

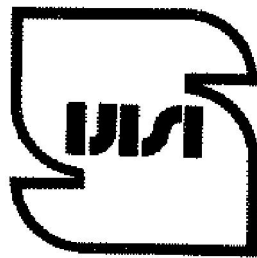


جمهوری اسلامی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

شماره استاندارد ایران

۷۷۲۸



نساجی - شناسایی مواد رنگزای آزوی معین در مواد رنگرزی - روش آزمون

چاپ اول

آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب قانون، تنها مرجع رسمی کشور است که عهده دار وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) میباشد.

تدوین استاندارد در رشته های مختلف توسط کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه، صاحبان مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی

واقصدادی آگاه ومرتبط با موضوع صورت میگیرد. سعی بر این است که استانداردهای ملی، در جهت مطلوبیت ها و مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فنی و فن آوری حاصل از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع شامل: تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، بازرگانان، مراکز علمی و تخصصی و نهادها و سازمانهای دولتی باشد.پیش نویس استانداردهای ملی جهت نظرخواهی برای مراجع ذینفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال میشود و پس از دریافت نظرات وپیشنهادها در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح ودر صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که توسط مؤسسات و سازمانهای علاقمند و ذیصلاح و با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می شود نیز پس از طرح و بررسی در کمیته ملی مربوط و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی چاپ ومنتشر می گردد. بدین ترتیب استانداردهایی ملی تلقی می شود که بر اساس مفاد مندرج در استاندارد ملی شماره ((۵)) تدوین و در کمیته ملی مربوط که توسط مؤسسه تشکیل میگردد به تصویب رسیده باشد.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد میباشد که در تدوین استانداردهای ملی ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندیهای خاص کشور، از آخرین پیشرفتهای علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی استفاده می نماید.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون به منظور حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی وعمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردها را 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 آنرا اجباری نماید.

همچنین بمنظور اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمانها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و گواهی کنندگان

سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاهها و کالیبره کنندگان وسایل سنجش، مؤسسه استاندارد اینگونه سازمانها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران مورد ارزیابی قرار داده و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آنها اعطا نموده و بر عملکرد آنها نظارت می نماید. ترویج سیستم بین المللی یکاها ، کالیبراسیون وسایل سنجش تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی از دیگر وظایف این مؤسسه می باشد.

کمیسیون استاندارد نساجی- شناسایی مواد رنگزای آزوی معین در مواد رنگزای- روش آزمون

رئیس	سمت یا نمایندگی
سرشتی، حسن (دکترای شیمی تجزیه)	دانشکده علوم دانشگاه تهران
اعضا	
تقی زاده، مسعود (دکترای شیمی آلی)	دانشکده علوم دانشگاه تهران
سمسارها، مریم (فوق لیسانس شیمی)	مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران
صبح، فوزیه (فوق لیسانس شیمی - فیزیک)	وزارت صنایع و معادن
عباسپور، شهناز (لیسانس شیمی)	مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران
فرشاد، حسین (لیسانس مدیریت)	وزارت صنایع و معادن
قرنجیگ، کمال الدین (دکترای نساجی)	پژوهشکده صنایع رنگ ایران
دبیر	
آفاقی، جمیله (فوق لیسانس مدیریت صنایع، لیسانس مهندسی نساجی)	مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

پیشگفتار

استاندارد نساجی- شناسایی مواد رنگزای آزوی معین در مواد رنگزای- روش آزمون که توسط کمیسیونهای فنی مربوطه تهیه و تدوین شده و در یکصد و چهل و هشتمین جلسه کمیته ملی استاندارد پوشاک و فرآوردههای نساجی و الیاف مورخ ۸۳/۱۱/۲۱ مورد تصویب قرار گرفته است ، اینک به استناد

بند ۱ ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می شود .

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 گونه پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استاندارد ارائه شود ، در هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت . بنابراین برای مراجعه به استانداردهای ملی ایران باید همواره از آخرین تجدید نظر آنها استفاده کرد .

در تهیه و تدوین این استاندارد سعی شده است که ضمن توجه به شرایط موجود و نیازهای جامعه ، در حد امکان بین این استاندارد و استانداردهای ملی کشورهای صنعتی و پیشرفته هماهنگی ایجاد شود .

منابع و مأخذی که برای تهیه این استاندارد به کار رفته به شرح زیر است :

۱- با استفاده از تجربیات و بررسی نتایج آزمایشات انجام شده در مرکز تحقیقات آنالیز دستگاهی دانشکده علوم دانشگاه تهران

2- Inter Lab- Test IUC 9751002 : 1997 Method for the detection of certain AZO colourants in dyestuff

3- BS EN 14362 : 2003 Textiles- Methods for detection and determination of certain listed aromatic amines derived from azo colorants

نساجی- شناسایی مواد رنگزای آزوی^۱ معین در مواد رنگزای^۲ - روش آزمون

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش شناسایی مواد رنگزای آزوی معین که ممکن است آمینهای آروماتیک خاصی را آزاد نمایند، می باشد.

1- Azo Colourant
2- Dyestuff

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد به آنها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات، جزئی از این استاندارد محسوب می‌شود. در مورد مراجع دارای تاریخ چاپ و/ یا تجدید نظر، اصلاحیه‌ها و تجدید نظرهای بعدی این مدارک مورد نظر نیست. معهدنا بهتر است که کاربران ذینفع این استاندارد، امکان کاربرد آخرین اصلاحیه‌ها و تجدید نظرهای مدارک الزامی زیر را مورد بررسی قرار دهند. در مورد مراجع بدون تاریخ چاپ و/ یا تجدید نظر، آخرین چاپ و/ یا تجدید نظر آن مدارک الزامی ارجاع داده شده مورد نظر است.

استفاده از مرجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران ۱۷۲۸ : سال ۱۳۸۱ آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه- ویژگی‌ها و روشهای آزمون

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و/ یا واژه‌ها با تعاریف زیر به کار می‌رود:

۱-۳ مواد رنگزای آزوی معین:

مواد رنگزای آزوی معین، رنگزایی هستند که در اثر شکست گروه یا گروه‌های آزو در آنها، آمینهای فهرست شده در جدول ۱ ایجاد می‌گردد.

جدول ۱- فهرست آمین‌های MAK IIIA₁ & IIIA₂

No.	CAS number	Index number	EC number	Substances
1	92-67-1	612-072-00-6	202-177-1	Biphenyl-4-ylamine 4-aminobiphenyl xenylamine
2	92-87-5	612-042-00-2	202-199-1	Benzidine
3	95-69-2		202-441-6	4-chloro-o-toluidine
4	91-59-8	612-022-00-3	202-080-4	2-naphthylamine
5*)	97-56-3	611-006-00-3	202-591-2	o-aminoazotoluene 4-amino-3',3-dimethylazobenzene 4-o-tolylazo-o-toluidine
6*)	99-55-8		202-765-8	5-nitro-o-toluidine
7	106-47-8		203-401-0	4-chloroaniline
8	615-05-4		210-406-1	4-methoxy-m-phenylenediamine

9	101-77-9	612-051-00-1	202-974-4	4,4'-methylenedianiline 4,4'-diaminodiphenylmethane
10	91-94-1	612-068-00-4	202-109-0	3,3'-dichlorobenzidine 3,3'-dichlorobiphenyl-4,4'-ylenediamine
11	119-90-4	612-036-00-X	204-355-4	3,3'-dimethoxybenzidine o-dianisidine
12	119-93-7	612-041-00-7	204-358-0	3,3'-dimethylbenzidine 4,4'-bi-o-toluidine
13	838-88-0	612-085-00-7	212-658-8	4,4'-methylenedi-o-toluidine
14	120-71-8		204-419-1	6-methoxy-m-toluidine p-cresidine
15	101-14-4	612-078-00-9	202-918-9	4,4'-methylene- bis-(2-chloro-aniline) 2,2'-dichloro-4,4'-methylene-dianiline
16	101-80-4		202-977-0	4,4'-oxydianiline
17	139-65-1		205-370-9	4,4'- thiodianiline
18	95-53-4	612-091-00-X	202-429-0	o-toluidine 2-aminotoluene
19	95-80-7	612-099-00-3	202-453-1	4-methyl-m-phenylenediamine
20	137-17-7		205-282-0	2,4,5-trimethylaniline
21	90-04-0	612-035-00-4	201-963-1	o-anisidine
22**/	60-09-3	611-008-00-4	200-453-6	4-aminoazobenzene 2-methoxyaniline
* مواد با شماره CAS 97-56-3 (شماره ۵) و 99-55-8 (شماره ۶) پس از احیاء و تبدیل به شماره‌های CAS 95-53-4 (شماره ۱۸) و 95-80-7 (شماره ۱۹) قابل شناسایی می‌شوند.				
** مواد رنگزای آزویی که قادر به تشکیل ۴-آمینوآزو بنزن هستند تحت شرایط این روش، تولید آنیلین و ۱، ۴-فیلین دی آمین می‌نمایند. حضور این مواد رنگزا را نمی‌توان بدون اطلاعات اضافی مانند ساختار شیمیایی مواد رنگزای مصرفی، با اطمینان تعیین نمود.				

۴ اصول کلی

ماده رنگزا با سدیم دی تیونیت در یک محلول بافر آبی (PH = ۶) در دمای ۷۰ درجه سلسیوس درون یک محفظه بسته وارد واکنش می‌شود. آمینهای آزاد شده در فرایند شکست‌های احیایی با استفاده از ستون Kieselgur^۱ به روش استخراج مایع- مایع، به فاز ترشیوبوتیل متیل اتر منتقل می‌شود. سپس ترشیوبوتیل متیل اتر استخراج شده تحت شرایط ملایم در یک تبخیر کننده خلاء چرخان^۲ تغلیظ شده و باقیمانده در یک حلال با توجه به روش مورد استفاده برای شناسایی آمینها حل می‌شود.

۱- ذرات سنگواره که از آنها در صاف (فیلتر) کردن آب استفاده می‌شود.

- 2- Rotary evaporator
- 3- Densitometric

شناسایی آمین ها بوسیله کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا همراه با آشکار ساز آرایه دیودی (HPLC/ DAD) ، کروماتوگرافی لایه نازک با کارایی بالا، کروماتوگرافی لایه نازک (TLC, HPTLC) و تعیین کمی بوسیله چگالی سنجی^۳ ، کاپیلاری گاز کروماتوگرافی با شناساگر یونش شعله‌ای (GC/ FID) و/ یا شناساگر طیف سنج جرمی (GC/ MSD) یا بوسیله الکتروفورز کاپیلاری با آشکار ساز آرایه دیودی (CE/ DAD) انجام می‌شود.

برای جلوگیری از هرگونه تفسیر غلط و در نتیجه اظهارات اشتباه ناشی از وجود مواد مزاحم (مانند وجود ایزومرهای آمینهای تعیین شده) بایستی وجود آمینها بوسیله حداقل دو روش متفاوت جداسازی کروماتوگرافی شناسایی گردند. تعیین کمی آمین بوسیله کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا و آشکار ساز آرایه دیودی (HPLC/ DAD) انجام می‌شود.

۵ وسایل لازم

- ۱-۵ ظروف واکنش مناسب از جنس شیشه مقاوم به حرارت با درب محکم شونده برای جلوگیری از خروج گاز
- ۲-۵ کابینت داغ با حمام شنی (ماسه ساحل دریا با اندازه ۰/۱ تا ۰/۳ میلیمتر) یا حمام آب با ترموستات
- ۳-۵ دماسنج با دقت ۰/۱ درجه سلسیوس در دمای ۷۰ درجه سلسیوس
- ۴-۵ بالن‌های حجمی^۱ در حجم‌های مختلف
- ۵-۵ ستون از جنس شیشه یا پلی پروپیلن با قطر داخلی ۲۵ تا ۳۰ میلیمتر و بطول ۱۴۰ تا ۱۵۰ میلیمتر با فیلتر گازی در قسمت خروجی که با دانه‌های متخلخل Kieselgur پر شده است.
- ۶-۵ سرنگ پلی پروپیلن یا پلی اتیلن ۲ میلی لیتری

1- Volumetric flasks
 2- Ultrasonic
 3- Standard- ground joint
 4- Split/ Splitless

- ۷-۵ تبخیر کننده چرخان تحت خلاء
- ۸-۵ پیپت‌های ۱۰، ۵، ۲ و ۱ میلی لیتری
- ۹-۵ حمام مافوق صوت^۲ مجهز به ترموستات
- ۱۰-۵ بالن ۱۰۰ میلی لیتری با زانوئی سمباده‌ای استاندارد^۳
- ۱۱-۵ دستگاههای تجزیه‌ای
- اپلیکاتور خودکار برای HPTLC یا DC
- چگالی سنج
- الکتروفورز کاپیلاری مجهز به شناساگر آرایه دیودی
- کروماتوگراف گازی لوله موئین با محفظه تزریق اسپیلت / اسپیلت لس^۴
- کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا مجهز به شویش گرادینانی با آشکار ساز DAD یا HPLC- MS

۶ مواد لازم

بجز مواردی که مشخص شده است تمامی مواد باید از نوع تجزیه‌ای^۱ باشد.

- ۱-۶ متانول
- ۲-۶ اتیل استات
- ۳-۶ ترشیوبوتیل متیل اتر
- ۴-۶ سدیم دی تیونیت، حداقل با خلوص ۸۷ درصد
- ۵-۶ محلول آبی سدیم دی تیونیت با غلظت ۲۰۰ میلی گرم در میلی لیتر که بصورت تازه تهیه شده باشد.
- ۶-۶ آب درجه ۳ (طبق استاندارد ملی ایران ۱۷۲۸).
- ۷-۶ آمینهای ۱ الی ۲۳ طبق جدول ۱ با بالاترین خلوص استاندارد قابل دسترس

- ۸-۶ محلول مادر از آمینهای بند ۶-۷: ۴۰۰ میکرو گرم در میلی لیتر اتیل استات برای DC
- ۹-۶ محلول مادر از آمینهای بند ۶-۷: ۲۰۰ میکرو گرم در میلی لیتر متانول برای GC ، HPLC و CE
- ۱۰-۶ محلول بافر سیترات ۰/۰۸ M در pH = ۶ ، که تا دمای ۷۰ درجه سلسیوس گرم شده است.
- ۱۱-۶ محلول استاندارد S₁ برای کنترل فرایند آمین : ۳۰ میکروگرم آمین بر میلی لیتر حلال
- ۱۲-۶ محلول استاندارد S₀ برای کالیبراسیون : ۱۵ میکروگرم آمین بر میلی لیتر حلال

۷ تهیه آزمونها

ماده رنگزا را به همان صورتی که توسط سازنده تهیه شده است برای تجزیه مورد استفاده قرار دهید.

۸ روش آزمون

۱-۸ شکست امیابی

۲۰۰ میلی گرم از ماده رنگزا را به ۱۶ میلی لیتر محلول بافر (طبق بند ۶-۱۰) که قبلاً به دمای 70 ± 5 درجه سلسیوس رسیده است اضافه نمایید. ظرف واکنش که بایستی بطور کامل درزگیری شده باشد را تکان داده و در یک آون دارای تهویه در داخل یک حمام شنی یا حمام آب قابل گرم کردن بمدت $5 \pm$ ۲۵ دقیقه در دمای 70 ± 2 درجه سلسیوس نگهداری کنید. باید دمای داخل ظرف واکنش به ۷۰ درجه سلسیوس برسد. این کار باید توسط ظرف دیگری که دماسنجی در داخل آن قرار گرفته است، کنترل گردد. سپس ۲ میلی لیتر محلول سدیم دی تیونیت را با یک سرنگ به آن اضافه نمایید و ظرف را بمدت ۱۰ دقیقه در دمای ۷۰ درجه سلسیوس نگهدارید. سپس ۲ میلی لیتر دیگر محلول سدیم دی تیونیت اضافه نموده و ظرف را بمدت ۱۰ دقیقه دیگر در همان دما نگهدارید و سپس بوسیله آب تا دمای اتاق سرد کنید.

۲-۸ استخراج مایع- مایع

محتویات ظرف واکنش را به ستون Kieselgur انتقال داده و اجازه دهید که بمدت ۱۵ دقیقه توسط ستون جذب گردد.

سپس آمینهای باقیمانده را با شستن ظرف واکنش یکبار با ۱۵ میلی لیتر و بار دیگر با ۲۰ میلی لیتر ترشیوبوتیل متیل اتر استخراج و به ستون اضافه نمایید. سپس ۴۵ میلی لیتر ترشیوبوتیل متیل اتر را بطور مستقیم روی ستون بریزید. محلول شسته شده را در یک بالن ۱۰۰ میلی لیتری با زانوئی سمباده‌ای استاندارد (طبق بند ۵-۱۰) جمع آوری نمایید.

محلول استخراج شده ترشیوبوتیل متیل اتر را تا یک میلی لیتر (نباید خشک شود) درون تبخیر کننده خلاء چرخان در یک خلاء ملایم که دمای آن از ۵۰ درجه سلسیوس بالاتر نباشد، تغلیظ نمایید. سپس باقیمانده اتر را تا حد خشک شدن بوسیله جریان ملایم یک گاز خنثی تبخیر کنید. باقیمانده را به سرعت به یک بالن ژوژه ۲ میلی لیتری منتقل کرده و با حلال (طبق بند ۶-۱ یا ۶-۲) به حجم برسانید. این محلول برای تجزیه دستگاهی آماده می‌باشد.

یادآوری ۱- برداشت و انتقال حلال (تغلیظ شده در تبخیر کننده چرخان تحت خلاء تا حد خشک شدن) چنانچه تحت شرایط کنترل شده صورت نگیرد ممکن است منجر به از دست دادن آمین‌های اصلی گردد.

یادآوری ۲- محلول استخراج شده بایستی فوراً و بدون تأخیر مورد تجزیه قرار گیرد. چنانچه نتوان تجزیه با دستگاه را در مدت ۲۴ ساعت انجام داد، بایستی محلول در زیر دمای ۱۸- درجه سلسیوس نگهداری گردد.

۳-۸ کنترل سیستم تجزیه

برای کنترل روش تجزیه، یک میلی لیتر از محلول استاندارد S₁ (طبق بند ۶-۱۱) را به ظرف واکنش (طبق بند ۵-۱) که شامل ۱۵ میلی لیتر بافر از قبل گرم شده است، اضافه نمایید. سپس روش کار بیان شده در بند ۸-۱ و مابقی آنرا دنبال نمایید. میزان بازیافت باید حداقل ۷۰٪ برای آمینهای ۱، ۲، ۳، ۴، ۵، ۷، ۸، ۹، ۱۰، ۱۱، ۱۲، ۱۳، ۱۴، ۱۵ و ۱۸ و حداقل ۵۰٪ برای آمینهای ۱۶ و ۱۷ و ۲۰٪ برای آمین ۶ باشد. در مورد آمین‌های ردیف ۱۹ الی ۲۲ در حال حاضر اطلاعاتی وجود ندارد.

یادآوری- طبق این روش مواد رنگزای آزو که در اثر شکست گروه آزوی آنها، آمینهای اورتو- آمینو آزتولون (CAS-No. : 97-56-3) و ۲- آمینو- ۴- نیتروتولون (CAS-No. : 99-55-8) را آزاد می‌نمایند از طریق آمینهای اورتو تولوئیدین و/ یا ۲، ۴- دی آمینو تولون شناسایی می‌گردند.

۹ کالیراسیون

محلول کالیراسیون S₀ را با غلظت ۱۵ میکرو گرم در میلی لیتر ، برای کالیراسیون استفاده نمایید.

۱۰ تجزیه به روش کروماتوگرافی

انواع مختلفی از وسایل ممکن است مورد استفاده قرار گیرد که در این رابطه نمی‌توان اظهار نظر کلی نمود. پارامترهای ذیل بصورت موفقیت آمیزی در آزمایشگاههای مختلف آزمایش شده و در این تجزیه‌ها مورد استفاده قرار گرفته است.

۱-۱۰ تجزیه کروماتوگرافی برای شناسایی کمی و کیفی: کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا

(HPLC)

محلول شستشوی^۱ : متانول

محلول شستشوی ۲ : ۰/۵۷۵ گرم آمونیوم دی هیدروژن فسفات به اضافه ۰/۷ گرم سدیم هیدروژن فسفات

در ۱۰۰۰ میلی لیتر آب در pH = ۶ / ۹

فاز ساکن : LiChrospher 60 RP- select B (5 μ m) 250 * 4.6mm

دمای ستون : ۴۰ درجه سلسیوس

سرعت جریان : ۰/۸ تا ۱ میلی لیتر بر دقیقه

شیب جریان (شویش گرادیانی) : با ۱۵٪ از محلول شستشوی ۱ شروع کنید و با افزایش خطی در مدت

۴۵ دقیقه تا ۸۰ درصد از محلول شستشوی ۱ برسید.

حجم تزریق : ۱۰ میکرولیتر

1- CAS = Chemical Abstract Services
1- Eluent

شناسایی : آشکارساز آرایه دیودی (DAD) در ۲۴۰، ۲۸۰ و ۳۰۵ نانومتر

۲-۱۰ تجزیه به روش کروماتوگرافی برای شناسایی کیفی

۱-۲-۱۰ کروماتوگرافی گازی لوله موئین (GC)

ستون کاپیلاری (موئین) : با قطبیت متوسط بطور مثال SE 54 یا DB5 بطول ۵۰ متر با قطر

داخلی ۰/۳۲ میلی متر، ضخامت فاز ساکن ۰/۵ میکرومتر

سیستم تزریق : اسپیلت / اسپیلت لس

دمای محفظه تزریق : ۲۵۰ درجه سلسیوس

برنامه دمایی : به مدت ۲ دقیقه در دمای ۷۰ درجه سلسیوس و افزایش دما تا ۲۸۰ درجه سلسیوس با شیب

۱۰ درجه سلسیوس بر دقیقه و به مدت ۵ دقیقه در دمای ۲۸۰ درجه سلسیوس

آشکارساز : MSD ، با محدوده جرمی ۴۵ تا ۳۰۰ واحد جرم اتمی (amu)

گاز حامل : هلیوم با خلوص ۹۹/۹۹۹ درصد

تزریق : یک میکرو لیتر، ۲ دقیقه اسپیلت لس

۲-۲-۱۰ کاپیلاری الکتروفورز با کارآیی بالا (HPCE)

۲۵۰ میکرو لیتر از محلول نمونه با ۵۰ میکرو لیتر اسید کلریدریک^۱ (با غلظت ۰/۰۱ مول بر لیتر) مخلوط

شده و از میان یک فیلتر غشایی (۰/۲ میکرو متر) عبور داده می شود. این محلول بوسیله کاپیلاری زون

الکتروفورز^۲ آنالیز می شود.

کاپیلاری ۱ : ۵۶ سانتیمتر، بدون پوشش، قطر داخلی ۵۰ میکرو متر با مسیر نور پهن شده^۳.

کاپیلاری ۲ : ۵۶ سانتیمتر، پوشش داده شده با پلی وینیل الکل (PVA) ، قطر داخلی ۵۰ میکرو متر با

مسیر نور پهن شده

محلول بافر : محلول بافر فسفات (با غلظت ۵۰ میلی مول بر لیتر) و با $\text{pH} = 2 / 5$

دمای ستون : ۲۵ درجه سلسیوس

ولتاژ : ۳۰ کیلو ولت

1- HCl

2- Capillary Zone electrophoresis

3- Extended Light Path

زمان تزریق : ۴ ثانیه

زمان جریان^۱ یا شویش : ۵ ثانیه

آشکارساز : آشکارساز آرایه دیودی (DAD) در ۲۱۴، ۲۴۰، ۲۵۰ و ۳۰۵ نانومتر

۱۰-۲-۳ کروماتوگرافی لایه نازک (TLC)

۱-۳-۲-۱۰ صفحات^۲ HPTLC : سلیکاژل با شناساگر فلورسانس^۳ F254 به ابعاد ۱۰*۲۰ سانتیمتر

حجم بکار رفته: ۵ میکرو لیتر بصورت خط با یک اپلیکاتور خودکار

فاز متحرک : کلروفرم : اسید استیک با نسبت حجمی ۹۰:۱۰

۲-۳-۲-۱۰ صفحات (TLC) سیلیکاژل ۶۰ با ابعاد ۱۰*۲۰ سانتیمتر، محفظه اشباع

حجم بکار رفته : ۱۰ میکرو لیتر بصورت نقطه با یک اپلیکاتور خودکار

فاز متحرک ۱ : اتیل استات: اسید استیک با نسبت حجمی ۶۰:۳۰:۱۰

فاز متحرک ۲ : کلروفرم : متانول با نسبت حجمی ۹۵:۵

واکنشگر ۱ : ۰/۱ درصد NaNO_2 در KOH (با غلظت ۱ مول بر لیتر)

واکنشگر ۲ : ۰/۲ درصد α -Naphthol در KOH (با غلظت ۱ مول بر لیتر)

۱۱ محاسبات و بیان نتایج

غلظت هر آمین براساس مساحت پیک مربوط به آن محاسبه می‌گردد. محتوای آمین بصورت نسبت جرم

(W) برحسب میلی گرم ترکیب خاص بر کیلو گرم ماده رنگزا طبق معادله ذیل

محاسبه می‌گردد:

$$W = \frac{A_p \cdot B_k \cdot V}{A_k \cdot E}$$

A = مساحت پیک آمین برحسب واحدهای مساحت

1- Flushing

2- Plates

3- Fluorescence

$B =$ غلظت آمین در محلول کالیبراسیون S_0 برحسب میکروگرم بر میلی لیتر
 $V =$ حجم نمونه ساخته شده طبق بند ۶-۳ (حجم نمونه نهایی) برحسب میلی لیتر
 $E =$ جرم برحسب گرم (۲۰۰ mg)
 $W =$ نسبت جرم
اندیس p نشانگر نمونه و اندیس K نشانگر محلول کالیبراسیون (S_0) آمین است.

۱۲ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید دارای آگاهی های زیر باشد:

- | | |
|------|---|
| ۱-۱۲ | شماره استاندارد ملی ایران ۷۷۲۸ |
| ۲-۱۲ | مقدار آمین، نتیجه برحسب میلی گرم آمین در کیلوگرم ماده رنگزا |
| ۳-۱۲ | ذکر هرگونه انحراف از روش آزمون |
| ۴-۱۲ | تاریخ انجام آزمون |
| ۵-۱۲ | دستگاه تجزیه مورد استفاده |

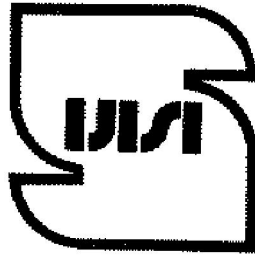


ISLAMIC REPUBLIC OF IRAN

Institute of Standards and Industrial Research of Iran

ISIRI NUMBER

7728



**Textiles – Detection of certain AZO colorants in dyestuffs – Test
method**

1st. Revision