در این روش معین نشده یا اختیاری در نظر گرفته شده و ممکن است نتایج را تحت تأثیر قرار دهد.