

ประกาศกระทรวงอุตสาหกรรม

ฉบับที่ ๔๔๙๒ (พ.ศ. ๒๕๕๕)

ออกตามความในพระราชบัญญัติมาตราฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม

พ.ศ. ๒๕๑๑

เรื่อง ยกเลิกและกำหนดมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม

สีย้อมสังเคราะห์ : สีรีเออกทีฟ

โดยที่เป็นการสมควรปรับปรุงมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม สีย้อมสังเคราะห์ : สีรีเออกทีฟ มาตรฐานเลขที่ มอก. 740 - 2551

อาศัยอำนาจตามความในมาตรา ๑๕ แห่งพระราชบัญญัติมาตราฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม พ.ศ. ๒๕๑๑ รัฐมนตรีว่าการกระทรวงอุตสาหกรรมออกประกาศยกเลิกประกาศกระทรวงอุตสาหกรรม ฉบับที่ ๓๖๓๑ (พ.ศ. ๒๕๔๙) ออกตามความในพระราชบัญญัติมาตราฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม พ.ศ. ๒๕๑๑ เรื่อง กำหนดมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม สีย้อมสังเคราะห์ : สีรีเออกทีฟ ลงวันที่ ๑๗ ธันวาคม พ.ศ. ๒๕๔๙ ซึ่งแก้ไขเพิ่มเติมโดยประกาศกระทรวงอุตสาหกรรม ฉบับที่ ๓๘๗๗ (พ.ศ. ๒๕๕๐) เรื่อง แก้ไขมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม สีย้อมสังเคราะห์ : สีรีเออกทีฟ (แก้ไขครั้งที่ ๑) ลงวันที่ ๑๙ พฤษภาคม พ.ศ. ๒๕๕๐ และออกประกาศกำหนดมาตรฐานภัณฑ์อุตสาหกรรม สีย้อมสังเคราะห์ : สีรีเออกทีฟ มาตรฐานเลขที่ มอก. 740 - 2555 ขึ้นใหม่ ดังมีรายการละเอียดต่อท้ายประกาศนี้

ทั้งนี้ ให้มีผลตั้งแต่พระราชบัญญัติฯ ว่าด้วยการกำหนดมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม สีย้อมสังเคราะห์ : สีรีเออกทีฟ ต้องเป็นไปตาม มาตรฐานเลขที่ มอก. 740 - 2555 ใช้บังคับเป็นต้นไป

ประกาศ ณ วันที่ ๒๒ พฤษภาคม พ.ศ. ๒๕๕๕

ประเสริฐ บุญชัยสุข

รัฐมนตรีว่าการกระทรวงอุตสาหกรรม

มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม

สีข้อมสังเคราะห์ : สีรีแอกทีฟ

1. ขอบข่าย

- 1.1 มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมนี้ครอบคลุมเฉพาะสีข้อมสังเคราะห์ : สีรีแอกทีฟ สำหรับผลิตภัณฑ์สิ่งทอ ซึ่งต่อไปในมาตรฐานนี้จะเรียกว่า “สีรีแอกทีฟ”

2. บทนิยาม

ความหมายของคำที่ใช้ในมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมนี้ มีดังต่อไปนี้

- 2.1 สีข้อมสังเคราะห์ (synthetic dyestuff) หมายถึง สารให้สีที่สังเคราะห์ขึ้น ละลายน้ำได้หรือกระจายตัวในน้ำ และจับติดวัสดุได้โดยตรงหรือด้วยการชักนำโดยปฏิกิริยาในกระบวนการย้อมหรือกระบวนการพิมพ์
- 2.2 สีรีแอกทีฟ (reactive dye) หมายถึง สีข้อมสังเคราะห์ที่ทำปฏิกิริยาเคมีกับเส้นใยเกิดพันธะโคเวเลนซ์ (covalent bond) สีชนิดนี้ใช้ย้อมได้ทั้งเส้นใยเซลลูโลส เช่น ฝ้าย และเส้นใยโปรตีน เช่น ไนน์ นันที่ผู้ทำกำหนด
- 2.3 ค่าความแตกต่างของสี (colour difference, ΔE) หมายถึง ความแตกต่างของสีสีหนึ่งกับสีมาตรฐานของสีนั้นที่ผู้ทำกำหนด

3. คุณลักษณะที่ต้องการ

3.1 คุณลักษณะด้านความปลอดภัย

3.1.1 แօโรแมติกแэмินที่เป็นอันตราย

สีรีแอกทีฟต้องไม่แตกตัวให้แօโรแมติกแэмินที่เป็นอันตรายตามตารางที่ 1 หรือถ้ามีการแตกตัวให้แօโรแมติกแэмินที่เป็นอันตราย (แօโรแมติกอิสระ) แต่ละตัวต้องไม่เกิน 150 มิลลิกรัมต่อกรัม การทดสอบให้ปฏิบัติตามข้อ 7.3

ตารางที่ 1 รายชื่อเօร์ແມຕິກແອມືນທີ່ເປັນອັນດຽຍ
(ข้อ 3.1.1)

ลำดับ ที่	หมายเลข CAS (CAS number)	ชื่อสาร (substance)
1	92-67-1	biphenyl-4-ylamine 4-aminobiphenyl Xenylamine ไบฟິນິລ-4-ອິລາມືນ 4-ແອມືໂນ ໄບິຟິນິລ ຊື້ນິຄາມືນ
2	92-87-5	benzidine
3	95-69-2	4-chloro-o-toluidine
4	91-59-8	2-naphthylamine
5	97-56-3	o-aminoazotoluene 4-amino-2',3-dimethylazobenzene 4-o-tolylazo-o-toluidine ອອຣ໌ໄທ-ແອມືໂນໂລໂຫຼວອິນ 4-ແອມືໂນ-2',3-ໄດ້ເມທິລເອໂຫະບັນຈືນ 4-ອອຣ໌ໄທ-ໂຖລິຄເອໂຫະ-ອອຣ໌ໄທ-ໂຖລູອິດິນ
6	99-55-8	5-nitro-o-toluidine
7	106-47-8	4-chloroaniline
8	615-05-4	4-methoxy-m-phenylenediamine
9	101-77-9	4,4'-methylenedianiline 4,4'-diaminodiphenylmethane 4,4'-ເມທິລືນ-ໄດ້ແອນລືນ 4,4'-ໄດ້ແອມືໂນໄຄຝິນິລົມີເກນ
10	91-94-1	3,3'-dichlorobenzidine 3,3'-dichlorobiphenyl-4,4'-ylenediamine 3,3'-ໄດ້ຄລອໂໄຮບັນຈືດິນ 3,3'-ໄດ້ຄລອໂໄຮ ໄບິຟິນິລ-4,4-ອິລືນ ໄດແອມືນ
11	119-90-4	3,3'-dimethoxybenzidine o-dianisidine 3,3'-ໄດ້ມທອກຈີ-ບັນຈືດິນ ອອຣ໌ໄທ-ໄດ້ແອນຈືດິນ
12	119-93-7	3,3'-dimethylbenzidine 4,4'-bi-o-toluidine 3,3'-ໄດ້ມທິລບັນຈືດິນ 4,4'-ໄບ-ອອຣ໌ໄທ-ໂຖລູອິດິນ
13	838-88-0	4,4'-methylenedi-o-toluidine 4,4'-ເມທິລືນ ໄຄ-ອອຣ໌ໄທ-ໂຖລູອິດິນ
14	120-71-8	6-methoxy-m-toluidine p-cresidine 6-ມທອກຈີ-ມຄະ-ໂຖລູອິດິນ ພາຣາ-ຄຣີຈືດິນ
15	101-14-4	4,4'-methylene-bis-(2-chloro-aniline) 2,2'-dichloro-4,4'-methylene-dianiline 4,4'-ເມທິລືນ-ບິສ-(2-ຄລອໂໄ-ແອນລືນ) 2,2'-ໄດ້ຄລອໂໄຮ-4,4-ເມທິລືນ-ໄດ້ແອນລືນ
16	101-80-4	4,4'-oxydianiline
17	139-65-1	4,4'-thiodianiline
18	95-53-4	o-toluidine 2-aminotoluene ອອຣ໌ໄທ-ໂຖລູອິດິນ 2-ແອມືໂນໂຖລູອິນ
19	95-80-7	4-methyl-m-phenylenediamine 4-ເມທິລ-ມຄະ-ຝິນິລືນ ໄດແອມືນ

ตารางที่ 1 รายชื่อเօโรเมติกแอนีนที่เป็นอันตราย (ต่อ)

ลำดับ ที่	หมายเลข CAS (CAS number)	ชื่อสาร (substance)	
20	137-17-7	2,4,5-trimethylaniline	2,4,5-ไทรเมทิลอะโนนิลีน
21	90-04-0	o-anisidine 2-methoxyaniline	ออร์โท-แอนิซิดิน 2-เมทธอคซีอะโนนิลีน
22	60-09-3	4-aminoazobenzene p-aminoazobenzene	4-อะมิโนอะโซบีนซิน พารา-อะมิโนอะโซบีนซิน
23	95-68-1	2,4-xylidine	2,4-ไซคลิดีน
24	87-62-7	2,6-xylidine	2,6-ไซคลิดีน

3.1.2 โลหะหนักที่ปนเปื้อน

ต้องไม่เกินเกณฑ์ที่กำหนดในตารางที่ 2

การทดสอบให้ปฎิบัติตามข้อ 7.4

ตารางที่ 2 โลหะหนักที่ปนเปื้อน

(ข้อ 3.1.2)

โลหะหนัก	เกณฑ์ที่กำหนด mg/kg
ตะกั่ว	100
ปรอท	4
แคลเมียม	20
โครเมียมทั้งหมด	100
โครเมียม (VI)	25
ทองแดง	250
nickel	200
โคบล็อต	500

หมายเหตุ กรณีที่สีรีแยกกีฟเมืองโลหะหนักเป็นองค์ประกอบเชิงชั้นอนอยู่ในโครงสร้าง

ผู้ทำต้องแจ้งสำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม และให้ยกเว้น

ไม่ต้องทดสอบโลหะหนักนั้น

3.2 การละลายน้ำ (ยกเว้นลีที่เป็นของเหลว)

ต้องไม่น้อยกว่าร้อยละ 95 ของค่าที่ระบุไว้ในคู่มือแนะนำของผู้ทำ

การทดสอบให้ปฎิบัติตามข้อ 7.5

3.3 ค่าความแตกต่างของสี

ค่าความแตกต่างของสีต้องไม่เกิน 0.5 หน่วยซีอีเม็ชี (Colour Measurement Committee, CMC unit)

การทดสอบให้ปฏิบัติตามข้อ 7.6

3.4 ความคงทนของสีต่อแสง (แสงซีนตอนาร์ก)

ต้องมีระดับความคงทนของสีต่อแสงเป็นไปตามที่ผู้ทำระบุไว้ในคู่มือแนะนำของผู้ทำ โดยจะคาดคะเนว่าจากค่าที่ระบุได้ไม่เกินครึ่งระดับ*

การทดสอบให้ปฏิบัติตามข้อ 7.7

หมายเหตุ * ถ้าค่าที่ระบุเป็นระดับ 3 ระดับที่ตรวจสอบได้ต้องไม่น้อยกว่าระดับ 2-3 หรือถ้าค่าที่ระบุเป็น 3-4 ระดับที่ตรวจสอบได้ต้องไม่น้อยกว่าระดับ 3

3.5 ความคงทนของสีต่อการซัก

ต้องมีระดับความคงทนของสีต่อการซักเป็นไปตามที่ผู้ทำระบุไว้ในคู่มือแนะนำของผู้ทำ โดยจะคาดคะเนว่าจากค่าที่ระบุได้ไม่เกินครึ่งระดับ*

การทดสอบให้ปฏิบัติตามข้อ 7.8

หมายเหตุ * ถ้าค่าที่ระบุเป็นระดับ 3 ระดับที่ตรวจสอบได้ต้องไม่น้อยกว่าระดับ 2-3 หรือถ้าค่าที่ระบุเป็น 3-4 ระดับที่ตรวจสอบได้ต้องไม่น้อยกว่าระดับ 3

4. การบรรจุ

4.1 ให้บรรจุสีรีเออกทีฟในภาชนะบรรจุที่สะอาด แห้ง ปิดได้สนิท และไม่ทำปฏิกิริยากับสีรีเออกทีฟ

4.2 หากวิ่งได้ตกลงกันเป็นอย่างอื่น ให้น้ำหนักสุทธิของสีรีเออกทีฟในแต่ละภาชนะบรรจุเป็น 15 กิโลกรัม 20 กิโลกรัม 25 กิโลกรัม 30 กิโลกรัม และ 60 กิโลกรัม และต้องไม่น้อยกว่าที่ระบุไว้ที่ฉลาก

5. เครื่องหมายและฉลาก

5.1 ที่ภาชนะบรรจุสีรีเออกทีฟทุกหน่วย อย่างน้อยต้องมีเลข อักษร หรือเครื่องหมายแจ้งรายละเอียดต่อไปนี้ให้เห็นได้ชัดเจน

- (1) ชื่อผลิตภัณฑ์ตามมาตรฐานนี้หรือชื่ออื่นที่สื่อความหมายว่าเป็นผลิตภัณฑ์ตามมาตรฐานนี้
- (2) ชื่อเฉพาะของสี ประกอบด้วยชื่อทางการค้าและเลขสี เช่น Augus Yellow 3R
- (3) ความเข้มของสี เป็นร้อยละ (ถ้ามี)
- (4) น้ำหนักสุทธิ เป็น กรัมหรือกิโลกรัม
- (5) รหัสรุ่นที่ทำและปีที่ทำ
- (6) ชื่อผู้ทำหรือโรงงานที่ทำ หรือเครื่องหมายการค้าที่จดทะเบียน
- (7) คำเตือนเกี่ยวกับอันตรายที่อาจเกิดขึ้น เช่น มีสารพิษ ห้ามรับประทาน

- 5.2 ในคุณลักษณะนำของผู้ทำ อ่างน้ำอยู่ต้องระบุเกี่ยวกับสมบัติของสี ดังนี้
- (1) ลักษณะของสีว่าเป็นผง หรือของแข็ง หรือของเหลว หรืออื่น ๆ
 - (2) ตัวอย่างที่แสดงปริมาณการติดสีที่ความเข้มต่าง ๆ
 - (3) การละลายน้ำที่อุณหภูมิที่กำหนด เป็นกรัมต่อลิตร
 - (4) ความคงทนของสีต่อแสง
 - (5) ความคงทนของสีต่อการซัก
 - (6) คำแนะนำในการใช้ อ่างน้ำอยู่ต้องประกอบด้วยกรรมวิธีการซ้อมหรือพิมพ์
- 5.3 ในกรณีที่ใช้ภาษาต่างประเทศด้วย ต้องมีความหมายตรงกับภาษาไทยที่กำหนดไว้ข้างต้น

6. การซักตัวอย่างและเกณฑ์ตัดสิน

- 6.1 การซักตัวอย่างและเกณฑ์ตัดสิน ให้เป็นไปตามภาคผนวก ก.

7. การทดสอบ

- 6.1 ให้ใช้วิธีเคราะห์ที่กำหนดในมาตรฐานนี้หรือวิธีอื่นใดที่ให้ผลเทียบเท่า ในกรณีที่มีข้อโต้แย้งให้ใช้วิธีที่กำหนด ในมาตรฐานนี้เป็นวิธีตัดสิน
- 6.2 หากมิได้กำหนดไว้เป็นอย่างอื่น นำกลั่นและสารเคมีที่ใช้ต้องมีความบริสุทธิ์เหมาะสมสำหรับใช้ในห้องปฏิบัติการ
- 6.3 การทดสอบแอโรแมติกแอมีนที่เป็นอันตราย

7.3.1 หลักการ

สีรีแยกที่ฟตัวอย่างทำปฏิกิริยากับโซเดียมไดไทโอนิต (sodium dithionite) ในสารละลายซิเทรตบัฟเฟอร์ ความเป็นกรด-ด่าง (pH) 6 ที่อุณหภูมิ (70 ± 2) องศาเซลเซียส จะเกิดการแตกตัวให้แอโรแมติกแอมีนอิสระ ทำให้บริสุทธิ์ขึ้น โดยใช้การสกัดด้วยของเหลว (liquid-liquid extraction) ในไถอะทอมเชียลเอิร์ಥคอลัมน์ (diatomaceous earth column) ทำให้เข้มข้นขึ้นด้วยเครื่องระเหยระบบสูญญากาศแบบหมุน (rotary vacuum evaporator) และตรวจวัดแอโรแมติกแอมีนอิสระด้วยวิธีก๊าซโกรามาโทกราฟ/แมสสเปกโกรัมเมตري (gas chromatography / mass spectrometry, GC/MS)

7.3.2 เครื่องมือ

- 7.3.2.1 เครื่องชั่ง ละเอียดถึง 0.000 1 กรัม
- 7.3.2.2 อ่างน้ำที่ควบคุมอุณหภูมิได้ พร้อมเครื่องเบี่ยง
- 7.3.2.3 ก๊าซโกรามาโทกราฟ / แมสสเปกโกรัมมิเตอร์
- 7.3.2.4 เครื่องระเหยระบบสูญญากาศแบบหมุน
- 7.3.2.5 หลอดทดลองแบบมีฝาปิด ขนาด 30 มิลลิลิตร

7.3.2.6 ไมโครปีเพ็ตต์ (micro pipette) ขนาด (100 ถึง 1 000) ไมโครลิตร และ (20 ถึง 200) ไมโครลิตร

7.3.2.7 ปีเพ็ตต์ ขนาด 1 มิลลิลิตร และ 3 มิลลิลิตร

7.3.3 สารเคมี สารละลาย และวิธีเตรียม

7.3.3.1 สารละลายชิเทรต/โซเดียมไ媳ดรอกไซด์บัฟเฟอร์ ความเป็นกรด-ค่าง 6 ความเข้มข้น 0.06 ไมลต่อ ลิตร

7.3.3.2 สารละลายโซเดียมไดไฮโดรไนต์ ความเข้มข้น 200 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร โดยใช้น้ำกลั่นเป็นตัวทำ ละลาย ต้องเตรียมและใช้งานทันที

7.3.3.3 เทอเซอร์-บิวทิลเมทิลออกไซเทอร์

7.3.3.4 เมทานอล ชั้นคุณภาพ GC/HPLC

7.3.3.5 ไดอะทومเมเซียสเอิร์ทคลอลัมน์

ใช้ไดอะทومเมเซียสเอิร์ทคลอลัมน์สำเร็จรูป ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 25 มิลลิเมตร ถึง 30 มิลลิเมตร ยาว 140 มิลลิเมตร 150 มิลลิเมตร หรือเตรียมโดยใช้ไดอะทومเมเซียสเอิร์ท 20 กรัม บรรจุในคลอลัมน์ เก้าหรือพอลิไพรพลีนขนาดเดียวกัน

7.3.3.6 สารละลายมาตรฐาน จำนวน 24 รายการ ตามตารางที่ 1

เตรียมสารละลายมาตรฐานความเข้มข้นที่เหมาะสม โดยใช้เมทานอลเป็นตัวทำละลาย

7.3.3.7 สารละลายมาตรฐานภายใน (internal standard solution)

ให้เลือกใช้สารใดสารหนึ่งดังต่อไปนี้เป็นสารละลายมาตรฐานภายใน

(1) แนฟทาลีน-ดี 8 (naphthalene-d 8) หมายเลข CAS 1146-65-2

(2) 2, 4, 5-ไทรคลอโรแอนิลีน (2, 4, 5-trichloroaniline) หมายเลข CAS 636-30-6

(3) 4-อะมิโนควิแนลดีน (4 aminoquinaldine) หมายเลข CAS 6628-04-2

(4) แอนතracีne-ดี 10 (anthracene-d-10) หมายเลข CAS 1719-06-8

เตรียมสารละลายมาตรฐานสอบเทียบภายในให้มีความเข้มข้นที่เหมาะสม โดยใช้เมทานอลเป็นตัว ทำละลาย

7.3.4 วิธีทดสอบ

7.3.4.1 ชั่งสีรีแออกทีฟตัวอย่างประมาณ 0.1 กรัม ให้ได้ค่าละอิยดถึง 0.000 1 กรัม (m_0) ใส่ลงในหลอดทดลอง ขนาด 30 มิลลิลิตร เติมสารละลายชิเทรตบัฟเฟอร์ 17 มิลลิลิตร ที่อุ่นที่อุณหภูมิ (70 ± 2) องศา เชลเซียส เป็นเวลา 30 นาที แล้วปิดฝา เขย่าให้เข้ากัน นำไปอุ่นในอ่างน้ำที่อุณหภูมิ (70 ± 2) องศา เชลเซียส พร้อมเขย่าเป็นเวลา 30 นาที

7.3.4.2 เติมสารละลายโซเดียมไดไฮโดรไนต์ 3 มิลลิลิตร ลงในหลอดทดลอง ปิดฝาให้แน่น เขย่าต่อที่ อุณหภูมิ (70 ± 2) องศาเชลเซียส เป็นเวลา 30 นาที

- 7.3.4.3 นำอุกมาทำให้เย็นถึงอุณหภูมิห้องภายใน 2 นาที เช่น แช่ในอ่างน้ำแข็ง แล้วทำการละลายตัวอย่างลงในไดอะทومเซียสอิร์ทคลอลัมน์ ปล่อยไว้เป็นเวลา 15 นาที
- 7.3.4.4 เติมเทอเชอร์-บิวทิลเมทิลออกไซเดท์ 10 มิลลิลิตร ลงในหลอดทดลองที่มีตัวอย่าง ปิดฝาเขย่าแรง ๆ เทสาระละลายตัวอย่างลงในไดอะทومเซียสอิร์ทคลอลัมน์ ทำซ้ำโดยใช้เทอเชอร์-บิวทิลเมทิลออกไซเดท์ 10 มิลลิลิตร และ 20 มิลลิลิตร และครั้งสุดท้ายเติมเทอเชอร์-บิวทิลเมทิลออกไซเดท์ 40 มิลลิลิตร ลงในคลอลัมน์โดยตรง เก็บสารละลายที่ผ่านคลอลัมน์ในขวดแก้วก้นกลม
- 7.3.4.5 นำสารละลายที่ได้ไปทำให้เข้มข้นโดยระเหยด้วยเครื่องระเหยแบบหมุนระบบสูญญากาศ อุณหภูมิของอ่างน้ำร้อนไม่เกิน 40 องศาเซลเซียส จนสารละลายตัวอย่างเกือบแห้ง (เหลือสารละลายประมาณ 1 มิลลิลิตร)
- 7.3.4.6 เติมเมทานอลปรับปริมาตรที่เหมาะสม บันทึกปริมาตร (V)
- 7.3.4.7 นำสารละลายที่ได้ไปตรวจด้วยก้าช โกรมาโทรกราฟ/แมสสเปกโทรมิเตอร์ โดยใช้สารละลายมาตรฐานตามข้อ 7.3.3.6 และสารละลายน้ำมาตรฐานภายในตามข้อ 7.3.3.7

7.3.5 วิธีคำนวณ

คำนวณหาปริมาณแօโรแมติกแօมีนอิสระ จากสูตร

$$\text{ปริมาณแօโรแมติกแօมีนอิสระ} \text{ มิลลิกรัมต่อ กิโลกรัม} = \frac{c_s \times V}{m_0}$$

เมื่อ c_s คือ ความเข้มข้นที่วัดได้ เป็นมิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร

V คือ ปริมาตรสุดท้ายของสารละลายตัวอย่าง (ตามข้อ 7.3.4.6) เป็นมิลลิลิตร

m_0 คือ มวลของสีรีแอกทีฟตัวอย่าง เป็นกรัม

7.4 การวิเคราะห์โลหะหนักที่ปนเปื้อน

7.4.1 การวิเคราะห์โลหะหนักยกเว้นโกรเมียมເອກະລາດ

7.4.1.1 หลักการ

ขอยสีรีแอกทีฟตัวอย่างด้วยกรด ใบทริกเข้มข้นในเครื่องขอยระบบไมโครเวฟ (microwave digestion)

วิเคราะห์หาโลหะหนักด้วยวิธีอะทอมิคแอบซอร์ปชันสเปกโทรเมตري (atomic absorption

spectrometry, AAS) หรือด้วยวิธีอินดักทีฟลีคัปเพลพลาasmaสเปกโทรเมตري (inductively coupled plasma spectrometry, ICP)

7.4.1.2 เครื่องมือ

(1) เครื่องชั่ง ละเอียดถึง 0.000 1 กรัม

(2) เครื่องขอยระบบไมโครเวฟ ที่มีระบบควบคุมและตรวจวัดอุณหภูมิและความดัน มีระบบป้องกันอันตรายที่เกิดจากการใช้งาน สามารถปล่อยความดันออกเมื่อมีความดันเกินความดันที่ตั้งไว้ พร้อมหลอดสำหรับย่อย (digestion vessel) ขนาด 120 มิลลิลิตร

(3) อะทอมิคแอบซอร์ปชันสเปกโทรมิเตอร์หรืออินดักทีฟลีคัปเพลพลาasmaสเปกโทรมิเตอร์

7.4.1.3 สารเคมี สารละลายน้ำและวิธีเตรียม

- (1) กรณ์ในทริกเข้มข้น ความหนาแน่น 1.49 กรัมต่อมิลลิลิตร
- (2) สารละลายน้ำในทริก ร้อยละ 0.2 โดยปริมาตร สารละลายน้ำใช้สำหรับเตรียมสารละลายน้ำตรฐานโลหะหนักเพื่อตรวจวัดด้วยอะทอมิคแอบซอร์ปชันสเปกโตรมิเตอร์ ใช้ปีเพตต์คุณครดในทริกเข้มข้น 2 มิลลิลิตร ใส่ในขวดแก้วปริมาตรขนาด 1 000 มิลลิลิตร ที่มีน้ำกลั่นอยู่ประมาณ 500 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนถึงปีดปริมาตร
- (3) สารละลายน้ำในทริก ร้อยละ 1.0 โดยปริมาตร สารละลายน้ำใช้สำหรับเตรียมสารละลายน้ำตรฐานโลหะหนักเพื่อตรวจวัดด้วยอินดักท์ฟลีคัปปีเพลพลาสmaสเปกโตรมิเตอร์ ใช้ปีเพตต์คุณครดในทริกเข้มข้น 10 มิลลิลิตร ใส่ในขวดแก้วปริมาตรขนาด 1 000 มิลลิลิตร ที่มีน้ำกลั่นอยู่ประมาณ 500 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนถึงปีดปริมาตร
- (4) สารละลายน้ำตรฐานโลหะหนัก เตรียมสารละลายน้ำตรฐานโลหะหนักความเข้มข้นที่เหมาะสมในช่วงที่ต้องการวัด อย่างน้อย 3 ความเข้มข้น กรณีที่ตรวจวัดด้วยอะทอมิคแอบซอร์ปชันสเปกโตรมิเตอร์ ใช้สารละลายน้ำในทริก ร้อยละ 0.2 โดยปริมาตร เป็นตัวทำละลาย กรณีที่ตรวจวัดด้วยอินดักท์ฟลีคัปปีเพลพลาสmaสเปกโตรมิเตอร์ ใช้สารละลายน้ำในทริก ร้อยละ 1.0 โดยปริมาตร เป็นตัวทำละลาย

7.4.1.4 วิธีทดสอบ

- (1) ชั้งสีรีแออกที่ฟืดว้อย่างในช่วง 0.25 กรัม ถึง 0.5 กรัม ให้ได้ค่าละเอียดถึง 0.000 1 กรัม (m) ลงในหลอดสำหรับย้อม
- (2) เติมกรดในทริกเข้มข้น 5 มิลลิลิตร ถึง 10 มิลลิลิตร หรือตามที่ระบุในคู่มือการใช้งานของเครื่องย้อมระบบไมโครเวฟ
- (3) ปรับอุณหภูมิและความดันของเครื่องย้อมระบบไมโครเวฟ ตามภาวะที่กำหนดในคู่มือการใช้งาน ย้อมตัวอย่าง
- (4) หลังการย้อม ปล่อยไว้จนอุณหภูมิของสารละลายน้ำอย่างลดลงเท่าอุณหภูมิห้อง เทไส่ชุดแก้วปั๊บขนาด 25 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนถึงปีดปริมาตร (V)
- (5) นำสารละลายน้ำอย่างไปตรวจวัดด้วยอะทอมิคแอบซอร์ปชันสเปกโตรมิเตอร์ หรืออินดักท์ฟลีคัปปีเพลพลาสmaสเปกโตรมิเตอร์ เทียบกับกราฟมาตรฐานสอนเทียบที่ได้จากการวัดสารละลายน้ำตรฐานโลหะหนักแต่ละตัว หากความเข้มข้นของสารละลายน้ำอย่างเกินกว่าช่วงความเข้มข้นของสารละลายน้ำตรฐานโลหะหนักในกราฟสอนเทียบ ให้เรื่องงานสารละลายน้ำอย่างด้วยน้ำกลั่น แล้ววัดใหม่

7.4.1.5 วิธีคำนวณ

คำนวณหาปริมาณ โลหะหนักแต่ละตัว จากสูตร

$$\text{ปริมาณ โลหะหนัก มิลลิกรัมต่อ กิโลกรัม} = \frac{c \times V \times F}{m}$$

- เมื่อ c คือ ความเข้มข้นที่วัดได้จากการสอบเทียบ เป็นมิลลิกรัมต่อลิตร
- V คือ ปริมาตรของสารละลายที่เตรียมได้ เป็นมิลลิลิตร
- F คือ จำนวนเท่าที่เจือจางด้วยน้ำก泠น์เทียบกับปริมาตรเดิม เป็นเท่า
- m คือ มวลของตัวอย่าง เป็นกรัม

7.4.2 การวิเคราะห์โครเมียมเอกซ์วาเลนต์

7.4.2.1 หลักการ

สักด็โครเมียมเอกซ์วาเลนต์ในสีรีแอกทีฟตัวอย่างด้วยสารละลายสำหรับสักด็ (digestion solution) ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส ถึง 95 องศาเซลเซียส กรอง ปรับความเป็นกรด-ด่างเป็น (9.0 ± 0.5) และนำสารละลายที่ได้ไปตรวจด้วยวิธีไอออนโกรามาโทกราฟี (ion chromatography) เทียบกับสารละลายมาตรฐาน โครเมียมเอกซ์วาเลนต์

7.4.2.2 เครื่องมือ

- (1) เครื่องชั่ง ละเอียดถึง 0.000 1 กรัม
- (2) เครื่องให้ความร้อนพร้อมเครื่องคนแม่เหล็กไฟฟ้า ที่ควบคุมอุณหภูมิได้ที่ (90 ± 5) องศาเซลเซียส
- (3) เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง ความละเอียดไม่น้อยกว่า 0.01
- (4) ไอออนโกรามาโทกราฟ

7.4.2.3 สารเคมี สารละลายและวิธีเตรียม

- (1) สารละลายกรดไนทริก 5 โมลต่อลิตร
- (2) แมกนีเซียมคลอไรด์
- (3) สารละลายสำหรับสักด็

ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (20 ± 0.5) กรัม และโซเดียมคาร์บอนเนต (30.0 ± 0.05) กรัม ในน้ำก泠น์ และเติมน้ำก泠น์จนปริมาตรเป็น 1 000 มิลลิลิตร เก็บสารละลายนี้ไว้ในขวดพลาสติกพอลิอีทิลีน สารละลายนี้มีอายุการใช้งาน 1 เดือน

- (4) สารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์

ละลายไฮโดรเจนฟอสฟอต (K_2HPO_4) 87.09 กรัม และไฮโดรเจนฟอสฟे�ต (KH_2PO_4) 68.04 กรัม ในน้ำก泠น์ 700 มิลลิลิตร และเติมน้ำก泠น์จนปริมาตรเป็น 1 000 มิลลิลิตร

- (5) สารละลายน้ำฟเฟอร์
ละลายน้ำมอนเนียมชัลเฟต 33 กรัม ในน้ำกลั่น 75 มิลลิลิตร เติมสารละลายน้ำมอนเนียมชัลเฟต 30 โดymval 6.5 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรให้เป็น 100 มิลลิลิตร
- (6) สารละลามาตรฐาน โครเมียมເອກະວາເລນຕໍ
เตรียมสารละลามาตรฐาน โครเมียมເອກະວາເລນຕໍ ความเข้มข้นที่เหมาะสมในช่วงที่ต้องการวัดอย่างน้อย 3 ความเข้มข้น โดยเตรียมจากสารละลามาตรฐาน โครเมียมເອກະວາເລນຕໍ 1 000 มิลลิกรัมต่อลิตร และใช้น้ำกลั่นเป็นตัวทำละลาย
- (7) ตัวชະ (eluant)
ละลายน้ำมอนเนียมชัลเฟต 33 กรัม ตัวน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร เติมสารละลายน้ำมอนเนียมชัลเฟต 30 โดymval 6.5 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนปริมาตรเป็น 1 000 มิลลิลิตร แล้วໄລກ້າຈັດ ด້ວຍເຊີເລີມ 5 นาທີ ถึง 10 นาທີ ก່ອນໃຊ້ງານ
- (8) สารทำปฏิกิริยาหลังแยก (post-column reagent)
เตรียมสารละลาย 2 ขาว គື້
ก) ละลาย 1,5 -ໂດຟິນິດຄາຣນາໃຊ້ດ 0.5 กรัม ในແທານອດ 100 มิลลิลิตร
ຂ) เติมกรดຫຼັກຝົວຮົກ ຮ້ອຍລະ 98 ຈຳນວນ 28 มิลลิลิตร ລົງໃນน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร แล้วໄລກ້າຈັດ ด້ວຍເຊີເລີມ
นำสารละลາຍ ຂ) เติมໃນสารละลາຍ ก) ແລ້ວເຕີມນ้ำກຳລັ້ນຈົນປະມາຕົມເປັນ 1 000 มิลลิลิตร

7.4.2.4 วิธีทดสอบ

- (1) ชັ້ງສຶກແອກທີ່ຝັດຕ້ອງຢ່າງ (2.5 ± 0.1) กรัม ໃຫ້ໄດ້ຄ່າລະເອີຝຶດຄື່ງ 0.000 1 กรัม (m) ໄສ່ໃນຫລອດສໍາຫັນຢ່ອຍ (digestion vessel) เติมสารละลາຍສໍາຫັນສັກັດ 50 มิลลิลิตร ແມກນີ້ເຊີຍຄລອໄຣດໍ 400 ມິລິກຣັນ ສາຮລາຍຝອສັເພດບັຟຝົວຮົກ 0.5 ມິລິກຣັນ
- (2) ດັນສາຮລາຍໃນຂອ (1) ບັນເຄື່ອງຄົນແມ່ເຫັດິກໄຟຟ້າ (magnetic stirrer) ເປັນເວລາອ່າງນ້ອຍ 5 ນາທີ ໃຫ້ຄວາມຮ້ອນພຽມຄົນ ທີ່ອຸນຫຼວມ 90 ອົງຄາເໜລເຊີຍສ ຄື່ງ 95 ອົງຄາເໜລເຊີຍສ ເປັນເວລາອ່າງນ້ອຍ 60 ນາທີ
- (3) ປຸລ່ອຍໃຫ້ສາຮລາຍຕ້ວອ່າງເຢືນລົງຈົນຄື່ງອຸນຫຼວມທີ່ອຸນຫຼວມ ກຮອງ ດ້າງດ້າຍນ້ຳກຳລັ້ນ ເກີນນ້ຳທີ່ດ້າງຮ່ວມກັບສາຮລາຍທີ່ກຮອງໄດ້ ປັບປຸງຄວາມເປັນກຽດ-ດ່າງເປັນ (9.0 ± 0.5) ໂດຍໃຊ້ກຽດໃນທຽກເຂັ້ມຂົ້ນ ໄສ່ລົງໃນຂວດແກ້ວປະມາຕົມນາດ 100 ມິລິກຣັນ ເຕີມນ້ຳກຳລັ້ນຈົນຄື່ງປົດປະມາຕົມ
- (4) ເຕີມສາຮລາຍແບລງກໍເຊັ່ນເດີຍກັບເຕີມຕ້ວອ່າງທຸກປະກາດແຕ່ໄມ່ຕ້ອງໄສ່ຕ້ວອ່າງ
- (5) ນຳສາຮລາຍທີ່ໄດ້ນາປັບຄ່າຄວາມເປັນກຽດ-ດ່າງໃຫ້ໄດ້ 9 ຄື່ງ 9.5 ດ້ວຍສາຮລາຍບັຟຝົວຮົກ ແລ້ວໄປຕຽວຈັດດ້ວຍໂອອຸນໂຄຣມາໂທກຣາຟ ເຖິງກັບຄວາມເຂັ້ມຂົ້ນຂອງສາຮລາຍມາຕົມ ໂຄຣມີມເອກະວາເລນຕໍ ໂດຍມີສກາວະດັງນີ້

คอลัมน์:	การ์ดคอลัมน์ – ไดโอนेच ไอออนแพค เอ็นจีไอ (Dionex IonPac NGI)
	คอลัมน์แยก – ไดโอนेच ไอออนแพค เอโอส 7 (Dionex IonPac AS7)
	หรือคอลัมน์ชนิดอื่นที่เทียบเท่า
ตัวชະ:	สารละลายตัวชະข้อ 7.4.2.3 (7)
	อัตราการไหล 1.5 มิลลิลิตรต่อนาที
คอลัมน์:	สารทำปฏิกิริยาหลังแยก ข้อ 7.4.2.3 (8)
	อัตราการไหล 0.5 มิลลิลิตรต่อนาที
ตัวตรวจหา:	ยูวีที่ 530 นาโนเมตร

7.4.3 วิธีคำนวณ

คำนวณหาปริมาณ โครเมียมเชกชะวะเลนต์ จากสูตร

$$\text{ปริมาณ โครเมียมเชกชะวะเลนต์ มิลลิกรัมต่อ กิโลกรัม} = \frac{(c_s - c_d) \times V \times F}{m}$$

เมื่อ c_s คือ ความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างที่วัดได้ เมื่อเทียบกับกราฟมาตรฐาน เป็นใน โครกรัมต่อมิลลิลิตร

c_d คือ ความเข้มข้นของสารละลายแบบลงก์ที่วัดได้ เมื่อเทียบกับกราฟมาตรฐาน เป็นใน โครกรัมต่อมิลลิลิตร

V คือ ปริมาตรสุกท้าย เป็นมิลลิลิตร

F คือ จำนวนเท่าที่เจือจาง เป็นเท่า

m คือ มวลของสีรีแอกทีฟตัวอย่าง เป็นกรัม

7.5 การทดสอบการละลายน้ำ

7.5.1 เครื่องมือ

7.5.1.1 ตู้อบ ที่ควบคุมอุณหภูมิได้ที่ (60 ± 2) องศาเซลเซียส

7.5.1.2 เครื่องดูดอากาศ (suction)

7.5.1.3 เดซิกเกเตอร์

7.5.1.4 เครื่องชั่ง ละเอียดถึง 0.000 1 กรัม

7.5.2 วิธีทดสอบ

อบสีรีแอกทีฟตัวอย่างที่อุณหภูมิ (60 ± 2) องศาเซลเซียส จนมวลคงที่ ปล่อยให้เย็นในเดซิกเกเตอร์ แล้ว ชั่งสีรีแอกทีฟตัวอย่างตามค่าที่ระบุในข้อ 5.2 (3) ให้ทราบมวลที่แน่นอน ใส่ลงในบีกเกอร์ ละลายด้วย น้ำกลันเดือดจำนวนเล็กน้อย แล้วเติมน้ำกลันจนปริมาตรเป็น 1 ลิตร ทำใหม่อุณหภูมิตามที่ระบุในข้อ 5.2 (3) คนให้เข้ากัน ถ้าสารละลายใส่ให้เต็มสีรีแอกทีฟตัวอย่างลงไปอีกรึกระยะละ 5 ของมวลเดิมจน เห็นว่ามีผงสีเหลืออยู่ คนต่อไปอีก 15 นาที จนแน่ใจว่าตะกอนไม่ละลายอีกแล้ว โดยยังคงอุณหภูมิของ สารละลายไว้ตามที่กำหนด แล้วบันทึกมวลของสีรีแอกทีฟตัวอย่างที่ใช้ กรองผ่านกระดาษกรองวัต

แผนเบอร์ 42 หรือเทียบเท่าที่อ่อนแห้งและทราบมวลแล้ว โดยใช้เครื่องดูดอากาศช่วย อบที่อุณหภูมิ (60 ± 2) องศาเซลเซียส จนมวลคงที่ ปล่อยให้เย็นในเดซิกเกเตอร์ แล้วชั่ง หมายเหตุ ในการทดสอบสามารถลดสัดส่วนของสีรีเออกทีฟตัวอย่างให้เหมาะสมกับปริมาตรรวมของสารละลายน้ำ 100 มิลลิลิตร

7.5.3 วิธีคำนวณ

7.5.3.1 คำนวณหาการละลายน้ำ จากสูตร

$$s = m_0 - m_1$$

เมื่อ s คือ การละลายน้ำ เป็นกรัมต่อลิตร
 m_0 คือ มวลของสีรีเออกทีฟตัวอย่างที่ใช้ เป็นกรัม
 m_1 คือ มวลของสีรีเออกทีฟตัวอย่างส่วนที่ไม่ละลายน้ำ เป็นกรัม

7.5.3.2 เปรียบเทียบการละลายน้ำตามข้อ 7.5.3.1 กับคู่มือแนะนำของผู้ทำ เป็นร้อยละ

7.6 การทดสอบค่าความแตกต่างของสี

7.6.1 เครื่องมือ

- 7.6.1.1 เครื่องชั่ง ละเอียดถึง 0.000 1 กรัม
- 7.6.1.2 เครื่องย้อมที่มีภาชนะไม่น้อยกว่า 2 ใบ สำหรับย้อมผ้าตัวอย่าง ได้พร้อมกัน และควบคุมอุณหภูมิของน้ำย้อมให้คงที่ได้ (ความคลาดเคลื่อนไม่เกิน ± 1 องศาเซลเซียส)
- 7.6.1.3 มาตรเทียบสี (colorimeter) ที่ใช้แหล่งกำเนิดแสงมาตรฐาน (Illuminant) D₆₅ มีช่องเปิดสำหรับวางตัวอย่างที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง หรือความกว้างและความยาว ไม่น้อยกว่า 2 เซนติเมตร และสามารถให้ค่าความแตกต่างของสีของตัวอย่างที่เปรียบเทียบได้ละเอียดถึง 0.1 หน่วย CMC
- 7.6.1.4 ผ้าฝ้ายลายขัดสีขาวที่ทดสอบด้วยฝ้ายขนาด 9.8 เทิกซ์ หรือ 14.8 เทิกซ์ ที่ผ่านการฟอกขาวและทำความสะอาด ปราศจากเป็นและสารตกค้าง หรือผ้าฝ้ายตามที่ผู้ทำกำหนด ในการทดสอบแต่ละครั้ง ให้ใช้ผ้าฝ้ายชนิดเดียวกัน
- 7.6.1.5 สีรีเออกทีฟมาตรฐาน ที่ผู้ทำกำหนดเพื่อใช้เป็นสีมาตรฐานสำหรับการเทียบสีตัวอย่างและนำมานอนให้สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม

7.6.2 วิธีย้อม

- 7.6.2.1 ย้อมผ้าฝ้ายด้วยสีรีเออกทีฟมาตรฐานตามคู่มือแนะนำของผู้ทำ ให้ได้ระดับความเข้มของสีมาตรฐาน 1/1 แล้วรีดให้เรียบที่อุณหภูมิเหมาะสมกับเส้นใย
- 7.6.2.2 ย้อมผ้าฝ้ายด้วยสีรีเออกทีฟตัวอย่างในอุปกรณ์ที่ไปกับการย้อมในข้อ 7.6.2.1 โดยใช้ปริมาณสีรีเออกทีฟตัวอย่างและน้ำหนักผ้าเท่ากับที่ใช้ในข้อ 7.6.2.1 และให้ใช้ภาวะและวิธีการย้อมที่เหมือนกันทุกประการ แล้วรีดให้เรียบ

7.6.3 วิธีทดสอบ

ให้ใช้มาตรฐานเดียวกันค่าความแตกต่างของสีของผ้าข้อมตามข้อ 7.6.2.1 และข้อ 7.6.2.2 โดยให้ทบทวน
หลาย ๆ ชั้นจนแสงไม่สามารถส่องผ่านได้

7.7 การทดสอบความคงทนของสีต่อแสง (แสงซีน่อนอาร์ก)

ข้อมูลผ้าฝ้ายตามข้อ 7.6.2.2 แล้วทดสอบตาม มอก.121 เล่ม 2

7.8 การทดสอบความคงทนของสีต่อการซักฟอก

ข้อมูลผ้าฝ้ายตามข้อ 7.6.2.2 แล้วทดสอบตาม มอก.121 เล่ม 3 วิธีที่ 1

ภาคผนวก ก.
การซักตัวอย่างและเกณฑ์ตัดสิน
(ข้อ 6.1)

- ก.1 รุ่น ในที่นี้ หมายถึง สีรีแลกทีฟชื่อสีเดียวกัน ที่ทำขึ้นในคราวเดียวกัน
- ก.2 การซักตัวอย่างและการยอมรับ ให้เป็นไปตามแผนการซักตัวอย่างที่กำหนดต่อไปนี้ หรืออาจใช้แผนการซักตัวอย่างอื่นที่เทียบเท่ากันทางวิชาการกับแผนที่กำหนดได้
- ก.2.1 การซักตัวอย่างและการยอมรับสำหรับการทดสอบการบรรจุและเครื่องหมายและฉลาก
- ก.2.1.1 ให้ซักตัวอย่างโดยวิธีสูญเสียกรุ่นเดียวกัน จำนวน 3 หน่วยภาชนะบรรจุ
- ก.2.1.2 ตัวอย่างต้องเป็นไปตามข้อ 4. และข้อ 5. จึงจะถือว่าสีรีแลกทีฟรุ่นนั้นเป็นไปตามเกณฑ์ที่กำหนด
- ก.2.2 การซักตัวอย่างและการยอมรับสำหรับการทดสอบคุณลักษณะที่ต้องการ
- ก.2.2.1 ให้ใช้ตัวอย่างจากข้อ ก.2.1.1 โดยซักตัวอย่างจากแต่ละภาชนะบรรจุ ที่ระดับต่าง ๆ กัน 3 ชุด ชุดละ เท่า ๆ กัน นำมารวมกันให้ได้น้ำหนักรวมไม่น้อยกว่า 100 กรัม
- ก.2.2.2 ตัวอย่างต้องเป็นไปตามข้อ 3. จึงจะถือว่าสีรีแลกทีฟรุ่นนั้นเป็นไปตามเกณฑ์ที่กำหนด
- ก.3 เกณฑ์ตัดสิน
- สีรีแลกทีฟตัวอย่างต้องเป็นไปตามข้อ ก.2.1.2 และข้อ ก.2.2.2 ทุกข้อ จึงจะถือว่าสีรีแลกทีฟรุ่นนั้นเป็นไปตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมนี้