

ประกาศกระทรวงอุตสาหกรรม

ฉบับที่ ๔๔๙๔ (พ.ศ. ๒๕๕๕)

ออกตามความในพระราชบัญญัติมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม

พ.ศ. ๒๕๑๑

เรื่อง ยกเลิกและกำหนดมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม

สีย้อมสังเคราะห์ : สีซัลเฟอร์

โดยที่เป็นการสมควรปรับปรุงมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม สีย้อมสังเคราะห์ : สีซัลเฟอร์
มาตรฐานเลขที่ มอก. 2344 - 2550

อาศัยอำนาจตามความในมาตรา ๑๕ แห่งพระราชบัญญัติมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม
พ.ศ. ๒๕๑๑ รัฐมนตรีว่าการกระทรวงอุตสาหกรรมออกประกาศยกเลิกประกาศกระทรวงอุตสาหกรรม
ฉบับที่ ๓๗๕๐ (พ.ศ. ๒๕๕๐) ออกตามความในพระราชบัญญัติมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม
พ.ศ. ๒๕๑๑ เรื่อง กำหนดมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม สีย้อมสังเคราะห์ : สีซัลเฟอร์ ลงวันที่ ๒๔
พฤษภาคม พ.ศ. ๒๕๕๐ และออกประกาศกำหนดมาตรฐานผลิตภัณฑ์ สีย้อมสังเคราะห์ : สีซัลเฟอร์
มาตรฐานเลขที่ มอก. 2344 - 2555 ขึ้นใหม่ ดังมีรายการละเอียดต่อท้ายประกาศนี้

ทั้งนี้ ให้มีผลตั้งแต่พระราชกฤษฎีกาว่าด้วยการกำหนดมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม
สีย้อมสังเคราะห์ : สีซัลเฟอร์ ต้องเป็นไปตามมาตรฐานเลขที่ มอก. 2344 - 2555 ใช้บังคับเป็นต้นไป

ประกาศ ณ วันที่ ๒๒ พฤศจิกายน พ.ศ. ๒๕๕๕

ประเสริฐ บุญชัยสุข

รัฐมนตรีว่าการกระทรวงอุตสาหกรรม

มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม

สีย้อมสังเคราะห์ : สีซัลเฟอร์

1. ขอบข่าย

- 1.1 มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมนี้ครอบคลุมเฉพาะสีย้อมสังเคราะห์ : สีซัลเฟอร์ สำหรับผลิตภัณฑ์สิ่งทอ ซึ่งต่อไปในมาตรฐานนี้จะเรียกว่า “สีซัลเฟอร์”

2. บทนิยาม

ความหมายของคำที่ใช้ในมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมนี้ มีดังต่อไปนี้

- 2.1 สีย้อมสังเคราะห์ (synthetic dyestuff) หมายถึง สารให้สีที่สังเคราะห์ขึ้น ละลายน้ำได้หรือกระจายตัวอยู่ในน้ำ และจับติดวัสดุได้โดยตรงหรือด้วยการชักนำโดยปฏิกิริยาในกระบวนการย้อมหรือกระบวนการพิมพ์
- 2.2 สีซัลเฟอร์ (sulphur dye) หมายถึง สีย้อมสังเคราะห์ที่มีกำมะถันเป็นองค์ประกอบ โดยทั่วไปไม่ละลายน้ำ ก่อนทำการย้อมต้องเปลี่ยนให้อยู่ในสภาพที่ละลายน้ำได้โดยการรีดิวส์ในภาวะที่เป็นด่าง เมื่อย้อมแล้วจะออกซิไดส์กลับให้อยู่ในสภาพที่ไม่ละลายน้ำเหมือนเดิม
- 2.3 ค่าความแตกต่างของสี (colour difference, ΔE) หมายถึง ความแตกต่างของสีสีหนึ่งกับสีมาตรฐานของสีนั้นที่ผู้ทำกำหนด

3. คุณลักษณะที่ต้องการ

- 3.1 คุณลักษณะด้านความปลอดภัย
- 3.1.1 แอโรแมติกเอมีนที่เป็นอันตราย
- สีซัลเฟอร์ต้องไม่แตกตัวให้อโรแมติกเอมีนที่เป็นอันตรายตามตารางที่ 1 หรือถ้ามีการแตกตัวให้อโรแมติกเอมีนที่เป็นอันตราย (แอโรแมติกอิสระ) แต่ละตัวต้องไม่เกิน 150 มิลลิกรัมต่อ กิโลกรัม
- การทดสอบให้ปฏิบัติตามข้อ 7.3

ตารางที่ 1 รายชื่อแโรแมติกเอมีนที่เป็นอันตราย
(ข้อ 3.1.1)

ลำดับ ที่	หมายเลข CAS (CAS number)	ชื่อสาร (substance)	
1	92-67-1	biphenyl-4-ylamine 4-aminobiphenyl xenylamine	ไบฟีนิล-4-อิลามีน 4-เอมีโนไบฟีนิล ซีนิลามีน
2	92-87-5	benzidine	เบนซิดีน
3	95-69-2	4-chloro-o-toluidine	4-คลอโร-ออร์โท-โทลูอิดีน
4	91-59-8	2-naphthylamine	2-แนฟทิลามีน
5	97-56-3	o-aminoazotoluene 4-amino-2',3-dimethylazobenzene 4-o-tolylazo-o-toluidine	ออร์โท-เอมีโนเอโซโทลูอิน 4-เอมีโน-2',3-ไดเมทิลเอโซเบนซีน 4-ออร์โท-โทลิลเอโซ-ออร์โท-โทลูอิดีน
6	99-55-8	5-nitro-o-toluidine	5-ไนโตร-ออร์โท-โทลูอิดีน
7	106-47-8	4-chloroaniline	4-คลอโรแอนิลีน
8	615-05-4	4-methoxy-m-phenylenediamine	4-เมทอกซี-เมตะ-ฟีนิลีนไดเอมีน
9	101-77-9	4,4'-methylenedianiline 4,4'-diaminodiphenylmethane	4,4'-เมทิลีนไดแอนิลีน 4,4'-ไดเอมีโนไดฟีนิลมีเทน
10	91-94-1	3,3'-dichlorobenzidine 3,3'-dichlorobiphenyl-4,4'-ylenediamine	3,3'-ไดคลอโรเบนซิดีน 3,3'-ไดคลอโรไบฟีนิล-4,4'-อิลีนไดเอมีน
11	119-90-4	3,3'-dimethoxybenzidine o-dianisidine	3,3'-ไดเมทอกซีเบนซิดีน ออร์โท-ไดแอนิสิดีน
12	119-93-7	3,3'-dimethylbenzidine 4,4'-bi-o-toluidine	3,3'-ไดเมทิลเบนซิดีน 4,4'-ไบ-ออร์โท-โทลูอิดีน
13	838-88-0	4,4'-methylenedi-o-toluidine	4,4'-เมทิลีนได-ออร์โท-โทลูอิดีน
14	120-71-8	6-methoxy-m-toluidine p-cresidine	6-เมทอกซี-เมตะ-โทลูอิดีน พารา-ครีซิดีน
15	101-14-4	4,4'-methylene-bis-(2-chloro-aniline) 2,2'-dichloro-4,4'-methylene-dianiline	4,4'-เมทิลีน-บีส-(2-คลอโร-แอนิลีน) 2,2'-ไดคลอโร-4,4'-เมทิลีน-ไดแอนิลีน
16	101-80-4	4,4'-oxydianiline	4,4'-ออกซีไดแอนิลีน
17	139-65-1	4,4'-thiodianiline	4,4'-ไทโอไดแอนิลีน

ตารางที่ 1 รายชื่อแโรแมติกแอมีนที่เป็นอันตราย (ต่อ)

ลำดับ ที่	หมายเลข CAS (CAS number)	ชื่อสาร (substance)	
18	95-53-4	o-toluidine 2-aminotoluene	ออร์โท-โทลูอิดีน 2-แอมิโนโทลูอีน
19	95-80-7	4-methyl-m-phenylenediamine	4-เมทิล-เมตะ-ฟีนิลีนไดแอมีน
20	137-17-7	2,4,5-trimethylaniline	2,4,5-ไทรเมทิลแอนิลีน
21	90-04-0	o-anisidine 2-methoxyaniline	ออร์โท-แอนิซิดีน 2-เมทอกซีแอนิซีน
22	60-09-3	4-aminoazobenzene p-aminoazobenzene	4-แอมิโนเอโซเบนซีน พารา-แอมิโนเอโซเบนซีน
23	95-68-1	2,4-xylidine	2,4-ไซลิดีน
24	87-62-7	2,6-xylidine	2,6-ไซลิดีน

- 3.1.2 โลหะหนักที่ปนเปื้อน
ต้องไม่เกินเกณฑ์ที่กำหนดในตารางที่ 2
การทดสอบให้ปฏิบัติตามข้อ 7.4

ตารางที่ 2 โลหะหนักที่ปนเปื้อน
(ข้อ 3.1.2)

โลหะหนัก	เกณฑ์ที่กำหนด mg/kg
ตะกั่ว	100
ปรอท	4
แคดเมียม	20
โครเมียมทั้งหมด	100
โครเมียม (VI)	25
ทองแดง	250
นิกเกิล	200
โคบอลต์	500

หมายเหตุ กรณีที่สีซัลเฟอร์มีโลหะหนักเป็นองค์ประกอบเชิงซ้อน อยู่ในโครงสร้าง
ผู้ทำต้องแจ้งสำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม และให้ยกเว้น
ไม่ต้องทดสอบโลหะหนักนั้น

3.2 ค่าความแตกต่างของสี

ค่าความแตกต่างของสีต้องไม่เกิน 0.5 หน่วยซีเอ็มซี (Colour Measurement Committee, CMC unit)
การทดสอบให้ปฏิบัติตามข้อ 7.5

3.3 ความคงทนของสีต่อแสง (แสงซินอนอาร์ก)

ต้องมีระดับความคงทนของสีต่อแสงเป็นไปตามที่ผู้ทำระบุไว้ในคู่มือแนะนำของผู้ทำ โดยจะคลาดเคลื่อน
จากค่าที่ระบุได้ไม่เกินครึ่งระดับ*

การทดสอบให้ปฏิบัติตามข้อ 7.6

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

3.4 ความคงทนของสีต่อการซัก

ต้องมีระดับความคงทนของสีต่อการซักเป็นไปตามที่ผู้ทำระบุไว้ในคู่มือแนะนำของผู้ทำโดยจะคลาดเคลื่อน
จากค่าที่ระบุได้ไม่เกินครึ่งระดับ*

การทดสอบให้ปฏิบัติตามข้อ 7.7

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

4. การบรรจุ

4.1 ให้บรรจุสีซัลเฟอร์ในภาชนะบรรจุที่สะอาดแห้ง ปิดได้สนิท และไม่ทำปฏิกิริยากับสีซัลเฟอร์

4.2 หากมิได้ตกลงกันเป็นอย่างอื่น ให้นำหนักสุทธิของสีซัลเฟอร์ในแต่ละภาชนะบรรจุเป็น 15 กิโลกรัม
20 กิโลกรัม 25 กิโลกรัม 30 กิโลกรัม และ 60 กิโลกรัม และต้องไม่น้อยกว่าที่ระบุไว้ที่ฉลาก

5. เครื่องหมายและฉลาก

5.1 ที่ภาชนะบรรจุสีซัลเฟอร์ทุกหน่วย อย่างน้อยต้องมีเลข อักษร หรือเครื่องหมายแจ้งรายละเอียดต่อไปนี้
ให้เห็นได้ง่าย ชัดเจน

- (1) ชื่อผลิตภัณฑ์ตามมาตรฐานนี้หรือชื่ออื่นที่สื่อความหมายว่าเป็นผลิตภัณฑ์ตามมาตรฐานนี้
- (2) ชื่อเฉพาะของสี ประกอบด้วย ชื่อทางการค้าและเฉดสี เช่น Augu-s Yellow 3R
- (3) ความเข้มของสี เป็นร้อยละ (ถ้ามี)
- (4) น้ำหนักสุทธิ เป็นกรัมหรือกิโลกรัม
- (5) รหัสรุ่นที่ทำและปีที่ทำ
- (6) ชื่อผู้ทำหรือโรงงานที่ทำ หรือเครื่องหมายการค้าที่จดทะเบียน
- (7) คำเตือนเกี่ยวกับอันตรายที่อาจเกิดขึ้น เช่น มีสารพิษ ห้ามรับประทาน

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

6. การชักตัวอย่างและเกณฑ์ตัดสิน

- 6.1 การชักตัวอย่างและเกณฑ์ตัดสิน ให้เป็นไปตามภาคผนวก ก.

7. การทดสอบ

- 7.1 ให้ใช้วิธีวิเคราะห์ที่กำหนดในมาตรฐานนี้หรือวิธีอื่นใดที่ให้ผลเทียบเท่า ในกรณีที่มีข้อโต้แย้งให้ใช้วิธีที่กำหนดในมาตรฐานนี้เป็นวิธีตัดสิน
- 7.2 หากมิได้กำหนดไว้เป็นอย่างอื่น น้ำกลั่นและสารเคมีที่ใช้ต้องมีความบริสุทธิ์เหมาะสมสำหรับใช้ในห้องปฏิบัติการ
- 7.3 การทดสอบแอมโมเนียมไอโอสระ
- 7.3.1 หลักการ
- สีซัลเฟอร์ตัวอย่างทำปฏิกิริยากับโซเดียมไดไทโอไนต์ (sodium dithionite) ในสารละลายซีเทรตบัฟเฟอร์ ความเป็นกรด-ด่าง (pH) 6 ที่อุณหภูมิ (70 ± 2) องศาเซลเซียส จะเกิดการแตกตัวให้แอมโมเนียมไอโอสระ ทำให้บริสุทธิ์ขึ้นโดยใช้การสกัดด้วยของเหลว (liquid-liquid extraction) ในไดอะทอมเมเชียสเอิร์ทคอลัมน์ (diatomaceous earth column) ทำให้เข้มข้นขึ้นด้วยเครื่องระเหยแบบหมุนระบบสุญญากาศ (rotary vacuum evaporator) และตรวจวัดแอมโมเนียมไอโอสระด้วยวิธีก๊าซโครมาโทกราฟี/แมสสเปกโตรเมตรี (gas chromatography / mass spectrometry, GC/MS)
- 7.3.2 เครื่องมือ
- 7.3.2.1 เครื่องชั่ง ละเอียดถึง 0.0001 กรัม
 - 7.3.2.2 อ่างน้ำที่ควบคุมอุณหภูมิได้ พร้อมเครื่องเขย่า
 - 7.3.2.3 ก๊าซโครมาโทกราฟี / แมสสเปกโตรมิเตอร์
 - 7.3.2.4 เครื่องระเหยระบบสุญญากาศแบบหมุน
 - 7.3.2.5 หลอดทดลองแบบมีฝาปิด ขนาด 30 มิลลิลิตร

- 7.3.2.6 ไมโครปิเปตต์ (micro pipette) ขนาด (100 ถึง 1 000) ไมโครลิตร และ (20 ถึง 200) ไมโครลิตร
- 7.3.2.7 ปิเปตต์ ขนาด 1 มิลลิลิตร และ 3 มิลลิลิตร
- 7.3.1 สารเคมี สารละลายและวิธีเตรียม
 - 7.3.3.1 สารละลายซีเทรต/โซเดียมไฮดรอกไซด์บัฟเฟอร์ ความเป็นกรด-ด่าง 6 ความเข้มข้น 0.06 โมลต่อลิตร
 - 7.3.3.2 สารละลายโซเดียมไดไทโอไนต์ ความเข้มข้น 200 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร โดยใช้น้ำเป็นตัวทำละลาย ต้องเตรียมและใช้งานทันที
 - 7.3.3.3 เทอเซอร์-บิวทิลเมทิลอีเทอร์
 - 7.3.3.4 เมทานอล ชั้นคุณภาพ GC/HPLC
 - 7.3.3.5 ไดอะทอมเมซีลเอิร์ทคอลัมน์
ให้ใช้ไดอะทอมเมซีลเอิร์ทคอลัมน์สำเร็จรูป ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 25 มิลลิเมตร ถึง 30 มิลลิเมตร ยาว 140 มิลลิเมตร ถึง 150 มิลลิเมตร หรือเตรียมโดยใช้ไดอะทอมเมซีลเอิร์ท 20 กรัม บรรจุในคอลัมน์แก้วหรือพอลิโพรพิลีนขนาดเดียวกัน
 - 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-อะมิโนควินาลดีน (4 aminoquinaldine) หมายเลข CAS 6628-04-2
 - (4) แอนทราซีน-ดี 10 (anthracene-d-10) หมายเลข CAS 1719-06-8เตรียมสารละลายมาตรฐานสอบเทียบภายในให้มีความเข้มข้นที่เหมาะสม โดยใช้เมทานอลเป็นตัวทำละลาย
- 7.3.4 วิธีทดสอบ
 - 7.3.4.1 ชั่งซีลเฟอร์ตัวอย่างประมาณ 0.1 กรัม ให้ได้ค่าละเอียดถึง 0.000 1 กรัม (m_0) ใส่ลงในหลอดทดลองขนาด 30 มิลลิลิตร เติมสารละลายซีเทรตบัฟเฟอร์ 17 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิ (70 ± 2) องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที แล้วปิดฝา เขย่าให้เข้ากัน นำไปอุ่นในอ่างน้ำที่อุณหภูมิ (70 ± 2) องศาเซลเซียส พร้อมเขย่า เป็นเวลา 30 นาที
 - 7.3.4.2 เติมสารละลายโซเดียมไดไทโอไนต์ 3 มิลลิลิตร ลงในหลอดทดลอง ปิดฝาให้แน่น เขย่าต่อที่อุณหภูมิ (70 ± 2) องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที

- 7.3.4.3 นำออกมาทำให้เย็นถึงอุณหภูมิห้องภายใน 2 นาที เช่น แช่ในอ่างน้ำแข็ง แล้วเทสารละลายตัวอย่างลงในโคอะทอเมเชียสเอิร์ทคอลัมน์ ปล่อยให้เป็นเวลา 15 นาที
- 7.3.4.4 เติมเทอเซอร์-บิวทิลเมทิลเอเทอร์ 10 มิลลิลิตร ลงในหลอดทดลองที่มีตัวอย่าง ปิดฝาเขย่าแรง ๆ เทสารละลายตัวอย่างลงในโคอะทอเมเชียสเอิร์ทคอลัมน์ ทำซ้ำโดยใช้เทอเซอร์-บิวทิลเมทิลเอเทอร์ 10 มิลลิลิตร และ 20 มิลลิลิตร และครั้งสุดท้ายเติมเทอเซอร์-บิวทิลเมทิลเอเทอร์ 40 มิลลิลิตร ลงในคอลัมน์โดยตรง เก็บสารละลายที่ผ่านคอลัมน์ในขวดแก้วกันกลม
- 7.3.4.5 นำสารละลายที่ได้ไปทำให้เข้มข้นขึ้นโดยระเหยด้วยเครื่องระเหยระบบสูญญากาศแบบหมุน อุณหภูมิของอ่างน้ำร้อนไม่เกิน 40 องศาเซลเซียส จนสารละลายตัวอย่างเกือบแห้ง (เหลือสารละลายประมาณ 1 มิลลิลิตร)
- 7.3.4.6 เติมเมทานอลปรับปริมาตรที่เหมาะสม บันทึกปริมาตร (V)
- 7.3.4.7 นำสารละลายที่ได้ไปตรวจวัดด้วยก๊าซโครมาโทกราฟ/แมสสเปกโตรมิเตอร์ โดยใช้สารละลายมาตรฐานตามข้อ 7.3.3.6 และสารละลายมาตรฐานภายในตามข้อ 7.3.3.7
- 7.3.5 วิธีคำนวณ
- คำนวณหาปริมาณแอรโม่ติกแอมีนอิสระ จากสูตร
- $$\text{ปริมาณแอรโม่ติกแอมีนอิสระ มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม} = \frac{c_s \times V}{m_0}$$
- เมื่อ c_s คือ ความเข้มข้นที่วัดได้ เป็นมิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร
- V คือ ปริมาตรสุดท้ายของสารละลายตัวอย่าง (ตามข้อ 7.3.4.6) เป็นมิลลิลิตร
- m_0 คือ มวลของสัซัลเฟอร์ตัวอย่าง เป็นกรัม

7.4 การวิเคราะห์โลหะหนักที่ปนเปื้อน

7.4.1 การวิเคราะห์โลหะหนักยกเว้นโครเมียมเฮกซะวาเลนต์

7.4.1.1 หลักการ

ย่อยสัซัลเฟอร์ตัวอย่างด้วยกรดไนตริกเข้มข้นในเครื่องย่อยระบบไมโครเวฟ (microwave digestion) วิเคราะห์หาโลหะหนักด้วยวิธีอะตอมิกแอบซอร์ปชันสเปกโตรเมตรี (atomic absorption spectroscopy, AAS) หรือด้วยวิธีอินดักทีฟลีคัปเปิลพลาสมาสเปกโตรเมตรี (inductively coupled plasma spectrometry, ICP)

7.4.1.2 เครื่องมือ

- (1) เครื่องชั่ง ละเอียดถึง 0.0001 กรัม
- (2) เครื่องย่อยระบบไมโครเวฟ ที่มีระบบควบคุมและตรวจวัดอุณหภูมิและความดัน มีระบบป้องกันอันตรายที่เกิดจากการใช้งาน สามารถปล่อยความดันออกเมื่อมีความดันเกินความดันที่ตั้งไว้พร้อมหลอดสำหรับย่อย (digestion vessel) ขนาด 120 มิลลิลิตร
- (3) อะตอมิกแอบซอร์ปชันสเปกโตรมิเตอร์ หรืออินดักทีฟลีคัปเปิลพลาสมาสเปกโตรมิเตอร์

7.4.1.3 สารเคมี สารละลายและวิธีเตรียม

- (1) กรดไนตริกเข้มข้น ความหนาแน่น 1.49 กรัมต่อมิลลิลิตร
- (2) สารละลายกรดไนตริก ร้อยละ 0.2 โดยปริมาตร สารละลายนี้ใช้สำหรับเตรียมสารละลายมาตรฐานโลหะหนักเพื่อตรวจวัดด้วยอะตอมิกแอบซอร์ปชันสเปกโทรมิเตอร์
ใช้ปิเปตต์ดูดกรดไนตริกเข้มข้น 2 มิลลิลิตร ใส่ในขวดแก้วปริมาตรขนาด 1 000 มิลลิลิตร ที่มีน้ำกลั่นอยู่ประมาณ 500 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร
- (3) สารละลายกรดไนตริก ร้อยละ 1.0 โดยปริมาตร สารละลายนี้ใช้สำหรับเตรียมสารละลายมาตรฐานโลหะหนักเพื่อตรวจวัดด้วยอินดักทีฟลีคัปเปิลพลาสมาสเปกโทรมิเตอร์
ใช้ปิเปตต์ดูดกรดไนตริกเข้มข้น 10 มิลลิลิตร ใส่ในขวดแก้วปริมาตรขนาด 1 000 มิลลิลิตร ที่มีน้ำกลั่นอยู่ประมาณ 500 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร
- (4) สารละลายมาตรฐานโลหะหนัก
เตรียมสารละลายมาตรฐานโลหะหนักความเข้มข้นที่เหมาะสมในช่วงที่ต้องการวัดอย่างน้อย 3 ความเข้มข้น กรณีที่ตรวจวัดด้วยอะตอมิกแอบซอร์ปชันสเปกโทรมิเตอร์ ใช้สารละลายกรดไนตริก ร้อยละ 0.2 โดยปริมาตร เป็นตัวทำละลาย กรณีที่ตรวจวัดด้วยอินดักทีฟลีคัปเปิลพลาสมาสเปกโทรมิเตอร์ ใช้สารละลายกรดไนตริก ร้อยละ 1.0 โดยปริมาตร เป็นตัวทำละลาย

7.4.1.4 วิธีทดสอบ

- (1) ชั่งลีชัลเฟอร์ตัวอย่างในช่วง 0.25 กรัม ถึง 0.5 กรัม ให้ได้ค่าละเอียดถึง 0.000 1 กรัม (*m*) ใส่ลงในหลอดสำหรับย่อย
- (2) เติมกรดไนตริกเข้มข้น 5 มิลลิลิตร ถึง 10 มิลลิลิตร หรือตามที่ระบุในคู่มือการใช้งานของเครื่องย่อยระบบไมโครเวฟ
- (3) ปรับอุณหภูมิและความดันของเครื่องย่อยระบบไมโครเวฟ ตามภาวะที่กำหนดในคู่มือการใช้งานย่อยตัวอย่าง
- (4) หลังการย่อย ปล่อยให้เย็นอุณหภูมิของสารละลายตัวอย่างลดลงเท่าอุณหภูมิห้อง เทใส่ขวดแก้วปริมาตร ขนาด 25 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนปริมาตรถึงขีดปริมาตร (*V*)
- (5) นำสารละลายตัวอย่างไปตรวจวัดด้วยอะตอมิกแอบซอร์ปชันสเปกโทรมิเตอร์ หรืออินดักทีฟลีคัปเปิลพลาสมาสเปกโทรมิเตอร์ เทียบกับกราฟมาตรฐานสอบเทียบที่ได้จากการวัดสารละลายมาตรฐานโลหะหนักแต่ละตัว หากความเข้มข้นของสารละลาย

ตัวอย่างเกินกว่าช่วงความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน โลหะหนักในกราฟสอบเทียบ ให้เจือจางสารละลายตัวอย่างด้วยน้ำกลั่น แล้วตรวจวัดใหม่

7.4.1.5 วิธีคำนวณ

คำนวณหาปริมาณโลหะหนักแต่ละตัว จากสูตร

$$\text{ปริมาณโลหะหนัก มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม} = \frac{c \times V \times F}{m}$$

เมื่อ c คือ ความเข้มข้นที่วัดได้จากกราฟสอบเทียบ เป็นมิลลิกรัมต่อลิตร

V คือ ปริมาตรของสารละลายที่เตรียมได้ เป็นมิลลิลิตร

F คือ จำนวนเท่าที่เจือจางด้วยน้ำกลั่นเทียบกับปริมาตรเดิม เป็นเท่า

m คือ มวลของสัซลเฟอร์ตัวอย่าง เป็นกรัม

7.4.2 การวิเคราะห์โครเมียมเฮกซะวาเลนต์

7.4.2.1 หลักการ

สกัดโครเมียมเฮกซะวาเลนต์ในสัซลเฟอร์ตัวอย่างด้วยสารละลายสำหรับสกัด(digestion solution) ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส ถึง 95 องศาเซลเซียส กรอง ปรับความเป็นกรด-ด่างเป็น (9.0 ± 0.5) และนำสารละลายที่ได้ไปตรวจวัดด้วยวิธีไอออนโครมาโทกราฟี (ion chromatography) เทียบกับสารละลายมาตรฐานโครเมียมเฮกซะวาเลนต์

7.4.2.2 เครื่องมือ

- (1) เครื่องชั่ง ละเอียดถึง 0.0001 กรัม
- (2) เครื่องให้ความร้อนพร้อมเครื่องคนแม่เหล็กไฟฟ้า ที่ควบคุมอุณหภูมิได้ที่ (90 ± 5) องศาเซลเซียส
- (3) เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง ความละเอียดไม่น้อยกว่า 0.01
- (4) ไอออนโครมาโทกราฟี

7.4.2.3 สารเคมี สารละลายและวิธีเตรียม

- (1) สารละลายกรดไนตริกเข้มข้น 5 โมลต่อลิตร
- (2) แมกนีเซียมคลอไรด์
- (3) สารละลายสำหรับสกัด

ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (20 ± 0.5) กรัม และโซเดียมคาร์บอเนต (30.0 ± 0.05) กรัม ในน้ำกลั่น และเติมน้ำกลั่นจนปริมาตรเป็น 1 000 มิลลิลิตร เก็บสารละลายนี้ไว้ในขวดพลาสติกพอลิเอทิลีน สารละลายนี้มีอายุการใช้งาน 1 เดือน

- (4) สารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์
ละลายไดโพแทสเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟต (K_2HPO_4) 87.09 กรัม และโพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต (KH_2PO_4) 68.04 กรัม ในน้ำกลั่น 700 มิลลิลิตร และเติมน้ำกลั่นจนปริมาตรเป็น 1 000 มิลลิลิตร
- (5) สารละลายบัฟเฟอร์
ละลายแอมโมเนียมซัลเฟต 33 กรัม ในน้ำกลั่น 75 มิลลิลิตร เติมสารละลายแอมโมเนียมร้อยละ 30 โดยมวล 6.5 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรให้เป็น 100 มิลลิลิตร
- (6) สารละลายมาตรฐานโครเมียมเฮกซะวาเลนซ์
เตรียมสารละลายมาตรฐานโครเมียมเฮกซะวาเลนซ์ ความเข้มข้นที่เหมาะสมในช่วงที่ต้องการวัดอย่างน้อย 3 ความเข้มข้น โดยเตรียมจากสารละลายมาตรฐานโครเมียมเฮกซะวาเลนซ์ 1 000 มิลลิกรัมต่อลิตร และใช้น้ำกลั่นเป็นตัวทำละลาย
- (7) ตัวชะ (eluant)
ละลายแอมโมเนียมซัลเฟต 33 กรัม ด้วยน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร เติมสารละลายแอมโมเนียมร้อยละ 30 โดยมวล 6.5 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนปริมาตรเป็น 1 000 มิลลิลิตร และไล่ก๊าซด้วยฮีเลียม 5 นาทีถึง 10 นาที ก่อนใช้งาน
- (8) สารทำปฏิกิริยาหลังแยก (post-column reagent)
เตรียมสารละลาย 2 ชนิด คือ
ก) ละลาย 1,5-ไดฟีนิลคาร์บาไรด์ 0.5 กรัม ในเมทานอล 100 มิลลิลิตร
ข) เติมกรดซัลฟูริก ร้อยละ 98 จำนวน 28 มิลลิลิตรลงในน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร แล้วไล่ก๊าซด้วยฮีเลียม
นำสารละลาย ข) เติมน้ำกลั่นจนปริมาตรเป็น 1 000 มิลลิลิตร

7.4.2.4 วิธีทดสอบ

- (1) ชั่งสี่ซัลเฟอร์ตัวอย่าง (2.5 ± 0.1) กรัม ให้ได้ค่าละเอียดถึง 0.000 1 กรัม (m) ในหลอดสำหรับย่อย (digestion vessel) เติมสารละลายสำหรับสกัด 50 มิลลิลิตร แมกนีเซียมคลอไรด์ 400 มิลลิกรัม สารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.5 มิลลิลิตร
- (2) คนสารละลายในข้อ (1) บนเครื่องคนแม่เหล็กไฟฟ้า (magnetic stirrer) เป็นเวลาอย่างน้อย 5 นาที ให้ความร้อนพร้อมคน ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส ถึง 95 องศาเซลเซียส เป็นเวลาอย่างน้อย 60 นาที
- (3) ปล่อยให้สารละลายตัวอย่างเย็นลงจนถึงอุณหภูมิห้อง กรอง ล้างด้วยน้ำกลั่น เก็บน้ำที่ล้างรวมกับสารละลายที่กรองได้ ปรับความเป็นกรด-ด่างเป็น (9.0 ± 0.5) โดยใช้

กรดไนตริกเข้มข้น ใส่ลงในขวดแก้วปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนถึง
ขีดปริมาตร

- (4) เตรียมสารละลายแบบลงก์เช่นเดียวกับการเตรียมตัวอย่างทุกประการแต่ไม่ต้องใส่ตัวอย่าง
- (5) นำสารละลายที่ได้ปรับความเป็นกรด-ด่างให้ได้ 9 ถึง 9.5 ด้วยสารละลายบัฟเฟอร์
แล้วไปตรวจวัดด้วยเครื่องไอออนโครมาโทกราฟี เทียบกับความเข้มข้นของ
สารละลายมาตรฐานโครเมียมเฮกซะวาเลนต์ โดยมีสถานะดังนี้

คอลัมน์: การ์ดคอลัมน์ – ไดโอนซ์ ไอออนแพค เอ็นจีโอ (Dionex IonPac NGI)
คอลัมน์แยก – ไดโอนซ์ ไอออนแพค เอเอส7 (Dionex IonPac AS7)
หรือคอลัมน์ชนิดอื่นที่เทียบเท่า

ตัวชะ: สารละลายตัวชะข้อ 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

7.4.2.5 วิธีคำนวณ

คำนวณหาปริมาณโครเมียมเฮกซะวาเลนต์ จากสูตร

$$\text{ปริมาณโครเมียมเฮกซะวาเลนต์ มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม} = \frac{(c_s - c_d) \times V \times F}{m}$$

เมื่อ c_s คือ ความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างที่วัดได้เมื่อเทียบกับกราฟมาตรฐาน เป็น
ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร

c_d คือ ความเข้มข้นของสารละลายแบบลงก์ที่วัดได้เมื่อเทียบกับกราฟมาตรฐาน เป็น
ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร

V คือ ปริมาตรสุดท้าย เป็นมิลลิลิตร

F คือ จำนวนเท่าที่เจือจาง เป็นเท่า

m คือ มวลของสีซัลเฟอร์ตัวอย่าง เป็นกรัม

7.5 การทดสอบค่าความแตกต่างของสี

7.5.1 เครื่องมือ

7.5.1.1 เครื่องชั่ง ละเอียดถึง 0.0001 กรัม

7.5.1.2 เครื่องย้อมที่มีภาชนะไม่น้อยกว่า 2 ใบ สำหรับย้อมผ้าตัวอย่างได้พร้อมกัน และควบคุม
อุณหภูมิของน้ำย้อมให้คงที่ได้ (ความคลาดเคลื่อนไม่เกิน ± 1 องศาเซลเซียส)

- 7.5.1.3 มาตรเทียบสี (colourimeter) ที่ใช้แหล่งกำเนิดแสงมาตรฐาน (Illuminant) D₆₅ มีช่องเปิดสำหรับวางตัวอย่างที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง หรือความกว้างและความยาวไม่น้อยกว่า 2 เซนติเมตร และสามารถให้ค่าความแตกต่างของสีของตัวอย่างที่เปรียบเทียบได้ละเอียดถึง 0.1 หน่วย CMC
 - 7.5.1.4 ผ้าฝ้ายลายขัดสีขาวที่ทอด้วยเส้นด้ายฝ้ายขนาด 9.8 เทกซ์ หรือ 14.8 เทกซ์ ที่ผ่านการฟอกขาวและทำความสะอาด ปราศจากแป้งและสารตกค้าง หรือผ้าฝ้ายตามที่ผู้ทำกำหนด ในการทดสอบแต่ละครั้งให้ใช้ผ้าฝ้ายชนิดเดียวกัน
 - 7.5.1.5 สีชัลเฟอร์มาตรฐาน ที่ผู้ทำกำหนดไว้เป็นมาตรฐาน และนำมามอบให้สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมเก็บไว้ในชั้นต้น เพื่อเป็นสีมาตรฐานสำหรับการเทียบสีตัวอย่าง
- 7.5.2 วิธีย้อม
- 7.5.2.1 ย้อมผ้าฝ้ายด้วยสีชัลเฟอร์มาตรฐานตามคู่มือแนะนำของผู้ทำ ให้ได้ระดับความเข้มของสีมาตรฐาน 1/1 แล้วรีดให้เรียบที่อุณหภูมิเหมาะสมกับเส้นใย
 - 7.5.2.2 ย้อมผ้าฝ้ายด้วยสีชัลเฟอร์ตัวอย่างในอีกภาชนะหนึ่งควบคู่ไปกับการย้อมในข้อ 7.5.2.1 โดยใช้ปริมาณสีชัลเฟอร์ตัวอย่างและน้ำหนักผ้าเท่ากับที่ใช้ในข้อ 7.5.2.1 และให้ใช้ภาวะและวิธีการย้อมที่เหมือนกันทุกประการ แล้วรีดให้เรียบ
 - 7.5.2.3 วิธีทดสอบ
ใช้มาตรเทียบสีหาค่าความแตกต่างของสีของผ้าย้อมตามข้อ 7.5.2.1 และข้อ 7.5.2.2 โดยให้ทบผ้า หลาย ๆ ชั้นจนแสงไม่สามารถส่องผ่านได้
- 7.6 การทดสอบความคงทนของสีต่อแสง (แสงซินอนอาร์ก)
ย้อมผ้าฝ้ายตามข้อ 7.5.2.2 แล้วทดสอบตาม มอก.121 เล่ม 2
- 7.7 การทดสอบความคงทนของสีต่อการซักฟอก
ย้อมผ้าฝ้ายตามข้อ 7.5.2.2 แล้วทดสอบตาม มอก.121 เล่ม 3 วิธีที่ 1

ภาคผนวก ก.

การชักตัวอย่างและเกณฑ์ตัดสิน

(ข้อ 7.1)

- ก.1 รุ่น ในที่นี้ หมายถึง สีซัลเฟอร์ซ็อสีเดียวกัน ที่ทำขึ้นในคราวเดียวกัน
- ก.2 การชักตัวอย่างและการยอมรับ ให้เป็นไปตามแผนการชักตัวอย่างที่กำหนดต่อไปนี้ หรืออาจใช้แผนการชักตัวอย่างอื่นที่เทียบเท่ากันทางวิชาการกับแผนที่กำหนดไว้
- ก.2.1 การชักตัวอย่างและการยอมรับสำหรับการทดสอบการบรรจุและเครื่องหมายและฉลาก
- ก.2.1.1 ให้ชักตัวอย่างโดยวิธีสุ่มจากรุ่นเดียวกัน จำนวน 3 หน่วยภาชนะบรรจุ
- ก.2.1.2 ตัวอย่างต้องเป็นไปตามข้อ 4. และข้อ 5. จึงจะถือว่าสีซัลเฟอร์รูนนั้นเป็นไปตามเกณฑ์ที่กำหนด
- ก.2.2 การชักตัวอย่างและการยอมรับสำหรับการทดสอบคุณลักษณะที่ต้องการ
- ก.2.2.1 ให้ใช้ตัวอย่างจากข้อ ก.2.1.1 โดยชักตัวอย่างจากแต่ละภาชนะบรรจุ ที่ระดับต่าง ๆ กัน 3 จุด จุดละเท่า ๆ กัน นำมารวมกันให้ได้น้ำหนักรวมไม่น้อยกว่า 100 กรัม
- ก.2.2.2 ตัวอย่างต้องเป็นไปตามข้อ 3. จึงจะถือว่าสีซัลเฟอร์รูนนั้นเป็นไปตามเกณฑ์ที่กำหนด
- ก.3 เกณฑ์ตัดสิน
- สีซัลเฟอร์ตัวอย่างต้องเป็นไปตามข้อ ก.2.1.2 และข้อ ก.2.2.2 ทุกข้อ จึงจะถือว่าสีซัลเฟอร์รูนนั้นเป็นไปตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมนี้