



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۹۸۵۹

چاپ اول

۱۳۹۴

INSO

19859

1st. Edition

2015

کاندوم‌ها - تعیین نیتروز آمین‌های قابل  
انتقال از کاندوم‌های ساخته شده از جنس  
لاتکس طبیعی - روش‌های آزمون

**Condoms- Determination of nitrosamines  
migratable from natural rubber latex  
condoms- Test methods**

**ICS:11.200**

## 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.

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 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 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 استانداردهای 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

### " کاندوم‌ها- تعیین نیتروز آمین‌های قابل انتقال از کاندوم‌های ساخته شده از جنس لاتکس طبیعی - روش‌های آزمون "

#### رئیس:

مطلق، محمد اسماعیل  
(متخصص اطفال)

#### سمت و/ یا نمایندگی:

عضو هیئت علمی و مدیر کل دفتر سلامت جمعیت، خانواده و مدارس  
وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی

#### دبیر:

حاذق جعفری، کورش  
(دکترای دامپزشکی)

کارشناس مسئول گروه پژوهشی مهندسی پزشکی پژوهشگاه استاندارد

#### اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

ابراهیمی، رضا  
(کارشناس ارشد مهندسی پزشکی)

کارشناس آزمایشگاه کیفیت کوشان پارس

اسلامی، محمد  
(متخصص آموزش بهداشت)

معاون فنی اداره کل دفتر سلامت جمعیت، خانواده و مدارس وزارت  
بهداشت، درمان و آموزش پزشکی

بزرگی کیاسرایی، اردلان  
(کارشناس شیمی)

کارشناس مهندسی پزشکی گروه تحقیقاتی صنعتی مترا

بیگلری، ایرج  
(کارشناس مهندسی مکانیک)

مدیر بازرگانی شرکت کیهان بد

حاج اله یاری، نجمه  
(کارشناس مهندسی شیمی)

مدیر کنترل کیفی شرکت باران بسپار

حسن زاده، سید مهدی  
(دکترای بیوتکنولوژی پزشکی)

عضو هیئت علمی انستیتو پاستور ایران

حضر تقلی ثمری، نیما  
(کارشناس مهندسی برق)

کارشناس مهندسی پزشکی گروه تحقیقاتی صنعتی مترا

خالقی مقدم، ماهرو  
( کارشناس ارشد شیمی )

عضو هیئت علمی پژوهشگاه استاندارد

سمیعی، نسیم  
( کارشناس ارشد شیمی فیزیک )

مدیر عامل شرکت کیفیت کوشان پارس

شیخ الاسلامی، عارفه سادات  
( کارشناس ارشد مهندسی پزشکی )

دانشکده مهندسی پزشکی دانشگاه امیر کبیر

عندلیب، پرنیان  
( کارشناس ارشد آموزش پزشکی )

مسئول مامایی اداره کل دفتر سلامت خانواده، جمعیت و مدارس وزارت  
بهداشت، درمان و آموزش پزشکی

کربلایی، حمید  
( فوق دیپلم مکانیک )

کارشناس اداره کل نظارت بر اجرای استانداردهای اجباری

کیهانی نژاد، مهدی  
( کارشناس مهندسی برق )

مدیر کارخانه شرکت سیلانه سبز

گرچی، زهرا  
( کارشناس شیمی )

مدیر کنترل کیفی شرکت بنیان پوشش کاسپین

## فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ اصول
۲	۵ معرف ها و مواد
۴	۶ وسایل و دستگاه ها
۶	۷ روش اجرا
۹	۸ محاسبه و ارزیابی نتایج میزان $N$ - نیتروزآمین در محلول
۱۱	۹ تائید $N$ - نیتروزآمین یافت شده
۱۱	۱۰ گزارش آزمون
۱۳	پیوست الف (اطلاعاتی) کتابنامه

## پیش گفتار

کاندومها - تعیین نیتروزآمین‌های قابل انتقال از کاندوم‌های ساخته شده از جنس لاتکس طبیعی - روش‌های آزمون " که پیش نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده و درپانصد و پانزدهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد مهندسی پزشکی مورخ ۹۴/۶/۲۱ 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 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 از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

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

ISO 29941:2010, Condoms- Determination of nitrosamines migrating from natural rubber latex condoms

# کاندوم‌ها- تعیین نیتروز آمین‌های قابل انتقال از کاندوم‌های ساخته شده از جنس لاتکس طبیعی - روش‌های آزمون

## ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، ارائه روش‌های آزمون به کار رفته برای تعیین  $N$ - نیتروز آمین‌های آزاد شده از کاندوم‌های ساخته شده از جنس لاتکس طبیعی است. این استاندارد، برای سایر محصولات نظیر انواع پوشش پروب ها<sup>۱</sup>، گنبدی‌های پروفیلاکسی<sup>۲</sup>، کاندوم‌های زنانه و کاندوم‌های ساخته شده از جنس مواد سنتزی نیز کاربرد دارد.

## 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 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 آنها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه های بعدی آنها مورد نظر است. استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران به شماره ۱۷۲۸، آب- مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه -ویژگیها و روش‌های آزمون.

۲-۲ استاندارد ملی ایران به شماره ۱۴۷۶۸، کاندوم‌های لاستیکی از جنس لاتکس طبیعی- الزامات و روش‌های آزمون.

۳-۳ استاندارد ملی ایران- ایزو- آی ای سی به شماره ۱۷۰۲۵، الزامات عمومی برای احراز صلاحیت آزمایشگاه های آزمون و کالیبراسیون

## ۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می رود :

---

1 - Probe covers  
2 - Prophylactic dams

## کاندوم

## (Condom)

وسیله پزشکی به قصد پوشاندن آلت تناسلی مردانه در طول فعالیت جنسی، که توسط مصرف کنندگان، برای مقاصد پیشگیری از بارداری و جلوگیری از عفونت‌های قابل انتقال از راه تماس جنسی مورد استفاده قرار می‌گیرد.

یادآوری - چنانچه مصرف کننده محصول را ( به لحاظ شکل، بسته بندی و غیره) کاندوم تلقی کند، آن محصول از نظر این استاندارد به عنوان کاندوم در نظر گرفته می‌شود.

## ۴ اصول

هشدار:  $N$ - نیتروزآمین‌ها به دلیل سمیت برای سلامتی انسان مضر هستند. بهتر است آزمایشگاه‌های آزمون برای رعایت سلامت شغلی و استانداردهای ایمنی مراقبت ویژه ای را اتخاذ نمایند.

$N$ - نیتروزآمین‌ها استخراج شده داخل آب پس از تغلیظ آب، برای تعیین مقدار  $N$ - نیتروزآمین موجود در آب به روش کروماتوگرافی گازی (GC) <sup>۱</sup> با استفاده از یک آشکارساز لومینسانس شیمیایی <sup>۲</sup> مورد آزمون قرار می‌گیرد. آزمون در محیطی عاری از  $N$ - نیتروزآمین‌های فرار انجام می‌شود.

$N$ - نیتروزآمین‌های آزاد شده بر حسب واحد نانوگرم بر گرم (ng/g) <sup>۳</sup> نمونه بیان می‌شوند.

## ۵ معرف‌ها و مواد

مهم - از آنجایی که  $N$ - نیتروزآمین‌ها به وسیله نور فرا بنفش تجزیه می‌شوند، بهتر است از قرار دادن محلول‌های استاندارد شده در مجاورت نور خورشید و نور فلورسنت اجتناب گردد. برای انتقال محلول‌های انتقال یافته و آب بهتر است با فویل آلومینیومی حفاظت شده و در محیطی تاریک در دمای زیر  $5^{\circ}\text{C}$  انبارش شوند.

تنها از معرف‌ها با درجه تجزیه ای مشخص و فقط از آب درجه ۳ مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸، استفاده کنید، مگر این که صورت دیگری تعیین شده باشد.

۵-۱ دی کلرومتان، که بهتر است به لحاظ عدم وجود  $N$ - نیتروزآمین‌ها بررسی شود.

1 - Gas chromatography  
2 - Chemiluminescence  
3 - Nanograms per grams



۲-۵ خاک دیاتومه<sup>۱</sup>، از عصاره مایع- مایع با سطح ویژه<sup>۲</sup>  $1 \text{ m}^2/\text{g}$ ، اندازه خلل و فرج  $3000 \text{ nm}$  تا  $8500 \text{ nm}$  و اندازه ذره  $150 \mu\text{m}$  تا  $650 \mu\text{m}$ .

خاک دیاتومه را برای مدت زمان  $1 \text{ h}$  در دمای  $200^\circ \text{C}$  حرارت دهید و پس از سرد شدن با دی کلرومتان (بند ۵-۱) شستشو دهید.

هر عامل جداکننده دیگری که به جای خاک دیاتومه صحته گذاری شده باشد، می تواند مورد استفاده قرار گیرد.

۳-۵ هگزان نرمال<sup>۳</sup>.

۴-۵ محلول هیدروکسید سدیم در آب، با غلظت  $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/l}$

۵-۵ نیتروژن، با کسر حجمی تقریباً  $99,996\%$

۶-۵ سنگ جوش<sup>۴</sup>.

۷-۵ خمیر شیشه متخلخل<sup>۵</sup> برای ستون ها (بندهای ۳-۶ و ۴-۶).

۸-۵ استون

۹-۵ محلول های استاندارد  $N$ - نیتروز آمین.

محلول های استاندارد را با آگاهی از مقادیر مشخص  $N$ - نیتروز آمین ها در هگزان نرمال (بند ۵-۳) در محدوده غلظت  $100 \text{ ng/l}$  تا  $300 \text{ ng/l}$  آماده کنید.

در زیر  $N$ - نیتروز آمین هایی که مهم هستند در کاندوم ها از جنس الاستومر یا لاستیک، عنوان شده است، هر چند این فهرست جامع نیست.

\*  $N$ - نیتروزودی متیل آمین (NDMA)؛<sup>۶</sup>

\*  $N$ - نیتروزو دی اتیل آمین (NDEA)؛<sup>۷</sup>

\*  $N$ - نیتروزو دی بوتیل آمین (NDBA)؛<sup>۸</sup>

چنان چه نشانه هایی از وجود سایر  $N$ - نیتروز آمین های مرتبط با سم شناسی موجود باشد یا اگر ماهیت شتاب دهنده های ولکانیزه به کار رفته از نشانه های مذکور حمایت کند بهتر است سایر  $N$ - نیتروز آمین ها نیز مورد آزمون قرار گیرند، مثال ها می توانند شامل موارد زیر باشند:

\*  $N$ - نیتروزودی بنزیل آمین (NDBZA)؛<sup>۹</sup>

\*  $N$ - نیتروزو دی ایزو نونیل آمین (NDiNA)؛<sup>۱۰</sup> یعنی  $N$ - نیتروزو-۳،۳،۵-تری متیل هگزیل آمین.

---

1- Diatomaceous earth

2 - Specific surface area

3 - n-Hexane

4 - Boiling chips

5 - Sintered glass frit

6 - Nitrosodimethylamine

7 - Nitrosodiethylamine

8 - Nitrosodibutylamine

9 - Nitrosodibenzylamine

10 - Nitrosodiisononylamine

۵-۱۰ محلول استاندارد داخلی ۲۰۰ng/ml N- نیتروزو دی ایزو پروپیل آمین (NDiPA) در استون (بند ۵-۸)

محلول باید عاری از سایر N- نیتروز آمین ها باشد.

۵-۱۱ سولفات سدیم فاقد آب، گرانوله باشد، یا از فیلتر تفکیک فاز مناسب برای دستگاه واتمن استفاده شود. ۳۰g سولفات سدیم را با ۲۵ml دی کلرو متان (بند ۵-۱) پیش شستشو دهید.

۵-۱۲ محلول آمونیاک در آب،  $c(\text{NH}_3) = 0.1 \text{ mol/l}$

۵-۱۳ ماسه دریا، شسته شده با اسید و خشک شده.

## ۶ وسایل و دستگاه ها

از وسایل متداول آزمایشگاهی به همراه دستگاه‌ها به شرح زیر در موارد خاص استفاده کنید:

۶-۱ ظروف شیشه ای<sup>۱</sup> شسته شده با عوامل پاک کننده اسیدی<sup>۲</sup> با محلول آمونیاک (بند ۵-۱۲) کر داده شده، با آب شستشو شده و قبل از استفاده خشک شده باشد.

۶-۲ محفظه خشک کننده<sup>۳</sup>، با قابلیت تنظیم دمای  $(2 \pm 40)^\circ \text{C}$ .

۶-۳ ستون شیشه ای، با خروجی و درپوش ساخته شده از جنس پلی تترا فلئورو اتیلن (PTFE)<sup>۴</sup>. طول ستون  $(10 \pm 300) \text{ mm}$ ، قطر داخلی:  $(1 \pm 26) \text{ mm}$ .

۶-۴ ستون شیشه ای، با خروجی و درپوش ساخته شده از جنس پلی تترا فلئورو اتیلن (PTFE). طول ستون  $(10 \pm 300) \text{ mm}$ ، قطر داخلی:  $(1 \pm 15) \text{ mm}$ .

۶-۵ بخار ساز کوردنا- دانیش، با ظروف جمع آوری مدرج و خنک کننده هوا اصلاح شده است. هر دستگاه دیگری که بتواند تأیید عملکرد بخار ساز کوردنا- دانیش را داشته باشد، می تواند مورد استفاده قرار گیرد.

۶-۶ حمام آب، با دماهای قابل تنظیم از  $40^\circ \text{C}$  تا  $60^\circ \text{C}$ .

۶-۷ ویال ها، با قابلیت بستن دهانه ویال با واشرها و فاقد N- نیتروز آمین یا سپتوم پوشیده شده از PTFE.

۶-۸ انبردست، برای بستن ویال ها (بند ۶-۷).

۶-۹ سر بطری از جنس فایبرگلاس، شسته شده با دی کلرو متان (بند ۵-۱)

۶-۱۰ قیف جداساز به حجم اسمی ۲۰۰ml.

۶-۱۱ قیف جداساز به حجم اسمی ۱۰۰ml.

۶-۱۲ آشکارساز لومینسانس شیمیایی، با حساسیت کافی [آنالایزر انرژی گرمایی، TEA].<sup>۱</sup>

1 - Glass vessels

2 - Acidic cleansing agents

3 - Drying cabinet

4- Polytetrafluorethylene

۱- آنالایزر انرژی گرمایی (Thermal Energy Analyzer) مثالی از محصول مناسبی است که به لحاظ تجاری قابل دسترس است. این اطلاعات صرفاً جهت سهولت کاربران این استاندارد ملی ایران داده شده و سازمان ISO تأکیدی روی این محصول ندارد.

هر دستگاه دیگری که بتواند عملکرد آنالایزر انرژی گرمایی را داشته باشد، می تواند مورد استفاده قرار گیرد.

## ۶-۱۳ سیستم کروماتوگرافی

تصمیم در مورد انتخاب سیستم کروماتوگرافی ممکن است توسط آزمونگر اتخاذ گردد. هر چند آزمایشگاه آزمون باید شواهد برای موقعیت‌هایی که برای دستیابی به جداسازی کافی در پیک‌ها بهینه می شوند را با نقاطی که به صورت زیر مشاهده می شوند، فراهم نماید:

- سیستم کروماتوگرافی باید  $N$ - نیتروز آمین‌ها (بند ۵-۹) اشاره شده در این استاندارد را به گونه ای که نواحی قله بتواند با ناحیه پیک محلول استاندارد داخلی (بند ۵-۱۰) مقایسه شود، جداسازی نماید.

- سیستم کروماتوگرافی،  $N$ - نیترو دی متیل آمین و  $N$ - نیترو دی اتیل آمین را از  $N$ - نیتروز آمین‌های ذکر شده جداسازی می کند.

در صورتی که به دو ستون جداساز به منظور جدا کردن  $N$ - نیتروز آمین‌ها و دستیابی به حساسیت کافی برای NDBZA به عنوان قسمتی از آزمون نیاز باشد، انجام آن امکان پذیر است.

شرایط زیر به منظور تعیین  $N$ - نیتروز آمین‌های فرار هنگام استفاده از کروماتوگرافی گازی مناسب تشخیص داده می شود.

مثال ۱: ستون‌های پر شده

دمای تزریق:  $200^{\circ}\text{C}$

دمای آون:  $200^{\circ}\text{C}$

ستون‌های  $2.5\text{ m}$  تا  $3\text{ m}$  از جنس شیشه، قطر بیرونی "  $1/8$  که با:

- ۱۵٪ کربو واکس  $20\text{ M}$ ، TPA روی جاذب رنگ<sup>۱</sup> WHP با مش  $100/120$ ؛<sup>۲</sup> یا

- ۱۰٪ کربو واکس  $20\text{ M}$ ، پتاس ۲٪ روی جاذب رنگ WHP با مش  $100/120$ ؛<sup>۱</sup> پر شده است  
یا

شیشه به طول  $4.0\text{ m}$  تا  $5.0\text{ m}$ ، قطر بیرونی "  $1/8$  که با:

- ۱۵٪ SP  $1220$ ،  $1\%$   $\text{H}_3\text{PO}_4$  روی جاذب رنگ WAW با مش  $100/120$ .

دمای کوره پیرولیز<sup>۳</sup>:  $480^{\circ}\text{C}$ .

گاز حامل<sup>۴</sup>: آرگون، هلیوم، یا نیتروژن با نرخ جریان  $(20 \pm 1)\text{ ml/min}$

اتصال<sup>۵</sup>: به طور مستقیم بین ستون کروماتوگرافی گازی و دمای تجزیه در اثر حرارت آون پیرولیز یا با به کار گیری اتصال گرم شده تا  $250^{\circ}\text{C}$ ، ایجاد می شود.

---

1 - Chromosorb

۲ - کربو واکس (Carbowax) و جاذب رنگ (Chromosorb) مثال هایی از محصولات مناسبی است که به لحاظ تجاری قابل دسترس است. این اطلاعات صرفاً جهت سهولت کاربران این استاندارد ملی ایران داده شده و سازمان ISO تأکیدی روی این محصولات ندارد.

3 - Pyrolysis

4 - Carrier gas

5 - Coupling

با توجه به تعیین آلکیل فنیل- $N$  - نیتروز آمین‌ها، شرایط زیر مناسب در نظر گرفته می شوند:  
دمای تزریق:  $150^{\circ}\text{C}$

دمای آون: بین  $120^{\circ}\text{C}$  تا  $130^{\circ}\text{C}$ .

ستون‌های  $2\text{ m}$  از جنس شیشه، قطر بیرونی  $1/4''$  و قطر داخلی  $270\text{ mm}$  که با:

-  $10\%$  OV-101، روی جاذب رنگ WHP با مش  $80/100$ ؛ یا

-  $3\%$  OV-225، روی جاذب رنگ WHP با مش  $80/100$ .

دمای کوره پیرولیز:  $480^{\circ}\text{C}$ .

دمای اتصال:  $250^{\circ}\text{C}$ ، پر شده است.

مثال ۲: ستون‌های موئین

با شرایط

دمای تزریق:  $200^{\circ}\text{C}$

دمای آون:  $60^{\circ}\text{C}$ ،  $230^{\circ}\text{C}$  ( $10^{\circ}\text{C/min}$ )

ستون‌های موئین  $250\text{ m}$  از جنس کوآرتز ستون‌های  $0.53\text{ mm}$  از جنس FFPA به قطر  $1\text{ }\mu\text{m}$ ،

دمای کوره پیرولیز:  $480^{\circ}\text{C}$ .

دمای اتصال:  $250^{\circ}\text{C}$ ،

یا

دمای تزریق:  $5^{\circ}\text{C}$ ، یک دقیقه  $200^{\circ}\text{C}$  ( $75^{\circ}\text{C/min}$ ).

دمای آون:  $40^{\circ}\text{C}$ ، هفت دقیقه  $60^{\circ}\text{C}$  ( $1^{\circ}\text{C/min}$ )،  $230^{\circ}\text{C}$  ( $14^{\circ}\text{C/min}$ ).

ستون‌های موئین  $3070\text{ m}$  از جنس کوآرتز ستون‌های  $0.53\text{ mm}$  از جنس فیلم- $54\text{-SE}$  به قطر  $2\text{ }\mu\text{m}$ ،

دمای کوره پیرولیز:  $480^{\circ}\text{C}$ .

دمای اتصال:  $250^{\circ}\text{C}$ ،

## ۷ روش اجرا

### ۷-۱ انتقال از کاندوم

۷-۱-۱ برای این آزمون تنها از میانگین کاندوم‌های اندازه گیری شده در آزمون درازا و پهنای استاندارد ملی

ایران شماره ۱۴۷۶۸ برای محاسبات ( بند ۸ این استاندارد) استفاده نمایید.

جرم‌های سه کاندوم را تعیین کنید.

میانگین جرم این سه کاندوم مرجع مبنایی برای کمیت کاندوم‌های سالم برای استفاده در این آزمون

می باشد.

هر کاندوم را نصف کنید.

g (±1) از کاندوم‌های تهیه شده را با تقریب 0.5 g وزن کنید و آن‌ها را به ارلن مایر با ظرفیت اسمی 50 ml منتقل کنید. 40 ml آب را به وسیله پیپت به داخل ارلن مایر بیافزایید. در ارلن مایر را با درپوش شیشه ای ببندید، ارلن مایر را با احتیاط هم بزنید به طوری که محلول، روی کاندوم‌های تهیه شده را بپوشاند. ارلن مایر را در قفسه خشک (بند ۶-۲) برای مدت زمان (30 s ± 10 min) در دمای C (40 ± 2) نگهداری کنید.

در صورتی که جرم کاندوم از 5g بیشتر شد، مقادیر کمی معرف و اندازه دستگاه را متناسب با آن در نظر بگیرید. مقدار کمی محلول استاندارد داخلی اضافه شده (بند ۵-۱) همیشه مقدار حجم 1 ml می باشد. ۲-۱-۷ محلول را با استفاده از قیف شیشه ای از ارلن مایر به یک استوانه مدرج 50 ml تخلیه کنید، کاندوم را با 40 ml آب شستشو دهید و آب شستشو را به محلول آزمون بیافزایید. آب را در استوانه مدرج تا نشانه روی استوانه به حجم برسانید و محلول را برای حداقل 1 min هم بزنید.

## ۲-۷ جداسازی N- نیتروز آمین‌های موجود در محلول

### ۱-۲-۷ کلیات

1 ml از محلول استاندارد داخلی (بند ۵-۱) و 1 ml از محلول هیدروکسید سدیم (بند ۵-۴) را به محلول داخل استوانه مدرج (بند ۷-۱-۲) به وسیله پیپت بیافزایید. محلول آزمون می تواند مطابق با روش اجرایی A یا B فرآوری شود.

### ۲-۲-۷ روش اجرایی A

۱-۲-۲-۷ ستون شیشه ای [ به قطر داخلی 26mm انتهای آن با استفاده از درپوش از جنس فایبرگلاس (بند ۶-۹) بسته شده ] را با g (0.1 ± 25.0) خاک دیاتومه یا عامل جدا کننده دیگری (بند ۵-۲) پر کنید. بالای ستون را با خمیر شیشه ای متخلخل (بند ۵-۷) یا با لایه ماسه دریا به ضخامت 1 Cm بپوشانید. (بند ۵-۱۳)

هنگام پر کردن ستون شیشه ای، به منظور اطمینان از توزیع یکسان ضربات ملایمی از بیرون به آن بزنید. ۲-۲-۲-۷ در استوانه مدرج شیشه ای حاوی محلول (بند ۷-۲-۱) را ببندید و آن را تا زمان یکنواخت شدن هم بزنید. سپس آن را به آرامی به ستون آماده شده با خاک دارای سیلیس یا ماده ای مشابه با آن (بند ۷-۲-۲-۱) منتقل کنید.

محلول آزمون باید به عنوان فاز ساکن روی ماتریکس متخلخل در یک دوره زمانی 10 min تا 15 min توزیع شود. در قسمت پایینی ستون شیشه ای، منطقه خشکی به پهنای بین 50 mm تا 70 mm باقی می ماند.

۷-۲-۲-۳ ml تا ۸۰ ml دی کلرو متان را داخل ستون شیشه ای بریزید. ۴۰ ml از محلول شسته شده<sup>۱</sup> را در ظرف جمع آوری کودرینا- دانیس یا ظرفی مشابه آن (بند ۵-۶) در یک دوره زمانی ۱۵ min تا ۲۵ min با تنظیم سرعت چکه کردن به وسیله درپوش PTFE بریزید.

یادآوری- در حین شستشو<sup>۲</sup> با دی کلرومتان، پهنای منطقه خشک تا ۱۵ mm الی ۳۰ mm کاهش می یابد. این فرآیند می تواند به دلیل تفاوت رنگ های منطقه خاک دیاتومه که با محلول آزمون مرطوب شده است و خاک دیاتومه که با دی کلرو متان مرطوب شده است به خوبی تشخیص داده شود. عدم دستیابی به حد ظرفیت منطقه خشک حائز اهمیت است، در غیر این صورت محلول آزمون ممکن است محتوی آب باشد.

### ۷-۲-۳ روش اجرایی B

۷-۲-۳-۱ استوانه مدرج شیشه ای حاوی محلول (بند ۷-۲-۱) را ببندید و آن را تا زمان یکنواخت شدن هم بزنید. سپس آن را به آرامی به داخل قیف جدا کننده (بند ۶-۱۰) بریزید.

۷-۲-۳-۲ حداقل ۲۰ ml دی کلرو متان را داخل ستون شیشه ای بریزید و حداقل برای ۱ min آن را به خوبی هم بزنید. پس از جداسازی فازها و در صورت امکان استفاده از سانتریفوژ به منظور از بین بردن امولسیون های موجود، فاز زیرین را پس از عبور از ۳۰ g سولفات سدیم از پیش شسته شده یا یک فیلتر جدا کننده مناسب دیگر (بند ۵-۱۱)، به ظرف جمع آوری کودرینا-دانیس یا دستگاهی معادل آن (بند ۵-۶) منتقل کنید.

۷-۲-۳-۳ روش اجرایی بیان شده در بند ۷-۲-۳-۲ را دو بار دیگر تکرار کنید.

۷-۲-۳-۴ سولفات سدیم (یا فیلتر جداساز فاز مناسب) (بند ۵-۱۱) را با ۲۵ ml دی کلرومتان (بند ۵-۱) بشوئید و محلول شستشو را نیز به ظرف جمع آوری کودرینا-دانیس یا دستگاهی معادل آن (بند ۵-۶) منتقل کنید.

### ۷-۳ تغلیظ N- نیتروز آمین های موجود در محلول

۷-۳-۱ از هگزان نرمال (بند ۳-۵) و دو یا سه سنگ جوش (بند ۵-۶) را به مایع استخراجی ظرف جمع آوری کودرینا-دانیس (یا دستگاه معادل آن) (بند ۵-۶) که مطابق با روش اجرایی A یا B ساخته شده بیافزایید.

خنک کننده هوا را روی دستگاه قرار دهید. محلول را در حمام آب (بند ۶-۶) تا رسیدن به حجم ۴ ml تا ۶ ml تغلیظ کنید. به منظور اجتناب در از دست دادن ماده آزمون، حمام آب را به ملایمت از  $20 \pm 4$  °C با نرخ تقریبی  $2$  °C/min تا دمای  $60 \pm 2$  °C گرم کنید. پس از کاهش دمای محلول، دیواره های بخارساز و سیستم تغلیظ را با  $1.0 \pm 0.2$  ml دی کلرومتان (بند ۵-۱) آب کشی کنید.

1 - Eluate  
2 - Elution

این کار به دلیل قابلیت اشتعال هگزان باید در زیر هود انجام شود.

۷-۳-۲ خنک کننده هوا را از ظرف جمع آوری کودرنا- دانیش ( یا دستگاه معادل آن) جدا کنید و محلول را به وسیله عبور جریان نیتروژن (بند ۵-۵) تا حجم  $ml (1 \pm 0.1)$  با احتیاط تغلیظ کنید. به محلول اجازه دهید تا رسیدن به دمای اتاق سرد شود و آن را به ویالی که دهانه آن درپوش<sup>۱</sup> و حلقه بسته شده است ( بند ۶-۷) منتقل کنید.

جریان نیتروژن روی سطح را به گونه ای تنظیم کنید تا تنش سطحی روی محلول شستشو تغلیظ شده در محدوده ۴ mm تا ۵ mm برقرار شود. در غیر این صورت ممکن است مایع به بیرون نشت کند یا خیلی سرد شود.

به دلیل قابل تبخیر بودن  $N$ - نیتروزآمین ها حجم نباید کمتر از حجم اظهار شده در بندهای (۷-۳-۱) و ( ۷-۳-۲) باشد. چنان چه دوره زمانی بین تغلیظ محلول و اندازه گیری  $N$ - نیتروزآمین ها تا ۱h افزایش یابد، محلول را در جای تاریک و در دمای زیر  $5^{\circ}C$  انبارش کنید.

#### ۷-۴ آماده سازی شاهد

آماده سازی شاهد را با اجرای همه مراحل فوق الذکر بدون کاندوم و تا مرحله انتقال (بند ۷-۱-۲) انجام دهید.

#### ۷-۵ آزمون کروماتوگرافی گازی

بین  $1 \mu l$  تا  $10 \mu l$  از هر مایع استخراجی را تحت شرایط بهینه شده (بند ۶-۱۳) به سیستم آشکارساز کروماتوگراف گازی/ لومینسانس شیمیایی تزریق کنید. محلول های استاندارد ( بند ۵-۹) را با همان حجم ها و محلول استاندارد داخلی ( بند ۵-۱۰) را با همان حجم ها مورد آزمون قرار دهید. توصیه می شود که به منظور دستیابی به نتایج قابل اعتماد آماده سازی نمونه و اندازه گیری در یک روز انجام شود. چنان چه این امر مقدور نباشد، مایعات استخراجی و محلول های استاندارد را در جای تاریک و در دمای زیر  $5^{\circ}C$  انبارش کنید.

#### ۸ محاسبه و ارزیابی نتایج میزان $N$ - نیتروزآمین در محلول

۸-۱ کسر جرمی<sup>۲</sup> را برای هر کدام از  $N$ - نیتروزآمین های موجود مطابق با رابطه های (۱) و (۲) محاسبه کنید.  
رابطه (۱)

1 - Septum  
2 - Mass fractions

$$W = \frac{F \cdot A_{NA}}{A_{NDiPA}^R}$$

که در آن:

$W$  کسر جرمی یک واحد  $N$ - نیتروزامین انتقال یافته از نمونه به آب است که بر حسب واحد نانوگرم در گرم ( $ng/g$ ) با توجه به نرخ بهبود استاندارد داخلی اضافه شده ( $NDiPA$ ) اصلاح گردیده است.  $F$  فاکتور محاسبه شده مطابق با معادله (۲)؛  $A_{NA}$  سطح زیر پیک نمودار  $N$ - نیتروزامین انتقال یافته از نمونه به آب؛  $A_{NDiPA}^R$  سطح زیر پیک نمودار استاندارد داخلی  $NDiPA$ ، بهبود یافته در محلول.

$$F = \frac{V \cdot P}{m} \cdot \frac{A_{NDiPA}^I}{A_{NAST}} \cdot \frac{V_{NASTD}}{V_{NDiPA}^I}$$

که در آن:

$V$  حجم محلول  $NDiPA$  اضافه شده استاندارد داخلی بر حسب میلی لیتر ( $ml$ )؛  $P$  غلظت  $N$ - نیتروزامین تعیین شده در محلول استاندارد بر حسب نانوگرم بر میلی لیتر ( $ng/ml$ )؛  $m$  جرم نمونه ماده کاندوم بر حسب گرم ( $g$ )؛  $A_{NASTD}$  سطح زیر نمودار  $N$ - نیتروزامین تعیین شده در محلول استاندارد؛  $A_{NDiPA}^I$  سطح زیر نمودار محلول  $NDiPA$  که مستقیماً به محلول استاندارد داخلی تزریق شده؛  $V_{NASTD}$  حجم تزریق شده از  $N$ - نیتروزامین استاندارد؛  $V_{NDiPA}^I$  حجم تزریق شده به محلول استاندارد  $NDiPA$  (بند ۵-۱۰) بر حسب میکرو لیتر ( $\mu l$ ).

۸-۲ در صورت لزوم، جرم بر سطح را به ازاء هر واحد  $N$ - نیتروزامین مطابق با معادله (۳) پیدا کنید.

$$PA = w \cdot \frac{m_{avg}}{2bl}$$

که در آن:

$PA$  جرم بر سطح، بر حسب نانوگرم بر دسیمتر مربع ( $ng/dm^2$ ) است.  $w$  کسر جرمی یک  $N$ - نیتروزامین انتقال یافته از نمونه به آب بر حسب نانوگرم بر گرم ( $ng/g$ ) است که با توجه به نرخ بهبود  $NDiPA$  استاندارد داخلی اضافه شده اصلاح گردیده؛  $l$  طول کاندوم بر حسب دسیمتر ( $dm$ )؛  $b$  پهنای کاندوم بر حسب دسیمتر ( $dm$ )؛  $m_{avg}$  جرم میانگین یک کاندوم بر حسب گرم ( $g$ ).



۳-۸ کل  $N$ - نیتروزآمین موجود را با جمع کردن نتایج معادله (۱) به ازاء هر یک از  $N$ - نیتروزآمین‌های یافت شده به صورت مجزا محاسبه کنید. چنان چه، برای  $N$ - نیتروزآمین خاص، هیچ گونه سیگنال نشان دهنده قابل اندازه گیری موجود نباشد، به عنوان مثال یک پیک با ارتفاع بیش از سه برابر سطح نویز، این ماده باید به عنوان ND<sup>۱</sup> (یافت نشده) ثبت شود و مقدار آن باید به عنوان " صفر " در نظر گرفته شود.

## ۹ تایید $N$ - نیتروزآمین یافت شده

۹-۱ به وسیله تائید  $N$ - نیتروزآمین تعیین شده و مقادیر آن مطابق با یکی از روش های زیر امکان پذیر می باشد:

الف- به وسیله تابش نور UV در یک قسمت از محلول آزمون باقی مانده در یک ظرف شیشه ای نفوذ پذیر با قابلیت عبوردهی UV ( به مدت ۳h با طول موج ۳۶۶ nm). محلول استاندارد (بند ۵-۹) تهیه شده مشابه با همان روش را در ظرف ثانویه آماده کنید. آنالیز GC ممکن است تجزیه هیچ پیکی را نشان ندهد یا فقط پیک‌های تقلیل یافته قابل توجهی را برای  $N$ - نیتروزآمین‌ها نشان دهد. چنان چه سیگنال‌های نمونه‌ها پس از پرتودهی به مقدار قابل توجهی تقلیل نیابند سیگنال های اصلی به اشتباه مثبت تلقی خواهند شد. در این حالت، به آزمون بیشتر برای تعیین  $N$ - نیتروزآمین‌ها نیاز نمی باشد.

ب- به وسیله به کارگیری حداقل یک ستون دیگر با فاز ساکن با قطبی‌های متفاوت؛

پ- به وسیله آزمون طیف سنجی جرمی<sup>۲</sup>.

۹-۲ چنان چه از طریق یکی از روش‌های اجرایی فوق الذکر چند پیک نتواند در حضور  $N$ - نیتروزآمین‌ها افت نماید<sup>۳</sup>، کل  $N$ - نیتروزآمین‌های موجود به طور اختصاصی نیاز به محاسبه مجدد با سیگنال‌های  $N$ - نیتروزآمین خواهد داشت.

## ۱۰ گزارش آزمون

۱۰-۱ فعالیت‌های اجرا شده به وسیله آزمایشگاه آزمون باید در گزارش آزمون بیان شود که نتایج حاصل از آن آزمون و سایر اطلاعات مربوط مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۰۲۵، به صورت واضح، دقیق و بدون ابهام در آن گنجانده شود.

۱۰-۲ گزارش آزمون باید حداقل دارای اطلاعات زیر باشد:

---

1 - Not Detected  
2 - Spectroscopy  
3 - Put down

- الف- نام و نشانی آزمایشگاه آزمون یا چنان چه مکان آزمون با آزمایشگاه آزمون مورد نظر متفاوت باشد، مکان آزمون؛
- ب- مشخصه متمایز کننده ای که به طور منحصر به فرد به گزارش آزمون تخصیص یافته ( یعنی شماره سریال) و تعداد کل صفحات گزارش آزمون برای هر یک از صفحات؛
- پ- توصیف و مشخصه متمایز کننده نمونه آزمایشگاه؛
- ت- بیان روش اجرایی نمونه برداری؛
- ث- تاریخ دریافت نمونه و تاریخ انجام آزمون ( تاریخ های انجام آزمون) نمونه آزمایشگاهی برای هر نمونه آزمون شده، تاریخ و زمان شروع آزمون (بند ۷-۲-۱) و تاریخ و زمان اتمام انجام آزمون (بند ۷-۵)؛
- ج- مشخصه های متمایز کننده ویژگی آزمون یا بیان روش اجرایی به کار رفته شامل فهرستی از تمامی " مسیره های " مورد استفاده و تعیین این که روش اجرایی A یا B مورد استفاده قرار گرفته است؛
- چ- نتایج آزمون های انجام شده روی  $N$ - نیتروز آمین ها به صورت مجزا و کلی بر حسب نانوگرم در گرم (ng/g)؛
- ح- نام و امضاء شخص آزمون کننده و امضاء سرپرست آزمایشگاه مبنی بر تایید درستی و کامل بودن گزارش؛
- خ- شماره و سال انتشار این استاندارد ملی ایران.

پیوست الف  
(اطلاعاتی)  
کتابنامه

[1] EN 12868, *Child use and care articles—Methods for determining the release of N-Nitrosamines and N-Nitrosatable substances from elastomer or rubber teats and soothers*