



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۰-۱۳۷۳۷

چاپ اول

اردیبهشت ۱۳۹۲

INSO

13737-10

1st. Edition

Apr.2013

پلاستیک ها - مواد و کالاهای در تماس با
مواد غذایی - قسمت ۱۰:

روش آزمون برای مهاجرت کل در روغن

زیتون

(روش اصلاح شده برای استفاده در

مواردیکه استخراج ناقص روغن زیتون اتفاق

می افتد)

**Plastics-Materials and articles in contact
with foodstuffs**

**Part 10: Test methods for overall migration
into olive oil**

**(modified method for use in cases where
incomplete extraction of olive oil occurs)**

ICS:67.250



مرجع آموزش و خرید و فروش زیتون رودبار و حومه

www.zeytoonchi.ir

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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 پیشنهادات 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)^۱، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ 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 استاندارد 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
پلاستیک ها - مواد و کالاهای در تماس با مواد غذایی - قسمت ۱۰
روش آزمون برای مهاجرت کل در روغن زیتون
(روش اصلاح شده برای استفاده در مواردیکه استخراج ناقص روغن زیتون اتفاق می افتد)

رئیس:

هیئت علمی دانشکده پلیمر دانشگاه
صنعتی امیر کبیر

احمدی ، زاهد
(دکترای مهندسی پلیمر)

دبیر:

کارشناس اداره کل استاندارد استان
تهران

حقوقی فرد ، افسانه
(فوق لیسانس MBA)

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

کارشناس آزمایشگاه بسپار فرایند
پارس

اسماعیلیان ، زهرا
(لیسانس مهندسی پلیمر)

مسئول فنی آزمایشگاه بسپار فرایند
پارس

جعفری ، مریم
(دکتری پلیمر)

مسئول فنی شرکت ماندانا شیمی

خوانساری ، سپیده
(لیسانس مهندسی شیمی)

مدیر آزمایشگاه پاک بنیان

علمی زاده ، زهرا
(لیسانس مهندسی پلیمر)

شرکت خاتم پلیمر

صنعتی نیا مقدم ، صالحه
(لیسانس مهندسی پلیمر)

کارشناس اداره کل استاندارد تهران

نجف زاده ، نرگس

(فوق لیسانس مدیریت اجرایی)

کارشناس اداره کل استاندارد تهران

نیک بین ، حمیده

(فوق لیسانس علوم بهداشتی در تغذیه)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
۵	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۲	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصول روش
۳	۴ مواد و/واکنشگرها
۴	۵ وسایل
۴	۶ آماده سازی نمونه ها
۴	۷ روش کار
۶	۸ بیان نتایج
۶	۹ گزارش آزمون
۷	پیوست الف (الزامی)
۸	پیوست ب (الزامی)

پیش گفتار

استاندارد " مواد وکالاهای در تماس با مواد غذایی- روش اصلاح شده برای استفاده در مواردیکه استخراج ناقص روغن زیتون اتفاق می افتد " که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط کمیسیون های مربوطه توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده است و در یکصد و چهاردهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد بسته بندی مورخ ۱۳۹۱/۱۲/۲ 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 می شود .

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت های 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 تجدید نظر استانداردهای ملی استفاده کرد .

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

EN 1186- 10;2002, Materials and articles in contact with foodstuffs- Plastics– Part 10: Test methods for overall migration into olive oil (modified method for use in cases where incomplete extraction of olive oil occurs)

پلاستیک ها - مواد و کالاهای در تماس با مواد غذایی : قسمت ۱۰

روش آزمون برای مهاجرت کل در روغن زیتون

(روش اصلاح شده برای استفاده در مواردیکه استخراج ناقص روغن زیتون اتفاق میافتد)

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش های آزمون برای تعیین مهاجرت کل از مواد و کالاهای پلاستیکی به مواد مشابه غذایی چرب، از طریق غوطه وری کامل آزمون در مشابه غذایی چرب در دماهای بالای 5°C تا 175°C در زمان های مشخص، می باشد.

در بعضی از پلاستیک هایی که طبق روش های آزمون استاندارد ملی شماره ۲-۱۳۷۳۷ و سال ۱۳۹۱ و EN1186-4 و BS 4 و BS EN1186-6 و BS EN1186-8 و BS EN1186-12 و BS EN1186-13 آزمون شده اند، فرایند استخراج به روش سوکسله نمی تواند روغن زیتون جذب شده از آزمون ها را بصورت کامل بازیابی کند. در این روش روغن زیتون از آزمون پلاستیک بوسیله حل کردن آنها در کلروفرم، تولوئن، زایلن یا تترا هیدروفوران جدا میشود.

این استاندارد برای پلاستیک هایی مناسب است که از طریق غوطه وری کامل، مطابق استاندارد ملی شماره ۲-۱۳۷۳۷ و سال ۱۳۹۱، از طریق سل، مطابق EN1186-4، بوسیله کیسه، مطابق EN1186-6، و بوسیله پرکردن، مطابق EN1186-8، و یا انجام آزمون در دماهای پایین و بالا، مطابق EN1186-12 و EN1186-13، با روغن زیتون در تماس بوده اند.

دامنه کاربرد این استاندارد پلاستیک هایی هستند که در کلروفرم، تولوئن، زایلن یا تترا هیدرو فوران قابل حل و در متانول غیر قابل حل هستند، هر جا که در EN1186-2 به این روش ارجاع داده شده باشد، بند مناسب از قسمت مرتبط از استاندارد EN1186-2 جایگزین می شود.

این روش همچنین برای پلاستیک هایی که حلالیت جزئی در کلروفرم، تولوئن و زایلن یا تترا هیدرو فوران دارند و در متانول غیر قابل حل هستند کاربرد دارد.

یادآوری ۱- این روش آزمون برای استفاده با مشابه غذایی چرب، روغن زیتون، نوشته شده است. روش آزمون همچنین می تواند با اعمال اصلاحات مناسب با دیگر مشابه های غذایی که مشابه D (مخلوطی از تری گلیسیرید ها، روغن آفتابگردان و روغن ذرت) نامیده می شوند، بکار رود. این مشابه های غذایی چرب، کروماتوگرام های متفاوتی برای متیل استرهای آنها در مقایسه با متیل استرهای روغن زیتون، ایجاد خواهند کرد. پیک های مناسب کروماتوگرام حاصل از متیل استر های سایر مشابه های غذایی چرب را برای تعیین کمی مشابه استخراج شده از آزمون، انتخاب کنید.

یادآوری ۲- اگر ثابت شده است که مهاجرت کل از پلاستیک ها به روغن زیتون با استفاده از این روش ها و یا روش های استاندارد ملی شماره ۲-۱۳۷۳۷ و سال ۱۳۹۱، و استاندارد های EN1186-4 و EN1186-6 و EN1186-8 نمی تواند تعیین شود، باید استفاده از روش های آزمون جایگزین در نظر گرفته شود. استاندارد استاندارد ملی شماره ۱-۱۳۷۳۷ و سال ۱۳۹۱، را ببینید.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن ها ارجاع داده شده است . بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران 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 آن ها ارجاع داده شده است ، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه های بعدی آن ها مورد نظر است . استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است :

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ سال ۹۱ -پلاستیک ها -مواد وکالاهای در تماس با مواد غذایی - قسمت ۱ : راهنما برای انتخاب شرایط و روش های آزمون برای مهاجرت کل .
2-2 EN 1186-2:2002, Materials and articles in contact with foodstuffs- Plastics- Part 2: Test methods for overall migration into olive oil by total immersion

۳ اصول روش

مهاجرت کل از یک نمونه پلاستیک ، مانند پلی استایرن ، بصورت کاهش در جرم آزمون پس از غوطه وری در روغن زیتون محاسبه می شود.
انتخاب شرایط آزمون طبق شرایط کاربرد تعیین شده در بند های ۴ و ۵ و ۶ از استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ انجام خواهد شد.
آزمونه ها با جرم معلوم در دمای متغیر بین 5°C تا 175°C به مدت معین، با روغن زیتون تماس داده می شود، سپس از روغن زیتون بیرون آورده شده و روغن چسبیده به سطح آن زدوده شده و مجدداً وزن می گردد. معمولاً این آزمون ها روغن زیتون جذب شده را حفظ خواهند کرد که بوسیله روش انحلال و ته نشینی استخراج شده و پس از تبدیل به متیل استر ها بوسیله کروماتوگرافی گازی بصورت کمی تعیین می شود. متیلاسیون بوسیله واکنش کمپلکس تری فلورایدبورن / متانول با اسید های چرب تشکیل شده از طریق هیدرولیز روغن با هیدروکسید پتاسیم، انجام می شود.
در مواردیکه پلاستیک کاملاً قابل حل نیست ، تورم پلاستیک در حلال باید به نحوی باشد که روغن زیتون جذب شده بتواند از پلاستیک جدا شود.

بسته به نوع پلاستیک یک حلال آلی مناسب به منظور حل کردن یا تورم پلاستیک باید انتخاب شود. برای پلاستیک های قابل حل در کلروفرم مثل پلی استایرن و پلی کربنات از کلروفرم برای زدودن روغن زیتون جذب شده ، استفاده می شود.

برای پلی اولفین ها از تولوئن و زایلن استفاده می شود. بطوریکه پلی اتیلن با دانسیته پایین حلالیت خوبی را در تولوئن از خود نشان می دهد. و پلی اتیلن ها با دانسیته بالا و پلی پروپیلن ها به خوبی در زایلن قابل حل یا تورم هستند.

برای پلی وینیل کلراید یا پلی وینیلی دین کلراید از تترا هیدرو فوران می تواند استفاده شود. مهاجرت کل در روغن زیتون با تفریق جرم روغن زیتون باقی مانده در نمونه از جرم نمونه پس از زدودن روغن زیتون از آن و سپس کسر این جرم از وزن اولیه نمونه محاسبه می شود. کاهش جرم کل برحسب میلی گرم بر دسی متر مربع از قطعه نمونه در تماس با مواد غذایی، بیان می شود و مهاجرت کل بصورت میانگین حداقل سه اندازه گیری بر روی نمونه های جداگانه گزارش می گردد. برای حذف خطاهایی که در طول روش ایجاد می شود و هر خطایی که تشخیص آن به سختی انجام شود ، بطور مثال آلودگی یا کاهش روغن در طول مراحل انجام نمونه برداری ، برای هر نمونه چهار بار اندازه گیری بر روی نمونه طبق روش شرح داده شده انجام می شود.

یادآوری - قبل از آغاز آزمون مهاجرت بر روی نمونه آزمون ، باید آزمایشی برای شناسایی اجزائی که در محاسبه مقدار روغن زیتون استخراج شده تداخل ایجاد می کنند ، انجام شود. بند ۷-۱ از استاندارد BS EN1186-2: 2002 را ببینید. اگر مقدار غیر قابل قبولی از تداخل وجود داشته باشد، باید یکی دیگر از مشابه های مواد غذایی چرب آزمایش شود. پیوست الف و بند ۵-۹ و ۳-۹ از استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ را ببینید. اگر تداخل گری وجود دارد که با استاندارد داخلی تری هپتا دکانویین تداخل ایجاد میکند، از استاندارد داخلی جایگزین باید استفاده شود. پیوست الف و بند ۳-۹ از استاندارد ملی ایران به شماره ۱-۱۳۷۳۷ را ببینید.

۴ مواد و واکنشگرها

این واکنشگرها باید با آنچه که در بند ۴ استاندارد ملی شماره ۲-۱۳۷۳۷ سال ۱۳۹۱ شرح داده شده است ، مطابقت داشته باشد بجز موردیکه حلال استخراج (طبق بند ۴-۲) مورد نیاز نیست و واکنشگرهای زیر نیز به آن فهرست اضافه می گردد. :

الف- کلروفرم

ب- متانول

پ- تتراهیدرو فوران

ت- تولوئن

ث- زایلن

۵ وسایل

وسایل باید مطابق آنچه که در بند ۵ استاندارد ملی شماره ۲-۱۳۷۳۷ سال ۱۳۹۱ شرح داده شده است، باشد به استثناء استخراج کننده سوکسله (مطابق ۱۵-۵) که مورد نیاز نمی باشد و وسایل زیر به فهرست اضافه می گردد

الف- سانتریفیوژ

ب- لوله های سانتریفیوژ، با حجم ۱۵۰ میلی لیتر

پ- قیف های مخروطی، با قطر ۱۰۰ میلی متر

ت- کاغذ صافی، با قطر ۱۸۵ میلی متر

۶ آماده سازی نمونه ها

آزمونه ها باید مطابق بند ۶ استاندارد ملی شماره ۲-۱۳۷۳۷ سال ۱۳۹۱ آماده شوند .

۷ روش آزمون

۱-۷ کلیات

قابلیت کاربرد روش را با انجام روش کار شرح داده شده در پیوست الف تعیین کنید. اگر آزمون های اولیه اثبات کند که روش قابلیت کاربرد دارد، امکان حذف پیوست الف وجود دارد. قبل از توزین ، هر گونه الکتریسیته ساکن ایجاد شده را با یک تفنگ تخلیه بار الکتریکی یا ابزار مناسب دیگر تخلیه کنید.

۲-۷ توزین اولیه آزمون ها

توزین اولیه را مطابق با بند ۲-۷ استاندارد ملی شماره ۲-۱۳۷۳۷ سال ۱۳۹۱ انجام دهید

۳-۷ تماس با مواد مشابه غذایی

آزمونه را با مطابق بند ۳-۷ استاندارد ملی شماره ۲-۱۳۷۳۷ سال ۱۳۹۱ با مواد مشابه غذایی تماس دهید.

۴-۷ توزین نهایی آزمون ها

توزین نهایی را مطابق بند ۴-۷ استاندارد ملی شماره ۲-۱۳۷۳۷ سال ۱۳۹۱ انجام دهید.

۵-۷ استخراج روغن زیتون جذب شده

چهار بالن با حجم ۲۵۰ میلی لیتر که برای استخراج بکار برده میشود، بردارید و در هر بالن با استفاده از پیپت مقدار ۱۰ میلی لیتر از محلول سیکلو هگزان استاندارد داخلی تری هپتادکانوئین بریزید (بند ۳-۴ استاندارد ملی شماره ۲-۱۳۷۳۷ سال ۱۳۹۱) در صورتیکه بیشتر از ۱۰۰ میلی گرم روغن زیتون وجود دارد از یک جایگزین با حجم بالاتر استفاده کنید.

یادآوری ۱- اگر بر روی آزمون‌ها بیش از ۱۰۰ میلی گرم از روغن زیتون باقی مانده است، ۱۰ میلی لیتر از محلول استاندارد داخلی برای رسیدن به دقت بهینه در تعیین کروماتوگرافی گازی پس از استخراج کافی نیست. قبل از شروع عملیات در این بند باید برآوردی از مقدار روغن زیتون باقی مانده در آزمون از طریق مقایسه جرم نهایی آزمون با جرم اولیه آزمون انجام شود. در صورت لزوم مقدار محلول استاندارد داخلی می تواند بیش از ۱۰ میلی لیتر در نظر گرفته شود، هر چند که استفاده از مقادیر مشابه برای هر آزمون ضروری می باشد و این مقدار همچنین با روغن زیتون استاندارد برای گراف کالیبراسیون استفاده می شود. به عنوان یک راهنمایی بطور تقریبی ۰/۵ میلی گرم از استاندارد داخلی برای هر میلی گرم روغن زیتون استخراج شده مورد نیاز می باشد.

چهار آزمون را در بالن ها قرار دهید و به هر بالن با استفاده از استوانه مدرج ۵۰ میلی لیتر تا ۶۰ میلی لیتر از کلروفورم (۴-الف)، تتراهیدروفوران (۴-پ)، تولوئن (۴-ت) یا زایلین (۴-ث) و تعدادی سنگ جوش برای کنترل جوشیدن اضافه کنید. با دقت آزمون‌ها را با استفاده از انبر از نگه دارنده جدا کنید. در صورت لزوم آزمون‌ها را با دقت به قطعات حدوداً ۲×۲ سانتی متر ببرید. انبرها و نگه دارنده‌ها را با حدود ۵۰ تا ۶۰ میلی لیتر حلال مناسب شستشو داده و به بالن منتقل کنید. هر دو بالن را با یک چگالنده ۱ در یک حمام آب یا بخار قرار داده و به مدت ۳۰ دقیقه عمل برگشت ۲ را انجام دهید. بوسیله استوانه یا سرنگ، به آرامی از پایین چگالنده مقدار ۱۰±۰/۲ میلی لیتر از محلول هیدروکسید پتاسیم (بخش ۴-۴ استاندارد ملی شماره ۲-۱۳۷۳۷ سال ۱۳۹۱) اضافه کنید و عمل برگشت را به مدت ۱۵ دقیقه تا ۲۰ دقیقه ادامه دهید. با استفاده از استوانه مدرج حداقل ۲±۵۰ میلی لیتر از متانول را به آرامی از پایین چگالنده اضافه کنید و عمل برگشت را به مدت ۵ تا ۶ دقیقه ادامه دهید.

یادآوری ۲- در مواردیکه جرم نمونه تقریباً بالا باشد ممکن است مقدار حل کننده یا حلال ته نشین کننده نیاز با تطابق با جرم نمونه داشته باشد. در همه موارد محلولی با ویسکوزیته قابل قبول باید حاصل شود.

بالن‌ها را از حمام آب خارج کرده و اجازه دهید تا خنک شود. محلول را از بالن به لوله های سانتریفیوژ جداگانه ۱۵۰ میلی لیتری منتقل کنید. (بند ۵-۲۵ از استاندارد ملی شماره ۲-۱۳۷۳۷ سال ۱۳۹۱) هر بالن را با ۵ میلی لیتر تا ۱۰ میلی لیتر متانول شستشو دهید و به درون لوله سانتریفیوژ منتقل کنید. هر محلول را تا زمانی که مایع رویی شفاف حاصل شود، سانتریفیوژ نمایید. محلول های رویی را با استفاده از کاغذ صافی در بالن ته گرد ۲۵۰ میلی لیتری بریزید و صاف نمایید. محلول‌ها را با استفاده از تبخیر کننده چرخشی یا یک دستگاه تقطیر ساده تا رسیدن به حجم ۱۵ میلی لیتر تا ۲۰ میلی لیتر تبخیر نمایید. محلول را به بالن های ته گرد ۵۰ میلی لیتری جداگانه منتقل کرده و با ۵ میلی لیتر تا ۷ میلی لیتر متانول شستشو دهید و به آن چند عدد سنگ جوش اضافه نمایید. هر محلول را بوسیله حمام آب تا خشک شدن تبخیر نمایید

یادآوری ۳- از اکسیداسیون روغن زیتون باید تا حد ممکن اجتناب شود. به این ترتیب تبخیر حلال تا خشک شدن باید تحت شرایط دمایی ملایم (پایین) باید انجام شود. همچنین تماس روغن زیتون با اکسژن باید محدود گردد.

۶-۷ محاسبه روغن زیتون استخراج شده

۱-۶-۷ آماده سازی متیل استر های اسید چرب

با استفاده از استوانه مدرج ۱۰ ± ۰.۲ میلی لیتر از نرمال هپتان را به هر کدام از بالن های ۵۰ میلی لیتری حاوی باقیمانده خشک بدست آمده از بند ۷-۵ اضافه کنید. (بند ۵-۲۰ استاندارد ملی شماره ۲-۱۳۷۳۷ سال ۱۳۹۱) مطمئن شوید که باقیمانده روغن زیتون و پلاستیک های قابل استخراج، حل شده یا بخوبی بوسیله تکان دادن، گرم کردن یا عملیات صوتی (اولترا سونیک) پخش شوند.

یادآوری ۱- در صورتیکه باقی مانده ها در بالن ها حل نشوند و یا بخوبی در نرمال هپتان توزیع نشوند، متیلاسیون یا هیدرولیز روغن زیتون و استاندارد داخلی تحت شرایط شرح داده شده امکان پذیر نیست. بخصوص وقتیکه این باقی مانده ها حاوی مقادیر بیش از ۵۰ میلی گرم مواد قابل استخراج از پلاستیک ها باشد. امکان دارد استاندارد داخلی با پلاستیک های قابل استخراج در سطح یکسان با روغن زیتون واکنش انجام ندهد و نتایج صحیح برای روغن زیتون حاصل نشود.

با استفاده از استوانه مدرج یا سرنگ مخصوص مقدار (۱۰ ± ۰.۲) میلی لیتر متانول (۴-ب) و چند سنگ جوش اضافه کنید. (بند ۵-۱۴ استاندارد ملی شماره ۲-۱۳۷۳۷ سال ۱۳۹۱) بالن را به یک چگالنده متصل کرده و مخلوط تحت برگشت را به مدت ۱۰ ± ۱ دقیقه بجوشانید.

از طریق چگالنده و با استفاده از استوانه مدرج یا سرنگ مخصوص، مقدار ۵ ± ۰.۲ میلی لیتر از محلول متانول تری فلوراید بوران را اضافه کنید و بگذارید و مخلوط به مدت ۲ ± ۰.۲۵ دقیقه تحت برگشت بجوشد. مخلوط را تا دمای اتاق خنک کنید و با استفاده از استوانه مدرج ۱۵ میلی لیتر تا ۲۰ میلی لیتر از محلول سولفات سدیم اشباع را به آن اضافه کنید (بند ۴-۷-۲ استاندارد ملی شماره ۲-۱۳۷۳۷ سال ۱۳۹۱) و بخوبی تکان دهید. سپس محلول سولفات سدیم بیشتری را تا وقتیکه سطح مایع به سر سمباده ای بالن برسد به آن اضافه کنید. اجازه دهید تا زمانیکه فازها جدا گردند باقی بمانند.

یادآوری ۲ - متیل استر ها برای تعیین کروماتوگرافی گازی در لایه بالاتر نرمال هپتان هستند.

اگر در استفاده از محلول متیل استر برای تعیین کروماتوگرافی گازی تاخیر بیش از ۷ روز وجود داشته باشد، لایه نرمال هپتان را به یک لوله درب بسته کوچک (بند ۵-۲۴ استاندارد ملی شماره ۲-۱۳۷۳۷ سال ۱۳۹۱) حاوی سولفات سدیم بدون آب منتقل کنید (بند ۴-۷-۱ استاندارد ملی شماره ۲-۱۳۷۳۷ سال ۱۳۹۱) و در یخچال نگه داری کنید.

۲-۶-۷ محاسبه متیل استر های اسید چرب

متیل استر های اسید چرب را مطابق بند ۷-۶-۲ استاندارد ملی شماره ۲-۱۳۷۳۷ سال ۱۳۹۱ محاسبه کنید.

۸ بیان نتایج

۸-۱ روش محاسبه

نتایج را مطابق با ۸-۱ استاندارد ملی شماره ۲-۱۳۷۳۷ سال ۱۳۹۱ محاسبه کنید.

۸-۲ دقت

به پیوست ب مراجعه کنید.

۹ گزارش آزمون

گزارش آزمون را مطابق بند ۹ از استاندارد ملی شماره ۲-۱۳۷۳۷ سال ۱۳۹۱ آماده کنید.

پیوست الف

(الزامی)

تعیین مناسب بودن روغن زیتون به عنوان مواد مشابه غذایی چرب و تری هپتا دکانویین به عنوان استاندارد داخلی

الف-۱ اصول روش

اصول روش باید مشابه با استاندارد ملی شماره ۲-۱۳۷۳۷-۱۳۹۱ سال باشد.

الف-۲ روش کار

مراحل اولیه در روش کار باید مشابه با الف-۲-۱ و الف-۲-۲ از استاندارد ملی شماره ۲-۱۳۷۳۷-۱۳۹۱ سال باشد. الف-۲-۱ یک نمونه را که مطابق بند ۶ آماده شده و در بالن با حجم ۲۵۰ میلی لیتر و دارای کف مدور می باشد قرار دهید و ۱۰ میلی لیتر سیکلو هگزان بدون استاندارد داخلی به آن اضافه کنید. با استفاده از استوانه مدرج مقدار ۵۰ تا ۶۰ میلی لیتر کلروفرم (۴-الف)، تتراهیدروفوران (۴-پ)، تولوئن (۴-ت)، یا زایلین (۴-ث) و چند عدد سنگ جوش برای کنترل جوشیدن اضافه کنید. بالن را به یک چگالنده متصل کنید. آن را روی یک حمام آب یا بخار گذاشته و به مدت 5 ± 30 دقیقه تحت برگشت قرار دهید. با استفاده از استوانه مدرج و یا سرنگ به آرامی مقدار 0.2 ± 10 میلی لیتر هیروکسید پتاسیم را از پایین چگالنده اضافه کرده و به مدت ۱۵ دقیقه تا ۲۰ دقیقه برگشت را ادامه دهید. با استفاده از استوانه مدرج حداقل 2 ± 50 میلی لیتر متانول را اضافه کرده و برگشت را به مدت ۵ دقیقه تا ۶ دقیقه ادامه دهید.

الف-۲-۲ بالن را از حمام آب دور کرده و اجازه دهید تا خنک شود. محلول را از بالن به یک لوله سانتریفیوژ ۱۵۰ میلی لیتری منتقل کنید و بالن را با ۵ میلی لیتر تا ۱۰ میلی لیتر متانول بشوید و به درون لوله سانتریفیوژ منتقل کنید. محلول را به مدت 5 ± 20 دقیقه با ۲۰۰۰ دور تا ۲۵۰۰ دور در دقیقه سانتریفیوژ کنید. محلول رویی را با استفاده از کاغذ صافی در یک بالن ۲۵۰ میلی لیتری صاف کنید. محلول را تا رسیدن به حجم ۱۵ میلی لیتر تا ۲۰ میلی لیتر با استفاده از تبخیر کننده چرخشی یا دستگاه تقطیر ساده، تبخیر کنید. محلول را به یک بالن ته گرد ۵۰ میلی لیتری منتقل کنید و با ۵ تا ۷ میلی لیتر متانول شسته و به آن چند سنگ جوش اضافه کنید. محلول را با استفاده از حمام آب تا خشک شدن تبخیر کنید.

الف-۲-۳ مواد استخراج شده را در معرض متیل استر آماده شده طبق روش شرح داده شده در الف-۲-۲ استاندارد ملی شماره ۲-۱۳۷۳۷-۱۳۹۱ سال قرار دهید 0.2 ± 10 میلی لیتر از محلول هیروکسید پتاسیم را با 0.2 ± 10 میلی لیتر از محلول متانول جایگزین کنید.

مقدار مشابهی از محلول باقیمانده را با استفاده از الف-۲-۳ استاندارد ملی شماره ۲-۱۳۷۳۷-۱۳۹۱ سال در کروماتوگرافی گازی تعریف کنید. کروماتوگرام را نگه دارید.

الف-۳ نتیجه گیری

نتایج را مطابق الف-۳ استاندارد ملی شماره ۲-۱۳۷۳۷-۱۳۹۱ رسم کنید.

پیوست ب
(اطلاعاتی)
دقت

مقادیر تکرار پذیری (r) و تجدید پذیری (R) از نتایج سه گانه مشترک (یکسان) تعیین خواهد شد.