



استاندارد ملی ایران

۱۳۷۳۷-۲

چاپ اول

فروردین ۱۳۹۲



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization

INSO

13737-2

1st. Edition

Apr.2013

پلاستیک ها - مواد و کالاهای در تماس
باموادغذایی

قسمت ۲: روش های آزمون برای مهاجرت
کل در روغن زیتون به روش غوطه وری کامل

**Materials and articles in contact with
foodstuffs –Plastics-
Part 2: Test methods for overall migration
into olive oil by total immersion**

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 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)^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 و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) و سایل سنچس، 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) و سایل سنچس، 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 بامواد غذایی - قسمت ۲: روش های آزمون برای مهاجرت کل در روغن زیتون به روش غوطه وری کامل »

رئیس:

احمدی، زاهد
(دکترای پلیمر)

سمت و / یا نمایندگی

هیئت علمی دانشکده پلیمر دانشگاه
صنعتی امیر کبیر

دبیر:

نجف زاده ، نرگس
(فوق لیسانس MBA)

اداره کل استاندارد تهران

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اسماعیلیان، زهرا
(لیسانس مهندسی شیمی پلیمر)

کارشناس آزمایشگاه بسپارفرآیندپارس

جعفری، مریم

(دکتری مهندسی پلیمر)

مسئول فنی آزمایشگاه
بسپارفرآیندپارس

حقوقی فرد، افسانه

(فوق لیسانس MBA)

اداره کل استاندارد تهران

خوانساری، سپیده

(لیسانس مهندسی شیمی)

مسئول فنی واحد تولیدی ماندانا
شیمی

صنعتی نیامقدم، صالحه

(فوق لیسانس مهندسی پلیمر)

کارشناس آزمایشگاه خاتم پلیمر

مسئول فنی آزمایشگاه پاک بنیان
البرز

علمی زاده، زهرا
(لیسانس مهندسی شیمی پلیمر)

مدیر تولید واحد تولیدی صنایع بسته
بندی فرآورده های شیری پگاه

موسوی، سیدمسلم
(لیسانس مهندسی پلیمر)

رئیس هیئت مدیره انجمن همگن
پلاستیک استان تهران

میربلوک، علیرضا
(فوق لیسانس مهندسی پلیمر)

اداره کل استاندارد تهران

نیک بین، حمیده
(فوق لیسانس تغذیه)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ز	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصول روش
۳	۴ مواد/ واکنشگرها
۴	۵ وسایل
۷	۶ آماده سازی آزمون‌ها
۷	۱-۶ کلیات
۸	۲-۶ تعداد آزمون‌ها
۸	۳-۶ فیلمها و ورقها
۹	۴-۶ ظروف و کالاهای دیگر
۹	۵-۶ کالاهای دارای شکل غیرعادی
۹	۷ روش کار
۹	۱-۷ کلیات
۱۰	۲-۷ توزین اولیه آزمون‌ها
۱۰	۳-۷ تماس بامشابه غذایی
۱۲	۴-۷ توزین نهایی آزمون‌ها
۱۲	۵-۷ استخراج روغن زیتون جذب شده
۱۴	۶-۷ آماده سازی متیل استرهای چرب
۱۹	۸ گزارش نتایج
۱۹	۱-۸ روش محاسبه
۲۱	۲-۸ دقت
۲۱	۹ گزارش های آزمون

۲۲	پیوست الف (الزامی) تعیین سازگاری مشابه غذایی چرب و استاندارد داخلی
۲۵	پیوست ب (الزامی) تعیین نیاز به تثبیت نمونه
۲۷	پیوست پ (الزامی) تعیین جرم آزمون حساس به رطوبت با خشک کردن تحت خلاء
۲۹	پیوست ت (الزامی) تعیین تغییر در محتوای رطوبت آزمون ها
۳۲	پیوست ث (اطلاعاتی) نوعی از گراف کالیبراسیون و کروماتوگرام
۳۵	پیوست ج (اطلاعاتی) دقت داده ها

پیش‌گفتار

استاندارد " پلاستیک‌ها- مواد و کالاهای در تماس با مواد غذایی - قسمت ۲: روش‌های آزمون برای مهاجرت کل در روغن زیتون به روش غوطه‌وری کامل " که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده است و در یکصد و سیزدهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد بسته‌بندی مورخ ۹۱/۱۲/۰۲ 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 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 تجدید نظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

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

BS 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

پلاستیک ها- مواد و کالاهای در تماس با مواد غذایی - قسمت ۲: روش های آزمون برای مهاجرت کل در روغن زیتون به روش غوطه وری کامل

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین روش های آزمون برای مهاجرت کل از پلاستیک ها و کالاهای مشابه غذایی 'چرب' ، به روش غوطه وری کامل آزمون در مشابه غذایی چرب در دماهای بالای 20°C و تا کمتر از 100°C و در زمانهای انتخاب شده می باشد.

این استاندارد، برای پلاستیک هایی به شکل فیلم و صفحه مناسب ترین روش بوده، ولیکن برای گستره وسیعی از قطعه آزمون تهیه شده با اندازه های مناسب از کالاهای یا ظروف ، کاربرد دارد.

یادآوری- این روش آزمون برای استفاده با مشابه غذایی چرب روغن زیتون نوشته شده است. روش آزمون همچنین می تواند با اعمال اصلاحات مناسب بادیگر مشابه های غذایی چرب که مشابه D (مخلوطی از تری گلیسیریدها، روغن زیتون 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 از متیل استرهای مشابه های غذایی چرب را برای تعیین مقدار مشابه استخراج شده از آزمون انتخاب کنید.

در این استاندارد روش آزمون شرح داده شده برای بیشتر انواع پلاستیکها کاربرد دارد و قابل اجرایی باشد. با این وجود برای برخی از پلاستیکها کاربرد ندارد.

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 ۱۳۹۱، مواد و کالاهای در تماس با مواد غذایی: پلاستیک ها
قسمت ۱- راهنمای انتخاب شرایط و روش های آزمون برای مهاجرت کلی

2-2 EN 10088, Stainless steels.

2-3 EN ISO 8442-2:1997, Materials and articles in contact with foodstuffs – cutlery and table holloware- Part 2: Requirements for stainless steel and silver –plated cutlery (ISO 8442-2:1997)

2-4 ISO 648, Laboratory glassware –One mark pipettes.

2-5 ISO 4788, Laboratory glassware –Graduated measuring cylinders.

۳ اصول روش

کاهش جرم برواحد مساحت سطح نمونه پلاستیک، در تماس با ماده غذایی بعنوان مهاجرت کل تعریف می شود. شرایط آزمون بر اساس شرایط کاربرد مطابق بندهای ۴، ۵ و ۶ استاندارد بند ۱-۲ انتخاب می شوند. آزمون هابا جرم معلوم (m_a) به مدت مشخصی در دمای از 20°C تا زیر 100°C در روغن زیتون غوطه ورمی شوند. سپس، آزمونها از روغن زیتون خارج و پس از زدودن روغن به وسیله فشردن آزمون در بین کاغذ صافی آزمونها، مجدداً وزن (m_b) می شوند.

آزمونها معمولاً "روغن زیتون جذب شده را در خود حفظ می کنند. این روغن را می توان پس از تبدیل به متیل استرها استخراج و به وسیله دستگاه کروماتوگرافی گازی به طور کمی معین کرد. متیلاسیون به وسیله واکنش یک کمپلکس تری فلوراید بورون / متانول با اسیدهای چرب حاصل از هیدرولیز روغن با هیدروکسید پتاسیم انجام می شود. پیش از استخراج روغن زیتون جذب شده، استاندارد داخلی تری هپتادکانوین به آزمونها اضافه می شود. این کار برای آن است که هرگونه جزء فعال یا استخراج شدنی از پلاستیک با استاندارد داخلی، به همان خوبی روغن زیتون استخراج شده، واکنش دهد. برای جبران هرگونه ناکارایی در فرآیندهای هیدرولیز و متیل-دار شدن، ماده استاندارد داخلی هم تحت این واکنش ها قرار می گیرد. بدین ترتیب، با این روش جرم روغن زیتون جذب شده به وسیله آزمونها (m_c) محاسبه می شود.

مهاجرت به روغن زیتون با استفاده از معادله (۱) به شرح زیر محاسبه می شود:

معادله (۱)

$$M = \frac{[m_a - (m_b - m_c)]1000}{\quad}$$

S

که در آن:

M مقدار مهاجرت کل به روغن زیتون ، بر حسب میلی گرم بر دسی متر مربع سطح نمونه در تماس با ماده غذایی.

m_a جرم اولیه آزمون پیش از تماس با روغن زیتون ، بر حسب گرم.

m_b جرم آزمون پس از تماس با روغن زیتون ، بر حسب گرم.

m_c جرم روغن زیتون جذب شده به وسیله آزمون، بر حسب گرم.

S سطح آزمون در تماس با روغن زیتون ، بر حسب دسی متر مربع.

مقدار مهاجرت کل گزارش شده در این آزمون باید میانگین حداقل سه بار اندازه گیری جداگانه برای آزمونها باشد.

برای پیش گیری از بروز خطاهای پیش آمده در حین انجام آزمون که شناسایی آنها دشوار است، مانند آلودگی یا ازدست رفتن روغن طی مراحل جا به جا کردن نمونه، آزمون را چهار بار انجام دهید، تا بتوان سه نتیجه نزدیک به هم را انتخاب کرد.

این روش شامل تغییراتی برای برخی از پلاستیک های خاص است.

یادآوری- قبل از آغاز آزمون مهاجرت، نمونه آزمون باید از نظر وجود عواملی که در تعیین مقدار روغن زیتون استخراج شده تداخل ایجاد می کنند، مطابق بند ۷-۱ مورد سنجش قرار گیرد. اگر مقدار غیر قابل قبولی از تداخل وجود داشته باشد، باید به تناسب از مشابه غذایی چرب دیگری مطابق پیوست الف استاندارد بند ۲-۱ استفاده کرد. اگر تداخل موجود به نحوی باشد که با استاندارد داخلی تری هپتادکانوین ایجاد تداخل کند، باید مطابق پیوست الف استاندارد بند ۲-۱ از جایگزین دیگری برای استاندارد داخلی استفاده شود.

۴ مواد / واکنشگرها

یادآوری- به جز موارد ویژه، واکنشگرها باید دارای کیفیت آزمایشگاهی باشند.

۴-۱ روغن زیتون مشابه غذایی **D** (مطابق بند ۵-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷: سال ۱۳۹۱).

۴-۲ حلال استخراج (مطابق بند ۱۰-۱ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷: سال ۱۳۹۱).

۴-۲-۱ برای پلاستیکهای غیر قطبی، نظیر پلی اتیلن و پلی پروپیلن :

- پنتان ۹۸٪ با نقطه جوش 36°C

برای پلاستیکهای قطبی، نظیر پلی آمید و پلی استال:

- مخلوط آزوتروپیک ۹۵/۵ حجمی از پنتان ۹۸٪ و اتانول ۹۹٪

یادآوری ۱ - پنتان یک حلال بسیار فرار و دارای قابلیت اشتعال بالا می باشد. بنابر این در زمان انتقال این حلال برای پیشگیری از تماس با منابع آتش زا، باید دقت شود. اتانول نیز یک حلال قابل اشتعال می باشد. توصیه می شود استخراج با پنتان و یا مخلوط پنتان/اتانول به ویژه در طول شب، بدون مراقب رها نشود.

یادآوری ۲ - برای جلوگیری از کاهش حلال به دلیل نقطه جوش پایین این حلالها، نیاز به یک مبرد آبی است (در مبرد آبی باید از آب سرد استفاده شود).

۴-۲-۲ سایر حلالهای مناسب

یادآوری ۱ - در روشهای قبل برای تعیین مهاجرت کل به روغن زیتون جهت زدودن حلالها از ۱-۲-۱ تری کلرو-تری فلئورواتان استفاده شده بود. به دلایل زیست محیطی، بایستی از استفاده کردن این حلالها اجتناب شود (مطابق بند ۱-۱۰ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷: سال ۱۳۹۱). تجربه نشان داده که این حلالها، اگر چه برای بیشتر پلاستیکها موثر هستند نیازمند زمان استخراج طولانی تری می باشند.

یادآوری ۲ - بعضی از حلالها می توانند شامل مواد غیر فراری باشند که بعد از فرآیند هیدرولیز و متیلاسیون، پیکهای گاز کروماتوگرافی با زمان نگهداری مشابه متیل استرها و متیل هپتادکنوات از استاندارد داخلی تولید نمایند. حلالهای یافت شده شامل چنین موادی بایستی قبل از استفاده مجدداً تقطیر شوند.

۴-۳ استاندارد داخلی، تری هپتادکانوین (گلیسرین تری مارگارات) (CAS No. 2438-40-61) با کیفیتی که محصولات حاصل از هیدرولیز و متیلاسیون، شامل مواد با پیکهای کروماتوگرافی قابل تشخیص و با زمان بازدارندگی مشابه پیکهای متیل استرهای روغن زیتون، نباشد (مطابق بند ۱-۳ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷: سال ۱۳۹۱). این ماده به صورت یک محلول حاوی ۲/۰ mg/ml سیکلو هگزان تهیه می شود.

۴-۴ محلول هیدروکسید پتاسیم ۱۱ g/l در متانول

۴-۵ کمپلکس تری فلورید بور، متانول تقریباً ۱۵۰ g/l BF₃

۴-۶ n - هپتان

۴-۷ سولفات سدیم

۴-۷-۱ سولفات سدیم خشک، Na₂SO₄

۴-۷-۲ محلول اشباع سولفات سدیم

۴-۸ دی اتیل اتر

۴-۹ حلال کارل فیشر، تهیه شده به صورت تجاری، بر پایه متانول و کلروفرم ظرفیت آبی ۵ mg/ml

۴-۱۰ تیترانت کارل فیشر (تنها برای تجهیزات حجم سنجی)، تهیه شده به صورت تجاری، بر پایه متانول و کلروفرم با ظرفیت آبی ۲ mg/ml

۵ وسایل

۵-۱ صفحه برش، شیشه صاف و تمیز، فلز یا صفحه پلاستیک دارای فضای کافی برای تهیه نمونه، به ابعاد $250\text{ mm} \times 250\text{ mm}$ مناسب می باشد.

۵-۲ گیره، از جنس فولاد زنگ نزن با نوک تیز

۵-۳ ابزار برش، تیغ، قیچی، چاقوی تیز یا سایر وسایل مناسب

۵-۴ قالب فلزی، به شکل مربع با ابعاد $(120 \pm 1)\text{ mm} \times (120 \pm 1)\text{ mm}$

۵-۵ خط کش یا قالب، با پهنای $(25 \pm 1)\text{ mm}$

۵-۶ خط کش های مدرج به صورت میلی متر، و با دقت 0.1 mm

۵-۷ ترازوی آزمایشگاهی، قابل انطباق برای تعیین تغییرات جرم در حد 0.1 mg

۵-۸ نگه دارنده نمونه، ساخته شده از شیشه فولاد زنگ نزن با بازوهای متقاطع متصل شده بوسیله جوش یا لحیم نقره. فولاد زنگ نزن X4CrNi (طبق استاندارد EN10088-1) یا ترکیب ۱۷٪ کروم، ۹٪ نیکل و ۰.۴٪ کربن مناسب می باشد. قبل از شروع آزمون، نگه دارنده های فولادی کاملاً تمیز شوند. یافته ها نشان می دهد استفاده از حلال چربی زدا و سپس اسید نیتریک رقیق مناسب می باشد.

یادآوری - روش نوشته شده برای نگه دارنده (مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷: سال ۱۳۹۱). برای نگه داری ورق نازک و نمونه های صفحه ای مناسب می باشد. همچنین امکان استفاده از سایر نگه دارنده هایی بطور همزمان با قابلیت نگهداری و نیز دور از هم نگهداشتن قطعه آزمون به منظور اطمینان یافتن از تماس کامل با محیط آزمون وجود دارد. برای نمونه های سخت و محکم، می توان از نگه دارنده با یک بازوی متقاطع استفاده نمود.

۵-۹ توری، قطعاتی از توری از جنس فولاد زنگ نزن نرم با اندازه مش یک میلی متر با ابعاد در حدود $100\text{ mm} \times 25\text{ mm}$ برای قراردادن بین قطعه آزمون و نگه دارنده می تواند مناسب باشد. توری قبل از استفاده ابتدا با استفاده از حلال چربی زدا و سپس با اسید نیتریک رقیق تمیز گردد.

۵-۱۰ محفظه های تثبیت، برای تثبیت آزمون در رطوبت نسبی $(5 \pm 5)\%$ و رطوبت نسبی $(5 \pm 80)\%$ در $20 \pm 5^\circ\text{C}$

یادآوری - برای رطوبت نسبی ۵۰٪، محلول آبی اسید سولفوریک $43\% \text{ W/V}$ و برای رطوبت نسبی ۸۰٪، محلول آبی اسید سولفوریک $27\% \text{ W/V}$ مناسب است. محلولها بایستی با افزودن مقدار روزنی اسید به حجم مناسب آب، خنک کردن در دمای اتاق و تهیه کردن به میزان حجم مورد نیاز و به صورت تازه تهیه شده باشند. توصیه شده که رطوبت نسبی و دما در طول دوره نگهداری حفظ شود. بنابراین محفظه ها بایستی در یک اتاق کنترل دما یا آون در یک دمای نزدیک به 20°C ، قرارداد شوند. دمای تنظیم شده نبایستی بیشتر از 1°C بالا برود.

۵-۱۱ ظروف شیشه ای سرسباده ای بادرپوش، برای نگهداری روغن زیتون و آزمون ها. ظروف با قطر داخلی حدود 35 mm طول بین 100 mm تا 200 mm ، به جز طول دهانه ظرف (مطابق بند ۸-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷: سال ۱۳۹۱) می باشند.

۵-۱۲ انکوباتور یا آون ، کنترل شده به روش ترمو استاتیک ، دارای قابلیت حفظ دمای تنظیم شده در چارچوب رواداری مشخص شده (مطابق جدول ب-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷: سال ۱۳۹۱).

۵-۱۳ کاغذ صافی بدون پرز

۵-۱۴ سنگ جوش

۵-۱۵ استخراج کننده از نوع سوکسله، دارای قابلیت نگهداشتن نمونه ها بر روی نگهدارنده ها، با بالون ته گرد با ظرفیت ۲۵۰ ml یا ۵۰۰ ml

یادآوری - آب خنک شده، برای چگالش حلال بانقطه جوش پایین ضروری است.

۵-۱۶ حمام آب، دارای قابلیت نگهداری بالونهای سوکسله از نوع استخراجی (مطابق با بند ۱۵-۵ این استاندارد)

۵-۱۷ تبخیر کننده چرخشی یا دستگاه تقطیر، برای تقطیر و جمع آوری حلالهای استخراجی

یادآوری - آب خنک شده ، برای تلخیص حلال بانقطه جوش پایین ضروری است.

۵-۱۸ حمام بخار یا حمام آب

۵-۱۹ بالونهای ۵۰ ml با گردن بلند با چگالنده هایی برای اتصال، برای آماده سازی متیل استر.

۵-۲۰ استوانه مدرج، ۵۰۰ ml، ۲۵۰ ml، ۱۰۰ ml، ۲۵ ml و ۱۰ ml، که از حداقل الزامات ISO 4788 پیروی کند. می توان از یک سرنگ مدرج ۱۰ ml به جای استوانه مدرج ۱۰ ml استفاده کرد.

۵-۲۱ پی پت های ۵ml و ۱۰ ml که از حداقل الزامات ISO 648 پیروی نمایند.

۵-۲۲ مهره های شیشه ای به قطر ۲ mm تا ۳ mm یا میله های شیشه ای به قطر ۲ mm تا ۳ mm و طول حدوداً mm ۱۰۰ (مطابق بند ۸-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷: سال ۱۳۹۱).

۵-۲۳ گاز کروماتوگرام، با آشکارساز یونیزاسیون شعله ای مجهز به یک ستون مناسب. در زمان استفاده از یک ستون قطبی، پیکهای اصلی روغن زیتون، نظیر C16:0، متیل هگزادکانوات (متیل پالمیتات)، C16:1، متیل ۹- هگزادکانوات (متیل پالمیتوات)، C18:0، متیل اکتادکانوات (متیل استئارات)، C18:1، متیل ۹-اکتادکانوات (متیل اولئات)، C18:1، متیل ۹، ۱۲- اکتادکانوات (متیل لینولئات) و استاندارد داخلی C17:0، متیل هپتادکانوات (متیل مارگارات)، باید جداسازی خط اصلی را نشان دهند. یک ستون غیر قطبی را می توان به صورت انتخابی استفاده نمود که باید جداسازی مبنا متیل استرهای با تعداد کربن ۱۶ و ۱۸ و استاندارد داخلی با تعداد کربن ۱۷ را ارائه دهد.

یادآوری: ستونهای زیر مناسب می باشند:

ستون ۱، ستون قطبی، سیلیکا فیوز شده (WCOT)^۱، با طول ۵۰ m، با قطر داخلی ۰/۲۵ mm، پوشیده شده با یک فیلم ۱ μm از سیلیکون سیانوپروپیل

- ستون ۲؛ ستون غیر قطبی، BP1، با طول ۲۵ m، قطر داخلی ۰/۳۲ mm، با ضخامت فیلم یک میکرون

- ستون ۳، ستون قطبی، ستون فولاد زنگ نزن با قطر ۲ mm تا ۳ mm و طول ۲ mm تا ۳ mm با یک پرکن ۱۰٪ تا ۲۰٪ با جرم پلی استر سوکسینات بر یک فاز ساکن از خاک چینی با مش ۸۰ تا مش ۱۰۰

۵-۲۴ لوله های شیشه ای گردن بلند و دردار، باحجم حدوداً ۱۰ ml، برای نگهداری لایه هپتان در صورت لزوم
۵-۲۵ آون تحت خلاء یا دسیکاتور تحت خلاء، دارای قابلیت حفظ دما در حد 60 ± 2 °C. آون تحت خلاء یا دسیکاتور تحت خلاء باید با یک پمپ خلاء دارای قابلیت رسیدن به خلائی به اندازه ۱/۳ kPa یا کمتر، تجهیز یا متصل شود. پمپ خلاء باید با یک کنترل کننده زمان برای روشن نمودن ۱۵ min پمپ خلاء در هر ساعت ارائه شود.

یادآوری- اگر آون تحت خلاء در دسترس نباشد، می توان از یک دسیکاتور تحت خلاء که در یک آون 60 °C قرار داده شده، استفاده کرد.

۵-۲۶ دسیکاتور حاوی معرف سیلیکاژل یا کلرید کلسیم خشک

۵-۲۷ ترازو، دارای قابلیت تشخیص تغییرات جرم با دقت ۱۰ mg

۵-۲۸ سرنگ پلاستیکی یکبار مصرف با اتصال دهنده، با اندازه میلی لیتر یا ۱۰ ml

۵-۲۹ سرسوزن اتصال دهنده، با گستره درجه بندی (۸۰ mm × ۲ mm)

۵-۳۰ تجهیزات کارل فیشر، همچنین یک تیترا تور حجم سنجی خودکار یا یک تیترا تور کولومتری اتوماتیک. تیترا تور کارل فیشر می تواند دارای قابلیت اندازه گیری محتوای آب شبیه ساز را با دقت (انحراف استاندارد) در حد ۱۰ mg/kg (برابر با 1 mg/dm^2 پلاستیک) باشد. ابزار حجمی خودکار یا کولومتری باید استفاده شود. فرآیند تیتراسیون دستی، صحت یادقت لازم را ارائه نمی کند.

۶ آماده سازی آزمون ها

۶-۱ کلیات

لازم است آزمون هاتمیز و عاری از هرگونه آلودگی سطحی باشند (بسیاری از پلاستیکها به دلیل وجود بارهای الکترواستاتیکی، گردوغبار را به خود جذب می کنند). پیش از آماده سازی آزمون ها، با استفاده از یک پارچه بدون پرز، یا با یک برس نرم، هرگونه آلودگی را از سطح نمونه بردارید. تحت هیچ گونه شرایطی نباید نمونه را با آب یا حلال دیگری بشویید. اگر در دستورالعمل کالا آمده باشد که باید قبل از استفاده شسته یا تمیز شود (مطابق بند ۹-

۱ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷: سال ۱۳۹۱). میزان دست زدن به نمونه ها را به حداقل برسانید و در صورت لزوم ، دستکش نخی بپوشید.

برای اطمینان از اینکه قطعات آزمون به خوبی جدا شده و سطوح آنها در طی دوره آزمون، کاملاً در تماس با روغن زیتون قرار گرفته، برای فیلمهای نازک، یک تکه توری فولاد زنگ نزن (مطابق با بند ۵-۹ این استاندارد) بین قطعات آزمون قرار دهید یا برای نمونه های ضخیم که بر روی نگهدارنده قرار داده نشده باشند، پس از غوطه وری در روغن زیتون میله های شیشه ای را بین آنها قرار دهید. در جاییکه نگهدارنده های نمونه به کار رفته باشند، با یک بر چسب مشخص کننده مشخصات نمونه آزمون را علامت گذاری نمایید.

در زمان آماده سازی آزمون هاساحت سطح را اندازه گیری کنید(مطابق بند ۹-۳ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷: سال ۱۳۹۱).

۶-۲ تعداد آزمون ها

هفت آزمون برای نمونه های به شکل فیلم، ورق، بخشهای برش خورده از ظروف یا کالاهای مشابه، مورد نیاز می باشد. نه آزمون دارای ابعاد مشابه با یکدیگر برای نمونه های کالاهای دارای شکل غیر عادی مورد نیاز می باشد. این آزمون ها به صورت زیر به کار می روند:

الف) چهار آزمون برای آزمون مهاجرت

ب) دو آزمون برای کنترل احتمال کاهش مواد فرار

پ) یک آزمون برای تشخیص مناسب بودن روغن زیتون به عنوان ماده مشابه غذایی چرب و تری

هپتادکانوین به عنوان استاندارد داخلی (مطابق پیوست الف)

ت) دو آزمون برای تعیین مساحت سطح، نمونه های دارای شکل غیر عادی (مطابق با بند ۶-۵ این استاندارد) اگر شرایط آزمون پیوست پ به کار رود، یک آزمون اضافه مورد نیاز می باشد.

یادآوری - دو آزمون مطابق بند ب، برای بررسی اینکه آیا نمونه ها در طی دوره آزمون، از راه تبخیر فرارهایی مانند حلالها، جرم از دست می دهند یا نه، به کار می رود.

اگر روش خشک کردن تحت خلاء در پیوست پ به کار رود، این آزمون ها مورد نیاز نمی باشند، زیرا در طی خشک کردن تحت خلاء هرگونه مواد فراری از آزمون خارج می شود.

اگر آزمونهای پیشین ثابت کرده باشند که احتمال تداخل در روش گازکروماتوگرافی وجود ندارد پیوست الف صرفنظرشود، یک آزمون کمتر مورد نیاز خواهد بود.

حداقل سه نتیجه آزمون معتبر برای محاسبه میانگین مورد نیاز است. آزمایش به صورت سه گانه مجاز می باشد اما در این مورد اگر یک نتیجه آزمون نامعتبر است کل روش را تکرار کنید.

۳-۶ فیلمها و ورقها

نمونه را روی قطعه برش قرار دهید (مطابق با بند ۵-۱ این استاندارد) و نمونه های 1 dm^2 (مطابق بند ۹-۳ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷: سال ۱۳۹۱) را با استفاده از قالب $100 \text{ mm} \times 100 \text{ mm}$ (مطابق با بند ۵-۴ این استاندارد) برش بزنید. با استفاده از خط کش (مطابق با بند ۵-۶ این استاندارد) بررسی کنید که آیا ابعاد نمونه در چارچوب انحراف مشخص شده ($\pm 1 \text{ mm}$) می باشد یا نه.

هر نمونه را با استفاده از خط کش (مطابق با بند ۵-۵ این استاندارد)، به چهار قطعه $25 \text{ mm} \times 100 \text{ mm}$ برش دهید. یک نمونه را بر روی نگهدارنده، با ایجاد سوراخهای مناسب در نمونه و قرار دادن دو قطعه آزمون بر هر طرف بازوهای متقاطع نگهدارنده، سوار کنید. این روش را برای تمام نمونه های آزمون باقیمانده تکرار کنید.

۴-۶ ظروف و کالاهای دیگر

بخشهایی را از دیواره ظرف یا کالا برای ارائه سطح تقریبی یک دسی متر مربع آزمون، ببرید. برای کالاهای با سطح مجزا کمتر از یک دسی متر مربع، تعدادی از کالاها را برای ارائه هر آزمون استفاده کنید. ابعاد هر آزمون را در حد یک میلی متر، با استفاده از خط کش، اندازه گیری کنید (مطابق بند ۹-۳ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷: سال ۱۳۹۱).

مساحت هر آزمون را تا حد 0.1 dm^2 محاسبه و ثبت کنید. در صورت لزوم، هر آزمون را به قطعات کوچکتر ببرید تا مناسب لوله ها (مطابق با بند ۵-۱۱ این استاندارد) شوند. قطعات یا آزمون قرار داده شده بر روی نگهدارنده، اگر مناسب باشد، یا اگر قطعات آزمون یا آزمون ها به اندازه کافی محکم هستند، آنها را می توان بدون نگهدارنده، آزمون نمود.

یادآوری - برش آزمون ها به قطعات کوچکتر، مساحت لبه های برش را متجاوز از 10% از مساحت آزمون، افزایش خواهد داد (مطابق بند ۹-۳ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷: سال ۱۳۹۱).

۵-۶ کالاهای دارای شکل غیر عادی

بخشهایی از کالا، یا در مورد کالاهای کوچک، چند کالا را بعنوان نماینده ای از کل برای ارائه نه آزمون از نظر ابعادی مشابه یکدیگر که هر کدام دارای مساحت سطح معلوم حداقل یک دسی متر مربع باشند انتخاب کنید. تنها مساحت سطحی را که انتظار می رود در تماس با ماده غذایی قرار گیرد از دو تا از این آزمون ها در حد 0.5 dm^2 (مطابق استاندارد EN ISO 8442-2:1997)، پیوست ب، یا هر روش مناسب دیگر، اندازه گیری کنید. مساحت سطح هر آزمون را ثبت کنید.

۷ روش کار

۱-۷ کلیات

قابلیت کاربرد روش را با انجام دستورالعمل شرح داده شده در پیوست الف معین کنید. اگر در آزمونهای پیشین، قابلیت کاربرد روش اثبات شده باشد، می توان از پیوست الف صرف نظر کرد.

پیش از توزین هر گونه الکتریسیته ساکن موجود را با تفنگ ضد الکتریسیته ساکن یا وسیله مناسب دیگری تخلیه کنید.

۷-۲ توزین اولیه آزمون‌ها

۷-۲-۱ نیاز به تثبیت آزمون‌ها را با اجرای روش شرح داده شده در پیوست ب یا پیوست پ تعیین کنید. اگر آزمونهای پیشین ثابت کرده باشند که مشروط کردن نمونه مورد نیاز نمی باشد، پس پیوست ب و پیوست پ می توانند کنار گذاشته شوند. اگر آزمونهای پیشین ثابت کرده باشند که روش شرح داده شده در پیوست ت قابل استفاده برای نمونه می باشد، پس پیوست ب و پیوست پ می توانند کنار گذاشته شوند.

۷-۲-۲ اگر آزمونهای شرح داده شده در پیوست ب یا پیوست پ نشان دهند که تثبیت ضروری نمی باشد، جرم هر نمونه را مشخص نموده و ثبت کنید.

۷-۲-۳ اگر آزمونهای شرح داده شده در پیوست ب یا پیوست پ نشان دهند که تثبیت ضروری می باشد، دستور العمل مرتبط با پیوست را برای تعیین جرم اولیه نمونه دنبال کنید.

۷-۲-۴ اگر آزمونهای شرح داده شده در پیوست ب نشان دهد که تثبیت وزن ضروری می باشد، اما جرم ثابت در محدوده پنج روز قابل دستیابی نباشد، پس روش تثبیت شرح داده شده مطابق بند ۳-۱ پیوست پ یا پیوست ت، را اجرا کنید.

یادآوری ۱- دوره های بلند تثبیت به دلیل اکسیداسیون روغن زیتون که می تواند در نتیجه تثبیت بیش از حد طولانی رخ دهد، مناسب نمی باشد.

یادآوری ۲- روشهای تثبیت شرح داده شده در پیوست پ و پیوست ت ممکن است در صورت اثبات این امر که این فرآیندها برای گونه پلیمر تحت آزمون مناسب تر می باشد، استفاده شوند.

۷-۳ تماس با مشابه غذایی

شش لوله شیشه‌ای (مطابق با بند ۵-۱۱ این استاندارد) را بردارید و آنها را به منظور شناسایی علامت‌گذاری کنید. با استوانه مدرج $5 \text{ ml} \pm 100 \text{ ml}$ روغن زیتون (مطابق با بند ۴-۱ این استاندارد) در هر یک از لوله‌ها بریزید و درپوش آنها را بگذارید.

یادآوری ۱- اگر روش کار شرح شده در پیوست ت را به کار می برید، لازم است تمام روغن زیتون به کار رفته در آزمون مهاجرت را، مطابق بند ۳-۲ پیوست ت، خشک کنید.

راه دیگر پرکردن آن است که لوله‌ها را برای حجم 100 ml علامت بزنید و آنها را با روغن زیتون تا محل علامت پر کنید. در یکی از لوله هادماسنج یا ترموکوپل بگذارید و در لوله را با درپوش ببندید. اگر از روش کار شرح داده شده در پیوست ت، استفاده می کنید، دو لوله اضافی با حداقل 50 ml روغن زیتون به عنوان شاهد برای مشابه غذایی مورد نیاز است. شش یا هشت لوله و دو لوله خالی رادرون گرم‌خانه یا انکوباتور (مطابق با بند ۵-۱۲ این استاندارد) تنظیم شده در دمای آزمون که با ترموستات کنترل می شود، قرار دهید.

بگذارید روغن زیتون به دمای آزمون برسد. از دماسنج یا ترموکوپل برای پایش دما استفاده کنید. همه لوله‌ها را از گرم‌خانه بیرون آورده و در چهار عدد از لوله‌های دارای روغن زیتون، آزمون‌های وزن شده را که (مطابق با بند ۶ این استاندارد) آماده شده و در صورت لزوم تثبیت شده‌اند، قرار دهید. درپوش لوله‌ها را بگذارید. مطمئن شوید، آزمون‌ها کاملاً" در روغن زیتون غوطه‌ور شده‌اند. اگر این گونه نباشد، (مطابق با بند ۵-۲۲ این استاندارد) از مهره‌ها یا میله‌های شیشه‌ای برای افزایش سطح روغن زیتون تا زمان غوطه‌وری کامل آزمون‌ها استفاده کنید.

یاد آوری ۲- از روغن زیتون لوله پنجم، به عنوان نمونه استاندارد مرجع در تهیه نمودار کالیبراسیون استفاده می‌شود. اگر روش کار پیوست ت به کار برده می‌شود، از آن به عنوان نمونه شاهد سوم برای تیتراژ کردن کارل فیشر استفاده می‌شود. روغن زیتون لوله ششم برای کنترل دمای روغن استفاده می‌شود. اگر از مهره‌ها و میله‌های شیشه‌ای برای افزایش سطح روغن به منظور دستیابی به غوطه‌وری کامل استفاده می‌شود، باید مهره‌ها و میله‌های شیشه‌ای مشابه به لوله ششم نیز اضافه شود. دو آزمون را در لوله‌های خالی قرار داده و درپوش آنها را بگذارید.

یاد آوری ۳- این دو آزمون برای کنترل احتمال کاهش جرم ناشی از تبخیر مواد فرار مانند آب، حلال و چندپارگی مدت آزمون به کار می‌روند. اگر روش خشک کردن تحت خلاء، مطابق پیوست پ به کار رود، این آزمون‌ها لازم نیستند، زیرا طی خشک کردن در خلاء، مواد فرار از آزمون‌ها خارج می‌شوند.

دوباره هر هشت یا ده لوله را در گرم‌خانه یا انکوباتوری که با ترموستات کنترل می‌شود و در دمای آزمون تنظیم شده است، قرار دهید. این بخش از عملیات باید در کمترین زمان ممکن انجام شود تا از اتلاف گرمای بی‌مورد جلوگیری شود. دمای گرم‌خانه، انکوباتور یا روغن زیتون لوله ششم (یادآوری ۵ را ببینید) را زیر نظر داشته باشید. بگذارید لوله‌ها طبق مدت آزمون انتخاب شده، تحت حدود دمای دما مطابق جدول ب-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ (سال ۱۳۹۱) و حدود رواداری زمان مطابق جدول ب-۱ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ (سال ۱۳۹۱) قرار گیرند.

یاد آوری ۴- پیوست ب استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷: سال ۱۳۹۱ شامل رواداری‌هایی در گستره وسیعی از زمان‌ها و دماهای تماس می‌باشد. همه این دماها و زمان‌ها قابلیت کاربرد در این قسمت از استاندارد را ندارند.

یاد آوری ۵- برای زمان‌های در معرض قرار گرفتن ۲۴ ساعت یا بیشتر، پایش دمای حمام هوای گرم‌خانه یا انکوباتور یا یخچالی که با ترموستات کنترل می‌شود به جای دمای مشابه غذایی، قابل پذیرش است. لوله‌ها را از گرم‌خانه یا انکوباتور بیرون آورید و به سرعت آزمون‌ها را از لوله‌ها خارج کنید. اجازه دهید تا روغن آزمون‌هایی که در روغن زیتون قرار داشتند، بریزد. هرگونه روغن زیتون چسبیده به آزمون‌ها را با فشردن ملایم آنها میان دو کاغذ صافی (مطابق با بند ۵-۱۳ این استاندارد) بزدایید. این کار را آن قدر با کاغذهای تمیز تکرار کنید تا اثری از روغن زیتون روی کاغذ صافی مشاهده نشود. آزمون‌هایی که روی پایه یا گیره قرار دارند را از پایه جدا کنید و سپس روغن آنها را با همین روش بزدایید. گیره‌ها یا پایه‌ها را با شست و شوی با حلال استخراج تمیز کنید و آزمون‌ها را روی آنها قرار دهید.

یاد آوری ۶- اگر طبق روش کار پیوست عمل می‌کنید، لوله‌های دارای روغن را باید نگه‌دارید. در لوله‌ها باید برای جلوگیری از تغییر بیشتر در مقدار رطوبت روغن بسته شود و تعیین به روش کارل فیشر باید تا آن جا که ممکن است به سرعت انجام شود.

۴-۷ توزین نهایی آزمونه‌ها

۴-۷-۱ برای آن نمونه‌هایی که نیاز به تثبیت کردن برای به دست آوردن جرم اولیه آنها نیست (مطابق با بند ۷-۲-۲ این استاندارد)، تمام شش آزمونه‌ها، یعنی؛ چهار تایی که درون روغن زیتون قرار داشتند و دوتایی که درون لوله‌های خالی قرار داشتند را توزین نموده و جرم هر آزمونه را ثبت نمایید.

۴-۷-۲ اگر تثبیت آزمونه‌ها با استفاده از روش درون پیوست ب انجام شود، روش را تکرار کنید.

۴-۷-۳ اگر تثبیت پیش از توزین ابتدایی با استفاده از روش شرح داده شده در پیوست پ (مطابق با بند ۷-۲-۲-۱۴ این استاندارد) انجام شود پس فرآیند شرح داده شده در پیوست پ-۴ را انجام دهید.

۴-۷-۴ اگر تصمیم بر آن شد که روش شرح داده شده در پیوست ت به نمونه آزمون قابل اعمال باشد، پس آن روش را انجام دهید.

۴-۷-۵ اگر جرم نهایی هر کدام از آزمونه‌ها که در لوله‌های خالی قرار داشتند، بیش از $2/0 \text{ mg}$ از جرم نخست آنها کمتر بود (مطابق بند ۱۰-۵ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷: سال ۱۳۹۱)، این امر نشان دهنده این است که ترکیبات فرار از دست رفته اند و اصلاحاتی باید انجام شود، تا جرم نهایی برای هر آزمونه به صورتی باشد که مقادیر به دست آمده تنها اندازه مهاجرت مواد غیر فرار باشد.

۵-۷ استخراج روغن زیتون جذب شده

چهار بالون 250 ml یا 500 ml آنگونه که برای اندازه استخراج کننده از نوع سوکسله (مطابق با بند ۵-۱۵ این استاندارد) مناسب باشد را برای استفاده در استخراج بردارید و درون هر بالون $10/0 \text{ ml}$ از محلول سیکلوهگزان استاندارد داخلی از تری هپتادکانوین (مطابق با بند ۴-۳ این استاندارد) با استفاده از یک پیپت یا در صورت وجود بیش از 100 mg روغن زیتون، یک مقدار انتخابی بالاتر را قرار دهید.

یادآوری ۱- اگر آزمون‌ها بیش از ۱۰۰ mg از روغن زیتون را نگه دارند، ۱۰/۰ ml از محلول استاندارد داخلی برای دقت بهینه در تشخیص گاز کروماتوگرافی پس از استخراج کافی نیست. پیش از مبادرت به عملیات این بند، مقدار روغن زیتون نگهداشته شده در آزمون‌ها باید با مقایسه جرم‌های نهایی آزمون‌ها با جرم نخستین آنها تخمین زده شود. در صورت لزوم، مقدار محلول استاندارد داخلی را می‌توان از ۱۰ ml افزایش داد، هرچند که باید همان مقدار که برای هر آزمون به کار می‌رود برای استاندارد های روغن زیتون برای گراف کالیبراسیون (مطابق با بند ۶-۲-۱۲ این استاندارد) نیز همان مقدار به کار برده شود. به عنوان یک راهنمایی، حدوداً ۵/۵ mg از استاندارد داخلی برای هر میلی گرم از روغن زیتون استخراج شده لازم است.

به مقدار کافی حلال استخراج اضافه کنید (مطابق با بند ۴-۲ این استاندارد) تا چرخه استخراج کننده از نوع سوکسله را با سنگ جوش (مطابق با بند ۵-۱۴ این استاندارد) برای کنترل جوشش، امکان پذیر نماید (حدوداً ۲۰۰ ml یا ۴۰۰ ، با توجه به اندازه بالون).

تعداد چهار آزمون که در تماس با روغن زیتون بوده اند را در چهار استخراج کننده از نوع سوکسله قرار دهید. هر سوکسله را با یک بالون حاوی استاندارد داخلی آماده شده به صورتی که در بالا آمده است متصل کنید. با استفاده از یک حمام آب یا حمام بخار (مطابق با بند ۵-۱۶ این استاندارد)، عمل استخراج را به مدت $h^{+} 7$ ، با حداقل شش چرخه در ساعت، با اطمینان از اینکه قطعات آزمون در طی هر چرخه سوکسله، کاملاً در حلال غوطه ور باشند، و اینکه آنها از یکدیگر جدا بمانند، انجام دهید.

تمام حلال را از استخراج کننده از نوع سوکسله تخلیه کنید، بالونها را از استخراج کننده از نوع سوکسله بردارید و حلال را تا حد ۱۰ ml با استفاده از یک تبخیر کننده چرخشی یا دستگاه تقطیر ساده (مطابق با بند ۵-۱۷ این استاندارد) تبخیر نمایید. محلولهای حاوی روغن زیتون استخراج شده و استاندارد داخلی را به بالونهای ۵۰ ml (مطابق با بند ۵-۱۹ این استاندارد) جداگانه منتقل نموده و هر بالون را با سه بخش ۵ ml از حلال شستشو دهید. سه بخش حلال شستشو را به بالونهای ۵۰ ml جداگانه مربوطه اضافه کنید. با استفاده از یک تبخیر کننده چرخشی یا حمام آب تا خشک شدن کامل، تبخیر کنید (مطابق با بندهای ۵-۱۷ یا ۵-۱۸ این استاندارد).

یادآوری ۲- برای پرهیز از اکسیداسیون احتمالی روغن زیتون، تبخیر حلال تا خشک شدن کامل، باید تحت شرایط دمایی پایین، انجام شود.

یادآوری ۳- باید توجه داشت که برخی از انواع پلاستیکها، مقداری از روغن زیتون جذب شده را نگه می‌دارند. در این موارد، استخراج روغن زیتون ناقص است و یک استخراج دوم با یک حلال قطبی تر، نیازی باشد (مطابق با بند ۹-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷: سال ۱۳۹۱).

استخراج نمونه های آزمون را برای $h^{+} 7$ اضافه ، با دی اتیل اتر با اضافه کردن مقدار بیشتری از محلول استاندارد داخلی، تکرار نمایید.

یادآوری ۴- مقدار محلول استاندارد داخلی مورد استفاده همانند استخراج هفت ساعته، می باشد. در صورت بالا بودن مقدار روغن زیتون در استخراج ۷ h اول، این مقدار از محلول استاندارد داخلی ممکن است بهینه نباشد. برای تشخیص بازدهی استخراج ۷ h دوم دقت بالا نیاز نمی باشد، زیرا آنها در وهله اول برای یک بررسی بر روی بازدهی اولین استخراج هفت ساعته در نظر گرفته شده اند و استفاده از همان حجم از استاندارد داخلی یک گراف کالیبراسیون را قابل استفاده می کند. اگر آزمونهای پیشین ثابت کرده باشند که تمام روغن زیتون در طی اولین استخراج هفت ساعته، از آزمونهای استخراج خواهد شد، می توان از دومین استخراج هفت ساعته صرف نظر کرد. باقیمانده برجای مانده در بالونهای ۵۰ ml را با استفاده از روشهای شرح داده شده در بالا ایزوله نگه دارید. روغن زیتون استخراج شده در هر دو استخراج ۷ h اول و ۷ h دوم را با استفاده از روش شرح داده شده در بند ۶-۷ این استاندارد مشخص کنید، اما تا زمانی که روغن زیتون استخراج شده برای استخراج دوم، مشخص شود، نمونه های آزمون را درون استخراج کننده های از نوع سوکسله نگه دارید.

۶-۷ آماده سازی متیل استرهای چرب

۶-۷-۱ با استوانه مدرج (مطابق با بند ۵-۱۲ این استاندارد) $10 \text{ ml} \pm 0.2 \text{ ml}$ از n - هپتان را به هر بالون ۵۰ ml حاوی رسوب استخراج ۷ h اول اضافه کنید، مطمئن شوید که باقیمانده روغن زیتون و مواد قابل استخراج پلاستیک حل شده و با تکان دادن، گرم کردن یا با عملیات فراصوتی، به خوبی پخش شده اند.

یادآوری ۱- در صورتی که باقیمانده درون بالون در n - هپتان به خوبی پخش نشده و یا حل نشده باشد، هیدرولیز مقداری یا متیلاسیون روغن زیتون و استاندارد داخلی تحت شرایط شرح داده شده به دست نمی آید، به ویژه زمانی که این باقیمانده ها حاوی مواد قابل استخراج از پلاستیک در حد بیش از ۵۰ mg باشند. ممکن است استاندارد داخلی با مواد قابل استخراج پلاستیک به همان اندازه که با روغن زیتون واکنش می دهد، واکنش نداده و نتایج درست برای روغن زیتون به دست نیاید. مقدار $10 \text{ ml} \pm 0.2 \text{ ml}$ از محلول هیدروکسید پتاسیم (مطابق با بند ۴-۱۴ این استاندارد) را با استوانه مدرج یا سرنگ مدرج (مطابق با بند ۵-۱۲ این استاندارد) و مقداری سنگ جوش (مطابق با بند ۵-۱۴ این استاندارد) را اضافه کنید. یک چگالنده را به بالون وصل کرده و مخلوط در حال بازگشت را به مدت $10 \text{ min} \pm 1.0 \text{ min}$ حرارت دهید. با استوانه مدرج یا سرنگ مدرج (مطابق با بند ۵-۱۲ این استاندارد)، $5.0 \text{ ml} \pm 0.2 \text{ ml}$ از محلول متانول از تری فلورید (مطابق با بند ۴-۱۵ این استاندارد) اضافه کنید و مخلوط در حال بازگشت را برای $2 \text{ min} \pm 0.25 \text{ min}$ بجوشانید.

تا رسیدن به دمای اتاق سرد نموده و با استوانه مدرج (مطابق با بند ۵-۱۲ این استاندارد) ۱۵ ml تا ۲۰ ml محلول سولفات سدیم اشباع (مطابق با بند ۴-۷ این استاندارد) را اضافه نموده و به خوبی تکان دهید. سپس محلول سولفات سدیم بیشتری اضافه کنید تا جایی که سطح مایع به گردن بالون برسد. بگذارید تا فازها از هم جدا شوند.

یادآوری ۲- متیل استرهای مورد استفاده برای تعیین گاز کروماتوگرافی در مرحله بعد درون فاز جدا شده بالایی که n - هپتان است، قرار دارد.

برای باقیمانده استخراج ۷ h دوم آنگونه که در بالا شرح داده شده، عمل کنید. اگر یک تأخیر هفت روزه در استفاده از محلول متیل استر برای تشخیص گاز کروماتوگرافی وجود داشته باشد، لایه n - هپتان را به یک لوله دربندی شده (مطابق با بند ۵-۲۴ این استاندارد) حاوی سولفات سدیم جامد خشک (مطابق با بند ۴-۷-۱ این استاندارد) انتقال داده و در یخچال نگهدارید.

۲-۶-۷ تشخیص متیل استرهای چرب

۱-۲-۶-۷ ابزار

متیل استرهای اسیدهای چرب روغن زیتون را با استفاده از گاز کروماتوگراف (مطابق با بند ۵-۲۳ این استاندارد) تعیین کنید.

یادآوری ۱- برای ستون ۱ شرح داده شده در بند ۵-۲۳ این استاندارد، شرایط عملیات زیر مناسب تشخیص داده شده:

گاز حامل	هلیوم در ۲ ml/min
تزریق کننده	تقسیم شده (به نسبت ۱:۴۰)
آشکار ساز	شعله یونیزه کننده
برنامه دمایی	در ابتدا ۱ min در ۱۴۰ °C ، سپس پنج درجه- پنج درجه تا دمای ۱۹۰ °C بالا برید و در همین دما به مدت ۸ min نگه دارید.

دمای تزریق کننده ۲۲۰ °C

دمای آشکار ساز ۲۴۰ °C

برای ستون ۲ شرح داده شده در بند ۵-۲۳ این استاندارد، شرایط عملیات زیر مناسب تشخیص داده شده:

گاز حامل	هلیوم
دمای آون	۲۵۰ °C
دمای تزریق کننده	۳۲۰ °C
دمای آشکار ساز	۳۲۰ °C

برای ستون ۳ شرح داده شده در بند ۵-۲۳ این استاندارد، شرایط عملیات زیر مناسب تشخیص داده شده:

گاز حامل	نیترژن در ۲۵ ml/min
دمای آون	۱۸۵ °C تا ۱۹۵ °C
دمای تزریق کننده	۱۹۰ °C تا ۲۰۰ °C
دمای آشکار ساز	۱۹۰ °C تا ۲۰۰ °C

برای اندازه گیری سطح هر کدام از پیکهای روغن زیتون و استاندارد داخلی از روش انتگرال گیری استفاده کنید. به صورت اختیاری ممکن است از یک ثبت کننده نمودار برای ثبت کروماتوگرام استفاده گردد، و ارتفاع پیکهای مختلف اندازه گیری شود. در این مورد تنها ارتفاع پیک اصلی روغن زیتون (C18 یا C18:1) باید اندازه گیری شود و استاندارد داخلی باید برای اندازه گیری میزان روغن زیتون استفاده شود.

یادآوری ۲- یک روش ترجیحی استفاده از انتگرال گیری یا اندازه گیری سطح زیر پیک می باشد.

۷-۶-۲-۲ گراف کالیبراسیون

یک گستره از مقادیر روغن زیتون مرجع شاهد را که تحت شرایط آزمون مانند آزمون درون بالونهای ۵۰ ml (مطابق با بند ۵-۱۹ این استاندارد) قرار گرفته اند، توزین نمایید. یک گستره که نباید کمتر از چهار استاندارد باشد را از مقادیر روغن زیتون برگرفته از مقادیر روغن زیتون مرجع در استخراج ۷ h اول را توزین کنید.

مقدار ۱۰/۰ ml از محلول سیکلو هگزان استاندارد داخلی تری هپتادکانوین (مطابق با بند ۴-۳ این استاندارد) یا مقدار جانشین (در صورت نیاز و در شرایطی که قبلاً توضیح داده شد) را با استفاده از یک پیپت (مطابق با بند ۵-۲۱) به بالونهای استخراج (مطابق با بند ۵-۷ این استاندارد) اضافه کنید. سیکلو هگزان را با استفاده از یک تبخیر کننده چرخشی یا حمام آب گرم (مطابق با بند ۵-۱۷ یا ۵-۱۸ این استاندارد) خارج کنید. مقادیر روغن زیتون را با افزودن استاندارد داخلی به متیل استرهای که دستورالعمل آن در بند ۷-۶-۱ این استاندارد آمده است، بررسی کنید.

هر کدام از محلولهای متیل استر n - هپتان را حداقل دوبار، به داخل ستون کروماتوگرافی گازی تزریق نمایید.

یادآوری ۱- کروماتوگرامهای ویژه ایجاد شده با استفاده از ستون ۱ و ۲ به ترتیب در شکل‌های ۱-ث و ۲-ث نشان داده شده اند. با رسم نسبت‌های متیل استرهای روغن زیتون به پیکهای استاندارد داخلی بر روی محور Y و در مقابل کمیتهای وزن شده روغن زیتون بر روی محور X، یک گراف کالیبراسیون رسم کنید.

روشهای مختلفی برای ساخت گراف کالیبراسیون مناسب می باشد و انتخاب روش به تجهیزات و ستونهای مورد استفاده در کروماتوگرافی بستگی دارد، روشهای ذیل قابل قبول می باشد.

روش ۱ روش ارتفاع پیک

ارتفاع پیک استاندارد داخلی و متیل اولئات (C18:1) را در زمانی که یک ستون قطبی به کار رفته باشد، اندازه بگیرید. در موردی که یک ستون غیر قطبی برای جداسازی متیل استر استفاده شود، پیک استاندارد داخلی و پیک C18 روغن زیتون را اندازه گیری کنید. نسبت اندازه گیری شده پیکهای C18 به پیک استاندارد داخلی را اندازه گیری نموده و نسبتها را در مقابل مقادیر توزین شده روغن زیتون رسم کنید.

روش ۲ روش سطح پیک

سطح پیک استاندارد داخلی و هر کدام از متیل استرهای بوجود آمده از روغن زیتون را اندازه گیری کنید. اگر یک ستون غیر قطبی به کار رفته باشد سطوح پیک C16 و C18 را در کنار هم اضافه کنید. اگر یک ستون قطبی استفاده شده باشد، سطوح تمام پیکهای بوجود آمده از روغن زیتون (C16:0, C16:1, C18:0, C18:1) را با هم جمع کنید. نسبت سطوح ترکیب شده از پیکهای اندازه گیری شده به سطح پیک استاندارد داخلی را محاسبه نموده و نسبت در مقابل مقادیر توزین شده روغن زیتون را رسم نمایید.

روش ۳ روش سطح پیک در حالت تداخل نمونه

چنانچه آنالیز یک نمونه آزمون شاهد، مطابق پیوست الف، یک تداخل با یکی و یا تعداد بیشتری از متیل استرهای روغن زیتون، و نه همه پیکها را آشکار نموده باشد، پس این پیک یا پیکها باید از محاسبه سطح کل متیل استرهای روغن زیتون کنار گذاشته شوند. نسبت سطح کل متیل استرهای نشأت گرفته از روغن زیتون و آنهایی که بدون تداخل می باشند و سطح استاندارد داخلی D، محاسبه کنید و این نسبت را در مقابل مقادیر وزن شده روغن رسم کنید.

یادآوری ۲- یک گراف کالیبراسیون ویژه در شکل ث-۳ نشان داده شده است.

اگر یک ستون قطبی به کار رفته باشد، از هر کروماتوگرام استاندارد کالیبراسیون، نسبت C18:1/C16:0 را محاسبه نمایید، و در صورت استفاده از یک ستون غیر قطبی، نسبت C18/C16 را محاسبه کنید. مقدار نسبت میانگین از تزریقهای دوگانه یا چندگانه را برای مقایسه با همان نسبتهای بدست آمده از استخراجهای آزمون، مشخص کنید.

۷-۶-۲-۳ تعیین روغن زیتون جذب شده توسط نمونه

مقدار مناسبی از محلولهای متیل استر n - هپتان تهیه شده از باقیمانده حاوی روغن زیتون استخراج شده (مطابق با بند ۶-۷-۱ این استاندارد) را به داخل کروماتوگراف گازی (مطابق با بند ۵-۲۳ این استاندارد) تزریق کنید. حداقل دوبار تزریق را انجام دهید.

برای هر کروماتوگرام، ارتفاع یا سطح پیک یا پیکهای متیل استر روغن زیتون و پیک استاندارد داخلی را با استفاده از پیکهای مشابه و روش استفاده شده در ایجاد گراف کالیبراسیون (مطابق با بند ۶-۷-۲-۲ این استاندارد)

اندازه گیری کنید. نسبت پیکهای مرتبط را با پیکهای استاندارد داخلی برای هر کروماتوگرام محاسبه کنید. و برای هر محلول مقدار نسبت میانگین از تزریقهای دوگانه یا چندگانه را تعیین کنید. مقدار روغن زیتون استخراج شده از آزمون را به نحوی که در ادامه می آید محاسبه کنید:

روش گرافیکی

مقدار روغن زیتون استخراج شده را از گراف کالیبراسیون (مطابق با بند ۷-۶-۲-۲ این استاندارد) با استفاده از نسبت محاسبه شده از پیک یا پیکهای مربوط روغن زیتون به پیک استاندارد داخلی، بخوانید. محاسبه از پارامترهای رگرسیون

اگر معادله خط رگرسیون به صورت زیر باشد

$$Y = ax + b \quad \text{معادله (۲)}$$

پس

$$m_{oo} = \frac{(y - b)}{a} \quad \text{معادله (۳)}$$

که

m_{oo} جرم روغن زیتون استخراج شده از نمونه، در میلی گرم

a شیب گراف کالیبراسیون

b محل تقاطع با گراف کالیبراسیون

x جرم روغن زیتون در استاندارد در میلی گرم

y نسبت متیل استرهای روغن زیتون به استاندارد داخلی

هر دو روش مستقیماً مقدار روغن زیتون استخراج شده از آزمون را در میلی گرم نتیجه می دهد.

یادآوری ۱- روش اعمال محاسبه از پارامترهای رگرسیون، روش ترجیحی می باشد.

اگر روغن زیتون در دومین استخراج از بیش از یکی از آزمونها یافت شود و مقدار کمتر از ۱۰ mg بوده، اما قابل اندازه گیری باشد، این را به مقدار تشخیص داده شده از استخراج ۷ h اول اضافه نموده و جرم کل روغن زیتون استخراج شده برای هر آزمون را در گرم ثبت نمایید.

اگر بیش از ۱۰ mg در استخراج دوم یافت شود، یا نسبت پیکهای C18 به C16 تغییر کرده باشند (مطابق بند ۱۰-۱۰ و ۶-۱۰ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷: سال ۱۳۹۱).

برای هر کروماتوگرام از اولین استخراج هفت ساعته، نسبت ارتفاع یا سطح پیک C18 به بلندی یا فضای پیک C16 را محاسبه کنید. مقدار میانگین این نسبتها را مشخص نموده و با نسبت مشابه مشخص شده از کروماتوگرامهای کالیبراسیون روغن زیتون مقایسه نمایید. ثابت کنید که آیا تفاوت بین دو مقدار نسبت قابل قبول می باشد یا نه (مطابق بند ۱۰-۱۰ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷: سال ۱۳۹۱).

یادآوری ۲- تغییر در نسبت C16 /C18 برای نمونه های روغن زیتون استخراج شده در مقایسه با نسبت مشابه برای روغن زیتون استفاده شده در گراف کالیبراسیون نشان دهنده وقوع واکنش یا شکست در مولکولهای روغن زیتون در طی مراحل آزمون یا در طی استخراج آزمون می باشد. چنین تغییراتی تاثیرات نامطلوبی بر نتایج مهاجرت کل خواهند داشت.

۸- گزارش نتایج

۱-۸ روش محاسبه

مهاجرت کل را به صورت میلی گرم کم شده به ازای دسی متر مربع از سطح نمونه که انتظار می رود در تماس با ماده غذایی قرار گیرد، برای هر آزمون به روش ذیل محاسبه می شود.

$$M = \frac{[m_a - (m_b - m_c)] 1000}{S} \quad \text{معادله (۴)}$$

که :

M مقدار مهاجرت کل به روغن زیتون ، بر حسب میلی گرم بر دسی متر مربع سطح نمونه در تماس با ماده غذایی

m_a جرم اولیه آزمون پیش از تماس با روغن زیتون، بر حسب گرم (مطابق بند ۲-۲ یا ۲-۷ یا ۳-۲ یا ۳-۷ بند ۲-۷) (۴-۲)

m_b جرم آزمون پس از تماس با روغن زیتون، بر حسب گرم (مطابق بند ۴-۷) ، یا جرم اصلاح شده (معادله ۴) رابینید) که کاهش مواد فرار بالاتر از ۲ mg به ازای هر آزمون را نشان می دهد (مطابق با بند ۴-۷ یا ۵-۷ این استاندارد).

m_c جرم روغن زیتون جذب شده توسط آزمون، بر حسب گرم (مطابق با بند ۶-۷ یا ۳-۲-۶ این استاندارد) می باشد.

S مساحت سطح آزمون که انتظار می رود در تماس با ماده غذایی قرار گیرد، بصورت دسی متر مربع می باشد (مطابق بند ۳-۹ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷: سال ۱۳۹۱) .

به طور معمول، اگر ضخامت از ۰/۵ mm تجاوز کند، تمام مساحت سطح، در تعیین مقدار مهاجرت محاسبه می شود (مطابق بند ۳-۹ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷: سال ۱۳۹۱) .

نتیجه را برای هرآزمونه تا حد 1 mg/dm^2 و برای میانگین نتایج آزمون معتبر، تا حد میلی گرم به ازای دسی متر مربع محاسبه کنید.

(برای تعیین نتایج معتبر به بند ۱۲-۳ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷: سال ۱۳۹۱ مراجعه کنید).

جرم تصحیح شده با استفاده از فرمول زیر محاسبه می شود:

$$m_b = m_{b'} + m_d \quad \text{معادله (۵)}$$

که

m_b جرم تصحیح شده آزمون، برحسب گرم که برای کاهش مواد فرار در لوله های خالی مجاز می باشد .

m_d میانگین کاهش جرم آزمون در لوله های خالی، برحسب گرم می باشد.

$M_{b'}$ جرم آزمون پس از تماس با روغن زیتون، برحسب گرم می باشد.

یادآوری - این حدمجاز برای کاهش مواد فرار در طی دوره تماس نمونه آزمون، مقادیر مواد فرار کاهش یافته ازآزمون غوطه ور شده در روغن زیتون، برابر با میانگین کاهش مواد فرار از دوآزمون درون لوله های خالی در نظر گرفته می شود. اگر روش شرح داده شده در پیوست ت دنبال شده باشد، مهاجرت کل، به صورت میلی گرم کاهش یافته در دسی متر مربع از سطح نمونه که انتظار می رود در تماس با ماده غذایی قرار گیرد، گزارش شده و به صورت زیر محاسبه می شود:

$$M_b = \frac{[m_a - (m_b - m_c + M_w)] \times 1000}{S} \quad \text{معادله (۶)}$$

که

M_D مهاجرت کل به درون روغن زیتون، برحسب میلی گرم بر دسی متر مربع از مساحت سطح نمونه که انتظار می رود در تماس با ماده غذایی قرار گیرد، می باشد که با دنبال نمودن روش شرح داده شده در پیوست ت به دست می آید؛

m_a جرم اولیه آزمون، پیش از تماس با روغن زیتون، برحسب گرم (مطابق با بندهای ۲-۷ یا ۲-۷ یا ۳-۲ یا ۳-۲ ویژه بند ۲-۷-۴ این استاندارد).

m_b جرم آزمون پس از تماس با روغن زیتون، برحسب گرم (مطابق با بند ۴-۷ این استاندارد) یا جرم اصلاح شده (معادله (۵) را ببینید) که کاهش مواد فرار بزرگتر از 2 mg به ازای هرآزمون می باشد (مطابق با بند ۴-۷ این استاندارد).

m_c جرم روغن زیتون جذب شده توسط آزمون، برحسب گرم (مطابق با بند ۶-۷-۲-۳ این استاندارد) .

M_w جرم آب از دست رفته یا به دست آمده از مهاجرت آزمون، برحسب میلی گرم.

S مساحت سطح آزمون که انتظار می رود در تماس با ماده غذایی قرار گیرد، برحسب دسی متر

مربع (مطابق بند ۹-۳ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷: سال ۱۳۹۱) .

معمولاً اگر ضخامت از ۰/۵ mm فراتر رود، تمام مساحت سطح در تعیین مقدار مهاجرت لحاظ می گردد.

۸-۲ دقت

به پیوست ج مراجعه شود.

۹ گزارش های آزمون

زمانیکه مواد پلاستیکی برای استفاده در تماس با غذای چرب در نظر گرفته شده باشند، باید فاکتورهای کاهش مجاز در زمان گزارش نتایج آزمون در نظر گرفته شود. آزمون باید دارای آگاهی های زیر باشد:

۹-۱ در نظر گرفتن این استاندارد ملی ایران به عنوان روش آزمون

۹-۲ تمام اطلاعات لازم مربوط به نمونه مانند ماده شیمیایی مورد استفاده، تولید کننده، علامت تجاری، درجه، سری ساخت و ضخامت بیان شود.

۹-۳ شرایط زمانی و دمای تماس با ماده مشابه غذایی بیان شود.

۹-۴ انحرافات از روش مشخص شده و نتایج آنها بیان شود.

۹-۵ گزارش نتایج هر کدام از آزمونها و میانگین آنها که به صورت میلی گرم کاهش یافته در دسی متر مربع از نمونه بیان شود.

۹-۶ لحاظ این استاندارد ملی به عنوان مرجع برای روش به کار رفته برای تشخیص جرم نمونه های حساس به رطوبت، و در نتیجه برای انتخاب روش در نظر گرفته شود.

۹-۷ هرگونه تنظیمات بکار برده شده برای کاهش مواد فرار از آزمونها بیان شود.

۹-۸ توضیحات مرتبط در مورد نتایج آزمون بیان شود.

۹-۹ لحاظ این استاندارد ملی به عنوان مرجع، برای هرگونه فاکتور کاهش استفاده شده در محاسبه مهاجرت در نظر گرفته شود.

۹-۱۰ تاریخ انجام آزمون بیان شود.

۹-۱۱ نام و نام خانوادگی و امضاء آزمونگر بیان شود.

پیوست الف

(الزامی)

تعیین سازگاری روغن زیتون به عنوان مشابه غذایی چرب و تری هیتادکانوین به عنوان استاندارد داخلی

الف-۱ اصول روش

این روش برای اثبات این که روغن زیتون به عنوان مشابه غذایی چرب مناسب است، و این که تری هیتادکانوین به عنوان یک استاندارد داخلی برای تشخیص گاز کروماتوگرافی روغن زیتون به صورت متیل استرهای آن، مناسب می باشد، انجام می شود.

الف-۲ روش

الف-۲-۱ ۴۵ mg تا ۵۵ mg از روغن زیتون (مطابق با بند ۴-۱ این استاندارد) را درون یک بالون ۵۰ ml (مطابق با بند ۵-۱۹ این استاندارد) وزن کرده، و ۱۰/۰ ml از محلول سیکلوهگزان از تری هیتادکانوین (مطابق با بند ۴-۱۳ این استاندارد) را توسط پی پت (مطابق با بند ۵-۱۲ این استاندارد) اضافه کنید. سیکلوهگزان را با استفاده از یک تبخیر کننده چرخشی یا حمام آب (مطابق با بند ۵-۲۰ این استاندارد) خارج کرده و با استوانه مدرج یا سرنگ مدرج (مطابق با بند ۵-۲۰ این استاندارد)، $0/2 \text{ ml} \pm 10 \text{ ml}$ از n - هپتان (مطابق با بند ۴-۶ این استاندارد) را اضافه کنید. مطمئن شوید که باقیمانده روغن زیتون با تکان دادن، گرم کردن یا عملیات فراصوتی، به خوبی پراکنده شده باشد.

الف-۲-۲ با استوانه مدرج یا سرنگ مدرج (مطابق با بند ۵-۲۰ این استاندارد)، $0/2 \text{ ml} \pm 10 \text{ ml}$ از محلول هیدروکسید پتاسیم (مطابق با بند ۴-۴ این استاندارد) و اندکی سنگ جوش (مطابق با بند ۵-۱۴ این استاندارد) را اضافه کنید. یک چگالنده را به بالون متصل نموده و مخلوط تحت برگشت را برای $0/5 \text{ min} \pm 10 \text{ min}$ بجوشانید. با یک استوانه مدرج، یا سرنگ مدرج (مطابق با بند ۵-۲۰ این استاندارد)، $0/2 \text{ ml} \pm 5 \text{ ml}$ از محلول متانول تری فلورید بور (مطابق با بند ۴-۱۵ این استاندارد) را اضافه نموده و مخلوط تحت برگشت را برای $0/25 \text{ min} \pm 2 \text{ min}$ بجوشانید.

پس از سرد کردن تا دمای اتاق، با استوانه مدرج (مطابق با بند ۵-۲۰ این استاندارد)، ۱۵ ml تا ۲۰ ml از محلول اشباع سولفات سدیم (مطابق با بند ۴-۷-۱۲ این استاندارد) را اضافه نموده و خوب تکان دهید. سپس محلول سولفات سدیم بیشتری را تا رسیدن سطح مایع به دهانه بالون اضافه کنید. اجازه دهید تافازها از هم جدا شوند. اگر در استفاده از یک محلول متیل استر برای تشخیص گاز کروماتوگرافی، بیش از هفت روز تأخیر وجود داشت، لایه n - هپتان را به یک لوله کوچک دربندی شده (مطابق با بند ۵-۲۴ این استاندارد) حاوی سولفات سدیم خشک جامد (مطابق با بند ۴-۷-۱۱ این استاندارد) انتقال داده و در یخچال نگهداری کنید.

یادآوری- متیل استرها برای تشخیص گاز کروماتوگرافی بعدی در لایه بالایی n - هپتان قرار دارند.

الف-۲-۳ محلول متیل استر را به درون گاز کروماتوگراف تزریق کنید.

یادآوری - تعیین یافته هایباینگراین است که حجم $1 \mu\text{l}$ تا $3 \mu\text{l}$ برای ستونهای شرح داده شده در یادآوری بند ۵-۲۳ این استاندارد، مناسب می باشد.

کروماتوگرام را برای مقایسه نگه دارید.

الف-۲-۴ یکی از آزمون ها را که آماده شده، برداشته و در یک استخراج کننده از نوع سوکسله (مطابق با بند ۵-۱۵ این استاندارد) قرار دهید. یک بالون 250 ml یا 500 ml (مطابق با بند ۵-۱۵ این استاندارد) را برداشته و به 10 ml از سیکلو هگزان بدون استاندارد داخلی، مقدار کافی از حلال استخراج (مطابق با بند ۴-۱۲ این استاندارد) اضافه می کنیم تا امکان چرخش استخراج کننده از نوع سوکسله (حدوداً 200 ml یا 400 ml)، با توجه به اندازه بالون) با سنگ جوش (مطابق با بند ۵-۱۴ این استاندارد) برای کنترل جوشیدن، فراهم شود. با استفاده از حمام آب یا حمام بخار (مطابق با بند ۵-۱۸ این استاندارد) عمل استخراج را برای یک دوره $1 \text{ h} + 0.7$ با چرخشهای استخراجی که کمتر از شش بار در ساعت نباشد، با اطمینان از اینکه قطعات آزمون در طی هر چرخش کاملاً در حلال غوطه ور باشند، و از یکدیگر جدا باقی بمانند، انجام دهید.

الف-۲-۵ تمام حلال را از استخراج کننده از نوع سوکسله به درون بالون ریخته، بالون را از استخراج کننده از نوع سوکسله جدا نموده و حلال را با استفاده از یک تبخیر کننده چرخشی یا دستگاه تقطیر ساده، تا سطح حدود 10 ml تبخیر کنید. محلول استخراج آزمون را به یک بالون 50 ml انتقال داده و بالون را با سه قسمت 5 ml از حلال بشوید و سه قسمت شستشورا به بالون 50 ml اضافه کنید.

آن را با استفاده از یک تبخیر کننده چرخشی یا حمام آب تا خشک شدن تبخیر کنید (مطابق با بندهای ۵-۱۷ یا ۵-۱۸).

الف-۲-۶ $0.2 \text{ ml} \pm 0.1 \text{ ml}$ از n - هپتان را به بالون 50 ml اضافه کنید. مطمئن شوید که آزمون استخراج شده با تکان دادن، گرم کردن یا با عملیات فراصوتی، به خوبی پخش شده باشد. سپس محتوای بالون را هدف روش آماده سازی متیل استر، شرح داده شده در بند الف-۲-۲ قرار دهید و همان مقدار از محلول به دست آمده را آن گونه که در بند الف-۲-۳ به کار رفته است به درون گاز کروماتوگراف تزریق کنید. کروماتوگرام را ثبت کنید.

الف-۳ نتیجه گیری

کروماتوگرام متیل استرها ایجاد شده از روغن زیتون و استاندارد داخلی در روش شرح داده شده در بند الف-۲-۲-۳ را با کروماتوگرام آماده سازی از استخراج آزمون در روش الف-۲-۶، مقایسه کنید. اگر پیکهای موجود در کروماتوگرام استخراج با مدت زمان نگهداری پیکهای مشابه با آن پیکهایی که از متیل استرها روغن زیتون به دست آمده، و برابر با 2 میلی گرم یا بیشتر از روغن زیتون باشد، این روش برای ماده تحت آزمون مناسب نمی باشد. اگر یک ستون قطبی استفاده شده باشد و تداخل هایی در پیکهای C18:0 و/یا پیک C18:2، اما نه بر

پیکه‌های دیگر متیل استر روغن زیتون، مشاهده شود، پس روغن زیتون می‌تواند یک مشابه غذایی چرب مناسب به حساب آید (روش ۳ بکار گرفته شده در بند ۷-۶-۲-۲).

یادآوری ۱- یک جانشین مناسب تحت عنوان استاندارد داخلی تری نونادکانوئین یا هیدروسینامید اسید، اتیل استرمی باشد (مطابق بند ۱۰-۳ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷: سال ۱۳۹۱).

یادآوری ۲- جدول ۱-۱ و ۲-۱ انواع کروماتوگرامهای متیل استرهای روغن زیتون و تری هپتادکانوئین استفاده شده در ستونهای ۱ و ۲ را به ترتیب نشان می‌دهد.

اگر یک پیک در کروماتوگرام ماده استخراج شده با مدت زمان نگهداری مشابه، با پیک متیل هپتادکانوئین باشد از تری هپتادکانوئین اصلی، استاندارد داخلی بوجود آمده است و در این حالت اگر از ۱٪ ارتفاع و یا مساحت پیک بیشتر باشد، به عنوان استاندارد داخلی جانشین قابل طرح می‌باشد.

پیوست ب
(الزامی)
تعیین نیاز به تثبیت نمونه

تعیین نیاز به تثبیت نمونه

ب-۱ اصول روش

روش های شرح داده شده در بندهای ب-۲ و ب-۳ برای تعیین اینکه آیا تثبیت آزمونه ها با توجه به محتوای رطوبت، مورد نیاز خواهد بود یا خیر ، انجام می شود. روش های شرح داده شده در بندهای ب-۴ و ب-۵ برای تعیین جرم آزمونه ها، که حساس به رطوبت می باشند، انجام می شود.

ب-۲ روش تثبیت

ب-۲-۱ یک نمونه آزمون راهمان طور که در بند ۶ تهیه شده و در یک محفظه قرارداد شده (مطابق بند ۵-۱۰)، برداشته و در یک ظرف که به مدت $h \pm 4h$ در رطوبت نسبی ۸۰٪ نگهداشته شده، قرار دهید. آزمونه را برداشته و بعد از برداشتن از محیط کنترل شده، هر چه سریعتر توزین کنید، تا کاهش رطوبت و تغییر در جرم به حداقل برسد.

ب-۲-۲ همان آزمونه را درون یک ظرف که به مدت $h \pm 4h$ ، در رطوبت نسبی ۵۰٪ نگهداشته شده، قرار دهید. آزمونه را برداشته و مطابق اقدامات احتیاطی نوشته شده در بند ب-۲-۱، توزین کنید.

ب-۳ نتیجه گیری

اگر تفاوت بین جرمهای آزمونه همان طور که در بندهای ب-۲-۱ و ب-۲-۲ تعیین شده، بزرگتر از 2 mg/dm^2 باشد، پس آماده سازی نمونه آزمون پیش از عمل توزین، در فرآیند آزمون ضروری خواهد بود. اگر تفاوت بین جرمهای نمونه آزمون، همان طور که در بندهای ب-۲-۱ و ب-۲-۲ تعیین شده، کمتر از 2 mg/dm^2 باشد، پس آماده سازی آزمونه پیش از عمل توزین، در روش آزمون ضروری نخواهد بود.

ب-۴ توزین اولیه آزمون‌ها

آزمون‌ها را در ظرفی که در رطوبت نسبی ۵۰٪ نگهداشته شده قرار داده، در فواصل زمانی حدود ۲۴ h، تا زمانی که تغییر در جرم بین توزین‌های پیاپی هرآزمون کمتر از 2 mg/dm^2 باشد، توزین نموده و جرم نهایی هرآزمون را ثبت کنید.

ب-۵ توزین نهایی آزمون‌ها

آزمون‌ها را مجدداً در ظرفی که در رطوبت نسبی ۵۰٪ نگهداشته شده، قرار دهید، در فواصل زمانی حدود ۲۴ h، تا زمانی که تغییر در جرم بین توزین‌های پیاپی هرآزمون کمتر از 2 mg/dm^2 باشد، توزین نموده و جرم نهایی هرآزمون را ثبت

پیوست پ (الزامی)

تعیین نیازبه تثبیت نمونه و تعیین جرم آزمون حساس به رطوبت با خشک کردن تحت خلاء

پ-۱ اساس روش

روش شرح داده شده در بند پ-۲ برای اثبات اینکه آیاتثبیت آزمونها با توجه به محتوای رطوبت لازم است یا نه، انجام می شود. روش شرح داده شده در بندهای پ-۳ و پ-۴ برای تعیین جرم آزمونها که حساس به رطوبت می باشند، انجام می شود.

پ-۲ اثبات نیاز برای تثبیت آزمونها

پ-۲-۱ روش

یک آزمون را همان طور که در بند ۶ این استاندارد تعیین شده، برداشته و در حد میلی گرم توزین کنید. آزمون را در یک آون تحت خلاء (مطابق با بند ۵-۱۲۵ این استاندارد) در $C \pm 5^{\circ}$ قرار دهید. فشار درون آون را تا ۱/۳ kPa یا کمتر کاهش دهید. آزمون را درون آون به مدت $60 \text{ min} \pm 10 \text{ min}$ قرار دهید. فشار را برداشته و آزمون را از آون تحت خلاء به یک دسیکاتور (مطابق با بند ۵-۱۲۶ این استاندارد) حاوی سیلیکاژل خود دستگاه یا کلرید کلسیم خشک انتقال دهید. پس از سرد کردن به مدت $60 \text{ min} \pm 10 \text{ min}$ جرم آزمون را تعیین کنید. اختلاف بین جرم آزمون را قبل و بعد از یک ساعت قراردادن تحت خلاء محاسبه کنید. آزمون را دوربریزید.

پ-۲-۲ نتیجه گیری

اگر تفاوت بین جرمهای نمونه آزمون بزرگتر از 2 mg/dm^2 باشد، پس تثبیت آزمونها برای استفاده در آزمون، پیش از هر عمل توزین در روش آزمون (مطابق بند پ-۳) ضروری خواهد بود. اگر تفاوت بین جرم آزمونها کمتر از 2 mg/dm^2 باشد، پس تثبیت آزمونها برای استفاده در آزمون پیش از هر عمل توزین در روش آزمون ضروری نخواهد بود.

پ-۳ توزین اولیه آزمونها

پ-۳-۱ تثبیت آزمونها

چهار نمونه آزمون را همان طور که در بند ۶ تعیین شده، توزین نموده، سپس به یک آون تحت خلاء در $C \pm 5^{\circ}$ درجه سلسیوس انتقال دهید و فشار درون آون را با استفاده از یک پمپ خلاء قوی تا ۱/۳ kPa، کاهش دهید. پمپ خلاء را در زمانی که فشار مورد نظر فراهم شده باشد، می توان خاموش نمود. هر یک ساعت پمپ خلاء را برای یک دوره 10 min تا 15 min روشن کنید تا رطوبت از آون خارج شده و خلاء تجدید شود. آزمونها را

برای یک دوره 24 ± 2 h تحت این شرایط در آون تحت خلاء قرار دهید. آزمون را از آون تحت خلاء به یک دسیکاتور حاوی سیلیکاژل خود دستگاه یا کلرید کلسیم خشک انتقال دهید. جرم آزمون را پس از سرد کردن به مدت 60 ± 10 min تعیین کنید. روش تثبیت را تا زمانیکه تغییر در جرم دو توزین متوالی کمتر از 2 mg/dm^2 باشد، تکرار کنید. جرم نهایی هر آزمون را ثبت کنید.

پ-۳-۲ تثبیت مجدد آزمون ها

آزمون ها را تا زمانی که آزمون ها حداقل 70% از وزن از دست داده در طی خشک کردن تحت خلاء را باز یابد، در رطوبت محیط یا درون یک ظرف (مطابق با بند ۵-۱۰ این استاندارد) حاوی 80% رطوبت نسبی قرار دهید (به بند ۱۰-۹ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷: سال ۱۳۹۱). آزمون ها اکنون آماده قرار گرفتن در معرض تماس با روغن زیتون می باشند.

پ-۴ توزین نهایی آزمون ها

پس از دوره قرار گرفتن در معرض تماس، تا زمان رسیدن به جرم ثابت، آزمون ها برای دوره های 24 ساعته، همان طور که در بالا آمده است، قرار می گیرند. جرم نهایی هر آزمون را ثبت کنید. اکنون آزمون ها را می توان برای بازیابی روغن زیتون استخراج نمود.

پیوست ت

(الزامی)

تعیین تغییر در محتوای رطوبت آزمون‌ها با اندازه‌گیری انتقال آب به یا از روغن زیتون، با تیتراسیون کارل فیشر

ت- ۱ اصول روش

مشابه غذایی برداشته شده از آزمون مهاجرت، تا پیش از آنالیز برای آب، در یک ظرف آب بندی شده برای محافظت از رطوبت هوا، نگهداری می‌شود. مواد به کار برده شده در تیتراسیون کارل فیشر، صرف عملیات حجم سنجی یا کولون سنجی می‌شود و به آب اختصاص یافته است. محتوای آب تازه و مشابه غذایی استفاده شده، تعیین شده و در نتیجه از دست دادن یا بدست آوردن آب از آزمون، از این تفاوت مشخص می‌شود. این مقدار سپس برای جبران از دست دادن یا بدست آوردن آب در روش مهاجرت کل گراوی متریک استفاده می‌شود.

ت- ۲ معرفیها

ت- ۱-۲ نمونه های مشابه غذایی روغن زیتون بدست آمده از هر کدام از چهار (یا سه) لوله که حاوی آزمون‌ها هستند را فوراً تحت آزمون مهاجرت (۵۰ ml) قرار دهید.

ت- ۲-۲ سه نمونه از مشابه غذایی روغن زیتون شاهد را تحت شرایط معادل مهاجرت اما بدون حضور آزمون (۵۰ ml)، قرار دهید.

ت- ۳-۲ نمونه مشابه غذایی روغن زیتون (مطابق با بند ۴-۱ این استاندارد)، انتظار می‌رود که در آزمونهای مهاجرت به کار روند.

ت- ۳ روش

ت- ۱-۳ ارزیابی مشابه غذایی

بخشهای شبیه سازی شده مشابه غذایی (n=۵) که انتظار می‌رود در تماس با ماده غذایی قرار گیرند (مطابق بند ۲-۳) را برداشته و روش کارل فیشر را اجرا کنید. دقت (انحراف از استاندارد) این محاسبه باید برای رسیدن به دقت معادل ۱ mg/dm² در نتیجه نهایی در حد ۱۰ mg/kg یا کمتر باشد. اگر این دقت با دلیل اینکه مقدار آب موجود در مشابه غذایی بالا است، بدست نیاید. مشابه غذایی را مطابق بند ۳-۲ خشک کنید.

یادآوری- اگر دقت بدست آمده ناکافی باشد، از یک وسیله جانشین کارل فیشر بایستی استفاده شود.

ت-۲-۳ خشک کردن مشابه غذایی

مقدار کافی از مشابه غذایی و شاهد را برای آزمون مهاجرت برداشته و در خلال خالص سازی با جریان 15 ml/min تا 20 ml/min نیتروژن خشک، برای 4 h در 150°C نگه دارید. مشابه غذایی را مطابق بند ت-۳-۱ ارزیابی کنید. مشابه غذایی خشک شده را در یک ظرف آب بندی شده نگهداری کنید.

یادآوری- محتوای آب مشابه غذایی بایستی به طور معمول 50 mg/kg یا کمتر از این روش باشد.

ت-۳-۳ آماده سازی نمونه ها برای آزمون

در زمان استفاده از این روش جرم استخراج شده از مشابه غذایی را با تفاوت جرم (Mm)، محاسبه کنید. سه قسمت مشابه غذایی شاهد (مشابه غذایی بدون نمونه) را در شرایط مشابه آزمون ها قرار دهید تا مشابه غذایی شاهد را به دست آورید.

ت-۴-۳-۲ تیتراسیون کارل فیشر نمونه های مشابه غذایی

ت-۴-۳-۱ تیتراتور کارل فیشر را طبق توصیه های سازنده کالیبره کنید.

ت-۴-۳-۲ نمونه های فرعی سه گانه از هر کدام از چهار قسمت مشابه غذایی که در تماس با آزمون ها بوده اند و هر کدام از مشابه های غذایی شاهد را بردارید. محتوای آب را مطابق بند ت-۴-۳-۳ تعیین کنید.

ت-۴-۳-۳ یک مقدار از مشابه غذایی را درون تیتراتور وارد کنید.

با استفاده از یک سرنگ و سوزن تمیز شده (مطابق با بندهای ۵-۲۸ و ۵-۲۹ این استاندارد) جرم دقیق اضافه شده (Mo) رابه وسیله سرنگ خالی از پیش وزن شده با دقت در حد 10 mg خالی از پیش وزن شده، تعیین کنید. به نمونه زمان دهید (معمولا "۱ min تا ۲ min) تا پیش از انجام تیتراسیون حل شود.

ت-۴-۳-۴ تجهیزات کارل فیشر به طور معمول جرم آب یافت شده (Qw) را نشان می دهد. محتوای آب مشابه غذایی (Wc) را به صورت میلی گرم بر کیلوگرم، با فرمول $Wc = Qw/Mo$ ، محاسبه کنید.

ت-۵-۳ دقت تعیین آب

نتایج Wc نمونه های فرعی سه گانه باید در چارچوب $\pm 10 \text{ mg/kg}$ باشد. اگر این معیار برای همه نمونه های شبیه ساز رضایت بخش باشد، میانگین نتایج سه گانه را برای هر کدام از چهار نمونه مهاجرت محاسبه کنید تا

Ws1 ، Ws2 ، Ws3 ، و Ws4 را به دست آورده و برای سه مشابه غذایی شاهد Wb1 ، Wb2 ، و Wb3 را به دست آورید. اگر اختلافی بیش از $10 \text{ mg/kg} \pm$ حاصل شود، روش کارل فیشر مطابق بند ت-۳-۴ را بررسی نموده و منشاء اختلاف را برطرف کنید.

ت-۳-۶ قابلیت تجدیدپذیری مشابه غذایی شاهد

اگر نتایج Wb1 ، Wb2 ، و Wb3 برای سه نمونه مشابه غذایی شاهد در چارچوب $10 \text{ mg/kg} \pm$ باشد، میانگین آنها را به عنوان Wb در نظر بگیرید. اگر اختلافی بیش از $10 \text{ mg/kg} \pm$ مشاهده شود، روش را بررسی نموده و منبع اختلاف را برطرف کنید.

ت-۴ بیان نتایج

جرم آب (Mw) از دست رفته یا گرفته شده بوسیله هرآزمونه مهاجرت با استفاده از معادله زیر محاسبه می شود :

$$Mw = (Ws - Wb) \times Mm \quad \text{معادله (۷)}$$

که در آن :

Mw جرم آب از دست رفته توسط آزمونهای مهاجرت ، برحسب میلی گرم می باشد.

Ws محتوای آب مشابه غذایی مهاجرت ، برحسب میلی گرم بر کیلوگرم می باشد.

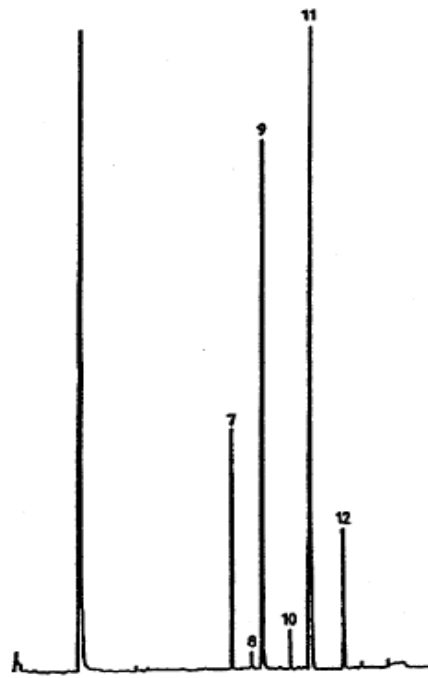
Wb میانگین محتوای آب مشابه های غذایی شاهد ، برحسب میلی گرم بر کیلوگرم می باشد.

Mm جرم مشابه غذایی استفاده شده برای آزمون مهاجرت، برحسب کیلوگرم می باشد.

پیوست ث

(اطلاعاتی)

نوعی ازگراف کالیبراسیون وکروماتوگرام



جدول ث-۱- نوعی ازکروماتوگرام - ستون ۱

۱۱=C۱۸:۱

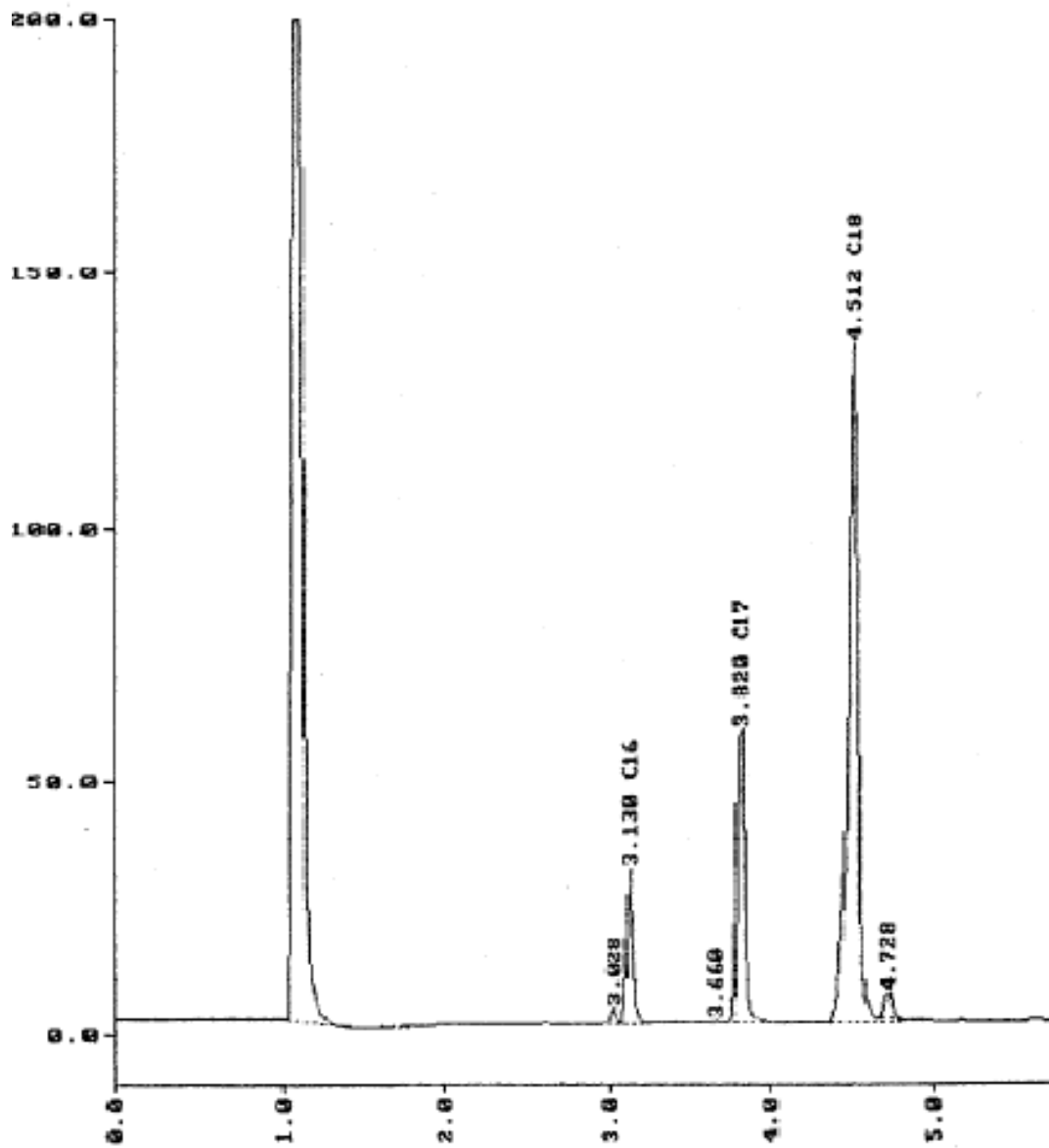
۹=C۱۷:۰

۷=C۱۶:۰

۱۲=C۱۸:۲

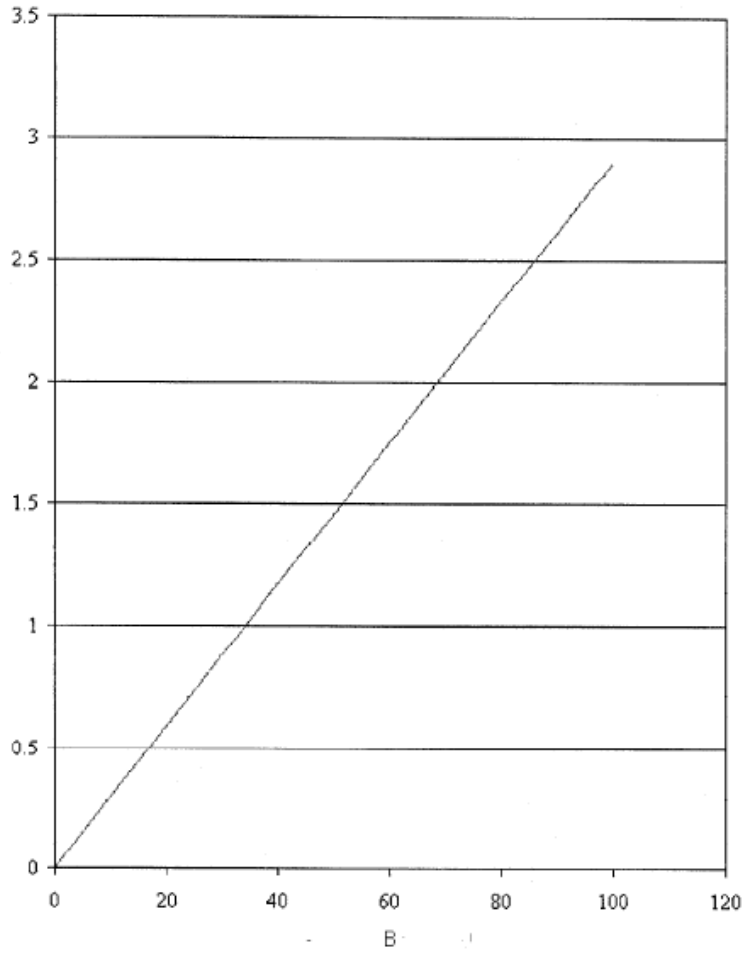
۱۰=C۱۸:۰

۸=C۱۶:۱



زمان نگهداری در دقیقه

جدول ث-۲- نمودار نوعی از کروماتوگرام - ستون ۲



راهنما :
 A: نسبت سطح زیر پیک
 B: روغن زیتون بر حسب میلی گرم

جدول ث-۳- نمودار نوعی از گراف کالیبراسیون

پیوست ج
(اطلاعاتی)
دقت داده ها

دقت داده ها

ارزیابی نتایج حاصل از آزمون های مشترک با یک فیلم پلاستیکی که میانگین مهاجرت کل آن $6/6 \text{ mg/dm}^2$ است ، وبوسیله روش غوطه وری کامل تعیین شده، مقادیر زیر برای r و R می دهد:

$$r = 2/0 \text{ mg/dm}^2 \text{ تکرارپذیری}$$

$$R = 2/9 \text{ mg/dm}^2 \text{ تکثیرپذیری}$$

دقت داده ها به وسیله آزمایش انجام شده در ۱۹۹۶ شامل ۱۱ آزمایشگاه و ۶ تکرار تعیین شده است. ارزیابی نتایج حاصل از آزمون های مشترک بیشتر بایک فیلم پلاستیکی که میانگین مهاجرت کل آن mg/dm^2 است ، و به وسیله روش غوطه وری کامل تعیین شده، مقادیر زیر برای r و R می دهد:

$$r = 1/8 \text{ mg/dm}^2 \text{ تکرارپذیری}$$

$$R = 3/7 \text{ mg/dm}^2 \text{ تکثیرپذیری}$$

دقت داده ها به وسیله آزمایش انجام شده در ۱۹۹۷ شامل ۸ آزمایشگاه و ۶ تکرار تعیین شده است.