



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۱-۱۳۷۳۷

چاپ اول

اسفند ۱۳۹۲

INSO

13737-11

1st.Edition

Mar.2014

پلاستیک ها - مواد و کالاهای در تماس با
مواد غذایی - قسمت ۱۱
مهاجرت کل به مخلوط تری گلیسیریدهای
مصنوعی نشان دار شده با کربن - روش های
آزمون

**Materials and articles in contact with
foodstuffs- Plastics- Part 11: Test methods
for overall migration into mixtures of C-
labelled synthetic triglycerides**

ICS:67.250

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، نهادهای 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 وکالاهای در تماس با موادغذایی-قسمت ۱۱: مهاجرت کل به مخلوط تری گلیسیرید های مصنوعی
نشان دار شده با کربن- روش های آزمون»

رئیس:

احمدی ، زاهد

(دکترای مهندسی پلیمر)

سمت و / یا نمایندگی

هیئت علمی دانشکده پلیمر دانشگاه

صنعتی امیر کبیر

دبیر:

حقوقی فرد ، افسانه

(فوق لیسانس MBA)

کارشناس اداره کل استاندارد استان تهران

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اسماعیلیان ، زهرا

(لیسانس مهندسی پلیمر)

کارشناس آزمایشگاه بسپار فرایند پارس

افتخاریان طرقي ، فرشته

(لیسانس شیمی)

کارشناس آزمایشگاه خاتم پلیمر

جعفری ، مریم

(دکتری پلیمر)

مسئول فنی آزمایشگاه بسپار فرایند پارس

علمی زاده ، زهرا

(لیسانس مهندسی پلیمر)

مدیر آزمایشگاه پاک بنیان البرز

مهوار طاهری ، ناهید

(لیسانس مهندسی شیمی)

کارشناس شرکت ماندانا شیمی

نجف زاده ، نرگس

(فوق لیسانس MBA)

کارشناس اداره کل استاندارد استان تهران

نیک بین ، حمیده

کارشناس اداره کل استاندارد استان تهران

(فوق لیسانس علوم بهداشتی در تغذیه)

فهرست مندرجات

عنوان	صفحه
آشنایی با سازمان ملی استاندارد	ب
کمیسیون فنی تدوین استاندارد	ج
پیش گفتار	ه
۱ هدف و دامنه کاربرد	۱
۲ مراجع الزامی	۱
۳ روش الف روش غوطه وری کامل	۲
۱-۳ اصول روش	۲
۲-۳ مواد ویا واکنشگرها	۳
۳-۳ وسایل	۴
۴-۳ آماده سازی آزمونه ها	۶
۵-۳ روش کار	۸
۶-۳ بیان نتایج	۱۳
۷-۳ گزارش آزمون	۱۵
۴ روش ب روش سل	۱۵
۱-۴ اصول روش	۱۷
۲-۴ مواد ویا واکنشگرها	۱۷
۳-۴ وسایل	۱۸
۴-۴ آماده سازی آزمونه ها	۱۹
۵-۴ روش کار	۲۰
۶-۴ بیان نتایج	۲۶
۷-۴ گزارش آزمون	۲۸
۵ روش پ روش کیسه	۲۸
۱-۵ اصول روش	۲۸
۲-۵ مواد ویا واکنشگرها	۲۹
۳-۵ وسایل	۳۰

۳۲	۴-۵	آماده سازی آزمون ها
۳۳	۵-۵	روش کار
۳۹	۶-۵	بیان نتایج
۴۱	۷-۵	گزارش آزمون
۴۲	۶	روش ت روش پر کردن کالا
۴۲	۱-۶	اصول روش
۴۳	۲-۶	مواد و یا واکنشگرها
۴۴	۳-۶	وسایل
۴۵	۴-۶	آماده سازی آزمون ها
۴۶	۵-۶	روش کار
۵۲	۶-۶	بیان نتایج
۵۴	۷-۶	گزارش آزمون
۵۶		پیوست الف
۵۷		پیوست ب
۵۹		پیوست پ
۶۱		پیوست ت

پیش گفتار

استاندارد " پلاستیک ها-مواد و کالاهای در تماس با مواد غذایی- قسمت ۱۱: مهاجرت کل به مخلوط تری گلیسرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن- روش های آزمون " که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط مربوطه توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده است و در یکصد و سی و پنجمین اجلاس کمیته ملی استاندارد بسته بندی مورخ ۱۳۹۲/۱۱/۷ 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 مآخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است :

EN 1186-11:2002, Materials and articles in contact with foodstuffs- Plastics– Part 11: Test methods for overall migration into mixtures of C-labelled synthetic triglycerides

پلاستیک ها-مواد و کالاهای در تماس با مواد غذایی -قسمت ۱۱:مهاجرت کل به مخلوط تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن - روش های آزمون

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین روش های آزمون برای تعیین مهاجرت کل از مواد و کالاهای پلاستیکی به مشابه غذایی چرب شامل مخلوطی از تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ در دمای بیش از 20°C تا 121°C و 121°C در زمان های انتخاب شده ، می باشد.

دامنه کاربرد این روش ها، پلاستیک هایی به شکل فیلم و ورق، گستره وسیعی از کالاهای و ظروفی که امکان تهیه آزمون های با اندازه مناسب از آنها وجود دارد و ظروف و کالاهایی که قابل پرشدن هستند، می باشد.

این روش های آزمون برای انواع پلاستیک ها قابل کاربرد می باشند.

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 صورتیکه 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؛ پلاستیک ها -مواد و کالاهای در تماس با مواد غذایی - قسمت ۱ : راهنما برای انتخاب شرایط و روش های آزمون برای مهاجرت کل.

2-2 EN10088-1: 1995,Stainless steels- part 1 : List of stainless steels

2-3 ISO 648 Laboratory glassware – one mark pipettes

2-4 ISO 4788, Laboratory glassware- Graduated measuring cylinders

۳ روش الف روش غوطه وری کامل

۳-۱ اصول روش

هشدار- استفاده و دفع مواد نشان دار شده با کربن ۱۴، دارای ملاحظات قانونی ملی می باشد که این قوانین در هر کشور با سایر کشور ها متفاوت است. آزمایشگاهها باید اطمینان یابند که مطابق با الزامات قانونی محلی عمل می کنند.

یادآوری ۱- این روش مناسب ترین روش برای پلاستیک هایی به شکل فیلم و ورق می باشد، اما برای گستره وسیعی از کالاهای ظرف هایی که امکان تهیه نمونه هایی با اندازه مناسب از آنها وجود داشته باشد، نیز به کار می رود.

مهاجرت کل از نمونه های پلاستیک بر اساس کاهش جرم در واحد سطح، ناحیه ای که در تماس با مواد غذایی می باشد، تعیین میگردد.

انتخاب شرایط آزمون بر اساس شرایط کاربرد تعیین می شود. به بند ۶ و ۷ از استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه شود.

آزمونه ها با جرم معلوم در مخلوطی از تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴، در دمای بالاتر از 20°C تا 121°C و 121°C در مدت زمان تماس، غوطه ور شده و سپس از مخلوط تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ خارج شده و پس از زدودن تری گلیسیرید های مصنوعی چسبیده به سطح، دوباره وزن می شود.

آزمونه ها معمولاً "مخلوط تری گلیسیرید های مصنوعی جذب شده را در خود نگه می دارند که این مخلوط استخراج شده و با دستگاه شمارنده سینتیلیشن مایع^۱ مقدار عددی آن تعیین می شود.

برای بعضی از پلاستیک ها، فرایند استخراج با سوکسله، قادر به بازیابی کامل مخلوط تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ جذب شده، نیست. در این روش مخلوط تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ که بعد از استخراج با سوکسله باقی مانده است به روش انحلال یا سوزاندن خارج می شوند. روش سوزاندن برای همه پلاستیک ها مناسب می باشد، روش انحلال فقط برای پلیمرهایی که قابلیت حل شدن در حلال مناسب مانند تتراهیدرو فوران را داشته باشند، مناسب است.

یادآوری ۲- دقت قابل قبول فقط برای نمونه هایی با جرم خیلی پایین مانند فیلم های باریک، بدست می آید. پرتو دهی ویژه مخلوط تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ که بطور معمول استفاده می شود تقریباً^۲ 200 pm/mg است. در آزمون های معمول، حد تعیین در شمارنده سینتیلیشن مایع برای روش سوزاندن 20 dpm در نمونه و برای روش انحلال، 10 dpm در نمونه می باشد. در روش سوزاندن فقط قسمت های با وزن تا تقریباً 50 mg می تواند مورد استفاده قرار گیرد. در نتیجه تعیین حد برای مشابه غذایی باقیمانده در محدوده 0.1 mg تا 50 mg است. واضح است که برای آزمونه های سنگین روش های داده شده فقط تخمینی از مشابه غذایی باقی مانده است. روش انحلال که عموماً ترجیح داده می شود، نتایج مشابه ارائه می دهد. پرتو دهی ویژه بالاتر مشابه غذایی حد تعیین را بهبود می دهد.

1 liquid counting scintillation

2 Disintegration Per Minute

مهاجرت در ترکیبی از تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ با تفریق جرم تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ باقیمانده در آزمون، از جرم آزمون پس از زدودن تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ و سپس تفریق این جرم از جرم اولیه آزمون محاسبه می شود.

کاهش کل جرم بر حسب mg/dm^2 سطح آزمون بیان می شود و مهاجرت کل بر اساس میانگین حداقل سه اندازه گیری بر روی آزمون های جداگانه گزارش می شود. برای جبران خطای پیش آمده در هنگام آزمون که شناسایی آن دشوار باشد، بطور مثال آلودگی یا کاهش تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ در طی مراحل جابجایی نمونه، آزمون را بر روی چهار نمونه انجام دهید تا در صورت لزوم یک آزمون کنار گذاشته شود.

این روش شامل تغییراتی است که برای پلاستیک های خاص و در آزمایشگاههای مجرب قابل اعمال است .

۲-۳ مواد و واکنشگرها

یادآوری - همه مواد باید دارای کیفیت آزمایشگاهی تصدیق شده باشند به جز در مواقعی که مورد دیگری مشخص شده باشد.

۱-۲-۳ مخلوط تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ ، مشابه غذایی D مطابق بند ۵-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ تعیین شده است.

یادآوری - صاحب نمونه باید برگه مشخصات فنی مربوط به نمونه را ارائه نماید.

۲-۲-۳ حلال استخراج به بند ۱-۱۰ از استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید.

۱-۲-۲-۳ پنتان ۹۸٪ (مخلوط ایزومرها) با نقطه جوش 36°C

هشدار - پنتان حلالی بسیار فرار و با قابلیت اشتعال بالا می باشد. هنگام استفاده و جابجایی این حلال مواظب باشید تا از تماس آن با منابع آتش را جلوگیری بعمل آید. استفاده از این حلال برای استخراج ، بویژه در شب بدون نظارت توصیه نمی شود.

یادآوری - با توجه به نقطه جوش پایین حلال، می توان از آب کندانسور خنک شده برای جلوگیری از اتلاف حلال از کندانسور، استفاده کرد.

۲-۲-۲-۳ سایر حلال های مناسب

یادآوری - در روش های قبلی برای تعیین مهاجرت کل در تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ ، حلال استخراج مورد استفاده ۱و ۲ تری کلرو تری فلورو اتان بوده است. به دلیل ملاحظات زیست محیطی باید از استفاده از این حلال تا حد امکان اجتناب گردد. به بند ۱-۱۰ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید. تجربه نشان داده است که این حلال با وجود اینکه برای اکثر پلاستیک ها موثر می باشد اما به مدت طولانی تری برای استخراج نیاز دارد.

۳-۲-۳ کوکتل سینتیلیشن مایع^۱ مناسب برای شمارنده سینتیلیشن تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ و آنچه که در مشابه غذایی چرب حل می شود

۴-۲-۳ دی اتیل اتر

¹ Liquid Scintillation cocktail

۳-۲-۵ حلال کارل فیشر، بصورت تجاری تهیه شده بر پایه متانول و کلروفرم و ظرفیت آب ۵ mg/ml
۳-۲-۶ تیتروکننده کارل فیشر (فقط برای دستگاههای حجمی) که بصورت تجاری تهیه شده و ظرفیت آب ۲mg/ml

۳-۳ وسایل

۳-۳-۱ تیغه برش تیغه پلاستیکی فلزی یا شیشه های صاف و تمیز که سطح کافی برای تهیه آزمون داشته باشد. ابعاد ۲۵۰ mm × ۲۵۰ mm مناسب می باشد.

۳-۳-۲ انبر از جنس فولاد زنگ نزن با نوک تیز

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

۳-۳-۴ قالب فلزی با ابعاد (۱۰۰±۰/۲) mm × (۱۰۰±۰/۲) mm

۳-۳-۵ خط کش یا قالب با عرض (۱±۲۵) mm

۳-۳-۶ خط کش مدرج برحسب میلی متر و با دقت ۰/۱ mm

۳-۳-۷ ترازوی آزمایشگاهی با دقت ۰/۱ mg

۳-۳-۸ نگه دارنده آزمون ساخته شده از فولاد زنگ نزن با بازو های متقاطع متصل شده بوسیله جوش یا لحیم نقره. فولاد زنگ نزن X4CrNi1810 مطابق استاندارد EN10088-1 یا ترکیب ۱۷٪ کروم، ۹٪ نیکل ۰/۰۴٪ کربن مناسب می باشد. قبل از شروع آزمون نگه دارنده های فولادی کاملاً تمیز شوند. یافته ها نشان میدهد استفاده از حلال چربی زدا و سپس اسید نیتریک رقیق مناسب می باشد.

یادآوری - برای نمونه های سخت و محکم، می توان از نگهدارنده با یک بازوی متقاطع استفاده نمود.

۳-۳-۹ توری، قطعاتی از توری از جنس فولاد زنگ نزن نرم با اندازه مش ۱mm با ابعاد در حدود ۱۰۰mm × ۲۵mm یا میله شیشه ای طول تقریبی ۱۰۰ mm برای قرار دادن بین قطعه آزمون و نگه دارنده مناسب باشد. قبل از شروع آزمون، توری با استفاده از حلال چربی زدا و سپس اسید نیتریک رقیق تمیز گردد. تثبیت آزمون ها در رطوبت نسبی ۵۰±۵٪ درصد تا ۵۰±۸٪ درصد و دمای °C (۵±۲۰) انجام می شود.

یادآوری - برای رطوبت نسبی ۵۰٪ محلول ۴۳٪ وزنی - حجمی اسید سولفوریک در آب و برای رطوبت نسبی ۸۰٪ محلول ۲۷٪ وزنی - حجمی اسید سولفوریک مناسب است. محلول ها باید بصورت تازه با افزودن مقدار وزنی اسید به حجم مناسب آب و خنک کردن آن تا دمای اتاق و به مقدار لازم تهیه شود.

توصیه می گردد که رطوبت نسبی و دما در طول مدت تثبیت حفظ شود. بنابراین ظروف باید در اتاق یا گرمخانه ای که دمای آن با ترموستات کنترل میگردد در دمای تقریبی °C ۲۰ گذاشته شود. تغییرات دما نباید بیش از °C ۱± باشد.

۳-۳-۱۰ لوله های شیشه ای سر سمباده ای دردار، برای نگهداری تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ و آزمون ها. لوله هایی با قطر داخلی حدوداً ۳۵mm و طول در محدوده ۱۲۰ mm تا mm

۲۰۰ و حجم حداقل ۱۲۰ ml ، به استثناء قسمت سر سمباده ای . به بخش ۸-۲ از استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۷۳۷-۱ مراجعه کنید.

۱۱-۳-۳ **گرمخانه یا انکوباتور** که بصورت ترمواستاتیکی کنترل شده و قادر به حفظ دمای تنظیم شده در رواداری تعیین شده در جدول ب-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۷۳۷-۱ باشد.

۱۲-۳-۳ **کاغذ صافی** بدون پرز

۱۳-۳-۳ **مهره های ضد جوش**

۱۴-۳-۳ **استخراج کننده** از نوع سوکسله دارای قابلیت نگه داری آزمونه ها روی نگه دارنده ها، با بالن های ته گرد با حجم ۲۵۰ ml تا ۵۰۰ ml

یادآوری - می توان از استخراج کننده جایگزین که قادر هستند تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ جذب شده را به نحو رضایت بخشی جذب کنند ، استفاده نمود .

۱۵-۳-۳ **حمام آبی** که قادر به نگه داری بالن های استخراج کننده از نوع سوکسله باشد. (مطابق بند ۳-۳-۱۴)

۱۶-۳-۳ **دستگاه تقطیر یا تبخیر کننده چرخشی** برای تبخیر و جمع آوری حلال استخراج

یادآوری ممکن است خنک کردن آب بصورت مصنوعی برای چگالش موثر حلال با نقطه جوش پایین لازم باشد .

۱۷-۳-۳ **حمام بخار یا صفحه داغ**

۱۸-۳-۳ **استوانه های مدرج** مطابق با حداقل ISO4788 و با حجم های ۵۰۰ ml ، ۲۵۰ ml و ۱۰۰ ml

۱۹-۳-۳ **مهره های شیشه** با قطر ۲ mm تا ۳ mm یا میله های شیشه ای با قطر ۲ mm تا ۳ mm و طول تقریبی ۱۰۰ mm به بند ۲-۸ استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۷۳۷-۱ مراجعه کنید.

۲۰-۳-۳ **دستگاه شمارنده سینتیلیشن مایع** با integrated quench correction

۲۱-۳-۳ **ویال های^۱ سینتیلیشن مایع** متناسب با شمارنده سینتیلیشن مایع (طبق بند ۳-۳-۶)

۲۲-۳-۳ **گرمخانه و دسیکاتور تحت خلاء**

۲۳-۳-۳ **دسیکاتور** محتوی سیلیکاژل یا کلرید کلسیم بدون آب

۲۴-۳-۳ **دستگاه سوزاندن مواد** نشان دار شده با کربن ۱۴ برای تعیین پرتو دهی مرحله بعد بطورمثال بالن شونینگر یا اکسید کننده نمونه اتوماتیک

۲۵-۳-۳ **گرمخانه تحت خلاء** یا دسیکاتور تحت خلاء که قادر به حفظ دمای $(2 \pm 60)^{\circ}\text{C}$ باشد . گرمخانه خلاء

یا دسیکاتور باید مجهز به پمپ خلاء باشد. این پمپ باید قادر به ایجاد خلاء ۳/۱ kPa یا کمتر باشد. پمپ خلاء باید مجهز به کنترل کننده زمان باشد تا در هر ساعت به مدت ۱۵ دقیقه پمپ را روشن کند.

یادآوری - اگر گرمخانه خلاء در دسترس نیست ، از یک دسیکاتور تحت خلاء که در گرمخانه 60°C می توان استفاده نمود .

۲۶-۳-۳ **ترازو** با دقت ۱۰ mg

¹ Vial

۳-۳-۲۷ سرنگ پلاستیک یکبار مصرف با سر سرنگ متناسب با اندازه ۱ ml یا ۱۰ ml

۳-۳-۲۸ سر سوزن با سنجه پهن و اندازه $1/2 \text{ mm} \times 80 \text{ mm}$

۳-۳-۲۹ دستگاه کارل فیشر با تیترا تور حجمی یا تیترا تور کولو متریک اتوماتیک. تیترا تور کارل فیشر باید قادر به اندازه گیری مقدار آب مشابه غذایی با دقت (انحراف استاندارد) 10 mg/kg یا کمتر (معادل 1 mg/dm^2 پلاستیک) باشد. یک دستگاه حجمی یا کولومتر اتوماتیک باید استفاده شود. روش تیتراسیون دستی دقت یا صحت لازم را بدست نمی دهد.

۳-۴ آماده سازی آزمون ها

۳-۴-۱ کلیات

ضروری است که آزمون ها تمیز و عاری از آلودگی باشند. (بسیاری از پلاستیک ها می توانند به آسانی گرد و غبار را بواسطه الکتریسیته ساکن به خود جذب نمایند) قبل از آماده سازی آزمون ها هرگونه آلودگی سطحی را از نمونه بوسیله پاک کردن ملایم آن با یک پارچه بدون پرز، یا بوسیله یک برس نرم بزدايید. تحت هیچ شرایطی نمونه را با آب یا حلال نشوید. اگر در دستورالعمل محصول بیان شده است که باید شسته یا تمیز شود، قبل از استفاده به بند ۹-۱ از استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۷۳۷-۱ مراجعه کنید. دست زدن به نمونه ها را تا حد امکان به حداقل برسانید و از دستکش نخی استفاده کنید.

برای حصول اطمینان از اینکه قطعات آزمون به خوبی جدا شده اند و سطح آنها در طول مدت آزمون آزادانه با تری گلیسیریدها ی مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ در تماس می باشد، برای فیلم های نازک یک گیره فولادی زنگ نزن را بین قطعات آزمون قرار دهید. برای نمونه های ضخیم که روی گیره ها قرار نمی گیرند، پس از غوطه ور کردن آنها در تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴، میله های شیشه ای را بین قطعات آزمون قرار دهید. در جاییکه گیره های آزمون بکار می روند، به منظور شناسایی قطعات آزمون گیره ها را با یک برچسب نشانه گذاری کنید.

پس از آماده سازی آزمون ها مساحت سطح را مطابق بند ۳-۹ استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۷۳۷-۱ اندازه گیری کنید.

۳-۴-۲ تعداد آزمون ها

برای نمونه های به شکل فیلم های باریک و ورق، شش آزمون مورد نیاز می باشد که بخش هایی از ظروف یا کالاهای مشابه بریده می شود. برای نمونه کالاهای دارای شکل غیر عادی، هشت آزمون با ابعاد مشابه با یکدیگر مورد نیاز است.

این آزمون ها به صورت زیر مورد استفاده قرار می گیرند:

الف- چهار آزمون برای آزمون مهاجرت

ب- دو آزمون برای کنترل اتلاف مواد فرار احتمالی

پ - دو آزمون برای تعیین سطح، در مورد نمونه های با شکل غیر عادی به بند ۵-۴-۳ مراجعه کنید.

اگر آزمون تثبیت در پیوست ب مورد استفاده قرار میگیرد یک آزمون اضافی مورد نیاز است.

یادآوری - دو آزمون قسمت ب برای کنترل اتلاف جرم نمونه ناشی از تبخیر مواد فرار، مانند حلال ها، در مدت زمان آزمون بکار می رود. اگر روش خشک کردن تحت خلاء پیوست ب مورد استفاده قرار می گیرد این آزمون ها مورد نیاز نیستند چون در مدت خشک کردن تحت خلاء هر گونه ماده فرار از آزمون ها جدا خواهد شد. حداقل سه نتیجه آزمون معتبر برای محاسبه میانگین مورد نیاز است. آزمون بر روی سه نمونه مجاز می باشد اما در این حالت اگر یکی از نتایج نامعتبر باشد، تمام روش تکرار می شود.

۳-۴-۳ فیلم ها و ورق ها

نمونه را روی تیغه برش قرارداده و با استفاده از قالب با ابعاد $100\text{ mm} \times 100\text{ mm}$ ، آزمون ها یی با مساحت 1 dm^2 ببرید. به بند ۳-۹ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید. با استفاده از خط کش ابعاد آزمون ها را برای اینکه در حدود رواداری 1 mm قرار داشته باشند، کنترل کنید. هر آزمون را با استفاده از خط کش (مطابق بند ۳-۳-۵) در چهار قطعه آزمون $25\text{ mm} \times 100\text{ mm}$ ببرید. یکی از آزمون ها را بوسیله ایجاد سوراخ مناسب در آزمون بر روی نگه دارنده سوار کنید و دو آزمون را روی هر طرف بازوهای متقاطع نگه دارنده قرار دهید. این روش را برای همه آزمون های باقی مانده تکرار کنید.

۳-۴-۴ ظروف و کالاهای دیگر

بخشی از دیواره های ظرف یا کالا را برای بدست آوردن آزمون هایی با مساحت تقریبی 1 dm^2 ببرید. برای کالاهای با سطوح کمتر از 1 dm^2 ، از چند کالا برای تهیه آزمون استفاده کنید. ابعاد هر آزمون را با خط کش تا دقت 1 mm اندازه بگیرید. به بند ۳-۹ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید.

سطح هر کدام از آزمون ها را با تقریب 1 dm^2 محاسبه کنید. در صورت لزوم هر آزمون را به قطعات کوچکتر ببرید تا متناسب با لوله های شیشه ای مطابق بند ۳-۳-۱۱ شوند. آزمون ها یا قطعات آزمون را در صورتیکه مناسب باشند روی نگه دارنده ها قرار دهید، در غیر اینصورت آزمون ها یا قطعات آزمون به اندازه کافی سخت و محکم باشند می توانند بدون استفاده از نگه دارنده ها مورد آزمون قرار گیرند.

یادآوری - بریدن آزمون ها به قطعات کوچکتر سطح لبه های برش را افزایش می دهد. در صورتیکه مساحت لبه های برش بیش از ۱۰ درصد مساحت آزمون ها باشد به بند ۳-۸ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید.

۳-۴-۵ کالاهای با شکل غیر عادی

بخش هایی از یک کالا یا بخش هایی از چند کالای کوچک را برای بدست آوردن آزمون نه ابعاد مشابه ببرید. هر کدام از آزمون ها باید دارای مساحت کل حداقل 1 dm^2 باشند. فقط سطحی را که در تماس با مواد غذایی است با تقریب 0.5 dm^2 و با استفاده روش CHLEGE و یا هر روش مناسب دیگر اندازه بگیرید. به پیوست B استاندارد EN ISO 8442-2 1997 مراجعه کنید. مساحت هر آزمون را ثبت کنید.

۳-۵ روش کار

۳-۵-۱ کلیات

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

نقطه ذوب مخلوط تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ از 28°C تا 30°C است. برای اطمینان از یکنواختی مشابه غذایی محتویات بطری را قبل از استفاده به مایع تبدیل کنید.

۳-۵-۲ توزین اولیه آزمون ها

۳-۵-۲-۱ نیاز به تثبیت آزمون ها را با اجرای روش شرح داده شده در پیوست الف یا پیوست ب تعیین کنید. اگر آزمونهای پیشین ثابت کرده باشند که تثبیت نمونه مورد نیاز نیست، پس پیوست الف و ب می توانند حذف شوند. اگر آزمونهای پیشین ثابت کرده باشند که روش شرح داده شده در پیوست پ قابل اعمال به نمونه است، پس پیوست الف و ب می توانند حذف شوند.

۳-۵-۲-۲ اگر آزمون های شرح داده شده در پیوست الف یا ب نشان دهند که تثبیت مورد نیاز نیست جرم هر نمونه را محاسبه و ثبت کنید.

۳-۵-۲-۳ اگر آزمون های شرح داده شده در پیوست الف یا ب نشان دهند که تثبیت لازم است، پیوست مرتبط با روش را برای تعیین جرم اولیه نمونه دنبال کنید.

۳-۵-۲-۴ اگر آزمون های شرح داده شده در پیوست الف نشان دهد که تثبیت لازم است، اما جرم ثابتی در عرض ۵ روز قابل دستیابی نباشد، دستورالعمل تثبیت که در ب-۳-۱ یا در پیوست پ شرح داده شده است انجام شود.

یادآوری ۱ - دوره های زمانی تثبیت طولانی رضایت بخش نیستند زیرا باعث اکسیداسیون تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ شده که می تواند منجر به تثبیت طولانی شود.

یادآوری ۲ - اگر ثابت شود که دستورالعمل تثبیت شرح داده شده در پیوست ب و پ برای نوع پلیمر تحت آزمون مناسب تر است می توان از آنها استفاده نمود.

۳-۵-۳ تماس با مشابه غذایی

شش لوله شیشه ای مطابق بند ۳-۳-۱۰ بردارید و آنها را برای به منظور شناسایی علامت گذاری کنید. با استوانه مدرج 100 ± 5 ml تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ (مطابق بند ۳-۲-۱) در هر یک از لوله ها بریزید و درپوش آنها را بگذارید.

یادآوری ۱- اگر روش کار شرح شده در پیوست ت را به کار می برید، لازم است تمام تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ به کار رفته در آزمون مهاجرت را، مطابق بند ۳-۲ پیوست پ، خشک کنید.

راه دیگر پرکردن آن است که لوله‌ها را برای حجم ۱۰۰ ml علامت بزنید و آنها را با تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ تا محل علامت پر کنید. در یکی از لوله‌ها دماسنج یا ترموکوپل بگذارید و در لوله را با درپوش ببندید. اگر از روش کار شرح داده شده در پیوست پ استفاده می‌کنید، دو لوله اضافی با حداقل ۵۰ ml تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ به عنوان شاهد برای مشابه غذایی مورد نیاز است. شش یا هشت لوله و دو لوله خالی را درون گرم‌خانه یا انکوباتور (مطابق بند ۳-۳-۱۱) که در دمای آزمون تنظیم شده و با ترموستات کنترل می‌شود، قرار دهید.

بگذارید تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ 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 تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴، آزمون‌های وزن شده را که مطابق بند ۳-۴ آماده شده و در صورت لزوم تثبیت شده‌اند، قرار دهید. درپوش لوله‌ها را بگذارید. مطمئن شوید آزمون‌ها کاملاً "در تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ غوطه‌ور شده‌اند. اگر این گونه نباشد (مطابق بند ۳-۳-۱۹) از مهره‌ها یا میله‌های شیشه‌ای برای افزایش سطح تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ تا زمان غوطه‌وری کامل آزمون‌ها استفاده کنید.

یادآوری ۲- از روغن تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ لوله پنجم، به عنوان نمونه استاندارد مرجع در تهیه نمودار کالیبراسیون استفاده می‌شود. اگر روش کار پیوست پ کار برده می‌شود، از آن به عنوان نمونه شاهد سوم برای تیتراژ کردن کارل فیشر استفاده می‌شود. تری گلیسیرید لوله ششم برای کنترل دمای تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ استفاده می‌شود. اگر از مهره‌ها و میله‌های شیشه‌ای برای افزایش سطح تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ 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.

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

یادآوری ۴- تجربه نشان داده است برای کنترل توزیع استخراج شونده از آزمون که با مشابه چرب در تماس نیست نیازی به شمارنده سینتیلیشن مایع برای تعیین سطح پرتو دهی نیست.

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 گرما جلوگیری شود. دمای گرم‌خانه یا انکوباتور یا تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ لوله ششم (به یادآوری ۶

مراجعه کنید) را زیر نظر داشته باشید. بگذارید لوله‌ها طبق مدت آزمون انتخاب شده، تحت حدود رواداری دما مطابق جدول ب-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷) و حدود رواداری زمان مطابق جدول ب-۱ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷) قرار گیرند.

۵- یادآوری - پیوست ب استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ شامل رواداری هایی در گستره وسیعی از زمان ها و دماهای تماس می باشد. همه این دماها و زمان ها قابلیت کاربرد در این قسمت از استاندارد را ندارند.

۶- یادآوری - برای زمان‌های در تماس 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 تری گلیسیرید آزمون‌هایی که در تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ قرار داشتند، بریزد. هرگونه تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ چسبیده به آزمون‌ها را با فشردن ملایم آنها میان دو کاغذ صافی (مطابق بند ۳-۳-۱۲) بزدایید. این کار را آن قدر با کاغذهای تمیز تکرار کنید تا اثری از تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ روی کاغذ صافی مشاهده نشود. آزمون‌هایی که روی پایه یا گیره قرار دارند را از پایه جدا کنید و سپس تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ را از آنها با همین روش بزدایید. گیره‌ها یا پایه‌ها را به وسیله شست و شوی با حلال استخراج، تمیز کنید و آزمون‌ها را روی آنها قرار دهید.

۷- یادآوری - اگر طبق روش کار پیوست پ عمل می‌کنید، لوله‌های محتوی تری گلیسیرید را باید نگه‌دارید. در لوله‌ها باید برای جلوگیری از تغییر بیشتر در مقدار رطوبت تری گلیسیرید بسته شود و تعیین مقدار آب به روش کارل فیشر باید تا آن جا که ممکن است به سرعت انجام شود.

۳-۵-۴ توزین نهایی آزمون‌ها

۳-۵-۴-۱ برای نمونه هایی که نیاز به تثبیت کردن برای به دست آوردن جرم اولیه آنها نیست، به بند ۳-۵-۲-۲) مراجعه کنید، هر شش آزمون، یعنی چهار آزمون ای که در تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ قرار داشتند و دو آزمون ای که درون لوله های خالی قرار داشتند، را توزین کنید و جرم هر آزمون را ثبت نمایید.

۳-۵-۴-۲ اگر تثبیت آزمون‌ها با استفاده از روش پیوست الف انجام شود، روش را تکرار کنید.

۳-۵-۴-۳ اگر تثبیت پیش از توزین اولیه با استفاده از روش شرح داده شده در پیوست ب انجام شود، پس روش شرح داده شده در بند ۴ پیوست ب را انجام دهید.

۳-۵-۴-۴ اگر تصمیم بر آن شد که روش شرح داده شده در پیوست پ به نمونه آزمون اعمال گردد، پس آن روش را انجام دهید.

۳-۵-۴-۵ اگر جرم نهایی هر کدام از آزمون‌ها که در لوله های خالی قرار داشتند، بیش از ۲mg از جرم نخست آنها کمتر بود، این امر نشان دهنده این است که ترکیبات فرار از دست رفته اند و اصلاحاتی باید انجام شود. به

بند ۱۰-۴ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید. جرم نهایی برای هرآزمونه باید بگونه ای باشد که مقادیر به دست آمده تنها اندازه مهاجرت مواد غیر فرار باشد.

۳-۵-۵ استخراج تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ جذب شده

یادآوری - مشخص شده برخی از انواع پلاستیکها ، مقداری از تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ جذب شده را نگه می دارند. در این موارد، استخراج تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ ناقص است و استخراج دوم با یک حلال قطبی تر، مورد نیازی باشد (مطابق بند ۱۰-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷).

چهار بالن ۲۵۰ ml یا ۵۰۰ ml بطوریکه با اندازه استخراج کننده از نوع سوکسله (مطابق بند ۳-۳-۱۴) مناسب باشد، برای استفاده در استخراج بردارید و درون هر بالن به مقدار کافی از حلال استخراج (تقریباً ۲۰۰ ml یا ۴۰۰ ml متناسب با اندازه بالن) با مقداری سنگ جوش برای کنترل جوشیدن اضافه کنید تا چرخش در استخراج کننده از نوع سوکسله ممکن گردد.

چهار آزمونه که در تماس با تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بوده اند را در چهار استخراج کننده از نوع سوکسله قرار دهید. هر سوکسله را با یک بالن حاوی حلال استخراج متصل کنید. با استفاده از یک حمام آب (مطابق بند ۳-۳-۱۵) یا حمام بخار (مطابق بند ۳-۳-۱۷) عمل استخراج را به مدت ۷⁺ ساعت، 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 خشک شدن با استفاده از یک تبخیر کننده چرخشی یا دستگاه تقطیر ساده (مطابق بند ۳-۳-۱۶) تبخیر نمایید. محلولهای باقیمانده حاوی تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ استخراج شده را به ویال های سینتیلیشن مایع منتقل نموده و هر بالن را با سه قسمت از کوکتل سینتیلیشن مایع شستشو دهید. سه محلول حاصل از شستشو را به لوله های جداگانه مربوطه اضافه کنید.

استخراج از آزمونه ها را برای مدت اضافی ۷⁺ ساعت با دی اتیل اتر تکرار کنید . اگر آزمون های قبلی ثابت کرده باشد که همه تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ از آزمونه در ۷ ساعت اول استخراج خواهند شد، در اینصورت می توان استخراج در ۷ ساعت دوم را حذف نمود. باقی مانده تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ را در لوله های شیشه ای برای استفاده دستورالعمل شرح داده شده در بالا نگه داری کنید.

تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ استخراج شده در ۷ ساعت اول و ۷ ساعت دوم را بوسیله روش شرح داده شده در بند ۳-۵-۶ تعیین کنید، اما آزمونه ها را در استخراج کننده نوع سوکسله باقی بگذارید تا تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ برای استخراج دوم تعیین شده باشند. اگر در استخراج دوم بیش از ۲ میلی گرم آزمونه یافته شود، آنگاه تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ باقی مانده در لوله شیشه ای پس از سوزاندن یا انحلال آزمونه تعیین کنید.

۳-۵-۶ تعیین مخلوط تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴

۳-۵-۶-۱ استاندارد و نمونه های زمینه

پنج ویال سینتیلیشن بردارید و مقدار ۵۰ mg تا ۲۵۰ mg از تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ که برای آزمون مهاجرت نیز از همان بچ استفاده شده است، به آنها اضافه کنید. با دقت ۰/۱mg آنها را وزن کنید و به آن به مقدار مورد نیاز کوکتل سینتیلیشن مایع اضافه کنید. سه لوله شیشه ای بردارید و آنها را فقط با کوکتل پر کنید.

۳-۵-۶-۲ شمارنده سینتیلیشن مایع

نمونه های آماده شده طبق بند ۳-۵-۵ و بند ۳-۵-۶-۱ را به شمارنده سینتیلیشن مایع منتقل کنید (به بند ۳-۳-۲۱ مراجعه کنید) و پرتو دهی در نمونه را تعیین کنید. مطمئن شوید که دستگاه بر اساس پارامتر های صحیح مانند quench curve برای تعیین کربن ۱۴ تنظیم شده است .

۳-۵-۶-۳ محاسبه مخلوط تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ استخراج شده

شاخص پرتو دهی، S_A ، تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ را با در نظر گرفتن مقدار قبلی طبق معادله ذیل محاسبه کنید :

$$S_A = \frac{R_S - R_O}{W}$$

معادله (۱)

S_A = شاخص پرتو دهی در تجزیه بر حسب دقیقه بر میلی گرم

R_S = نرخ اندازه گیری در تجزیه نمونه استاندارد بر حسب دقیقه (مطابق بند ۳-۵-۶-۱)

R_O = نرخ اندازه گیری در تجزیه نمونه زمینه بر حسب دقیقه (مطابق بند ۳-۵-۶-۱)

W = جرم نمونه استاندارد بر حسب میلی گرم

مقدار تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ استخراج شده را طبق معادله ذیل محاسبه کنید:

$$m_c = \frac{R_M - R_O}{S_A \times 1000}$$

معادله (۲)

m_c = جرم تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ که بوسیله آزمون جذب شده بر حسب گرم

R_M = نرخ اندازه گیری در تجزیه نمونه بر حسب دقیقه

R_O = نرخ اندازه گیری در تجزیه نمونه زمینه بر حسب دقیقه که مطابق بند ۳-۵-۶-۱ آماده شده است

S_A = شاخص پرتو دهی در تجزیه نمونه بر حسب دقیقه در میلی گرم

۳-۵-۴ تعیین تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴

۳-۵-۴-۱ کلیات

اگر مقدار تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ در دومین استخراج کمتر از ۲mg باشد ، مشروط بر اینکه قابل اندازه گیری باشد، به مقدار تعیین شده در اولین استخراج اضافه کنید و جرم کل برای هر آزمون را با تقریب یک هزارم گرم تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ ثبت کنید.

اگر مقدار تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بیش از یکی از آزمون های دومین استخراج ، بزرگتر از ۲mg برای هر آزمون باشد، مقدار تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ از دومین استخراج را به مقدار تعیین شده از استخراج اول اضافه کنید و مقدار تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ باقیمانده را پس از سوزاندن یا انحلال نمونه استخراج شده تعیین کنید. روش سوزاندن برای همه پلاستیک ها مناسب است (به بند ۳-۵-۶-۴-۲ مراجعه کنید). روش انحلال نمونه فقط برای پلاستیک هایی که در یک حلال مناسب مانند تترا هیدرو فوران قابل حل هستند، مناسب است. (به بند ۳-۵-۶-۴-۳ مراجعه کنید)

۳-۵-۴-۱-۲ روش سوزاندن

آزمون استخراج شده را خشک و مطابق بند ۳-۵-۴-۱ وزن کنید. پنج تکه کوچک با وزن حدود ۵ mg از هر کدام از آزمون ها ببرید و با دقت ۰/۱ mg وزن کنید و در یک اکسید کننده ساده (مطابق بند ۳-۳-۲۴) بسوزانید. پرتو دهی را در نمونه های بدست آمده همانگونه که در بند ۳-۵-۶-۲ شرح داده شده است، تعیین کنید و مقدار تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ را محاسبه کنید. مطابق بند ۳-۵-۶-۳ قسمتی از آزمون استخراج شده بکار رفته برای سوزاندن را در نظر بگیرید. این مقدار تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ را به آنچه که از طریق استخراج هر آزمون یافته شده است اضافه کنید.

۳-۵-۴-۱-۳ روش انحلال

آزمون های استخراج شده را به یک بشر آزمایشگاهی (۱۰۰ ml، ۲۵۰ ml یا ۵۰۰ ml) منتقل و در مقدار کمی از تترا هیدرو فوران حل کنید. محلول را به یک بالن حجمی (۲۵۰ ml، ۵۰۰ ml یا ۱۰۰۰ ml) منتقل و تا محل علامت پر کنید. سه قسمت ۲ ml از هر ویال سینتیلیشن بردارید و کوکتل های نورانی مایع را به مقدار لازم اضافه کرده و پرتو دهی هر نمونه را همانطور که در بند ۳-۵-۶-۲ شرح داده شده است تعیین کنید. مقدار تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ باقیمانده را مطابق بند ۳-۵-۶-۳ محاسبه کنید. این مقدار از تری گلیسیریدهای نشانه گذاری شده با کربن ۱۴ را به مقدار بدست آمده از هر آزمون اضافه کنید.

۳-۶ بیان نتایج

۳-۶-۱ روش محاسبه

مهاجرت کل را بر حسب میلی گرم از دست رفته در هر دسی متر مربع از سطح نمونه ی در تماس با مواد غذایی است که برای هر آزمون از معادله (۳) محاسبه شده است، بیان کنید .

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

معادله (۳)

M = مهاجرت کل در تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بر حسب میلی گرم بر دسی متر مربع سطح در تماس با مواد غذایی

m_a = جرم اولیه آزمون قبل از تماس با تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بر حسب گرم (بر حسب مورد به بند ۳-۵-۲ یا ۳-۵-۳ یا ۴-۲-۵-۳ مراجعه کنید)

m_b = جرم آزمون بعد از تماس با تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بر حسب گرم (به بند ۳-۵-۴ مراجعه کنید) یا جرم تصحیح شده (به معادله (۴) مراجعه کنید) و قتیکه اتلاف مواد فرار بیش از ۲mg در آزمون است (به بند ۳-۴-۵-۴ مراجعه کنید) .

m_c = جرم تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ جذب شده بوسیله آزمون بر حسب گرم (به بند ۳-۶-۵-۳ یا ۴-۶-۵-۳ مراجعه کنید) .

S = سطح آزمون در تماس با مواد غذایی بر حسب دسی متر مربع. معمولاً "اگر ضخامت بیش از ۵mm/۰ باشد، تمام سطح در تعیین مقدار مهاجرت حساب می شود. به بند ۳-۹ از استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید.

نتایج هر آزمون را با تقریب 1 mg/dm^2 و میانگین نتایج آزمون معتبر را با تقریب میلی گرم در دسی متر مربع محاسبه کنید.

به منظور دستیابی به نتایج معتبر به بند ۱۲-۳ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید. جرم تصحیح شده با استفاده از معادله (۴) محاسبه می شود.

$$m_b = m_{b'} + m_d$$

معادله (۴)

m_b = جرم تصحیح شده آزمون ها برای در نظر گرفتن اتلاف مواد فرار در لوله های خالی بر حسب گرم

m_d = میانگین کاهش جرم آزمون ها در لوله های خالی بر حسب گرم

$m_{b'}$ = جرم آزمون پس از تماس با تری گلیسیریدهای نشانه دار شده با کربن ۱۴ بر حسب گرم

یاد آوری - فرض بر این است که با اضافه کردن، مواد فرار تلف شده در طول مدت تماس آزمون، مقادیر کاهش مواد فرار از آزمون های غوطه ور شده در تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴، با میانگین اتلاف مواد فرار از دو آزمون داخل لوله های خالی مساوی است .

اگر از روش کار تشریح شده در پیوست پ را بکار می برید، مهاجرت کل بر حسب میلی گرم بر دسی متر مربع کاهش نمونه ای که در تماس با مواد غذایی است بیان می شود، و برای هر آزمون با استفاده از معادله (۵) محاسبه می شود.

$$M_D = \frac{[m_a - (m_b - m_c + M_W)] \times 1000}{S}$$

معادله (۵)

M_D = مهاجرت کل در تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بر حسب میلی گرم بر دسی متر مربع سطح نمونه که در تماس با مواد غذایی است.

m_a = جرم اولیه آزمون قبل از تماس با تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بر حسب گرم

m_b = جرم آزمون بعد از تماس با تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بر حسب گرم یا جرم تصحیح شده (به معادله ۴مراجعه کنید) وقتیکه کاهش مواد فرار بیش از ۲mg در آزمون است

m_c = جرم تری گلیسیریدهای نشانه گذاری شده با کربن ۱۴ جذب شده بوسیله آزمون بر حسب گرم

M_W = جرم آب از دست رفته یا بدست آمده از مهاجرت آزمون بر حسب میلی گرم

S = سطح آزمون که در تماس با مواد غذایی است بر حسب دسی متر مربع. معمولاً اگر ضخامت بیش از ۱mm باشد، تمام سطح در تعیین مقدار مهاجرت حساب میشود. به بند ۹-۳ از استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید.

۳-۶-۲ دقت

به بند ۱۱ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید.

۳-۷ گزارش آزمون

در مواردی که پلاستیک ها برای تماس با مواد غذایی چرب بکار می روند، استفاده از فاکتورهای کاهش مجاز است. در این حالت می بایست فاکتورهای کاهش بکار رفته در گزارش نتایج آزمون ذکر گردد. به بند ۲-۱۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید.

گزارش آزمون باید شامل موارد ذیل باشد :

الف- روش آزمون مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۱-۱۳۷۳۷

ب- همه اطلاعات لازم برای شناسایی کامل نمونه مانند نوع موادشیمیایی، تامین کننده، علامت تجاری، درجه، سری ساخت، ضخامت

پ- شرایط زمانی و دمایی تماس با محیط آزمون

ت- انحراف از روش تعیین شده در این استاندارد و دلایل ناشی از آن

ث- نتیجه هر آزمون منفرد و میانگین آنها، بیان نتیجه بر حسب میلی گرم باقی مانده در دسی متر مربع سطح نمونه

ج- ارجاع برای روش مورد استفاده برای تعیین جرم نمونه های حساس به رطوبت و دلیل انتخاب این روش

چ- هرگونه تعدیل انجام شده برای کاهش مواد فرار از آزمون

ح- توضیحات مرتبط با نتایج آزمون اگر سل معادل استفاده می شود جزئیات آن

خ- ارجاع برای هر فاکتور کاهش به کار رفته در محاسبات مهاجرت

۴ روش ب سل

۴-۱ اصول روش

هشدار-استفاده و دفع مواد نشان دار شده با کربن ۱۴، دارای ملاحظات قانونی ملی می باشد که این قوانین در هر کشور با سایر کشور ها متفاوت است. آزمایشگاهها باید اطمینان یابند که مطابق با الزامات قانونی منطقه ای عمل می کنند.

یادآوری ۱-این روش مناسب ترین روش برای پلاستیک هایی به شکل فیلم و ورق می باشد، اما بطور ویژه برای موادی بکار می رود که دارای بیش از یک لایه یا سطح با مشخصات مهاجرت متفاوت هستند و باید با مشابه غذایی آزمون گردند فقط سطحی که در تماس با ماده غذایی است باید مورد آزمون قرار گیرد.

مهاجرت کل از نمونه های پلاستیک بر اساس کاهش در جرم در واحد سطح ، ناحیه ای که در تماس با مواد غذایی است ، تعیین می گردد.

انتخاب شرایط آزمون بر اساس شرایط کاربرد تعیین می شود. به بند ۶ و ۷ از استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه شود.

آزمونه ها با جرم معلوم در مخلوطی از تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۴، در دمای بالاتر از 20°C تا 121°C و در مدت تماس، غوطه ور شده و سپس از سل، خارج شده و تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ چسبیده به سطح، زدوده شده و دوباره وزن می گردد.

آزمونه ها معمولاً "مخلوط تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ جذب شده را در خود نگه می دارند که این مخلوط استخراج شده و با دستگاه شمارنده سینتیلیشن مایع مقدار عددی آن تعیین می شود. برای بعضی از پلاستیک ها، فرایند استخراج با سوکسله، قادر به بازیابی کامل مخلوط تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴، جذب شده نیست. در این روش مخلوط تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ که بعد از استخراج با سوکسله باقی مانده است به روش انحلال یا سوزاندن خارج می شوند. روش سوزاندن برای همه پلاستیک ها مناسب می باشد، روش انحلال فقط برای پلیمرهایی که قابلیت حل شدن در یک حلال مناسب مانند تتراهیدرو فوران را داشته باشند، مناسب می باشد.

یادآوری ۲- دقت قابل قبول فقط برای نمونه هایی با جرم خیلی پایین مانند ، فیلم های باریک ، بدست می آید . پرتو دهی ویژه مخلوط تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ که بطور معمول استفاده می شود تقریباً " 200 pm/mg است. در آزمون های معمول ، حد تعیین در شمارنده سینتیلیشن مایع برای روش سوزاندن 20 dpm در نمونه و برای روش انحلال ، 10 dpm در نمونه می باشد. در روش سوزاندن فقط قسمت های با وزن تا تقریباً 50 mg می تواند مورد استفاده قرار گیرد . در نتیجه تعیین حد برای مشابه غذایی باقیمانده در محدوده $0/1\text{ mg}$ تا 50 mg است . واضح است که برای آزمونه های سنگین روش های داده شده فقط تخمینی از مشابه غذایی باقی مانده است. روش انحلال، که عموماً ترجیح داده می شود، نتایج مشابه ارائه می دهد . پرتو دهی ویژه بالاتر مشابه غذایی حد تعیین را بهبود می دهد.

مهاجرت در ترکیبی از تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴، با تفریق جرم تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ باقیمانده بر آزمونه از جرم آزمونه پس از زدودن تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ و سپس تفریق این جرم از جرم اولیه آزمونه محاسبه می شود.

کاهش کل جرم برحسب میلیگرم بر دسی متر مربع سطح آزمونه بیان می شود و مهاجرت کل بر اساس میانگین حداقل سه اندازه گیری بر روی آزمونه های جداگانه گزارش می شود. برای جبران خطای پیش آمده در هنگام آزمون که شناسایی آن دشوار باشد، بطور مثال آلودگی یا کاهش تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۴ در طی مراحل جابجایی نمونه، آزمون را بر روی چهار نمونه انجام دهید تا در صورت لزوم یک آزمونه کنار گذاشته شود.

این روش شامل تغییراتی است که در پلاستیک های خاص قابل اعمال است.

۲-۴ مواد و واکنشگرها

یادآوری - همه مواد باید دارای کیفیت آزمایشگاهی تصدیق شده باشند به جز در مواقعی که مورد دیگری مشخص شده باشد.

۲-۴-۱ تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴، مشابه غذایی مرجع D مطابق بند ۵-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ تعیین شده است.

یادآوری - مشخصات فنی نمونه باید توسط صاحب کالا ارائه شود.

۲-۴-۲ حلال استخراج به بند ۱۰-۱ از استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید.

۲-۴-۲-۱ برای پلاستیک های غیر قطبی همچون پلی اتیلن و پلی پروپیلن

- پنتان ۹۸٪ با نقطه جوش 36°C

برای پلاستیک های قطبی همچون پلی آمید و پلی استال

- پنتان آزوتروپیک حجمی ۹۸٪ به نسبت ۹۵ به ۵ و اتانول ۹۹٪

هشدار- پنتان حلالی بسیار فرار و با قابلیت اشتعال بالا می باشد. هنگام استفاده و جابجایی این حلال مواظب باشید تا از تماس آن با منابع آتش زا جلوگیری بعمل آید. همچنین اتانول نیز حلال قابل اشتعال می باشد. استخراج از پنتان و اتانول یا مخلوط پنتان و اتانول، بویژه در شب، بدون نظارت توصیه نمی شود.

یادآوری - با توجه به نقطه جوش پایین حلال، می توان از آب کندانسور خنک شده برای جلوگیری از اتلاف حلال از کندانسور، استفاده کرد.

۲-۴-۲ سایر حلال های مناسب

یادآوری- در روش های قبلی برای تعیین مهاجرت کل در تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴، حلال استخراج مورد استفاده ۱ و ۲ تری کلرو تری فلورو اتان بوده است. به دلیل ملاحظات زیست محیطی باید از استفاده از این حلال تا حد امکان اجتناب گردد. به بند ۱-۱۰ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید. تجربه نشان داده است که این حلال با وجود اینکه برای اکثر پلاستیک ها موثر می باشد اما به مدت طولانی تری برای استخراج نیاز دارد.

۲-۴-۳ کوکتل سینتیلیشن مایع مناسب برای شمارنده سینتیلیشن تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ و آنچه که در مشابه غذایی چرب حل می شود

۲-۴-۴ دی اتیل اتر

۲-۴-۵ حلال کارل فیشر، بصورت تجاری تهیه شده بر پایه متانول و کلروفرم و ظرفیت آب 5mg/ml

۴-۲-۶ تیتراژ کننده کارل فیشر (فقط برای دستگاههای حجمی) که بصورت تجاری تهیه شده، ظرفیت آب ۲ ml/mg

۴-۳ وسایل

۴-۳-۱ تیغه برش تیغه پلاستیکی فلزی یا شیشه های صاف و تمیز که سطح کافی برای تهیه آزمون داشته باشد. ابعاد ۲۵۰ mm × ۲۵۰ mm مناسب می باشد.

۴-۳-۲ انبر از جنس فولاد زنگ نزن با نوک تیز

۴-۳-۳ ابزار برش، تیغ، قیچی یا چاقوی تیز یا سایر وسایل مناسب

۴-۳-۴ خط کش مدرج برحسب میلی متر و با دقت ۰/۱ mm

۴-۳-۵ ترازوی آزمایشگاهی با دقت ۰/۱ mg

۴-۳-۶ سل ها، نوع A همانگونه که در شکل ۳-پ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ نشان داده شده است یا سل های معادل

یادآوری- برای جزئیات سل های معادل به بند ۳-۸ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید.

۴-۳-۷ محفظه تثبیت وزن، برای تثبیت وزن آزمون ها در رطوبت نسبی ۵۰±۵٪ و رطوبت نسبی ۸۰±۵٪ در دمای رطوبت نسبی (۵±۲۰) °C

یادآوری - برای رطوبت نسبی ۵۰٪ محلول ۴۳٪ وزنی - حجمی اسید سولفوریک در آب و برای رطوبت نسبی ۸۰٪ محلول ۲۷٪ وزنی - حجمی اسید سولفوریک مناسب است. محلول ها باید بصورت تازه با افزودن مقدار وزنی اسید به حجم مناسب از آب و خنک کردن آن تا دمای اتاق و به مقدار لازم تهیه شود.

توصیه می گردد که رطوبت نسبی و دما در طول مدت تثبیت حفظ شود. بنابراین ظروف باید در اتاق یا گرمخانه ای که دمای آن با ترموستات کنترل می گردد در دمای تقریبی ۲۰°C گذاشته شود. تغییرات دما نباید بیش از ۱°C± باشد.

۴-۳-۸ لوله های شیشه ای سر سمباده ای در دار، برای نگهداری تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ و آزمون ها. لوله هایی با قطر داخلی حدوداً ۳۵ mm و طول در محدوده ۱۰۰ تا ۲۰۰ میلی متر، به استثناء قسمت سر سمباده ای، قابل قبول است. به بند ۸-۲ از استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید.

۴-۳-۹ گرمخانه یا انکوباتور که با ترموستات کنترل شده و قادر به حفظ دمای تنظیم شده در رواداری تعیین شده در جدول ب-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ باشد.

۴-۳-۱۰ کاغذ صافی بدون پرز

۴-۳-۱۱ مهره های ضد جوش

۴-۳-۱۲ استخراج کننده از نوع سوکسله دارای قابلیت نگه داری آزمون ها روی نگه دارنده ها، با بالن های ته گرد با حجم ۲۵۰ ml یا ۵۰۰ ml

یادآوری- می توان از استخراج کننده جایگزین که قادر هستند تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ جذب شده را به نحو رضایت بخشی جذب کنند ، استفاده کرد.

۳-۳-۴ **حمام آبی** که قادر به نگه داری بالن های استخراج کننده از نوع سوکسله باشد.

۳-۳-۴ **دستگاه تقطیر** یا تبخیر کننده چرخشی برای تبخیر و جمع آوری حلال استخراج

یادآوری- ممکن است خنک کردن آب بصورت مصنوعی برای چگالش موثر حلال با نقطه جوش پایین لازم باشد .

۳-۳-۴ **حمام بخار** یا حمام آب

۳-۳-۴ **استوانه های مدرج** مطابق با حداقل الزامات ISO 4788 و با حجم های ۵۰۰ ml ، ۲۵۰ ml و ۱۰۰ ml

۱۰۰ ml و ۱۰ ml از سرنگ ۱۰ ml مدرج می توان برای اندازه گیری ۱۰ ml استفاده کرد.

۳-۳-۴ **دستگاه شمارنده سینتیلیشن** مایع با integrated quench correction

۳-۳-۴ **ویال های سینتیلیشن مایع** متناسب با شمارنده سینتیلیشن مایع (طبق بند ۳-۳-۶)

۳-۳-۴ **دسیکاتور** محتوی سیلیکاژل یا کلرید کلسیم بدون آب

۳-۳-۴ **دستگاه سوزاندن مواد** نشانه گذاری شده با کربن ۱۴ برای تعیین پرتو دهی مرحله بعد بطور مثال

بالن شونینگر یا اکسید کننده نمونه اتوماتیک

۳-۳-۴ **گرمخانه تحت خلاء** یا دسیکاتور تحت خلاء که قادر به حفظ دمای $^{\circ}\text{C}$ (60 ± 2) باشد. گرمخانه خلاء

یا دسیکاتور باید مجهز به پمپ خلاء باشد. این پمپ باید قادر به ایجاد خلاء $\frac{1}{3}$ KPa یا کمتر باشد. پمپ خلاء باید دارای کنترل کننده زمان باشد تا در هر ساعت به مدت ۱۵ دقیقه پمپ را روشن کند.

یادآوری - اگر گرمخانه خلاء در دسترس نیست، از یک دسیکاتور تحت خلاء در گرمخانه $^{\circ}\text{C}$ ۶۰ می توان استفاده نمود.

۳-۳-۴ **ترازو** با دقت ۱۰ mg

۳-۳-۴ **سرنگ پلاستیک** یکبار مصرف با سر سرنگ متناسب با اندازه ۱ ml یا ۱۰ ml

۳-۳-۴ **سر سوزن** با سنجه پهن و اندازه $1/2 \text{ mm} \times 80 \text{ mm}$

۳-۳-۴ **دستگاه کارل فیشر** با تیترا تور حجمی یا تیترا تور کولومتری اتوماتیک. تیترا تور کارل فیشر باید قادر به

اندازه گیری مقدار آب مشابه غذایی با دقت (انحراف استاندارد) 10 mg/kg یا کمتر (معادل 1 mg/dm^3 پلاستیک) باشد. از دستگاه حجمی یا کولومتر اتوماتیک باید استفاده شود. روش تیتراسیون دستی دقت یا صحت لازم را بدست نمی دهد.

۴-۴ **آماده سازی آزمون ها**

۴-۴-۱ **کلیات**

یادآوری - روش کار شرح داده شده در بند ۴-۴ و ۴-۵ به استفاده از سل نوع A مرتبط می باشد، وقتیکه از سل های معادل (به بند ۳-۸ از استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید) استفاده می شود ممکن است اصلاحاتی ضروری باشد. ضروری است که آزمون‌ها تمیز و عاری از آلودگی باشند. (بسیاری از پلاستیک ها می توانند به آسانی گرد و غبار را بواسطه الکتریسیته ساکن به خود جذب نمایند) قبل از آماده سازی آزمون‌ها هرگونه آلودگی سطحی را از نمونه بوسیله پاک کردن ملایم آن با یک پارچه بدون پرز، یا بوسیله یک برس نرم بزدایید. تحت هیچ شرایطی نمونه را با آب یا حلال نشویید. اگر در دستورالعمل محصول بیان شده است که باید شسته یا تمیز شود، قبل از استفاده به بند ۹-۱ از استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید. دست زدن به نمونه ها را تا حد امکان به حداقل برسانید و از دستکش نخی استفاده کنید. پس از آماده سازی آزمون‌ها، مساحت سطح را مطابق بند ۳-۹ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ اندازه گیری کنید.

۴-۴-۲ تعداد آزمون‌ها

برای نمونه های به شکل فیلم های باریک و ورق، شش آزمون مورد نیاز است که بخش هایی از ظروف یا کالاهای مشابه بریده می شود.

این آزمون‌ها به صورت زیر مورد استفاده قرار می گیرند:

الف- چهار آزمون برای آزمون مهاجرت

ب- دو آزمون برای کنترل اتلاف مواد فرار احتمالی

اگر آزمون تثبیت در پیوست ب مورد استفاده قرار میگیرد، یک آزمون اضافی مورد نیاز است .

یادآوری - دو آزمون قسمت ب برای کنترل اتلاف جرم نمونه ناشی از تبخیر مواد فرار، مانند حلال ها، در مدت زمان آزمون بکار می رود. اگر روش خشک کردن تحت خلاء پیوست ب مورد استفاده قرار می گیرد، این آزمون‌ها مورد نیاز نیستند چون در مدت خشک کردن تحت خلاء هر گونه ماده فرار از آزمون‌ها جدا خواهد شد.

حداقل سه نتیجه آزمون معتبر برای محاسبه میانگین مورد نیاز است. آزمون بر روی سه نمونه مجاز می باشد اما در این حالت اگر یکی از نتایج نامعتبر باشد، تمام روش تکرار می شود.

۴-۴-۳ برش آزمون‌ها

نمونه را از سطحی که در تماس بیشتری با تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ است، روی تیغه برش مطابق بند ۴-۳-۱ قرار دهید. حلقه را از سل نوع A بردارید و روی نمونه آزمون قرار دهید. اطراف آزمون‌ها را با برش دور لبه خارجی حلقه با استفاده از ابزار برش ببرید .

۴-۵ روش کار

۴-۵-۱ کلیات

یادآوری - روش کار شرح داده شده در بند ۴-۴ و ۴-۵ به استفاده از سل نوع A مرتبط می باشد، و قتیکه از سل های معادل (به بند ۳-۸ از استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید) استفاده می شود ممکن است اصلاحاتی ضروری باشد. پیش از وزن کردن، هر گونه الکتریسیته ساکن موجود را با تفنگ ضد الکتریسیته ساکن یا وسیله مناسب دیگری تخلیه کنید.

نقطه ذوب مخلوط تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ از 28°C تا 30°C است. برای اطمینان از همگن شدن مشابه غذایی، محتویات بطری را قبل از استفاده به مایع تبدیل کنید.

۴-۵-۲ توزین اولیه آزمون ها

۴-۵-۲-۱ نیاز به تثبیت آزمون ها را با اجرای روش شرح داده شده در پیوست الف یا پیوست ب تعیین کنید. اگر آزمونهای پیشین ثابت کرده باشند که تثبیت نمونه مورد نیاز نیست، پس پیوست الف و ب میتوانند حذف شوند. اگر آزمونهای پیشین ثابت کرده باشند که روش شرح داده شده در پیوست پ قابل اعمال به نمونه است، پیوست الف و ب می توانند حذف شوند.

۴-۵-۲-۲ اگر آزمون های شرح داده شده در پیوست الف یا ب نشان دهند که تثبیت مورد نیاز نیست جرم هر نمونه را محاسبه و ثبت کنید.

۴-۵-۲-۳ اگر آزمون های شرح داده شده در پیوست الف یا ب نشان دهند که تثبیت لازم است، پیوست مرتبط با روش را برای تعیین جرم اولیه نمونه دنبال کنید.

۴-۵-۲-۴ اگر آزمون های شرح داده شده در پیوست الف نشان دهد که تثبیت لازم است، اما جرم ثابتی در عرض ۵ روز قابل دستیابی نباشد، دستورالعمل تثبیت که در ب-۳-۱ یا در پیوست پ شرح داده شده است، انجام شود.

یادآوری ۱ - دوره های زمانی تثبیت طولانی رضایت بخش نیستند زیرا باعث اکسیداسیون تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ می شود که می تواند منجر به تثبیت طولانی شود.

یادآوری ۲ - اگر ثابت شود که دستورالعمل تثبیت شرح داده شده در پیوست ب و پ برای نوع پلیمر تحت آزمون مناسب تر می باشد می توان از آنها استفاده نمود.

۴-۵-۳ تماس با مشابه غذایی

چهار سل نوع A (مطابق بند ۴-۳-۶) بردارید و آنها را برای شناسایی علامت بزنید. سل ها را در گرمخانه یا انکوباتور که با ترموستات کنترل می گردد و در دمای آزمون تنظیم گردیده است، قرار دهید و بگذارید تا به دمای آزمون برسند.

پنج لوله شیشه ای (مطابق بند ۴-۳-۸) بردارید و با استفاده از استوانه مدرج مقدار (125 ± 2) ml از تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ (مطابق بند ۴-۲-۱) را در هر لوله بریزید. در لوله را ببندید و سطح مایع را در سطح خارجی لوله علامت بگذارید.

یادآوری ۱ - اگر روش کار شرح داده شده در پیوست پ را به کار می برید، لازم است تمام تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ به کار رفته در آزمون مهاجرت را، مطابق بند ۳-۲ پیوست ت، خشک کنید.

سطح مایع را روی سطح خارجی هر لوله با یک وسیله علامت گذار مناسب علامت بگذارید. یک ترمومتر یا ترموکوپل را در یکی از لوله های محتوی ۱۲۵ ml از محیط آزمون وارد کنید، اگر روش کار پیوست پ مورد استفاده قرار می گیرد، دو لوله اضافی با حداقل ۵۰ ml از تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ به عنوان نمونه شاهد مورد نیاز می باشد. پنج یا هفت لوله محتوی تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ و دولوله خالی را در گرمخانه یا انکوباتور که با ترموستات کنترل می شود (مطابق بند ۴-۹-۳) و در دمای آزمون تنظیم شده است، قرار دهید بگذارید تا تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ به دمای آزمون برسد. از ترمومتر یا ترموکوپل برای مشاهده دما استفاده کنید.

سل ها را از گرمخانه یا انکوباتور که با ترموستات کنترل می شود خارج کنید و سل ها را پیاده کنید و روی کف هر سل یکی از آزمون ها را قرار دهید. سل ها را دوباره سوار کنید. مطمئن شوید که پیچ بست ها به خوبی محکم شده است.

چهار لوله محتوی ۱۲۵ ml از تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ را از گرمخانه یا انکوباتور که با ترموستات کنترل می شود خارج کنید و تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ را از طریق سوراخ صافی از هر لوله به سل ها منتقل کنید. ترمومتر یا ترموکوپل را از لوله خارج کنید و در یکی از سل ها وارد نموده و صافی را در جای خود قرار دهید. در صورت لزوم به یادآوری ۴ مراجعه کنید. دو لوله خالی را از گرمخانه یا انکوباتور که با ترموستات کنترل می شود، خارج کنید و در هر یک از لوله ها دو آزمون باقی مانده را قرار دهید و در لوله ها ببندید.

یادآوری ۲- این دو آزمون برای کنترل احتمال اتلاف جرم ناشی از تبخیر مواد فرار مانند آب، حلال و اولیگومر طی مدت آزمون به کار می روند. اگر روش خشک کردن تحت خلاء، مطابق پیوست پ به کار رود، این آزمون ها لازم نیستند، زیرا طی خشک کردن در خلاء، مواد فرار از آزمون ها خارج می شوند.

چهار سل و دو لوله را به گرمخانه یا انکوباتور که با ترموستات کنترل می شود و در دمای آزمون تنظیم شده است، برگردانید. برای جلوگیری از اتلاف حرارتی تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ این قسمت از عملیات باید در کمترین زمان انجام شود.

دمای گرمخانه، انکوباتور که با ترموستات کنترل می شود یا تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ را مشاهده کنید (به یادآوری ۴ مراجعه کنید). بگذارید سل ها و لوله ها طبق مدت آزمون انتخاب شده، تحت حدود رواداری دما مطابق جدول ب-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷) و حدود رواداری زمان مطابق جدول ب-۱ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۳۷۳۷) قرار گیرند.

یادآوری ۳- پیوست ب استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ شامل رواداری هایی در گستره وسیعی از زمان ها و دماهای تماس می باشد. همه این دماها و زمان ها قابلیت کاربرد در این قسمت از استاندارد را ندارند.

یاد آوری ۴- برای زمان تماس بیش تر از ۲۴ ساعت، پایش دمای حمام هوا گرمخانه، انکوباتور یا یخچال که با ترموستات کنترل می شوند به جای دمای مشابه غذایی قابل پذیرش می باشد.

سل ها و لوله ها را از گرمخانه یا انکوباتور بیرون آورید و به سرعت آزمون ها را از سل ها خارج کنید. اجازه دهید تا تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ آزمون هایی که در آن قرار داشتند، بریزد. همه تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ چسبیده به آزمون ها را با فشردن ملایم آنها میان دو کاغذ صافی (مطابق بند ۴-۳-۱۰) بزدایید. این کار را آن قدر با کاغذ های تمیز تکرار کنید تا اثری از تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ روی کاغذ صافی مشاهده نشود.

اگر طبق روش کار پیوست پ عمل می کنید، لوله های دارای تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ را باید نگه دارید. در لوله ها باید برای جلوگیری از تغییر بیشتر در مقدار رطوبت تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بسته شود و تعیین مقدار آب به روش کارل فیشر باید تا آن جا که ممکن است به سرعت انجام شود.

۴-۵-۴ توزین نهایی آزمون ها

۴-۵-۴-۱ برای نمونه هایی که نیاز به تثبیت کردن برای به دست آوردن جرم اولیه آنها نیست، به بند ۴-۵-۲-۲ مراجعه کنید، هر شش آزمون، یعنی چهار آزمون ای که درون تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ قرار داشتند و دو آزمون ای که درون لوله های خالی قرار داشتند، را وزن کنید و جرم هر آزمون را ثبت نمایید.

۴-۵-۴-۲ اگر تثبیت آزمون ها با استفاده از روش پیوست الف انجام شود، روش را تکرار کنید.

۴-۵-۴-۳ اگر تثبیت پیش از توزین اولیه با استفاده از روش شرح داده شده در پیوست ب انجام شود روش شرح داده شده در بند ۴ پیوست ب را انجام دهید.

۴-۵-۴-۴ اگر تصمیم بر آن شد که روش شرح داده شده در پیوست پ به نمونه آزمون اعمال گردد، آن روش را انجام دهید.

۴-۵-۴-۵ اگر جرم نهایی هر کدام از آزمون ها که در لوله های خالی قرار داشتند، بیش از ۲ mg از جرم نخست آنها کمتر بود، این امر نشان دهنده این است که ترکیبات فرار از دست رفته اند و اصلاحاتی باید انجام شود. به بند ۴-۱۰ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید. جرم نهایی برای هر آزمون باید بگونه ای باشد که مقادیر به دست آمده تنها اندازه مهاجرت مواد غیر فرار باشد.

۴-۵-۵ استخراج تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ جذب شده

چهار بالن ۲۵۰ ml یا ۵۰۰ ml بطوریکه با اندازه استخراج کننده از نوع سوکسله (مطابق بند ۴-۳-۱۲) مناسب باشد، برای استفاده در استخراج بردارید و درون هر بالن به مقدار کافی از حلال استخراج (مطابق بند ۴-۲-۲) تقریباً ۲۰۰ ml یا ۴۰۰ ml متناسب با اندازه بالن (با مقداری سنگ جوش (مطابق بند ۴-۳-۱۱) برای کنترل جوشیدن اضافه کنید تا چرخش در استخراج کننده از نوع سوکسله ممکن گردد.

چهار آزمون که در تماس با تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بوده اند را در چهار استخراج کننده از نوع سوکسله قرار دهید. هر سوکسله را با یک بالن حاوی حلال استخراج متصل کنید. با استفاده از حمام آب (مطابق بند ۴-۳-۱۵) یا حمام بخار، عمل استخراج را به مدت 7^+ ساعت ، با حداقل شش چرخه در ساعت، با اطمینان از اینکه قطعات آزمون در طی هر چرخه سوکسله کاملاً در حلال غوطه ور باشند و از یکدیگر جدا بمانند، انجام دهید.

تمام حلال را از استخراج کننده از نوع سوکسله تخلیه کنید، بالن ها را از استخراج کننده از نوع سوکسله بردارید و حلال را تا خشک شدن با استفاده از یک تبخیر کننده چرخشی یا دستگاه تقطیر ساده (مطابق بند ۴-۳-۱۴) تبخیر کنید. محلولهای باقیمانده حاوی تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ استخراج شده را به ویال های سینتیلیشن (مطابق بند ۴-۳-۱۸) منتقل نموده و هر بالن را با سه قسمت از کوکتل سینتیلیشن مایع شستشو دهید. سه محلول حاصل از شستشو را به لوله های جداگانه مربوطه اضافه کنید.

یادآوری - مشخص شده برخی از انواع پلاستیکها، مقداری از تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ جذب شده را نگه می دارند در این موارد، استخراج تری گلیسیرید های سینتیتیک نشانه گذاری شده با کربن ۱۴ ناقص است و یک استخراج دوم با حلالی قطبی تر، مورد نیاز است (مطابق بند ۱۰-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷).
استخراج از آزمون ها را برای مدت اضافی 7^+ ساعت با دی اتیل اتر تکرار کنید .

اگر آزمون های قبلی ثابت کرده باشد که همه تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ از آزمون در ۷ ساعت اول استخراج خواهند شد در اینصورت می توان استخراج در ۷ ساعت دوم را حذف نمود.
باقی مانده تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ را در لوله های شیشه ای برای استفاده دستورالعمل شرح داده شده در بالا نگه داری کنید.

تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ استخراج شده در ۷ ساعت اول و ۷ ساعت دوم را بوسیله روش شرح داده شده در بند ۴-۵-۶ تعیین کنید، اما آزمون ها را در استخراج کننده نوع سوکسله باقی بگذارید تا تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ برای استخراج دوم تعیین شده باشند.
اگر در استخراج دوم بیش از ۵ mg آزمون یافته شود، آنگاه تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ باقی مانده در لوله شیشه ای پس از سوزاندن یا انحلال آزمون در دستگاه شمارنده سینتیلیشن مایع تعیین کنید.

۴-۵-۶ تعیین مخلوط تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴

۴-۵-۶-۱ استاندارد و نمونه های زمینه

پنج ویال سینتیلیشن بردارید و مقدار ۵۰ mg تا ۲۵۰ mg از تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ که برای آزمون مهاجرت نیز از همان بچ استفاده شده است، به آنها اضافه کنید. با دقت ۰/۱ mg آنها را وزن کنید و به آن کوکتل های سینتیلیشن مایع به مقدار مورد نیاز اضافه کنید. سه ویال بردارید و آنها را فقط با کوکتل پر کنید.

۴-۵-۶-۲ شمارش سینتیلیشن مایع

نمونه های آماده شده طبق بند ۴-۵-۵ و بند ۴-۵-۶ را به شمارنده سینتیلیشن مایع منتقل کنید (به بند ۴-۳-۱۷ مراجعه کنید) و پرتو دهی در نمونه را تعیین کنید. مطمئن شوید که دستگاه بر اساس پارامتر های صحیح همچون quench curve ، برای تعیین کربن ۱۴ تنظیم شده است.

۴-۵-۶-۳ محاسبه مخلوط تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ استخراج شده

شاخص پرتو دهی، S_A تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ را با در نظر گرفتن مقدار زمینه طبق معادله ذیل محاسبه کنید :

$$S_A = \frac{R_S - R_O}{W}$$

معادله (۶)

S_A = شاخص پرتو دهی در تجزیه بر حسب دقیقه در میلی گرم

R_S = نرخ اندازه گیری در تجزیه نمونه بر حسب دقیقه استاندارد (به بند ۴-۵-۶-۱ مراجعه کنید)

R_O = نرخ اندازه گیری در تجزیه نمونه زمینه بر حسب دقیقه (به بند ۴-۵-۶-۱ مراجعه کنید)

W = جرم نمونه استاندارد بر حسب میلی گرم

مقدار تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ استخراج شده را طبق معادله (۷) محاسبه کنید:

$$m_c = \frac{R_M - R_O}{S_A \times 1000}$$

معادله (۷)

m_c جرم تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ که بوسیله آزمون جذب شده بر حسب گرم

R_M نرخ اندازه گیری در تجزیه نمونه بر حسب دقیقه

R_O نرخ اندازه گیری در تجزیه نمونه زمینه بر حسب دقیقه که مطابق بند ۴-۵-۶-۱ آماده شده است

S_A شاخص پرتو دهی در تجزیه بر حسب دقیقه در میلی گرم

۴-۵-۶-۴ تعیین تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده باقیمانده

۴-۵-۶-۱ کلیات

اگر مقدار تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ در دومین استخراج کمتر از ۵ mg ، لیکن قابل اندازه گیری باشد، به مقدار تعیین شده در اولین استخراج اضافه کنید و جرم کل را برای هر آزمون با تقریب یک هزارم بر حسب گرم تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ ثبت کنید.

اگر مقدار تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بیش از یکی از آزمون های دومین استخراج ، بزرگتر از ۵ mg برای هر آزمون باشد، مقدار تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ از دومین استخراج را به مقدار تعیین شده از استخراج اول اضافه کنید و مقدار تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده

با کربن ۱۴ باقیمانده را پس از سوزاندن یا انحلال نمونه استخراج شده تعیین کنید. روش سوزاندن برای همه پلاستیک ها مناسب است. به بند ۴-۵-۶-۲ مراجعه کنید. روش انحلال فقط برای پلاستیک هایی که در یک حلال مناسب مانند تترا هیدرو فوران قابل حل هستند، مناسب است. به بند ۴-۵-۶-۴ مراجعه کنید.

۴-۵-۶-۲ روش سوزاندن

آزمونه استخراج شده را خشک و مطابق بند ۴-۵-۱ وزن کنید. پنج تکه کوچک با وزن حدود ۵۰mg از هر کدام از آزمونه ها ببرید و با دقت ۰/۱ mg وزن کنید و در یک اکسید کننده ساده مطابق بند ۴-۳-۲۴ بسوزانید. پرتو دهی را در نمونه های بدست آمده همانگونه که در بند ۴-۵-۲ شرح داده شده است، تعیین کنید و مقدار تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ را محاسبه کنید. مطابق بند ۴-۵-۳ قسمتی از آزمونه استخراج شده بکار رفته برای سوزاندن را در نظر بگیرید. این مقدار تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ را به آنچه که از طریق استخراج هر آزمونه یافته شده است اضافه کنید.

۴-۵-۶-۳ روش انحلال

آزمونه های استخراج شده را به یک بشر آزمایشگاهی (۱۰۰ml، ۲۵۰ml یا ۵۰۰ ml) منتقل و در مقدار کمی از تترا هیدرو فوران حل کنید. محلول را به یک بالن حجمی (۲۵۰ml، ۵۰۰ ml یا ۱۰۰۰ml) منتقل و تا محل علامت پر کنید. سه قسمت، هر قسمت با حجم ۲ ml، از هر ویال سینتیلیشن بردارید و کوکتل های سینتیلیشن مایع را به مقدار لازم اضافه کرده و پرتو دهی هر نمونه را همانطور که در بند ۴-۵-۲ شرح داده شده است، تعیین کنید. مقدار تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده باقیمانده را مطابق ۴-۵-۳ محاسبه کنید.

این مقدار از تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ را به مقدار بدست آمده از هر آزمونه اضافه کنید.

۴-۶ بیان نتایج

۴-۶-۱ روش محاسبه

مهاجرت کل را بر حسب میلی گرم از دست رفته در هر دسی متر مربع از سطح نمونه ی در تماس با مواد غذایی که برای هر آزمونه از رابطه (۸) محاسبه شده است، بیان کنید.

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

معادله (۸)

M = مهاجرت کل در تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بر حسب میلی گرم بر دسی متر مربع سطح در تماس با مواد غذایی

m_a = جرم اولیه آزمون قبل از تماس با تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بر حسب گرم (بر حسب مورد به بند ۴-۵-۲ یا ۴-۵-۳ یا ۴-۵-۴ مراجعه کنید)

m_b = جرم آزمون بعد از تماس با تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بر حسب گرم (به بند ۴-۵-۴ مراجعه کنید) یا جرم تصحیح شده (به معادله ۸ مراجعه کنید) وقتیکه اتلاف مواد فرار بیش از ۵ mg در آزمون است (به بند ۴-۴-۵-۴ مراجعه کنید) .

m_c = جرم تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ جذب شده بوسیله آزمون بر حسب گرم (به بند ۴-۵-۳ یا ۴-۶-۵-۴ مراجعه کنید) .

S = سطح آزمون در تماس با مشابه غذایی بر حسب دسی متر مربع که در سل استاندارد $2/5 \text{ dm}^2$ است. به بند ۴-۹ از استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید. نتایج هر آزمون را با تقریب 0.1 mg/dm^2 و میانگین نتایج آزمون معتبر را با تقریب میلی گرم در دسی متر مربع محاسبه کنید.

به منظور دستیابی به نتایج معتبر هستند به بند ۱۲-۳ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید. جرم تصحیح شده با استفاده از معادله (۹) محاسبه می شود.

$$m_b = m_{b'} + m_d \quad \text{معادله (۹)}$$

m_b جرم تصحیح شده آزمون ها برای در نظر گرفتن اتلاف مواد فرار در لوله های خالی بر حسب گرم
 m_d میانگین کاهش جرم آزمون ها در لوله های خالی بر حسب گرم
 $m_{b'}$ جرم آزمون پس از تماس با تری گلیسیریدهای نشانه دار شده با کربن ۱۴ بر حسب گرم

یاد آوری – فرض بر این است که با اضافه کردن، مواد فرار تلف شده در طول مدت تماس آزمون، مقادیر کاهش مواد فرار از آزمون های غوطه ور شده در تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴، با میانگین اتلاف مواد فرار از دو آزمون داخل لوله های خالی مساوی است.

اگر از روش کار تشریح شده در پیوست پ را بکار می برید، مهاجرت کل بر حسب میلی گرم بر دسی متر مربع کاهش نمونه ای که در تماس با مواد غذایی است، بیان می شود و برای هر آزمون با استفاده از معادله (۱۰) محاسبه می شود.

$$M_D = \frac{[m_a - (m_b - m_c + M_W)] \times 1000}{S} \quad \text{معادله (۱۰)}$$

M_D = مهاجرت کل در تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بر حسب میلی گرم بر دسی متر مربع سطح نمونه که در تماس با مواد غذایی است.

m_a = جرم اولیه آزمون قبل از تماس با تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بر حسب گرم
 m_b = جرم آزمون بعد از تماس با تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بر حسب گرم یا جرم
 تصحیح شده (به معادله ۴مراجعه کنید) وقتی که کاهش مواد فرار بیش از ۲ mg در آزمون است
 m_c = جرم تری گلیسیریدهای نشانه گذاری شده با کربن ۱۴ جذب شده بوسیله آزمون بر حسب گرم
 M_w = جرم آب از دست رفته یا بدست آمده از مهاجرت آزمون بر حسب میلی گرم
 S = سطح آزمون که در تماس با مواد غذایی است بر حسب دسی متر مربع. معمولاً اگر ضخامت بیش از ۱ mm
 ۰/۵ باشد تمام سطح در تعیین مقدار مهاجرت حساب میشود. به بند ۹-۳ از استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷
 مراجعه کنید.

۴-۶-۲ دقت

به بند ۱۱ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید.

۴-۷ گزارش آزمون

در مواردی که پلاستیک ها برای تماس با مواد غذایی چرب بکار می روند، استفاده از فاکتورهای کاهش مجاز
 است. در این حالت می بایست فاکتورهای کاهش به کار رفته در گزارش نتایج آزمون ذکر گردد. به بند ۲-۱۲
 استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید.

گزارش آزمون باید شامل موارد ذیل باشد :

الف-روش آزمون مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۱-۱۳۷۳۷

ب-همه اطلاعات لازم برای شناسایی کامل نمونه مانند نوع مواد شیمیایی، تامین کننده، علامت تجاری، درجه،
 سری ساخت، ضخامت

پ- شرایط زمانی و دمایی تماس با محیط آزمون

ت- انحراف از روش تعیین شده در این استاندارد و دلایل ناشی از آن

ث-نتیجه هرآزمون منفرد و میانگین آنها، بیان نتیجه بر حسب میلی گرم باقی مانده در دسی متر مربع سطح
 نمونه

ج- هرگونه تعدیل انجام شده برای کاهش مواد فرار از آزمون

چ- توضیحات مرتبط با نتایج آزمون و اگر سل معادل استفاده می شود جزئیات مربوط به آن

ح- ارجاع برای هر فاکتور کاهش به کار رفته در محاسبات مهاجرت

۵ روش پ روش کیسه

۵-۱ اصول روش

هشدار- استفاده و دفع مواد نشان دار شده با کربن ۱۴ ، دارای ملاحظات قانونی ملی می باشد که این قوانین در هر کشور با
 سایر کشور ها متفاوت است. آزمایشگاهها باید اطمینان یابند که مطابق با الزامات قانونی منطقه ای عمل می کنند.

یادآوری ۱- این روش مناسب ترین روش برای پلاستیک هایی به شکل فیلم و ورق است، اما بطور ویژه برای موادی بکار می رود که دارای بیش از یک لایه یا سطح با مشخصات مهاجرت متفاوت هستند. فقط سطحی که در تماس با ماده غذایی است باید مورد آزمون قرار گیرد.

مهاجرت کل از نمونه های پلاستیک بر اساس کاهش جرم در واحد سطح، ناحیه ای که در تماس با مواد غذایی است، تعیین می گردد.

انتخاب شرایط آزمون بر اساس شرایط کاربرد تعیین می شود. به بند ۶ و ۷ از استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه شود.

آزمونه ها با جرم معلوم و به شکل کیسه با مخلوط تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ برای مدت زمان تماس و در دمای بالای 20°C تا 121°C و 121°C پر می شود، سپس مخلوط تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ خارج شده کیسه ها بریده و باز می شود. تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ چسبیده به سطح زدوده می شود، بخش های بریده هر کیسه دوباره وزن می گردد. آزمونه ها معمولا "مخلوط تری گلیسیرید های مصنوعی جذب شده را در خود نگه میدارند که این مخلوط استخراج شده و با دستگاه شمارنده سینتیلیشن مایع مقدار عددی آن تعیین می شود.

برای بعضی از پلاستیک ها، فرایند استخراج با سوکسله، قادر به بازیابی کامل مخلوط تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ جذب شده، نیست. در این روش مخلوط تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ که بعد از استخراج با سوکسله باقی مانده است به روش انحلال یا سوزاندن خارج میشوند. روش سوزاندن برای همه پلاستیک ها مناسب است، روش انحلال فقط برای پلیمرهایی که قابلیت حل شدن در حلال مناسب مانند تتراهیدرو فوران را داشته باشند، مناسب است.

یادآوری ۲- دقت قابل قبول فقط برای نمونه هایی با جرم خیلی پایین مانند، فیلم های باریک، بدست می آید. پرتو دهی ویژه مخلوط تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ که بطور معمول استفاده می شود تقریبا " 200 pm/mg است. در آزمون های معمول، حد تعیین در شمارنده سینتیلیشن مایع برای روش سوزاندن 20 dpm در نمونه و برای روش انحلال، dpm ۱۰ در نمونه می باشد. در روش سوزاندن فقط قسمت های با وزن تا تقریبا " 50 mg می تواند مورد استفاده قرار گیرد. در نتیجه تعیین حد برای مشابه غذایی باقیمانده در محدوده $0/1\text{ mg}$ تا 50 mg است. واضح است که برای آزمونه های سنگین روش های داده شده فقط تخمینی از مشابه غذایی باقی مانده است. روش انحلال، که عموما " ترجیح داده می شود، نتایج مشابه ارائه می دهد. پرتو دهی ویژه بالاتر مشابه غذایی حد تعیین را بهبود می دهد.

مهاجرت در ترکیبی از تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ با تفریق جرم تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ باقیمانده در آزمونه، از جرم آزمونه، پس از زدودن تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴، و سپس تفریق این جرم از جرم اولیه آزمونه محاسبه می شود.

کاهش کل جرم بر حسب mg/dm^2 سطح آزمونه بیان می شود و مهاجرت کل بر اساس میانگین حداقل سه اندازه گیری بر روی آزمونه های جداگانه گزارش می شود. برای جبران خطای پیش آمده در هنگام آزمون که شناسایی آن دشوار باشد، بطور مثال آلودگی یا کاهش تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴

در طی مراحل جابجایی نمونه، آزمون را بر روی چهار نمونه انجام دهید تا در صورت لزوم یک آزمون کنار گذاشته شود .

این روش شامل تغییراتی است که برای پلاستیک های خاص قابل اعمال است .

۵-۲ مواد و یا واکنشگرها

یادآوری - همه مواد باید دارای کیفیت آزمایشگاهی تصدیق شده باشند به جز در مواقعی که مورد دیگری مشخص شده باشد.

۵-۲-۱ مخلوط تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ ، مشابه غذایی D مطابق بند ۵-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ تعیین شده است.

یادآوری - مشخصات فنی نمونه باید توسط صاحب کالا ارائه شود.

۵-۲-۲ حلال استخراج به بند ۱-۱۰ از استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید .

۵-۲-۲-۱ پنتان ۹۸٪ (مخلوط ایزومرها) با نقطه جوش 36°C

هشدار - پنتان حلالی بسیار فرار و با قابلیت اشتعال بالا می باشد. هنگام استفاده و جابجایی این حلال مواظب باشید تا از تماس آن با منابع آتش یا جلوگیری بعمل آید. استفاده از این حلال برای استخراج ، بویژه در شب، بدون نظارت توصیه نمی شود.

یادآوری - با توجه به نقطه جوش پایین حلال، می توان از آب کندانسور خنک شده برای جلوگیری از اتلاف حلال از کندانسور، استفاده کرد.

۵-۲-۲-۲ سایر حلال های مناسب

یادآوری - در روش های قبلی برای تعیین مهاجرت کل در تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ ، حلال استخراج مورد استفاده ۱۰ و ۲۰ تری کلرو تری فلورو اتان بوده است. به دلیل ملاحظات زیست محیطی باید از استفاده از این حلال تا حد امکان اجتناب گردد. به بند ۱-۱۰ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید. تجربه نشان داده است که این حلال با وجود اینکه برای اکثر پلاستیک ها موثر می باشد اما به مدت طولانی تری برای استخراج نیاز دارد.

۵-۲-۳ کوکتل سینتیلیشن مایع مناسب برای شمارنده سینتیلیشن تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ و آنچه که در مشابه غذایی چرب حل می شود

۵-۲-۴ دی اتیل اتر

۵-۲-۵ حلال کارل فیشر، بصورت تجاری تهیه شده بر پایه متانول و کلروفرم و ظرفیت آب 5mg/ml

۵-۲-۶ تیترا کننده کارل فیشر (فقط برای دستگاههای حجمی) که بصورت تجاری تهیه شده و ظرفیت آب 2mg/ml

۵-۳ وسایل

۵-۳-۱ تیغه برش، تیغه پلاستیکی فلزی یا شیشه های صاف و تمیز که سطح کافی برای تهیه آزمون داشته باشد. ابعاد $50\text{ mm} \times 250\text{ mm}$ مناسب است.

۵-۳-۲ انبر از جنس فولاد زنگ نزن با نوک تیز

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

۵-۳-۴ خط کش مدرج برحسب میلی متر و با دقت ۰/۱ mm

۵-۳-۵ قالب فلزی با ابعاد ۱mm × ۱۲۰mm × ۱۲۰mm

۵-۳-۶ ترازوی آزمایشگاهی با دقت ۰/۱ mg

۵-۳-۷ نکه دارنده کیسه، مانند شکل ۱-ت پیوست ت که از آلومینیوم یا مواد مناسب دیگر ساخته شده است. همچنین می توان از نکه دارنده مشابه مناسب دیگری به همراه گیره هایی برای محکم کردن گوشه های کیسه استفاده کرد.

۵-۳-۸ **محفظه تثبیت وزن**، برای تثبیت وزن آزمونه ها در رطوبت نسبی $50 \pm 5\%$ و رطوبت نسبی $80 \pm 5\%$ در دمای رطوبت نسبی $20 \pm 5^\circ\text{C}$

یادآوری - برای رطوبت نسبی 50% محلول 43% وزنی - حجمی اسید سولفوریک در آب و برای رطوبت نسبی 80% محلول 27% وزنی - حجمی اسید سولفوریک مناسب است. محلول ها باید بصورت تازه با افزودن مقدار وزنی اسید به حجم مناسب آب و خنک کردن آن تا دمای اتاق و به مقدار لازم تهیه شود.

توصیه می گردد که رطوبت نسبی و دما در طول مدت تثبیت حفظ شود. بنابراین ظروف باید در اتاق یا گرمخانه ای که دمای آن با ترموستات کنترل می گردد در دمای تقریبی 20°C گذاشته شود. تغییرات دما نباید بیش از $1^\circ\text{C} \pm$ باشد.

۵-۳-۹ **لوله های شیشه ای سر سمباده ای** در دار، برای نگهداری تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ و آزمونه ها. لوله هایی با قطر داخلی حدودا 35 mm و طول در محدوده 120 mm تا 200 mm و حجم حداقل 120 ml ، به استثناء قسمت سر سمباده ای. به بند ۸-۲ از استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۷۳۷-۱ مراجعه کنید

۵-۳-۱۰ **گرمخانه یا انکوباتور** که با ترموستات کنترل شده و قادر به حفظ دمای تنظیم شده در رواداری تعیین شده در جدول ب-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۷۳۷-۱ باشد.

۵-۳-۱۱ **کاغذ صافی بدون پرز**

۵-۳-۱۲ **مهره های ضد جوش**

۵-۳-۱۳ **استخراج کننده** از نوع سوکسله دارای قابلیت نکه داری آزمونه ها روی نکه دارنده ها، با بالن های ته گرد با حجم 250 ml تا 500 ml

یادآوری - می توان از استخراج کننده جایگزین که قادر هستند تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ جذب شده را به نحو رضایت بخشی جذب کنند استفاده کرد.

۵-۳-۱۴ **حمام آبی** که قادر به نکه داری بالن های استخراج کننده از نوع سوکسله باشد. (مطابق بند ۵-۳-۱۳)

۵-۳-۱۵ **دستگاه تقطیر یا تبخیر کننده** چرخشی برای تبخیر و جمع آوری حلال استخراج

یادآوری - ممکن است خنک کردن آب برای چگالش موثر حلال با نقطه جوش پایین لازم باشد.

۵-۳-۱۶ حمام بخار یا صفحه داغ

۵-۳-۱۷ استوانه های مدرج مطابق با حداقل الزامات ISO 4788 و با حجم های ۵۰۰ ml، ۲۵۰ ml و ۱۰۰.

۵-۳-۱۸ پیپت ها، با حجم ۱۰۰ ml طبق حداقل الزامات ISO648

۵-۳-۱۹ میله های شیشه ای با قطر ۲ mm تا ۳ mm برای ایجاد فاصله بین آزمون ها در مدت استخراج حلال. به بند ۸-۲ از استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید.

۵-۳-۲۰ دستگاه دوخت حرارتی یا فشاری برای استفاده در شکل دهی کیسه ها

۵-۳-۲۰ دستگاه شمارنده سینتیلیشن مایع با integrated quench correction

۵-۳-۲۱ ویال های سینتیلیشن مایع متناسب با شمارنده سینتیلیشن مایع (طبق بند ۳-۳-۶)

۵-۳-۲۳ دسیکاتور محتوی سیلیکاژل یا کلرید کلسیم بدون آب

۵-۳-۲۴ دستگاه سوزاندن مواد نشانه گذاری شده با کربن ۱۴ برای تعیین رادیو اکتیویته مرحله بعد بطور مثال بالن شونینگر یا اکسید کننده نمونه اتوماتیک

۵-۳-۲۵ گرمخانه تحت خلاء یا دسیکاتور تحت خلاء که قادر به حفظ دمای $^{\circ}\text{C}$ (2 ± 60) باشد. گرمخانه خلاء یا دسیکاتور باید مجهز به پمپ خلاء باشد. این پمپ باید قادر به ایجاد خلاء ۱/۳ kPa یا کمتر باشد. پمپ خلاء باید مجهز به کنترل کننده زمان باشد تا در هر ساعت به مدت ۱۵ دقیقه پمپ را روشن کند.

یادآوری - اگر گرمخانه خلاء در دسترس نیست، از یک دسیکاتور تحت خلاء در گرمخانه $^{\circ}\text{C}$ ۶۰ می توان استفاده نمود.

۵-۳-۲۶ ترازو با دقت ۱۰ mg

۵-۳-۲۷ سرنگ پلاستیک یکبار مصرف با سر سرنگ متناسب با اندازه ۱ ml یا ۱۰ ml

۵-۳-۲۸ سر سوزن با سنج پهن و اندازه ۲ mm $\times$ ۱/۸۰ mm

۵-۳-۲۹ دستگاه کارل فیشر با تیترا تور حجمی یا تیترا تور کولو متر اتوماتیک. تیترا تور کارل فیشر باید قادر به اندازه گیری مقدار آب مشابه غذایی با دقت (انحراف استاندارد) ۱۰ mg/kg یا کمتر (معادل ۱ mg/dm^۳) پلاستیک) باشد. از دستگاه حجمی یا کولومتر اتوماتیک باید استفاده شود. روش تیتراسیون دستی دقت یا صحت لازم را بدست نمی دهد.

۵-۴ آماده سازی آزمون ها

۵-۴-۱ کلیات

ضروری است آزمون ها تمیز و عاری از هرگونه آلودگی سطحی باشند (بسیاری از پلاستیکها به واسطه الکتریسیته ساکن به آسانی می توانند گرد و غبار را به خود جذب کنند). پیش از آماده سازی آزمون ها، هر گونه آلودگی سطحی را از نمونه با یک پارچه بدون پرز، یا با برس نرم بزدایید. تحت هیچ شرایطی نمونه را با آب یا حلال

نشوید. 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 عمل کنید. دست زدن به نمونه ها را به حداقل برسانید و در صورت لزوم از دستکش نخی استفاده کنید.

۵-۴-۲ تعداد آزمونه ها

شش آزمونه مورد نیاز می باشد این آزمونه ها به صورت زیر مورد استفاده قرار می گیرند:

الف- چهار آزمونه برای آزمون مهاجرت

ب- دو آزمونه برای کنترل اتلاف مواد فرار احتمالی

اگر آزمون تثبیت در پیوست ب مورد استفاده قرار میگیرد یک آزمونه اضافی مورد نیاز است .

یاد آوری- دو آزمونه قسمت ب برای کنترل اتلاف جرم نمونه ناشی از تبخیر مواد فرار ، مانند حلال ها، در مدت زمان آزمون بکار می رود. اگر روش خشک کردن تحت خلاء، پیوست ب مورد استفاده قرار می گیرد، این آزمونه ها مورد نیاز نیستند چون در مدت خشک کردن تحت خلاء هر گونه ماده فرار از آزمونه ها جدا خواهد شد.

حداقل سه نتیجه آزمون معتبر برای محاسبه میانگین مورد نیاز است. آزمون بر روی سه نمونه مجاز می باشد اما در این حالت اگر یکی از نتایج نامعتبر باشد، تمام روش تکرار می شود.

۵-۴-۳ برش و آماده سازی آزمونه ها

نمونه را از سطحی که در تماس بیشتری با تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ است، روی تیغه برش مطابق بند ۵-۳-۱ قرار دهید و آزمونه ها را با استفاده از قالب $120\text{ mm} \times 120\text{ mm}$ مطابق بند ۵-۳-۵ ببرید. دو قطعه آزمونه برای هر آزمایش لازم است.

هر جفت از آزمونه ها را از طرفی که در تماس با تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ است روی هم قرار دهید. با استفاده از دستگاه دوخت حرارتی یا فشاری (مطابق بند ۵-۳-۲۰) آنها را به شکل کیسه هایی با چهار لبه موازی به هم متصل کنید. در فاصله 10 mm از لبه، چهار طرف را محکم کنید. فاصله بین لبه های داخلی محل دوخت را با تقریب 1 mm اندازه بگیرید و مساحت کل سطح آزمونه را که در تماس با تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ قرار می گیرد با تقریب 0.1 dm^2 محاسبه کنید. مساحت بدست آمده باید تقریباً 2 dm^2 باشد. با استفاده از ابزار برش، فیلم های اضافی را از محل دوخت، به نحوی که مقدار کافی برای تحمل آزمونه بدون نشتی باقی بماند، جدا کنید. (برای کاهش سطح فیلم که بطور مستقیم با تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ تماس پیدا نمی کند) مساحت هر کیسه ای را که در تماس با مشابه غذایی خواهد بود و سطح کل خارجی کیسه را پس از پیرایش مواد اضافی، اندازه گیری و ثبت کنید. کیسه ها را به منظور شناسایی علامتگذاری کنید. یکی از گوشه های کیسه را ببرید و سوراخی به اندازه کافی بزرگ برای ورود پیپت 100 ml به داخل کیسه ایجاد کنید.

۵-۵ روش کار

۵-۵-۱ کلیات

پیش از توزین هر گونه الکتريسيته ساکن موجود را با تفنگ ضد الکتريسيته ساکن يا وسيله مناسب ديگري تخلیه کنید.

نقطه ذوب مخلوط تري گليسيريدهای مصنوعي نشان دار شده با کربن ۱۴ از 28°C تا 30°C است. برای اطمینان از همگن شدن مشابه غذایی محتويات بطري را قبل از استفاده به مایع تبدیل کنید.

۵-۵-۲ توزین اولیه آزمونه ها

۵-۵-۲-۱ نیاز به تثبیت آزمونه ها را با اجرای روش شرح داده شده در پیوست الف یا پیوست ب تعیین کنید. اگر آزمونه های پیشین ثابت کرده باشند که تثبیت نمونه مورد نیاز نیست، پس پیوست الف و ب می توانند حذف شوند. اگر آزمونه های پیشین ثابت کرده باشند که روش شرح داده شده در پیوست پ قابل اعمال به نمونه است پس پیوست الف و ب می توانند حذف شوند.

۵-۵-۲-۲ اگر آزمون های شرح داده شده در پیوست الف یا ب نشان دهند که تثبیت مورد نیاز نیست جرم هر نمونه را محاسبه و ثبت کنید.

۵-۵-۲-۳ اگر آزمون های شرح داده شده در پیوست الف یا ب نشان دهند که تثبیت لازم است، پیوست مرتبط با روش را برای تعیین جرم اولیه نمونه دنبال کنید.

۵-۵-۲-۴ اگر آزمون های شرح داده شده در پیوست الف نشان دهد که تثبیت لازم است، اما جرم ثابتی در عرض ۵ روز قابل دستیابی نباشد، دستورالعمل تثبیت که در ب-۳-۱ یا در پیوست پ شرح داده شده است انجام شود.

یادآوری ۱ - دوره های زمانی تثبیت طولانی رضایت بخش نیستند زیرا باعث اکسیداسیون تري گليسيريدهای مصنوعي نشان دار شده شده با کربن ۱۴ شده که می تواند منجر به تثبیت طولانی شود.

یادآوری ۲ - اگر ثابت شود که دستورالعمل تثبیت شرح داده شده در پیوست ب و پ برای نوع پلیمر تحت آزمون مناسب تر می باشد می توان از آنها استفاده نمود.

۵-۵-۳ تماس با مشابه غذایی

پنج لوله شیشه ای (مطابق بند ۵-۳-۹) بردارید با استفاده از استوانه مدرج (مطابق بند ۵-۳-۷) مقدار $ml (100 \pm 5)$ از تري گليسيريدهای مصنوعي نشان دار شده با کربن ۱۴ را در هر لوله بریزید و در لوله ها را محکم کنید.

یادآوری ۱- نگه دارند کیسه ها (مطابق بند ۵-۳-۷) در صورت نیاز باید قبل از استفاده ، با حلال هایی نظیر استن و یا شوینده ها تمیز شود. برای رفع مشکلات زدودن تري گليسيريدهای مصنوعي نشان دار شده با کربن ۱۴ از مخلوط حلال های مناسب استفاده کنید.

هشدار - مخلوط حلال های مخصوص معمولاً "محتوی ترکیبات سوزآور و حلال های فرار می باشد. آنها را با دقت و با استفاده از دستکش های محافظ و عینک های محافظ و در زیر هود جابجا کنید.

یادآوری ۲- اگر روش شرح داده شده در پیوست پ را بکار می گیرید، ممکن است لازم باشد همه تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ استفاده شده را خشک کنید. (به پیوست پ مراجعه کنید)
لوله ها را تا حجم ۱۰۰ ml علامت بزنید و با تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ تا محل علامت پر کنید. در صورتیکه روش پیوست پ مورد استفاده قرار می گیرد، دو لوله اضافه با حداقل ۵۰ ml تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ به عنوان نمونه شاهد مشابه مورد نیاز است. پنج یا هفت لوله و نگه دارنده کیسه را در گرمخانه یا انکوباتوری که با ترموستات کنترل می شود (مطابق بند ۵-۳-۱۰) و دردمای آزمون تنظیم شده است قرار دهید.

یادآوری ۳- ممکن است نشتی از کیسه ها اتفاق بیافتد، توصیه می شود گرمخانه سینی چکه گیر داشته باشد.
بگذارید تا تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ به دمای آزمون برسد و با استفاده از ترمومتر یا ترموکوپل دما را پایش کنید .
نگه دارنده کیسه را از گرمخانه یا انکوباتور که با ترموستات کنترل می شود خارج کنید و آزمون ها را بین جدا کننده ها قرار دهید .

چهار لوله محتوی تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۴ را گرمخانه خارج کنید و درون چهار آزمون با پیپت و تا جاییکه کیسه پرگردد، به مقدار کافی از تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بریزید. این مقدار باید در حدود ۱۰۰ ml باشد اما برای نمونه های ضخیم یا مواد نیمه سخت مقدار محیط آزمون میتواند از این کمتر باشد. از گوشه باز یکی از کیسه ها یک ترمومتر یا ترموکوپل وارد کنید و گوشه کیسه ها را از سه طرف با گیره محکم کنید.

یادآوری ۴- در صورتیکه از روش پیوست پ استفاده می شود تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ در لوله پنجم به عنوان نمونه شاهد تیتراسیون کارل فیشر بکار می رود.
دو کیسه آزمون باقیمانده را در نگه دارنده کیسه قرار دهید

یادآوری ۵ - این دو آزمون برای کنترل احتمال کاهش جرم ناشی از تبخیر مواد فرار مانند آب، حلال و اولیگومر ها طی مدت آزمون به کار می روند. اگر روش خشک کردن تحت خلاء، مطابق پیوست ب به کار میرود، این آزمون ها لازم نیستند زیرا طی خشک کردن در خلاء، مواد فرار از آزمون ها خارج می شوند.

دوباره هر شش کیسه آزمون را در گرمخانه یا انکوباتوری که با ترموستات کنترل می شود و در دمای آزمون تنظیم شده است، قرار دهید. این بخش از عملیات باید در کمترین زمان ممکن انجام شود تا از اتلاف گرما جلوگیری شود. دمای گرمخانه، انکوباتور تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ در کیسه (به یادآوری ۷ مراجعه کنید) را زیر نظر داشته باشید. بگذارید کیسه ها و لوله ها طبق مدت آزمون انتخاب شده، تحت حدود رواداری دما مطابق جدول ب-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ و حدود رواداری زمان مطابق جدول ب-۱ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ قرار گیرند.

یاد آوری ۶- پیوست ب استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ شامل رواداری هایی در گستره وسیعی از زمان ها و دماهای تماس است. همه این دماها و زمان ها قابلیت کاربرد در این قسمت از استاندارد را ندارند.

یاد آوری ۷- برای زمان های در تماس قرار گرفتن ۲۴ ساعت یا بیش تر، پایش دمای حمام هوای گرمخانه یا انکوباتور که با ترموستات کنترل می شود به جای دمای مشابه غذایی، قابل پذیرش است.

لوله ها را از گرمخانه یا انکوباتور بیرون آورید و به سرعت آزمون ها را از لوله ها خارج کنید
اگر نشتی مشهودی در بیش از یک کیسه اتفاق نیافتد آزمون اعتبار نداشته و تکرار می شود.

اگر نشتی مشهودی در حداقل سه کیسه اتفاق نیافتد کیسه های آزمون را از نگه دارنده جدا کنید.

تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ را از هر آزمون خارج کنید و اضافی آن را از اطراف آزمون با استفاده از کاغذ صافی (طبق بند ۵-۳-۱۱) پاک کنید. هر کدام از چهار کیسه را به نوبت بردارید و روی قالب برش (مطابق بند ۵-۳-۱) قرار دهید و با استفاده از ابزار برش (طبق بند ۵-۳-۳) با دقت بوسیله برش از یک لایه در امتداد لبه داخلی دوخت باز کنید.

دو تکه از هر آزمون را بردارید و تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ چسبیده به آن را بوسیله فشار ملایم آن بین کاغذ صافی بزدایید. این کار را آن قدر با کاغذ های تمیز تکرار کنید تا اثری از تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ روی کاغذ صافی مشاهده نشود.

اگر طبق روش کار پیوست پ عمل می کنید، لوله های حاوی تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ را باید نگه دارید. در لوله ها باید برای جلوگیری از تغییر بیشتر در مقدار رطوبت تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بسته شود و تعیین مقدار آب به روش کارل فیشر باید تا آن جا که ممکن است به سرعت انجام شود.

۵-۵-۴ توزین نهایی آزمون ها

۵-۵-۴-۱ برای آن نمونه هایی که نیاز به تثبیت کردن برای به دست آوردن جرم اولیه آنها نیست، به بند ۵-۵-۲ مراجعه کنید، هر شش آزمون، یعنی چهار آزمون ای که درون تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ قرار داشتند و دو آزمون ای که درون لوله های خالی قرار داشتند را وزن کنید و جرم هر آزمون را ثبت کنید.

۵-۵-۴-۲ اگر تثبیت آزمون ها با استفاده از روش پیوست الف انجام شود به بند ۵-۵-۳-۲ مراجعه شود) روش را تکرار کنید.

۵-۵-۴-۳ اگر تثبیت پیش از توزین اولیه با استفاده از روش شرح داده شده در پیوست ب انجام شود (به بند ۵-۵-۴-۲ مراجعه شود) روش شرح داده شده در بند ۴ پیوست ب را انجام دهید.

۵-۵-۴-۴ اگر تصمیم بر آن شد که روش شرح داده شده در پیوست پ (به بند ۵-۵-۴-۲ مراجعه شود) به نمونه آزمون اعمال گردد، پس آن روش را انجام دهید.

۵-۵-۴-۵ اگر جرم نهایی هر کدام از آزمون ها که در لوله های خالی قرار داشتند، بیش از ۲ mg از جرم نخست آنها کمتر بود این امر نشان دهنده این است که ترکیبات فرار از دست رفته اند و اصلاحاتی باید انجام شود. به

بند ۱۰-۴ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید. جرم نهایی برای هر آزمون باید به گونه ای باشد که مقادیر به دست آمده تنها اندازه مهاجرت مواد غیر فرار باشد.

۵-۵-۵ استخراج تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ جذب شده

چهار بالن ۲۵۰ ml یا ۵۰۰ ml بطوری که با اندازه استخراج کننده از نوع سوکسله (مطابق بند ۵-۳-۱۳) مناسب باشد، برای استفاده در استخراج بردارید و درون هر بالن به مقدار کافی از حلال استخراج مطابق بند ۵-۲ (تقریباً ۲۰۰ ml یا ۴۰۰ ml متناسب با اندازه بالن) با مقداری سنگ جوش برای کنترل جوشیدن، اضافه کنید تا چرخش در استخراج کننده از نوع سوکسله ممکن گردد. (مطابق بند ۵-۳-۱۲)

چهار آزمون که در تماس با تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بوده اند را در چهار استخراج کننده از نوع سوکسله قرار دهید. هر سوکسله را به یک بالن حاوی حلال استخراج متصل کنید. با استفاده از یک حمام آب (مطابق بند ۵-۳-۱۶) یا حمام بخار، عمل استخراج را به مدت 7^+ ساعت، با حداقل شش چرخه در ساعت، با اطمینان از اینکه قطعات آزمون در طی هر چرخه سوکسله کاملاً در حلال غوطه ور باشند و از یکدیگر جدا بمانند، انجام دهید.

تمام حلال را از استخراج کننده از نوع سوکسله تخلیه کنید، بالن ها را از استخراج کننده از نوع سوکسله بردارید و حلال را تا خشک شدن با استفاده از یک تبخیرکننده چرخشی یا دستگاه تقطیر ساده (مطابق بند ۵-۳-۱۵) تبخیر نمایید. محلولهای باقیمانده حاوی تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ استخراج شده را به ویال های سینتیلیشن جداگانه منتقل کرده و هر بالن را با سه قسمت از کوکتل سینتیلیشن مایع شستشو دهید. سه محلول حاصل از شستشو را به لوله های مجزا اضافه کنید.

یادآوری ۱- از اکسیداسیون احتمالی تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ باید تا حد امکان اجتناب گردد. بنابراین، تبخیر حلال تا خشک شدن کامل، باید تحت شرایط ملایم دمایی انجام شود. تماس های اضافی تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ با اکسیژن باید محدود گردد.

یادآوری ۲- مشخص شده برخی از انواع پلاستیکها مقداری از تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ جذب شده را نگه می دارند. در این موارد، استخراج تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ ناقص است و یک استخراج دوم با حلالی قطبی تر، نیاز است. (به بند ۹-۱۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید)

استخراج از آزمون ها را برای مدت اضافی 7^+ ساعت با دی اتیل اتر تکرار کنید. (مطابق بند ۵-۲-۴) اگر آزمون های قبلی ثابت کرده باشد که همه تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ از آزمون در ۷ ساعت اول استخراج خواهند شد، در اینصورت می توان استخراج در ۷ ساعت دوم را حذف نمود. باقی مانده تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ را برای استفاده، مطابق دستورالعمل شرح داده شده در بالا در ویال های سینتیلیشن نگه داری کنید.

تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ استخراج شده در ۷ ساعت اول و ۷ ساعت دوم را بوسیله روش شرح داده شده در بند ۵-۵-۶ تعیین کنید، اما آزمون ها را در استخراج کننده نوع سوکسله باقی بگذارید تا تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ برای استخراج دوم تعیین شده باشند.

اگر در استخراج دوم بیش از ۴mg آزمون یافته شود، پس تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ باقی مانده در لوله شیشه ای پس از سوزاندن یا انحلال آزمون، با شمارش سینتیلیشن مایع تعیین کنید.

۵-۵-۶ تعیین مخلوط تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴

۵-۵-۶-۱ استاندارد و نمونه های زمینه

پنج ویال سینتیلیشن بردارید و مقدار ۵۰mg تا ۲۵۰mg تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ که برای آزمون مهاجرت نیز از همان بچ استفاده شده است به آنها اضافه کنید و با دقت ۱ mg / ۰/ آنها را وزن کنید و به آن به مقدار مورد نیاز، کوکتل های سینتیلیشن مایع اضافه کنید. سه ویال بردارید و آنها را فقط با کوکتل پر کنید.

۵-۵-۶-۲ شمارش سینتیلیشن مایع

نمونه های آماده شده طبق بند ۵-۵-۵ و بند ۵-۵-۶-۱ را به شمارنده سینتیلیشن مایع منتقل کنید (به بند ۵-۳ مراجعه کنید) و پرتو دهی در نمونه را تعیین کنید. مطمئن شوید که دستگاه بر اساس پارامتر های صحیح همچون منحنی quench curve برای تعیین کربن ۱۴ تنظیم شده است .

۵-۵-۶-۳ محاسبه مخلوط تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ استخراج شده

شاخص پرتو دهی، S_A تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ را با در نظر گرفتن مقدار زمینه طبق معادله (۱۱) محاسبه کنید :

$$S_A = \frac{R_S - R_O}{W}$$

معادله (۱۱)

S_A = شاخص پرتو دهی در تجزیه بر حسب دقیقه در میلی گرم

R_S = نرخ اندازه گیری در تجزیه نمونه استاندارد بر حسب دقیقه (به بند ۵-۵-۶-۱ مراجعه کنید)

R_O = نرخ اندازه گیری در تجزیه نمونه زمینه بر حسب دقیقه (به بند ۵-۵-۶-۱ مراجعه کنید)

W = جرم نمونه استاندارد بر حسب میلی گرم

مقدار تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ استخراج شده را طبق معادله (۱۲) محاسبه کنید:

$$m_c = \frac{R_M - R_O}{S_A \times 1000}$$

معادله (۱۲)

m_c جرم تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ که بوسیله آزمون جذب شده بر حسب گرم

R_M نرخ اندازه گیری در تجزیه نمونه بر حسب دقیقه مطابق بند ۵-۵-۶-۲

R_O نرخ اندازه گیری در تجزیه نمونه زمینه بر حسب دقیقه که مطابق بند ۵-۵-۶-۱ آماده شده است

SA شاخص پرتو دهی در تجزیه بر حسب دقیقه در میلی گرم

۵-۶-۴-۵ تعیین تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴

۵-۶-۴-۵-۱ کلیات

اگر مقدار تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ در دومین استخراج کمتر از ۴ mg لیکن قابل اندازه گیری باشد، به مقدار تعیین شده در اولین استخراج اضافه کنید و جرم کل را برای هر آزمون با تقریب یک هزارم بر حسب گرم ثبت کنید.

اگر مقدار تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بیش از یکی از آزمون های دومین استخراج ، بزرگتر از ۴mg برای هر آزمون باشد، مقدار تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ از دومین استخراج را به مقدار تعیین شده از استخراج اول اضافه کنید و مقدار تری مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ باقیمانده را پس از سوزاندن یا انحلال نمونه استخراج شده تعیین کنید. روش سوزاندن برای همه پلاستیک ها مناسب است. به بند ۵-۶-۴-۵-۲ مراجعه کنید. روش انحلال فقط برای پلاستیک هایی که در یک حلال مناسب مانند تترا هیدرو فوران قابل حل هستند مناسب است. به بند ۵-۶-۴-۵-۳ مراجعه کنید.

۵-۶-۴-۵-۲ روش سوزاندن

آزمون استخراج شده را خشک و مطابق بند ۵-۶-۴-۱ وزن کنید. پنج تکه کوچک با وزن حدود ۵۰ mg از هر کدام از آزمون ها ببرید و با دقت ۰/۱ mg وزن کنید و در یک اکسید کننده ساده مطابق بند ۵-۶-۳-۲ بسوزانید. پرتو دهی را در نمونه های بدست آمده همانگونه که در بند ۵-۶-۴-۲ شرح داده شده است، تعیین کنید و مقدار تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ را محاسبه کنید. مطابق بند ۵-۶-۴-۳ قسمتی از آزمون استخراج شده بکار رفته برای سوزاندن را در نظر بگیرید.

این مقدار تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ را به آنچه که از طریق استخراج هر آزمون یافته شده است اضافه کنید.

۵-۶-۴-۵-۳ روش انحلال

آزمون های استخراج شده را به یک بشر آزمایشگاهی (۱۰۰ ml، ۲۵۰ ml یا ۵۰۰ ml) منتقل و در مقدار کمی از تترا هیدرو فوران حل کنید. محلول را به یک بالن حجمی (۲۵۰ ml، ۵۰۰ ml یا ۱۰۰۰ ml) منتقل و تا محل علامت پر کنید. سه قسمت ۲ ml از هر ویال سینتیلیشن بردارید و کوکتل های سینتیلیشن مایع را به مقدار لازم اضافه کرده و پرتو دهی هر نمونه را همانطور که در بند ۵-۶-۴-۲ شرح داده شده است، تعیین کنید. مقدار تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده باقیمانده را مطابق بند ۵-۶-۴-۳ محاسبه کنید. این مقدار از تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ را به مقدار بدست آمده از هر آزمون اضافه کنید.

۵-۶ بیان نتایج

۵-۶-۱ روش محاسبه

مهاجرت کل را بر حسب میلی گرم از دست رفته در هر دسی متر مربع از سطح نمونه ی در تماس با مواد غذایی است که برای هر آزمون از معادله (۱۳) را محاسبه شده است، بیان کنید .

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

معادله (۱۳)

M = مهاجرت کل در تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بر حسب میلی گرم بر دسی متر مربع سطح در تماس با مواد غذایی

m_a = جرم اولیه آزمون قبل از تماس با تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بر حسب گرم (بر حسب مورد به بند ۲-۵-۵ یا ۳-۲-۵-۵ یا ۴-۲-۵-۵ مراجعه کنید)

m_b = جرم آزمون بعد از تماس با تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بر حسب گرم (به بند ۴-۵-۵ مراجعه کنید) یا جرم تصحیح شده (به معادله ۱۴ مراجعه کنید) و قتیکه اتلاف مواد فرار بیش از ۴ mg در آزمون است. (به بند ۳-۴-۵-۴ مراجعه کنید)

m_c = جرم تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ جذب شده بوسیله آزمون بر حسب گرم (به بند ۳-۶-۵-۵ یا ۴-۶-۵-۵ مراجعه کنید) .

S = سطح آزمون در تماس با مواد غذایی بر حسب دسی متر مربع. معمولاً " اگر ضخامت بیش از ۵/۵ mm باشد ،تمام سطح در تعیین مقدار مهاجرت حساب می شود. به بند ۹-۵ از استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید.

نتایج هر آزمون را با تقریب 1 mg/dm^2 و میانگین نتایج آزمون معتبر را با تقریب میلی گرم در دسی متر مربع محاسبه کنید.

برای تعیین اعتبار نتایج به بند ۱۲-۳ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید.

جرم تصحیح شده با استفاده از معادله (۱۴) محاسبه می شود.

$$m_b = m_{b'} + m_d$$

معادله (۱۴)

m_b جرم تصحیح شده آزمون ها برای در نظر گرفتن اتلاف مواد فرار در لوله های خالی بر حسب گرم

m_d میانگین کاهش جرم آزمون ها در لوله های خالی بر حسب گرم

$m_{b'}$ جرم آزمون پس از تماس با تری گلیسیریدهای نشانه دار شده با کربن ۱۴ بر حسب گرم

یاد آوری- فرض بر این است که با اضافه کردن، مواد فرار تلف شده در طول مدت تماس آزمون، مقادیر کاهش مواد فرار از آزمون‌های غوطه ور شده در تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴، با میانگین اتلاف مواد فرار از دو آزمون داخل لوله های خالی مساوی است.

اگر روش کار تشریح شده در پیوست پ مورد استفاده قرار می گیرد. مهاجرت کل بر حسب میلی گرم بر دسی متر مربع کاهش نمونه ای که در تماس با مواد غذایی است بیان می شود، و برای هر آزمون با استفاده از معادله (۱۵) محاسبه می شود.

$$M_D = \frac{[m_a - (m_b - m_c + M_W)] \times 1000}{S}$$

معادله (۱۵)

M_D = مهاجرت کل در تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بر حسب میلی گرم بر دسی متر مربع سطح نمونه که در تماس با مواد غذایی است.

m_a = جرم اولیه آزمون قبل از تماس با تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بر حسب گرم

m_b = جرم آزمون بعد از تماس با تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بر حسب گرم یا جرم

تصحیح شده (به معادله (۱۴) مراجعه کنید) وقتی که کاهش مواد فرار بیش از ۲mg در آزمون است

m_c = جرم تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ جذب شده بوسیله آزمون بر حسب گرم

M_W = جرم آب از دست رفته یا بدست آمده از مهاجرت آزمون بر حسب گرم

S سطح آزمون که در تماس با مواد غذایی است بر حسب دسی متر مربع. به بند ۹-۵ از استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید.

۵-۶-۲ دقت

به بند ۱۱ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید.

۵-۷ گزارش آزمون

در مواردیکه پلاستیک ها برای تماس با مواد غذایی چرب بکار میروند، استفاده از فاکتورهای کاهش مجاز است. در این حالت می بایست فاکتورهای کاهش به کار رفته در گزارش نتایج آزمون ذکر گردد. به بند ۲-۱۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید.

گزارش آزمون باید شامل موارد ذیل باشد :

الف-روش آزمون مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۱-۱۳۷۳۷

ب-همه اطلاعات لازم برای شناسایی کامل نمونه مانند نوع مواد شیمیایی، تامین کننده، علامت تجاری، درجه، سری ساخت، ضخامت

پ- شرایط زمانی و دمایی تماس با محیط آزمون

ت- انحراف از روش تعیین شده در این استاندارد و دلایل ناشی از آن
ث- نتیجه هر آزمون منفرد و میانگین آنها، بیان نتیجه بر حسب میلی گرم باقی مانده در دسی متر مربع سطح نمونه

ج- هرگونه تعدیل انجام شده برای کاهش مواد فرار از آزمون

چ- توضیحات مرتبط با نتایج آزمون

ح- ارجاع برای هر فاکتور کاهش به کار رفته در محاسبات مهاجرت

۶ روش ت روش پر کردن کالا

۵-۱ اصول روش

هشدار - استفاده و دفع مواد نشان دار شده با کربن ۱۴، دارای ملاحظات قانونی ملی می باشد که این قوانین در هر کشور با سایر کشور ها متفاوت است. آزمایشگاهها باید اطمینان یابند که مطابق با الزامات قانونی منطقه ای عمل می کنند.
یادآوری ۱- این روش مناسب ترین روش برای پلاستیک هایی به شکل ظرف و کالا است که می توانند پر شوند. این روش قادر است برای کالاهای با شکل غیر یکنواخت که خیلی بزرگ نیستند روش آزمون ارائه دهد .
مهاجرت کل از نمونه های پلاستیک بصورت کاهش در جرم در واحد سطح ، ناحیه ای که در تماس با مواد غذایی است، تعیین می گردد.

انتخاب شرایط آزمون بر اساس شرایط کاربرد تعیین می شود. به بند ۶ و ۷ از استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه شود

آزمونه ها با جرم معلوم با مخلوط تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ برای مدت تماس و در دمای بالای 20°C تا 121°C و سپس خالی می شوند و تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده چسبیده به سطح زدوده و مجدداً وزن می گردد.

آزمونه ها معمولاً "مخلوط تری گلیسیریدهای مصنوعی جذب شده را در خود نگه می دارند که این مخلوط استخراج شده و با دستگاه شمارنده سینتیلیشن مایع مقدار عددی آن تعیین می شود.

برای بعضی از پلاستیک ها، فرایند استخراج با سوکسله، قادر به بازیابی کامل مخلوط تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴، جذب شده نیست. در این روش مخلوط تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ که بعد از استخراج با سوکسله باقی مانده است به روش انحلال یا سوزاندن استخراج می شوند. روش سوزاندن برای همه پلاستیک ها مناسب است. روش انحلال فقط برای پلیمرهایی که در حلال مناسب مانند تتراهیدرو فوران ، قابل حل هستند مناسب است.

یادآوری ۲- دقت قابل قبول فقط برای نمونه هایی با جرم خیلی پایین مانند، فیلم های باریک ، بدست می آید. پرتودهی ویژه مخلوط تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ که بطور معمول استفاده می شود تقریباً " ۲۰۰ pm/mg است. در آزمون های معمول، حد تعیین در شمارنده سینتیلیشن مایع برای روش سوزاندن ۲۰ dpm در نمونه و برای روش انحلال، ۱۰ dpm در نمونه می باشد. در روش سوزاندن فقط قسمت های با وزن تا تقریباً " ۵۰ mg می تواند مورد استفاده قرار گیرد. در نتیجه تعیین حد برای مشابه غذایی باقیمانده در محدوده ۰/۱ mg تا ۵۰ mg است. واضح است که برای آزمون های سنگین روش های داده شده فقط تخمینی از مشابه غذایی باقی مانده است. روش انحلال، که عموماً " ترجیح داده می شود، نتایج مشابه ارائه می دهد. پرتودهی ویژه بالاتر مشابه غذایی حد تعیین را بهبود می دهد

مهاجرت در ترکیبی از تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴، با تفريق جرم تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ باقیمانده برآزمون از جرم آزمون پس از زدودن تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴، سپس تفريق این جرم از جرم اولیه آزمون محاسبه می شود.

کاهش کل در جرم بر حسب میلی گرم بردسی متر مربع سطح آزمون بیان می شود و مهاجرت کل بر اساس میانگین حداقل سه اندازه گیری بر روی آزمون های جداگانه گزارش می شود. برای جبران خطای پیش آمده در هنگام آزمون که شناسایی آن دشوار باشد، بطور مثال آلودگی یا کاهش تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ در طی مراحل جابجایی نمونه، آزمون را بر روی چهار نمونه انجام دهید تا در صورت لزوم یک آزمون کنار گذاشته شود.

این روش شامل تغییراتی است که در پلاستیک های خاص قابل اعمال است.

۲-۶ مواد و یا واکنشگرها

یادآوری - همه مواد باید دارای کیفیت آزمایشگاهی تصدیق شده باشند و بجز در مواقعی که مورد دیگری مشخص شده باشد.

۱-۲-۶ تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴، مشابه غذایی مرجع D مطابق بند ۵-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ تعیین شده است.

یادآوری - مشخصات فنی نمونه باید توسط صاحب کالا ارائه شود.

۲-۲-۶ حلال استخراج به بند ۱۰-۱ از استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید .

۱-۲-۲-۶ برای پلاستیک های غیر قطبی همچون پلی اتیلن و پلی پروپیلن

- پنتان ۹۸٪ با نقطه جوش 36°C

برای پلاستیک های قطبی همچون پلی آمید و پلی استال

- مخلوط آزتروپیک حجمی با نسبت ۹۵ به ۵ از پنتان ۹۸٪ و اتانول ۹۹٪

هشدار - پنتان حلالی بسیار فرار و با قابلیت اشتعال بالا می باشد. هنگام استفاده و جابجایی این حلال مواظب باشید تا از تماس آن با منابع آتش را جلوگیری بعمل آید. همچنین اتانول نیز حلال قابل اشتعال است. استفاده از پنتان و اتانول یا مخلوط پنتان و اتانول برای استخراج ، بویژه در شب، بدون نظارت توصیه نمی شود.

یادآوری - با توجه به نقطه جوش پایین حلال، می توان از آب کندانسور خنک شده برای جلوگیری از کاهش حلال از کندانسور استفاده کرد.

۶-۲-۲ سایر حلال های مناسب

یادآوری - در روش های قبلی برای تعیین مهاجرت کل در تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴، حلال استخراج مورد استفاده ۱ و ۲ و تری کلرو تری فلورو اتان بوده است. به دلیل ملاحظات زیست محیطی باید از استفاده از این حلال تا حد امکان اجتناب گردد. به بند ۱۰-۱ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۳۷۳۷ مراجعه کنید. تجربه نشان داده است که این حلال با وجود اینکه برای اکثر پلاستیک ها موثر می باشد اما به مدت طولانی تری برای استخراج نیاز دارد.

۶-۲-۳ دی اتیل اتر

۶-۲-۴ **کوکتل سینتیلیشن مایع** مناسب برای شمارش سینتیلیشن تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ و آنچه که در مشابه غذایی چرب حل می شود

۶-۲-۵ **حلال کارل فیشر**، بصورت تجاری تهیه شده بر پایه متانول و کلروفرم و ظرفیت آب ۵ mg/ml

۶-۲-۶ **تیترا کننده کارل فیشر** (فقط برای دستگاههای حجمی) که بصورت تجاری تهیه شده و ظرفیت آب ۲mg/ml

۶-۳ وسایل

۶-۳-۱ **انبر**، از جنس فولاد زنگ نزن با نوک تیز

۶-۳-۲ **ابزار برش**، تیغ، قیچی یا چاقوی تیز یا سایر وسایل مناسب

۶-۳-۳ **خط کش** مدرج برحسب میلی متر و با دقت ۰/۱ mm

۶-۳-۴ **ترازوی آزمایشگاهی** با دقت ۰/۱ mg

۶-۳-۵ **محفظه تثبیت وزن**، برای تثبیت وزن آزمون ها در رطوبت نسبی ۵۰±۵٪ و رطوبت نسبی ۵۰±۵٪ در دمای رطوبت نسبی ۵۰±۵) °C

یادآوری - برای رطوبت نسبی ۵۰٪ محلول ۴۳٪ وزنی - حجمی اسید سولفوریک در آب و برای رطوبت نسبی ۸۰٪ محلول ۲۷٪ وزنی - حجمی اسید سولفوریک مناسب است. محلول ها باید بصورت تازه با افزودن مقدار وزنی اسید به حجم مناسب آب و خنک کردن آن تا دمای اتاق و به مقدار لازم تهیه شود.

توصیه می گردد که رطوبت نسبی و دما در طول مدت تثبیت حفظ شود. بنابراین ظروف باید در اتاق یا گرمخانه ای که دمای آن با ترموستات کنترل می گردد در دمای تقریبی ۲۰°C گذاشته شود. تغییرات دما نباید بیش از ۱°C± باشد.

۶-۳-۶ **گرمخانه یا انکوباتور** که با ترموستات کنترل شده و قادر به حفظ دمای تنظیم شده در رواداری تعیین شده در جدول ب-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ باشد

۶-۳-۷ **کاغذ صافی** بدون پرز

۶-۳-۸ **مخزن کروماتوگرافی** یا هر ظرف غیر قابل نفوذ در مقابل هوا برای ذخیره نمونه آزمون

۶-۳-۹ **میله های شیشه ای** یا فلزی برای ایجاد فاصله بین آزمون ها در مدت استخراج حلال

۶-۳-۱۰ **مهره های ضد جوش**

۶-۳-۱۱ **استخراج کننده** از نوع سوکسله دارای قابلیت نگه داری آزمون ها روی نگه دارنده ها، با بالن های ته گرد با حجم ۲۵۰ ml تا ۵۰۰ ml

یادآوری - می توان از استخراج کننده جایگزین که قادر هستند تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ جذب شده را به نحو رضایت بخشی جذب کنند، استفاده نمود.

۶-۳-۱۲ **حمام آبی** که قادر به نگه داری بالن های استخراج کننده از نوع سوکسله باشد. (مطابق بند ۶-۳-۱۱)

۶-۳-۱۳ **دستگاه تقطیر** یا تبخیر کننده چرخشی برای تبخیر و جمع آوری حلال استخراج

یادآوری - ممکن است آب خنک شده برای چگالش موثر حلال با نقطه جوش پایین، لازم باشد.

۶-۳-۱۴ **حمام بخار** یا حمام آب

۶-۳-۱۵ **استوانه های مدرج** مطابق با حداقل الزامات ISO 4788 و با حجم های ۵۰۰ ml ، ۲۵۰ ml و ۱۰۰ ml. از یک سرنگ ۱۰ ml مدرج می توان به جای استوانه مدرج استفاده کرد.

۶-۳-۱۶ **پیپت ها**، با حجم ۵ ml و ۱۰ ml طبق حداقل الزامات ISO648

۶-۳-۱۷ **پارچه بدون پرز**

۶-۳-۱۸ **دستگاه شمارنده سینتیلیشن مایع** با integrated quench correction

۶-۳-۱۹ **ویال های سینتیلیشن مایع** متناسب با شمارنده سینتیلیشن مایع (طبق بند ۳-۳-۶)

۶-۳-۲۰ **دستگاه سوزاندن مواد مصنوعی** نشان دار شده با کربن ۱۴ برای تعیین رادیو اکتیویته مرحله بعد بطور مثال بالن شونینگر یا اکسید کننده نمونه اتوماتیک

۶-۳-۲۱ **گرمخانه تحت خلاء** یا دسیکاتور تحت خلاء که قادر به حفظ دمای $(2 \pm 60)^{\circ}\text{C}$ باشد. گرمخانه خلاء یا دسیکاتور باید مجهز به پمپ خلاء باشد. این پمپ باید قادر به ایجاد خلاء $1/3 \text{ KPa}$ یا کمتر باشد. پمپ خلاء باید مجهز به کنترل کننده زمان باشد تا در هر ساعت به مدت ۱۵ دقیقه پمپ را روشن کند.

یادآوری - اگر گرمخانه خلاء در دسترس نیست، از یک دسیکاتور تحت خلاء در گرمخانه 60°C می توان استفاده نمود.

۶-۳-۲۲ **دسیکاتور** محتوی سیلیکاژل یا کلرید کلسیم بدون آب

۶-۳-۲۳ **ترازو** با دقت ۱۰ mg

۶-۳-۲۴ **سرنگ پلاستیک** یکبار مصرف با سر سرنگ متناسب با اندازه ۱ ml یا ۱۰ ml

۶-۳-۲۵ سر سوزن با سنجه پهن و اندازه $1/2\text{mm} \times 80\text{mm}$

۶-۳-۲۶ دستگاه کارل فیشر با تیترا تور حجمی یا تیترا تور کولو متری اتوماتیک .تیترا تور کارل فیشر باید قادر به اندازه گیری مقدار آب مشابه غذایی با دقت (انحراف استاندارد) 10mg/kg یا کمتر (معادل 1mg/dm^3 پلاستیک) باشد. از دستگاه حجمی یا کولومتر اتوماتیک باید استفاده شود. روش تیتراسیون دستی دقت یا صحت لازم را بدست نمی دهد.

۶-۴ آماده سازی آزمونه ها

۶-۴-۱ کلیات

ضروری است آزمونه ها تمیز و عاری از هرگونه آلودگی سطحی باشند (بسیاری از پلاستیکها به واسطه الکتریسیته ساکن به اسانی می توانند گرد و غبار را به خود جذب کنند). پیش از آماده سازی آزمونه ها، هر گونه آلودگی سطحی را از نمونه با یک پارچه بدون پرز، یا با برس نرم بزدایید. تحت هیچ شرایطی نمونه را با آب یا حلال نشوید. 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 عمل کنید. دست زدن به نمونه ها را به حداقل برسانید و در صورت لزوم از دستکش نخی استفاده کنید.

۶-۴-۲ تعداد آزمونه ها

هشت آزمونه در اشکالی که بتوانند استفاده شوند، مورد نیاز است . این آزمونه ها به صورت زیر مورد استفاده قرار می گیرند:

الف- چهار آزمونه برای آزمون مهاجرت

ب- دو آزمونه برای کنترل اتلاف احتمالی مواد فرار

پ- دو آزمونه برای تعیین مساحت سطح

اگر آزمون تثبیت در پیوست ب مورد استفاده قرار می گیرد یک آزمونه اضافی مورد نیاز است .

یاد آوری- دو آزمونه قسمت ب برای کنترل اتلاف جرم نمونه ناشی از تبخیر مواد فرار، مانند حلال ها ، در مدت زمان آزمون بکار می رود. اگر روش خشک کردن تحت خلاء پیوست ب مورد استفاده قرار می گیرد، این آزمونه ها مورد نیاز نیستند چون در مدت خشک کردن تحت خلاء هر گونه ماده فرار از آزمونه ها جدا خواهد شد.

حداقل سه نتیجه آزمون معتبر برای محاسبه میانگین مورد نیاز است. آزمون بر روی سه نمونه مجاز می باشد اما در این حالت اگر یکی از نتایج نامعتبر باشد، تمام روش تکرار می شود.

۶-۴-۳ برش آزمونه ها

اگر کالا ها بزرگ هستند برای اجتناب از مشکلات نگه داری و توزین یا استفاده از مقادیر اضافی تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴، بریدن آنها به نحویکه سطح آزمونه در تماس با تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بزرگتر از ۳ دسی متر مربع نباشد، ارجح است.

اگر این کار انجام شده، مراقب باشید لبه های بریده شده آزمون با تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ تماس نداشته باشد. این مهم است که سطح در تماس با تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ تعیین شده در محاسبات بعدی گنجانده شود.

علامت واضحی را روی سطح خارجی هر آزمون برای شناسایی آنها ایجاد کنید

یادآوری - اگر فقط قسمتی از یک آزمون، آزمایش می شود این قسمت باید نمایانگر کل مشخصات ترکیب و دیوار یا ضخامت لایه باشد.

۵-۶ روش کار

۱-۵-۶ کلیات

پیش از توزین هرگونه الکتروسیته ساکن موجود را با تفنگ ضد الکتروسیته ساکن یا وسیله مناسب دیگری تخلیه کنید.

نقطه ذوب مخلوط تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ از 28°C تا 30°C است. برای اطمینان از همگن شدن مشابه غذایی محتویات بطری را قبل از استفاده به مایع تبدیل کنید.

۲-۵-۶ توزین اولیه آزمون ها

۱-۲-۵-۶ نیاز به تثبیت آزمون ها را با اجرای روش شرح داده شده در پیوست الف یا پیوست ب تعیین کنید. اگر آزمونهای پیشین ثابت کرده باشند که تثبیت نمونه مورد نیاز نیست، پس پیوست الف و ب می توانند حذف شوند. اگر آزمونهای پیشین ثابت کرده باشند که روش شرح داده شده در پیوست پ قابل اعمال به نمونه است، پس پیوست الف و ب می توانند حذف شوند.

۲-۲-۵-۶ اگر آزمون های شرح داده شده در پیوست الف یا ب نشان دهند که تثبیت مورد نیاز نیست جرم هر نمونه را محاسبه و ثبت کنید.

۳-۲-۵-۶ اگر آزمون های شرح داده شده در پیوست الف یا ب نشان دهند که تثبیت لازم است، پیوست مرتبط با روش را برای تعیین جرم اولیه نمونه دنبال کنید.

۴-۲-۵-۶ اگر آزمون های شرح داده شده در پیوست الف نشان دهد که تثبیت لازم است، اما جرم ثابتی در عرض ۵ روز قابل دستیابی نباشد، دستورالعمل تثبیت که در ب-۳-۱ یا در پیوست پ شرح داده شده است انجام شود.

یادآوری ۱ - دوره های زمانی تثبیت طولانی رضایت بخش نیستند زیرا باعث اکسیداسیون تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ شده که می تواند منجر به تثبیت طولانی شود.

یادآوری ۲ - اگر ثابت شود که دستورالعمل تثبیت شرح داده شده در پیوست ب و پ برای نوع پلیمر تحت آزمون مناسب تر می باشد می توان از آنها استفاده نمود.

۳-۵-۶ تماس با مشابه غذایی

مقدار کافی از تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ را در یک بشر بریزید و در گرمخانه یا انکوباتور که با ترموستات کنترل می شود (مطابق بند ۶-۳-۶) و در دمای آزمون تنظیم شده است قرار دهید و بگذارید تا به دمای آزمون برسد.

هر آزمون را روی یک سطح تمیز و عاری از چربی قرار دهید و چهار آزمون را با تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ تا حدود ۰/۵ سانتی متر مانده به بالای آزمون پر کنید. اگر ظرف گنجایش اسمی مشخصی دارد به بند ۹-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید. درون یکی از آزمون های پر شده یک ترمومتر یا ترموکوپل قرار دهید.

اگر روش پیوست پ را بکار می برید مقدار کافی از تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ را به عنوان نمونه شاهد برای تیتراسیون کارل فیشر در یک لوله بریزید و در لوله را ببندید.

یادآوری ۱- اگر روش تشریح شده در پیوست پ را بکار می برید ممکن است لازم شود تا تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ را که در آزمایش مهاجرت استفاده شده است، خشک کنید به بند ۲-۳ پیوست پ مراجعه کنید.

یا یادآوری ۲- مراقب باشید به هیچ وجه تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ روی سطح خارجی ریخته نشود.

یادآوری ۳ - این دو آزمون برای کنترل احتمال کاهش جرم ناشی از تبخیر مواد فرار مانند آب، حلال و اولیگومر ها طی مدت آزمون به کار می روند. اگر روش خشک کردن تحت خلاء، مطابق پیوست ب به کار رود، این آزمون ها لازم نیستند، زیرا طی خشک کردن در خلاء، مواد فرار از آزمون ها خارج می شوند.

چهار آزمون پر شده و دو آزمون خالی و در صورتیکه پیوست پ را بکار می برید لوله محتوی تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ را در گرمخانه یا انکوباتوری که با ترموستات کنترل می شود و در دمای آزمون تنظیم شده است قرار دهید. این بخش از عملیات باید در کمترین زمان ممکن انجام شود تا از اتلاف گرما جلوگیری شود.

اگر طبق روش کار پیوست پ عمل می کنید، آزمون های پر شده با تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ و لوله های حاوی تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ را باید آب بندی گردد.

دمای گرمخانه یا انکوباتور که با ترموستات کنترل می شود (به یادآوری ۵ مراجعه کنید) یا تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ در کالاهای پر شده را زیر نظر داشته باشید. بگذارید آزمون ها طبق زمان مدت آزمون انتخاب شده، تحت حدود رواداری دما مطابق جدول ب-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷) و حدود رواداری زمان مطابق جدول ب-۱ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷) قرار گیرند.

یادآوری ۴- پیوست ب استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ شامل رواداری هایی در گستره وسیعی از زمان ها و دماهای تماس می باشد. همه این دماها و زمان ها قابلیت کاربرد در این قسمت از استاندارد را ندارند.

یادآوری ۵- برای زمان های در تماس قرارگرفتن ۲۴ ساعت یا بیش تر، پایش دمای حمام هوای گرمخانه یا انکوباتور که با ترموستات کنترل می شود به جای دمای مشابه غذایی، قابل پذیرش است.

یادآوری ۶- در این روش سطح خارجی آزمونه ها در گرمخانه یا انکوباتوری که با ترموستات کنترل می شود در تماس با دمای گرمخانه است و می تواند تحت تاثیر تغییرات رطوبت در گرمخانه یا انکوباتور قرار گیرد.

برای بعضی از مواد پلاستیکی این تغییرات رطوبت می تواند باعث اختلاف جرم بزرگی شود که به مدت زمان تثبیت آزمونه اضافه می شود. این اختلاف می تواند با استفاده از گذاشتن همه آزمونه ها در یک ظرف مقاوم در مقابل نفوذ هوا، قبل از قرار دادن آن در گرمخانه یا انکوباتوری که با ترموستات کنترل می شود، کاهش یابد

آزمونه ها و لوله ها را، در صورت استفاده، از گرمخانه یا انکوباتور که با ترموستات کنترل می شود بیرون آورید و به سرعت آزمونه ها محتوی تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ را خالی کنید و بگذارید تا باقیمانده تری گلیسیرید ها از آزمونه ها بریزد. تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ چسبیده به آن را بوسیله فشار ملایم آن بین کاغذ صافی (طبق بند ۶-۳-۷) بزدایید. این کار را آن قدر با کاغذهای تمیز تکرار کنید تا اثری از تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ روی کاغذ صافی مشاهده نشود.

اگر طبق روش کار پیوست پ عمل می شود، تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ را از آزمونه ها به لوله ها شده و در لوله های محتوی تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ باید برای جلوگیری از تغییر بیشتر در مقدار رطوبت تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بسته شود و تعیین مقدار آب به روش کارل فیشر باید تا آن جا که ممکن است به سرعت انجام شود.

۴-۵-۶ توزین نهایی آزمونه ها

۴-۵-۶-۱ برای آن نمونه هایی که نیاز به تثبیت کردن برای به دست آوردن جرم اولیه آنها نیست، به بند ۵-۵-۵-۲) مراجعه کنید، هر شش آزمونه، یعنی چهار آزمونه ای که درون تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ قرار داشتند و دو آزمونه ای که درون لوله های خالی قرار داشتند را وزن کنید و جرم هر آزمونه را ثبت کنید..

۴-۵-۶-۲ اگر تثبیت آزمونه ها با استفاده از روش پیوست الف انجام شود (به بند ۶-۵-۲-۳ مراجعه شود)، روش را تکرار کنید.

۴-۵-۶-۳ اگر تثبیت پیش از توزین اولیه با استفاده از روش شرح داده شده در پیوست ب انجام شود (به بند ۶-۵-۲-۴ مراجعه شود) روش شرح داده شده در بند ۴ پیوست ب را انجام دهید.

۴-۵-۶-۴ اگر تصمیم بر آن شد که روش شرح داده شده در پیوست پ (به بند ۶-۵-۲-۴ مراجعه شود) بر نمونه آزمون اعمال گردد، پس آن روش را انجام دهید.

۵-۴-۵-۶ اگر جرم نهایی هر کدام از آزمون‌ها که در لوله های خالی قرار داشتند، بیش از ۲ mg از جرم نخست آنها کمتر بود، این امر نشان دهنده این است که ترکیبات فرار از دست رفته اند و اصلاحاتی باید انجام شود. به بند ۴-۱۰ استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۷۳۷-۱ مراجعه کنید. جرم نهایی برای هر آزمون باید به گونه ای باشد که مقادیر به دست آمده تنها اندازه مهاجرت مواد غیر فرار باشد.

۵-۵-۶ استخراج تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ جذب شده
نوارهایی با اندازه های مناسب ببرید به طوری که عرض نوار پهن تر از ۳۰mm نباشد و طول آن به نحوی باشد که نوار کاملاً در مدت زمان استخراج سوکسله غوطه ور باشد.

یادآوری ۱- مراقب باشید که هنگام انجام عملیات برش، نباید تراشه ای ایجاد و از دست برود.
چهار بالن ۲۵۰ml یا ۵۰۰ ml به طوری که متناسب با اندازه استخراج کننده از نوع سوکسله (مطابق بند ۳-۶-۳) باشد، برای استفاده در استخراج بردارید و درون هر بالن به مقدار کافی (تقریباً ۲۰۰ml یا ۴۰۰ml متناسب با اندازه بالن) از حلال استخراج (به بند ۲-۲-۶ مراجعه کنید) با مقداری سنگ جوش برای کنترل جوشیدن اضافه کنید تا چرخش در استخراج کننده از نوع سوکسله ممکن گردد.

چهار آزمون که در تماس با تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بوده اند را در چهار استخراج کننده از نوع سوکسله قرار دهید. هر سوکسله را با یک بالن حاوی حلال استخراج متصل کنید. با استفاده از یک حمام آب (مطابق بند ۳-۶-۱۴) یا حمام بخار، عمل استخراج را به مدت ۷⁺ ساعت ، با حداقل شش چرخه در ساعت، با اطمینان از اینکه قطعات آزمون در طی هر چرخه سوکسله کاملاً در حلال غوطه ور باشند و از یکدیگر جدا بمانند، انجام دهید.

تمام حلال را از استخراج کننده از نوع سوکسله تخلیه کنید، بالن ها را از استخراج کننده از نوع سوکسله بردارید و حلال را تا خشک شدن با استفاده از یک تبخیر کننده چرخشی یا دستگاه تقطیر ساده (مطابق بند ۳-۶-۱۳) تبخیر کنید. محلولهای باقیمانده حاوی تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ استخراج شده و به ویال های سینتیلیشن مایع (مطابق بند ۳-۶-۱۹) منتقل نموده و هر بالن را با سه قسمت از کوکتل سینتیلیشن مایع شستشو دهید. سه محلول حاصل از شستشو را به ویال های مجزای مربوطه اضافه کنید.

یادآوری ۲- مشخص شده برخی از انواع پلاستیکها، مقداری از تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ جذب شده را در خود نگه می دارند. در این موارد استخراج تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ ناقص است و استخراج دوم با حلالی قطبی تر، مورد نیاز است. (به بند ۲-۹ استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۷۳۷-۱ مراجعه کنید)

استخراج از آزمون‌ها را برای مدت اضافی ۷⁺ ساعت با دی اتیل اتر تکرار کنید. (مطابق بند ۳-۲-۶)
اگر آزمون های قبلی ثابت کرده باشد که همه تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ از آزمون در ۷ ساعت اول استخراج خواهند شد، در اینصورت می توان استخراج در ۷ ساعت دوم را حذف نمود.
باقی مانده تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ را در لوله های شیشه ای برای استفاده دستورالعمل شرح داده شده در بالا نگه داری کنید.

تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ استخراج شده در ۷ ساعت اول و ۷ ساعت دوم را بوسیله روش شرح داده شده در بند ۶-۵-۶ تعیین کنید، اما آزمون ها را در استخراج کننده نوع سوکسله باقی بگذارید تا تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ برای استخراج دوم تعیین شده باشند. اگر در استخراج دوم بیش از ۲ mg آزمون یافت شود، پس تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ باقی مانده در لوله شیشه ای را پس از سوزاندن یا انحلال آزمون با شمارش سینتیلیشن مایع تعیین کنید.

۶-۵-۶ تعیین مخلوط تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴

۶-۵-۱ استاندارد و نمونه های زمینه

پنج ویال سینتیلیشن بردارید و مقدار ۵۰ mg تا ۲۵۰ mg از تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ که برای آزمون مهاجرت نیز از همان بچ استفاده شده است به آنها اضافه کنید و با دقت ۱ mg / ۰ آنها را وزن کنید و کوکتل های سینتیلیشن مایع به مقدار مورد نیاز به آن اضافه کنید. سه ویال سینتیلیشن بردارید و آنها را فقط با کوکتل پر کنید.

۶-۵-۲ شمارش سینتیلیشن مایع

نمونه های آماده شده طبق بند ۶-۵-۵ و بند ۶-۵-۱ را به شمارشگر سینتیلیشن مایع منتقل کنید (مطابق بند ۶-۳-۱۸) و پرتو دهی در نمونه را تعیین کنید. مطمئن شوید که دستگاه براساس پارامتر های صحیح همچون quench curve برای تعیین کربن ۱۴ تنظیم شده است.

۶-۵-۳ محاسبه مخلوط تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ استخراج شده

شاخص پرتو دهی، S_A تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ را با در نظر گرفتن مقدار زمینه طبق معادله (۱۶) محاسبه کنید:

$$S_A = \frac{R_S - R_O}{W} \quad \text{معادله (۱۶)}$$

S_A = شاخص پرتو دهی در تجزیه بر حسب دقیقه بر میلی گرم

R_S = رخ اندازه گیری در تجزیه نمونه استاندارد بر حسب دقیقه (مطابق بند ۶-۵-۱)

R_O = رخ اندازه گیری در تجزیه نمونه زمینه بر حسب دقیقه (مطابق بند ۶-۵-۱)

W = جرم نمونه استاندارد بر حسب میلی گرم

مقدار تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ استخراج شده را طبق معادله (۱۷) محاسبه کنید:

$$m_c = \frac{R_M - R_O}{S_A \times 1000} \quad \text{معادله (۱۷)}$$

m_c جرم تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ که بوسیله آزمون جذب شده بر حسب گرم

R_M نرخ اندازه گیری در تجزیه نمونه بر حسب دقیقه (مطابق بند ۶-۵-۲)
 R_O نرخ اندازه گیری در تجزیه نمونه زمینه بر حسب دقیقه که مطابق بند ۶-۵-۱ آماده شده است
 S_A شاخص پرتو دهی در تجزیه بر حسب دقیقه در میلی گرم

۶-۵-۴ تعیین تری گلیسیرید مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴

۶-۵-۴-۱ کلیات

اگر مقدار تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ در دومین استخراج کمتر از ۴ mg لیکن قابل اندازه گیری باشد، به مقدار تعیین شده در اولین استخراج اضافه کنید و جرم کل را برای هر آزمون با تقریب یک هزارم بر حسب گرم ثبت کنید.

اگر مقدار تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بیش از یکی از آزمون های دومین استخراج، بزرگتر از ۴mg برای هر آزمون باشد، مقدار تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ از دومین استخراج را به مقدار تعیین شده از استخراج اول اضافه کنید و مقدار تری مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ باقیمانده را پس از سوزاندن یا انحلال نمونه استخراج شده تعیین کنید. روش سوزاندن برای همه پلاستیک ها مناسب است. (به بند ۶-۵-۴-۲ مراجعه کنید) روش انحلال فقط برای پلاستیک هایی که در یک حلال مناسب مانند تترا هیدرو فوران قابل حل هستند بکار می رود. به بند ۶-۵-۴-۳ مراجعه کنید.

۶-۵-۴-۲ روش سوزاندن

آزمون استخراج شده را خشک و مطابق بند ۶-۵-۴-۱ وزن کنید. پنج تکه کوچک با وزن حدود ۵۰ mg از هر کدام از آزمون ها ببرید و با دقت ۰/۱ mg وزن کنید و در یک اکسید کننده ساده مطابق بند ۶-۳-۲۰ بسوزانید. پرتو دهی را در نمونه های بدست آمده همانگونه که در بند ۶-۵-۴-۲ شرح داده شده است، تعیین کنید و مقدار تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ را محاسبه کنید. مطابق بند ۶-۵-۴-۳ قسمتی از آزمون استخراج شده بکار رفته برای سوزاندن را در نظر بگیرید. این مقدار تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ را به آنچه که از طریق استخراج هر آزمون یافته شده است اضافه کنید.

۶-۵-۴-۳ روش انحلال

آزمون های استخراج شده را به یک بشر آزمایشگاهی (۱۰۰ ml، ۲۵۰ ml یا ۵۰۰ ml) منتقل و در مقدار کمی از تترا هیدرو فوران حل کنید. محلول را به یک بالن حجمی (۲۵۰ ml، ۵۰۰ ml یا ۱۰۰۰ ml) منتقل و تا محل علامت پر کنید. سه قسمت با حجم ۲ ml از هر ویال سینتیلیشن بردارید و کوکتل های سینتیلیشن مایع را به مقدار لازم اضافه کرده و پرتو دهی هر نمونه را همانطور که در بند ۶-۵-۴-۲ شرح داده شده است تعیین کنید. مقدار تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده باقیمانده را مطابق بند ۶-۵-۴-۳ محاسبه کنید. این مقدار از تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ را به مقدار بدست آمده از هر آزمون اضافه کنید.

۶-۶ بیان نتایج

۶-۶-۱ روش محاسبه

مهاجرت کل را بر حسب میلی گرم از دست رفته در هر دسی متر مربع از سطح نمونه ی در تماس با مواد غذایی است که برای هر آزمون از معادله (۱۸) را محاسبه شده است بیان کنید .

$$M = \frac{[m_a - (m_b - m_c)] \times 1000}{s} \quad \text{معادله (۱۸)}$$

M = مهاجرت کل در تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بر حسب میلی گرم بر دسی متر مربع سطح در تماس با مواد غذایی

m_a = جرم اولیه آزمون قبل از تماس با تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بر حسب گرم (بر حسب مورد به بند ۶-۵-۲ یا ۶-۵-۳ یا ۶-۵-۴ مراجعه کنید)

m_b = جرم آزمون بعد از تماس با تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بر حسب گرم (به بند ۶-۵-۴ مراجعه کنید) یا جرم تصحیح شده (به معادله ۲۰ مراجعه کنید) وقتیکه اتلاف مواد فرار بیش از ۲mg در آزمون است (به بند ۶-۵-۴ مراجعه کنید).

m_c = جرم تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ جذب شده بوسیله آزمون بر حسب گرم (به بند ۶-۵-۳ یا ۶-۵-۴ مراجعه کنید) .

S = سطح آزمون در تماس با مواد غذایی بر حسب دسی متر مربع. معمولاً "اگر ضخامت بیش از ۵mm باشد، تمام سطح در تعیین مقدار مهاجرت حساب می شود. به بند ۹-۵ از استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید.

نتایج هر آزمون را با تقریب ۰/۱ mg/kg میانگین نتایج آزمون معتبر را با تقریب میلی گرم در دسی متر مربع محاسبه کنید. برای تعیین اعتبار نتایج به بند ۱۲-۳ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید.

در اینصورت مهاجرت کل باید بر حسب میلی گرم کاهش وزن بر کیلوگرم مواد غذایی به صورت ذیل بیان شود:
الف- کالاهایی که به شکل ظرف یا قابل مقایسه با ظرف هستند و می توانند با ظرفیت ها بیش از ۵۰۰ ml و یا کمتر از ۱۰ ml پر شوند .

ب- کالاهایی که می توانند پر شوند و تخمین سطح در تماس با مواد غذایی برای آنها غیر عملی است

مهاجرت کل باید برای حالت الف و حالت ب برای هر آزمون با استفاده از معادله (۱۹) محاسبه شود

$$M = \frac{[m_a - (m_b - m_c)] \times 1000}{v} \quad \text{معادله (۱۹)}$$

M = مهاجرت کل در مشابه غذایی بر حسب میلی گرم بر کیلوگرم مواد غذایی

m_a = جرم اولیه آزمون قبل از تماس با تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بر حسب گرم (بر حسب مورد به بند ۲-۲-۵-۶ یا ۳-۲-۵-۶ یا ۴-۲-۵-۶ مراجعه کنید)

m_b = جرم آزمون بعد از تماس با تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بر حسب گرم (به بند ۴-۵-۶ مراجعه کنید) یا جرم تصحیح شده (به معادله ۲۰ مراجعه کنید) وقتیکه اتلاف مواد فرار بیش از ۲ mg در آزمون است (به بند ۴-۴-۵-۶ مراجعه کنید).

m_c = جرم تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ جذب شده بوسیله آزمون بر حسب گرم (به بند ۳-۶-۵-۶ یا ۴-۶-۵-۶ مراجعه کنید) .

V حجم مشابه غذایی که در تماس با آزمون است بر حسب لیتر. در این حالت وزن مخصوص تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ معمولاً ۱ فرض می شود.

نتایج هر آزمون را با تقریب ۰/۱ mg/kg میانگین نتایج آزمون معتبر را با تقریب میلی گرم در دسی متر مربع محاسبه کنید. برای تعیین اعتبار نتایج به بند ۳-۱۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید.

جرم تصحیح شده با استفاده از معادله (۲۰) محاسبه می شود.

$$m_b = m_{b'} + m_d \quad \text{معادله (۲۰)}$$

m_b جرم تصحیح شده آزمون ها برای در نظر گرفتن اتلاف مواد فرار در لوله های خالی بر حسب گرم

m_d میانگین کاهش جرم آزمون ها در لوله های خالی بر حسب گرم

$m_{b'}$ جرم آزمون پس از تماس با تری گلیسیریدهای نشان دار شده با کربن ۱۴ بر حسب گرم

یاد آوری – فرض بر این است که با اضافه کردن، مواد فرار تلف شده در طول مدت تماس آزمون، مقادیر کاهش مواد فرار از آزمون های غوطه ور شده در تری گلیسیرید های مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴، با میانگین اتلاف مواد فرار از دو آزمون داخل لوله های خالی مساوی است .

اگر از روش کار تشریح شده در پیوست پ را بکار می برید، مهاجرت کل بر حسب میلی گرم بر دسی متر مربع کاهش نمونه ای که در تماس با مواد غذایی است بیان می شود، و برای هر آزمون با استفاده از معادله (۲۱) محاسبه می شود.

$$M_D = \frac{[m_a - (m_b - m_c + M_W)] \times 1000}{S} \quad \text{معادله (۲۱)}$$

M_D = مهاجرت کل در تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بر حسب میلی گرم بر دسی متر مربع سطح نمونه که در تماس با مواد غذایی است.

m_a = جرم اولیه آزمون قبل از تماس با تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بر حسب گرم

m_b = جرم آزمون بعد از تماس با تری گلیسیریدهای مصنوعی نشان دار شده با کربن ۱۴ بر حسب گرم یا جرم تصحیح شده (به معادله ۴ مراجعه کنید) وقتی که کاهش مواد فرار بیش از ۲mg در آزمون است.

m_c = جرم تری گلیسیریدهای نشانه گذاری شده با کربن ۱۴ جذب شده بوسیله آزمون بر حسب گرم
 M_w = جرم آب از دست رفته یا بدست آمده از مهاجرت آزمون بر حسب میلی گرم
 S = سطح آزمون که در تماس با مواد غذایی است بر حسب دسی متر مربع

۶-۶-۲ دقت

به بند ۱۱ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید.

۶-۷ گزارش آزمون

در مواردیکه پلاستیک ها برای تماس با مواد غذایی چرب بکار می روند، استفاده از فاکتور های کاهش مجاز است. در این حالت می بایست فاکتورهای کاهش بکار رفته در گزارش نتایج آزمون ذکر گردد. به بند ۲-۱۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه کنید.

گزارش آزمون باید شامل موارد ذیل باشد :

الف-روش آزمون مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۱-۱۳۷۳۷

ب-همه اطلاعات لازم برای شناسایی کامل نمونه مانند نوع مواد شیمیایی، تامین کننده، علامت تجاری، درجه، سری ساخت، ضخامت

پ- شرایط زمانی و دمایی تماس با محیط آزمون

ت- انحراف از روش تعیین شده در این استاندارد و دلایل ناشی از آن

ث-نتیجه هرآزمون منفرد و میانگین آنها، بیان نتیجه بر حسب میلی گرم باقی مانده در دسی متر مربع سطح نمونه

ج- هرگونه تعدیل انجام شده برای کاهش مواد فرار از آزمون

چ- توضیحات مرتبط با نتایج آزمون

ح- ارجاع برای هر فاکتور کاهش به کار رفته در محاسبات مهاجرت

پیوست الف

(الزامی)

تعیین نیاز به تثبیت نمونه

الف-۱- اساس روش

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

الف-۲- روش

الف-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 (24 ± 4) ساعت در رطوبت نسبی ۸۰٪ نگه داشته شده، قرار دهید. نمونه را برداشته و بعد از برداشتن از محیط کنترل شده هر چه سریعتر وزن کنید، تا کاهش رطوبت و تغییر در جرم به حداقل برسد.

الف-۲-۲- همان نمونه را درون یک ظرف که به مدت (24 ± 4) ساعت، در رطوبت نسبی ۵۰٪ نگهداشته شده، قرار دهید. نمونه را برداشته و مطابق اقدامات احتیاطی ذکر شده در بند الف-۲-۱، توزین کنید.

الف-۳- نتیجه گیری

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

الف-۴- توزین اولیه نمونه ها

آزمونه ها را در ظرفی که در رطوبت نسبی ۵۰٪ نگه داشته شده قرار داده، در فواصل زمانی حدود ۲۴ ساعت تا زمانی که تغییر در جرم در توزین های پیاپی هر آزمونه کمتر از 2 mg/dm^2 باشد، وزن کنید و جرم نهایی هر آزمونه را ثبت کنید.

الف-۵- توزین نهایی آزمونه ها

آزمونه ها را مجدداً در ظرفی که در رطوبت نسبی ۵۰٪ نگهداشته شده قرار دهید، در فواصل زمانی حدود ۲۴ ساعت، تا زمانی که تغییر در جرم بین توزین های پیاپی هر آزمونه کمتر از 2 mg/dm^2 باشد، وزن کنید و جرم نهایی هر آزمونه را ثبت کنید.

پیوست ب

(الزامی)

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

ب-۱- اساس روش

روش شرح داده شده در بند ب-۲ برای اثبات اینکه آیا تثبیت آزمون ها با توجه به محتوای رطوبت لازم است یا نه، انجام می شود. روش شرح داده شده در ب-۳ و ب-۴ برای تعیین جرم آزمون ها که حساس به رطوبت می باشند، انجام می شود.

ب-۲- اثبات نیاز برای تثبیت آزمون ها

ب-۲-۱- روش

یک آزمون را همان طور که در بند ۶ تعیین شده، برداشته و با دقت میلی گرم توزین کنید. آزمون را در یک گرمخانه تحت خلاء (مطابق بند ۵-۲۵) در $50 \pm 60^{\circ}\text{C}$ قرار دهید. فشار درون گرمخانه را تا $1/3 \text{ KPa}$ یا کمتر کاهش دهید. آزمون را درون گرمخانه به مدت 10 ± 60 دقیقه قرار دهید. فشار را برداشته و آزمون را از گرمخانه تحت خلاء به یک دسیکاتور (مطابق بند ۵-۲۶) حاوی سیلیکاژل خود دستگاه یا کلرید کلسیم خشک انتقال دهید. پس از سرد کردن به مدت 10 ± 60 دقیقه، جرم آزمون را تعیین کنید. اختلاف بین جرم آزمون راقبل و بعد از یک ساعت قرار دادن تحت خلاء محاسبه کنید. آزمون را دور بریزید.

ب-۲-۲- نتیجه گیری

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

ب-۳- توزین اولیه آزمون ها

ب-۳-۱- تثبیت آزمون ها

چهار نمونه آزمون را همان طور که در بند ۶ تعیین شده، توزین نموده، سپس به یک گرمخانه تحت خلاء در $50 \pm 60^{\circ}\text{C}$ درجه سلسیوس انتقال دهید و فشار درون گرمخانه را با استفاده از یک پمپ خلاء قوی تا $1/3 \text{ kPa}$ ، 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 ۱۰ دقیقه تا ۱۵ دقیقه روشن کنید تا رطوبت از گرمخانه خارج شده و خلاء تجدید شود. آزمون را برای یک دوره 24 ± 2 ساعت تحت این شرایط در گرمخانه تحت خلاء قرار دهید. آزمون را از گرمخانه تحت خلاء به یک دسیکاتور حاوی سیلیکاژل خود دستگاه یا کلرید کلسیم خشک انتقال دهید. جرم آزمون را پس از سرد کردن به مدت 10 ± 60 دقیقه تعیین کنید. روش تثبیت را تا زمانی که تغییر در جرم دو توزین متوالی کمتر از 2 mg/dm^2 باشد تکرار کنید. جرم نهایی هر آزمون را ثبت کنید.

ب-۳-۲- تثبیت مجدد آزمون ها

آزمونه ها را تا زمانی که آزمونه ها حداقل ۷۰٪ از وزن از دست داده در طی خشک کردن تحت خلاء رابازیابد، در رطوبت محیط یا درون یک ظرف (مطابق بند ۵-۱۰) حاوی ۸۰٪ رطوبت نسبی قرار دهید (به بند ۱۰-۹ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷: سال ۱۳۹۱). آزمونه ها اکنون آماده قرار گرفتن در معرض تماس با روغن زیتون می باشند.

ب-۴- توزین نهایی آزمونه ها

پس از دوره قرار گرفتن در معرض تماس، تا زمان رسیدن به جرم ثابت، آزمونه ها برای دوره های ۲۴ ساعته، همان طور که در بالا آمده است، قرار می گیرند. جرم نهایی هرآزمونه را ثبت کنید. اکنون آزمونه ها را می توان برای بازیابی روغن زیتون استخراج نمود.

پیوست پ

(الزامی)

تعیین تغییر در محتوای رطوبت آزمونه ها با اندازه گیری انتقال آب به یا از روغن زیتون، با تیتراسیون کارل فیشر

پ 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 می شود. مواد به کار برده شده در تیتراسیون کارل فیشر، صرف عملیات حجم سنجی یا کولون سنجی می شود 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 آزمونه، از این تفاوت مشخص می شود. این مقدار سپس برای جبران از دست دادن یا بدست آوردن آب در روش مهاجرت کل گراویمتری استفاده می شود.

پ ۲- مواد و واکنشگرها

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

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

پ ۳-۲- نمونه مشابه غذایی روغن زیتون (مطابق بند ۴-۱)، انتظار می رود که در آزمونه های مهاجرت به کار روند.

پ ۳- روش کار

پ ۱-۳- ارزیابی مشابه غذایی

بخشهای شبیه سازی شده مشابه غذایی ($n=5$) که انتظار می رود 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 1 mg/dm^2 در نتیجه نهایی در حد 10 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، می بایست از یک وسیله جانشین کارل فیشر استفاده شود.

پ 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 ۴ ساعت در 150°C نگه دارید. مشابه غذایی را مطابق بند ۳-۱ ارزیابی کنید. مشابه غذایی خشک شده را در یک ظرف آب بندی شده نگهداری کنید.

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

پ ۳-۳- آماده سازی نمونه ها برای آزمون

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

پ ۳-۴ تیتراسیون کارل فیشر نمونه های مشابه غذایی

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

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

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

با استفاده از یک سرنگ و سوزن تمیز شده (مطابق بند ۵-۵ و ۲۸-۵ و ۲۹) جرم دقیق اضافه شده (M_0) را به وسیله سرنگ خالی از پیش وزن شده با دقت در حد 10 mg خالی از پیش وزن شده، تعیین کنید. به نمونه زمان دهید (معمولاً ۱ min تا ۲ min) تا پیش از انجام تیتراسیون حل شود.

پ ۳-۴-۴ تجهیزات کارل فیشر به طور معمول جرم آب یافت شده (Q_w) را نشان می دهد. محتوای آب مشابه غذایی (W_c) را به صورت میلی گرم بر کیلوگرم، با فرمول $W_c = Q_w / M_0$ ، محاسبه کنید.

پ ۳-۵ دقت تعیین آب

نتایج W_c نمونه های فرعی سه گانه باید در چارچوب $10 \text{ mg/kg} \pm$ 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 W_{s1} ، W_{s2} ، W_{s3} ، و W_{s4} را به دست آورده و برای سه مشابه غذایی شاهد W_{b1} ، W_{b2} ، و W_{b3} را به دست آورید. اگر اختلافی بیش از $10 \text{ mg/kg} \pm$ حاصل شود، روش کارل فیشر مطابق بند ۳-۴ را بررسی نموده و منشاء اختلاف را برطرف کنید.

پ ۳-۶ قابلیت تجدیدپذیری مشابه غذایی شاهد

اگر نتایج W_{b1} ، W_{b2} ، و W_{b3} برای سه نمونه مشابه غذایی شاهد در چارچوب $10 \text{ mg/kg} \pm$ باشد، میانگین آنها را به عنوان W_b در نظر بگیرید. اگر اختلافی بیش از $10 \text{ mg/kg} \pm$ مشاهده شود، روش را بررسی نموده و منبع اختلاف را برطرف کنید.

پ ۴- بیان نتایج

جرم آب (M_w) از دست رفته یا گرفته شده توسط هر آزمون مهاجرت را بصورت زیر محاسبه کنید:

$$M_w = (W_s - W_b) \times M_m$$

که

M_w جرم آب از دست رفته توسط آزمون های مهاجرت، به صورت میلی گرم می باشد.

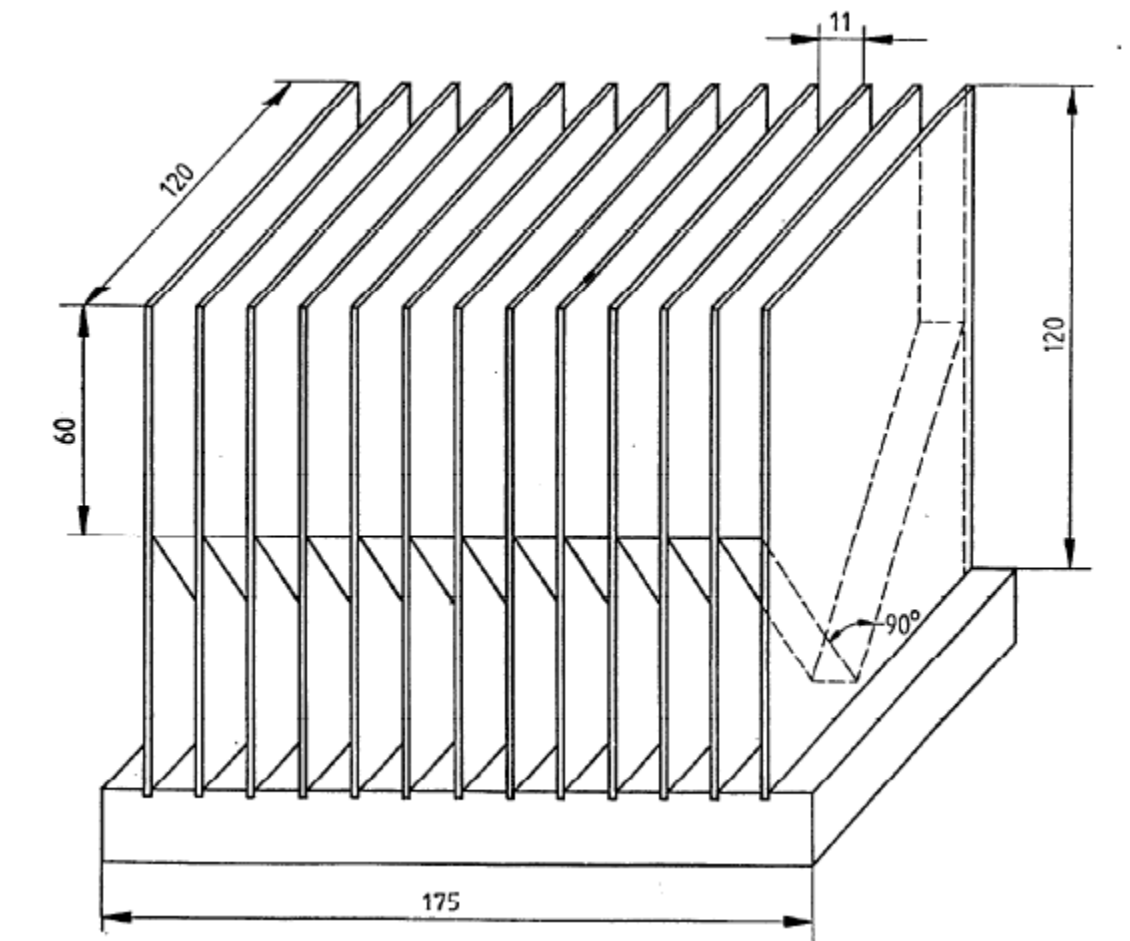
W_s محتوای آب مشابه غذایی مهاجرت، بصورت میلی گرم بر کیلوگرم می باشد.

W_b میانگین محتوای آب مشابه های غذایی شاهد به صورت میلی گرم بر کیلوگرم می باشد.

M_m جرم مشابه غذایی استفاده شده برای آزمون مهاجرت، به صورت کیلوگرم می باشد.

پیوست ت
(اطلاعاتی)
نمونه ای از نگه دارنده کیسه

راهنما: ابعاد بر حسب میلی متر می باشد



شکل-ت-۱ - نگه دارنده کیسه