



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۳۷۳۷-۱۳

چاپ اول

فروردین ۱۳۹۲

INSO

13737-13

1st.Edition

Apr.2013

پلاستیک ها- موادوکالاهای در تماس

باموادغذایی

قسمت ۱۳ : روش های آزمون برای مهاجرت

کلی دردماهای بالا

Materials and articles in contact with
foodstuffs - Plastics

Part 13:Test methods for overall migration
at high temperatures

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 و کالاهای در تماس با مواد غذایی -
قسمت ۱۳ : روش های آزمون برای مهاجرت کلی دردهماهای بالا»

رئیس :

احمدی، زاهد
(دکترای پلیمر)

سمت و/ یا نمایندگی

هیئت علمی دانشکده پلیمر دانشگاه
صنعتی امیر کبیر

دبیر :

نیک بین، حمیده
(فوق لیسانس علوم بهداشتی در تغذیه)

کارشناس اداره کل استاندارد استان
تهران

اعضاء : (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اسماعیلیان ، زهرا
(لیسانس مهندسی پلیمر)

کارشناس آزمایشگاه همکار
بسپارفرآیند پارس

جعفری ، مریم
(فوق لیسانس مهندسی شیمی)

مسئول آزمایشگاه همکار بسپارفرآیند
پارس

حقوقی فرد ، افسانه
(لیسانس مهندسی شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد استان
تهران

خوانساری ، سپیده
(لیسانس مهندسی شیمی)

مسئول فنی شرکت ماندانا شیمی

صنیعی نیا، صالحه
(لیسانس مهندسی شیمی)

مسئول آزمایشگاه همکار خاتم پلیمر

مسئول فنی آزمایشگاه پاک بنیان
البرز

علمی زاده ، زهرا
(لیسانس مهندسی پلیمر)

مدیر تولید واحد تولیدی صنایع بسته
بندی فرآورده های شیری پگاه

موسوی ، سید مسلم
(لیسانس مهندسی پلیمر)

عضو هیئت مدیره انجمن همگن
صنایع پلاستیک استان تهران

میربلوک ، علیرضا
(فوق لیسانس مهندسی پلیمر)

کارشناس اداره کل استاندارد استان
تهران

نجف زاده ، نرگس
(فوق لیسانس مدیریت اجرایی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
ز	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
	۲ مراجع الزامی
۲	۳ روش الف : غوطه وری کامل در روغن زیتون
۲	۱-۳ اساس روش
۳	۲-۳ واکنشگرها
۳	۳-۳ وسایل
۴	۴-۳ آماده سازی نمونه ها
۴	۵-۳ روش آزمون
۷	۶-۳ گزارش نتایج
۷	۷-۳ گزارش آزمون
۷	۴ روش ب : جذب سطحی با پلی فنیلن اکسید اصلاح شده
۷	۱-۴ اصول
۷	۲-۴ واکنشگرها
۹	۳-۴ وسایل
۱۰	۴-۴ آماده سازی نمونه
۱۲	۵-۴ روش آزمون
۱۳	۶-۴ بیان نتایج
۱۴	۷-۴ گزارش آزمون
	پیوست الف (اطلاعاتی) نمونه قطعه آلومینیومی

پیش گفتار

استاندارد " پلاستیک ها - مواد و کالاهای در تماس با مواد غذایی - قسمت ۱۳ : روش های آزمون برای مهاجرت کلی دردهماهای بالا " که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده است و در یکصد و دوازدهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد بسته بندی مورخ ۹۱/۱۲/۲ مورد تصویب قرار گرفته است ، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران ، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می شود .

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت های ملی و جهانی در زمینه صنایع ، علوم و خدمات ، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود ، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت . بنابراین ، باید همواره از آخرین تجدید نظر استانداردهای ملی استفاده کرد .

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

BS EN 1186-13:2002, Materials and articles in contact with foodstuffs- Plastics– Part 13:Test methods for overall migration at high temperatures.

مقدمه

انجام آزمون مهاجرت با روغن زیتون دردهای بالا با مشکلات تحلیلی مواجه است . تجربه نشان داده ، به دلیل وجود تفاوت در تجهیزات ، که باعث ایجاد نتایج متفاوت در زمان رسیدن به دمای تماس می شوند ، نمی توان جواب های قابل تعمیم (از دیدگاه فنی و آزمایشگاهی) بدست آورد . یک روش برای تعیین مهاجرت کلی با استفاده از غوطه وری کامل با یک قطعه فلزی دارای ظرفیت حرارتی ثابت ارائه شده است . مشکل تحلیلی دیگر استفاده از روغن زیتون ، شامل اکسیداسیون روغن در دمای بالا و خطری است که در اثر کارکردن با روغن داغ متوجه کارکنان می شود .

جایگزینی روغن زیتون با یک ماده جاذب مناسب می تواند این مشکلات را کاهش یا از بین ببرد و از دیدگاه عملی نیز مزیت هایی به همراه دارد .

پلاستیک ها - مواد و کالاهای در تماس با مواد غذایی - قسمت ۱۳: روش های آزمون برای مهاجرت کلی در دماهای بالا

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین روش های آزمون برای مهاجرت کل از مواد و کالاهای پلاستیکی به مشابه غذایی چرب به روش غوطه وری کامل آزمون در دماهای چرب در دماهای از 100°C تا مساوی و یا کمتر از 175°C در دوره های آزمون منتخب می باشد. همچنین دستورالعملی با یک محیط آزمون جایگزین نیز وجود دارد، در این دستورالعمل جایگزین، جرم ذراتی که به پلی فنیلن اکسید (MPPO) اصلاح شده جذب شده اند به عنوان معیاری برای تخمین مهاجرت کلی به داخل روغن زیتون در نظر گرفته می شود.

یادآوری ۱ - روش غوطه وری کامل برای استفاده در روغن زیتون و مشابه غذایی چرب بیان شده اما با اصلاحات مناسب می توان آن را برای سایر مشابه های غذایی چرب، مانند مخلوط مصنوعی از تری گلیسیرید، روغن آفتابگردان و روغن ذرت نیز بکار برد. کروماتوگرام های حاصل از مشابه غذایی چرب، متفاوت از پیک های حاصله از متیل استرهای روغن زیتون می باشد. پیک های مناسب متیل استر حاصل از سایر مشابه غذایی چرب برای استخراج مقدار کمی از آزمون باید انتخاب شوند.

یادآوری ۲ - انجام یک آزمون مقایسه ای مهاجرت برای ظروف پلی پروپیلن و پلی اتیلن ترفتالات به ترتیب در دماهای بالا در شرایط ۲ ساعت در 100°C و ۲ ساعت در 175°C در تماس با تری گلیسیرید مصنوعی ^{14}C و MPPO نتایج آزمون مقایسه ای در دامنه این روش ارائه می دهد.

یادآوری ۳ - برای رسیدن به نتایج تکرارپذیر و قابل تعمیم از روش MPPO لازم است که دمای آزمون قبل از شروع دوره مهاجرت اندازه گیری شود. برای اندازه گیری دما باید روش مناسبی در نظر گرفته شود. این استاندارد برای کالاهای در تماس با مواد غذایی که به صورت صفحه یا فیلم می باشند کاربرد دارد، اما می تواند برای گستره وسیعی از ظروف و کالاهای نیز بکاربرده شود.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می شود. در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه ها و تجدید نظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه های بعدی آن ها مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ : سال ۱۳۹۱ ، پلاستیک ها- مواد وکالاهای در تماس با مواد غذایی- قسمت ۱: راهنمای انتخاب شرایط وروش های آزمون برای مهاجرت کلی
2-2 BS EN 1186-2:2002, Materials and articles in contact with foodstuffs- Plastics-
Part 2: Test methods for overall migration into olive oil by total immersion

۳ روش الف : غوطه وری کامل در روغن زیتون

۱-۳ اصول روش

میزان مهاجرت کلی برای یک نمونه از پلاستیک توسط میزان کاهش وزن به ازاء واحد سطحی که قرار است با مواد غذایی در تماس باشد تعیین می شود . شرایط آزمون براساس شرایط کاربرد (مطابق بندهای ۴ و ۵ و ۶ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷) انتخاب می شود .

آزمونه ها با جرم معلوم (m_a) به مدت معین در دمای 100°C تا 175°C در روغن زیتون غوطه ور می شوند . سپس آزمونه ها از روغن زیتون خارج شده ، و بعد از زدودن روغن به وسیله فشردن آزمونه بین کاغذ صافی ، آزمونه ها مجدداً توزین می شوند (m_b) . آزمونه ها اغلب روغن زیتون جذب شده رادر خود نگه می دارند که این روغن پس از تبدیل شدن به متیل استرها، استخراج شده و توسط کروماتوگرافی گازی به صورت کمی اندازه گیری می شود . فرآیند متیلاسیون توسط واکنش بین یک کمپلکس بورون فلوراید / متانول با اسیدهای چرب حاصل از هیدرولیز روغن با هیدروکسید پتاسیم انجام میشود .

استاندارد داخلی (مطابق استاندارد^۱ BS EN 1186-2:2002)، "تری هپتادکانوئین"^۲، از قبل برای استخراج روغن زیتون جذب شده ، به آزمونه افزوده می شود. این کار تضمین می کند که کلیه ترکیبات فعال یا قابل استخراج از پلاستیک که با استاندارد داخلی واکنش داده ، به همان خوبی نیز باروغن زیتون استخراج شده ، واکنش دهد .

استاندارد داخلی همچنین در واکنش های هیدرولیز و متیلاسیون ، هرگونه عدم کارایی در فرآیندهای بیان شده راجبران می کند . باروش فوق جرم روغن زیتون جذب شده بوسیله آزمونه ها محاسبه می شود (m_c) . مهاجرت به روغن زیتون با استفاده از فرمول زیر محاسبه می شود :

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

^۱ این استاندارد در دست تدوین می باشد .

^۲ تری هپتادکانوئین (گلیسرید تری مارگارت) ، آماده شده به شکل یک محلول محتوی ۲ میلی گرم در لیتر سیکلو هگزان

که در آن:

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

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

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

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

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

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

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

این روش شامل تغییراتی برای برخی از پلاستیک‌های خاص است.

یادآوری - پیش از آغاز آزمون مهاجرت، نمونه آزمون باید از نظر وجود عواملی که در تعیین مقدار روغن زیتون استخراج شده تداخل ایجاد می‌کنند (مطابق بند ۹-۳ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷) مورد سنجش قرار گیرد. اگر مقدار تداخل غیرقابل قبولی وجود داشته باشد، باید به تناسب از مشابه غذایی چرب دیگری مطابق پیوست "الف" و بند ۷ استاندارد ملی ایران شماره

۱- ۱۳۷۳۷، استفاده کرد. اگر تداخل موجود به نحوی باشد که با استاندارد داخلی تری هپتادی‌کانیون ایجاد تداخل کند، باید مطابق پیوست "الف" و بند ۷-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷، از جایگزین دیگری برای استاندارد داخلی استفاده شود .

۳-۲ مواد/ واکنشگرها

واکنشگرها مطابق بند ۴ استاندارد 2002: BS EN 1186-2 می باشد .

۳-۳ وسایل

وسایل مطابق بند ۵ استاندارد 2002: BS EN 1186-2 می باشد . علاوه بر موارد بیان شده ؛ قطعه آلومینیومی برای نگه داری حداکثر ده لوله شیشه ای (مطابق بند ۵-۱۱ استاندارد 2002: BS EN 1186-2)، در طی زمان قرار گرفتن در داخل گرمخانه یا انکوباتور لازم می باشد .

یادآوری - نمایی از یک قطعه مناسب در پیوست الف نمایش داده شده است .

سوراخ های قطعه باید به گونه ای باشند که لوله ها نزدیک به لبه دیواره ای قطعه چسبیده باشند . عمق سوراخ های قطعه باید به اندازه ای باشند که وقتی آزمونه مورد نظر در داخل روغن و لوله ها قرار گیرند ، سطح روغن کمترین مساوی ارتفاع قطعه باشد .

۳-۴ آماده سازی آزمون ها

آماده سازی آزمون ها باید مطابق استاندارد BS EN1186-2:2002 انجام شود. علاوه برآن یک آزمون اضافی هم نیاز است ، این آزمون باید در داخل لوله که دمای آن تحت کنترل است ، قرار گیرد.

۳-۵ روش آزمون

۳-۵-۱ کلیات

مطابق بند ۷-۱ استاندارد BS EN1186-2:2002 می باشد .

۳-۵-۲ توزین اولیه آزمون ها

مطابق بند ۷-۲ استاندارد BS EN1186-2:2002 انجام شود .

۳-۵-۳ تماس با مشابه غذایی

یک ترموکوپل را داخل قطعه فلزی قرار دهید . قطعه فلزی و ترموکوپل را داخل گرمخانه (اون) یا انکوباتور که با ترموستات کنترل می شود و در دمای آزمون تنظیم شده است ، برای مدت زمان ۲۴ ساعت قرار دهید . دمای قطعه فلزی را کنترل کنید . با در نظر گرفتن حدود اداری مشخص شده در پیوست ب استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ ، مطمئن شوید که دمای قطعه فلزی به دمای آزمون می رسد .

یادآوری ۱ - اگر دمای گرمخانه با دمای آزمون یکسان است ، ولیکن دمای قطعه فلزی باحد رواداری های مشخص شده در پیوست ب استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مطابقت ندارد ، دقت ترموکوپل و سیستم کنترلی گرمخانه باید بررسی شود . در صورت نیاز ، با کاهش یا افزایش دمای گرمخانه تا رسیدن دمای قطعه فلزی به دمای آزمون ، باید دمای مناسب را برای گرمخانه تنظیم کنید .

شش عدد از لوله های شیشه ای را بردارید و آنها را برای شناسایی ، علامت گذاری کنید. (5 ± 100) میلی لیتر از روغن زیتون را بوسیله استوانه مدرج درون هر لوله بریزید و در آن را با درپوش ببندید.

یادآوری ۲ - در صورتی که از روش بیان شده در پیوست D استاندارد BS EN 1186-2:2002 استفاده شود ، لازم است کلیه روغن زیتون های مورد استفاده در آزمون مهاجرت خشک شوند .

راه دیگر پر کردن آن است که لوله ها را برای حجم ۱۰۰ میلی لیتر علامت بزنید و آنها را با روغن زیتون تا محل علامت پر کنید. در یکی از لوله ها دماسنج یا ترموکوپل بگذارید و در لوله را با درپوش ببندید . اگر از روش کار شرح داده شده در پیوست D استاندارد BS EN 1186-2:2002 استفاده می کنید، دو لوله اضافی با حداقل ۵۰ میلی لیتر روغن زیتون به عنوان شاهد برای مشابه غذایی مورد نیاز است. شش یا هشت لوله و دو لوله خالی را (مطابق بند ۵-۱۲ استاندارد BS EN 1186-2:2002) درون آن یا انکوباتور تنظیم شده در دمای آزمون که با ترموستات کنترل می شود، قرار دهید. بگذارید دمای روغن زیتون به دمای آزمون برسد. از دماسنج یا ترموکوپل برای پایش دما استفاده کنید.

یادآوری ۳ - بابر داشتن متوالی لوله ها از داخل قطعه و چرخاندن ملایم آن و یا با هم زدن روغن در داخل لوله ها با یک میله شیشه ای یا فلزی (بدون برداشتن لوله از قطعه) می توان سریع تر به دمای تعادلی مورد نظر رسید .
داخل ۴ عدد از لوله های حاوی روغن زیتون آزمون های وزن شده (مطابق بند ۳-۴ این استاندارد) را قرار دهید، از غوطه وری کامل آزمون ها داخل روغن زیتون اطمینان حاصل نمایید ، در غیر این صورت ساچمه یا میله شیشه ای (مطابق بند ۵-۲۲ استاندارد BS EN 1186-2:2002) اضافه کنید تا سطح روغن زیتون تا غوطه وری کامل آزمون ها در آن بالا بیاید .

هشدار ۱- هنگام کار کردن با قطعه فلزی داغ برای برداشتن یا قراردادن در گرمخانه یا انکوباتور به منظور جلوگیری از سوختن پوست ، دقت لازم را به عمل آورید .

برای جلوگیری از بیرون ریختن یا پخش شدن روغن زیتون داغ به هنگام قراردادن آزمون ها ، دقت کنید . بهترین دستکش های محافظ حرارتی و محافظ صورت پوشیده شود.

یادآوری ۴ - از روغن زیتون در لوله پنجم، به عنوان نمونه استاندارد مرجع در تهیه نمودار کالیبراسیون استفاده می شود. اگر روش کار مطابق پیوست D استاندارد BS EN 1186-2:2002 به کار برده می شود ، از آن به عنوان نمونه شاهد سوم برای تیتراژ کردن کارل فیشر استفاده کنید. روغن زیتون لوله ششم برای کنترل دمای روغن استفاده می شود. اگر از ساچمه ها و میله های شیشه ای برای افزایش سطح روغن به منظور دستیابی به غوطه وری کامل استفاده می شود، باید ساچمه ها و میله های شیشه ای مشابه به لوله ششم نیز افزوده شود.

یک آزمون را در لوله ششم که در آن دما پایش می شود ، قرار دهید .

یادآوری ۵ - در صورتی که آزمون به لوله با کنترل دمایی افزوده نشود ، دمایی که پایش می شود ، می تواند نسبت به دمای لوله ها ی حاوی آزمون بالا باشد . برای تعیین میزان مهاجرت از فیلم های نازک که ظرفیت حرارتی پائینی دارند، لازم نیست آزمون ها را در لوله ششم قرار دهید. برای مواد ضخیم تر که ظرفیت حرارتی بالایی دارند ، باید یک آزمون اضافی در نظر گرفته شود .
دو آزمون باقیمانده را در لوله های خالی قرار داده و در آن را ببندید .

یادآوری ۶ - این دو آزمون برای کنترل احتمال کاهش جرم ناشی از تبخیر مواد فرار ، مانند حلال ها در طول دوره آزمون بکار می روند .

قطعه فلزی حاوی ۸ یا ۱۰ لوله رادر گرمخانه با دمای کنترل شده و تنظیم شده در دمای آزمون قرار دهید . به منظور جلوگیری از اتلاف گرمایی پیش بینی نشده ، این مرحله از آزمون باید در حداقل زمان انجام شود .

یادآوری ۷ - از آنجاکه مدت زمان مورد نیاز برای انجام آزمون مهاجرت بین ۰/۵ تا ۴ ساعت است ، کوتاه بودن دوره زمانی بین قراردادن آزمون در روغن زیتون و رسیدن دمای روغن به دمای آزمون از اهمیت ویژه ای برخوردار است . با قراردادن آزمون ها درون لوله ها بدون برداشتن لوله از قطعه و بدون خارج کردن قطعه از گرمخانه یا انکوباتور ، می توان این زمان را به کمترین مقدار خود رساند.

ممکن است لازم باشد لوله ها را از قطعه بالا آورده و کنترل نمود تا سطح روغن از آزمون ها بالاتر باشند ، لوله ها باید تا جایی که ممکن است کمتر بالا آورده شده و سریعاً بررسی و در جای خود قرار داده شود . در مورد لوله ششم که تحت پایش دما می باشد ، مانند سایر لوله ها عمل شود .

دمای گرمخانه یا انکوباتور در دوره های زمانی منتخب با توجه به حدود رواداری بیان شده در پیوست ب استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ می باشد. دمای روغن زیتون در لوله ششم را تحت نظر داشته باشید و لوله را بعد از آنکه دمای روغن زیتون در لوله ششم (با در نظر گرفتن حدود رواداری مشخص شده)، به دمای آزمون رسید، برای مدت زمان در نظر گرفته شده برای آزمون، رها کنید.

برای دماهای بین 100°C و 150°C ، دوره زمانی بین غوطه وری آزمون و رسیدن به دمای آزمون، باید ۱۰ دقیقه یا کمتر باشد. برای دماهای بین 151°C و 175°C ، دوره زمانی، ۱۵ دقیقه یا کمتر خواهد بود. با استفاده از روغن سیلیکون، برای افزایش هدایت حرارتی بین قطعه و لوله، این زمان ها قابل دستیابی است.

یادآوری ۸- پیوست ب استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷، حدود رواداری را برای دوره گستره وسیعی از زمان تماس و دمای تماس شامل می شود. کلیه زمان و دماها الزاماً مربوط به این بخش از استاندارد نمی باشد.

قطعه حاوی لوله ها را از گرمخانه یا انکوباتور بردارید و سریعاً آزمون ها را از لوله ها خارج کنید. آزمون ها ای که در لوله ششم است (که دما در آن پایش می شود)، صرف نظر کنید. در مورد سایر آزمون ها که در روغن زیتون بوده اند، بگذارید تا روغن خارج شود.

هشدار ۲- برای جلوگیری از سوختگی های پوستی در زمان جابجایی قطعه و خارج کردن آزمون ها از روغن زیتون در پایان دوره زمانی تماس، دقت لازم را اعمال کنید. از پوشش حفاظتی مطابق هشدار "۱" استفاده کنید.

با فشار ملایم آزمون ها بین صافی های کاغذی، هر گونه روغن زیتون جذب شده به سطح را حذف کنید (مطابق بند ۵-۱۳ استاندارد BS EN 1186-2:2002). تازمانی که دیگر اثری از روغن بر روی صافی ایجاد نشود، این عمل را تکرار کنید. برای آزمون هایی که روی پایه قرار دارند، ابتدا هریک از آزمون ها را از روی پایه برداشته، سپس این عمل را تکرار کنید. پایه های روغن را با حلال استخراج شسته و قطعه های آزمون را جایگزین آن کنید.

۳-۵-۴ توزین نهایی آزمون

باید مطابق بند ۷-۴ استاندارد BS EN 1186-2:2002 انجام شود.

۳-۵-۵ استخراج روغن زیتون جذب شده

باید مطابق بند ۷-۵ استاندارد BS EN 1186-2:2002 انجام شود.

۳-۵-۶ تعیین میزان روغن زیتون استخراج شده

باید مطابق بند ۷-۶ استاندارد BS EN 1186-2:2002 انجام شود.

۳-۶ گزارش نتایج

۳-۶-۱ روش محاسبه

نتایج باید مطابق بند ۸-۱ استاندارد BS EN 1186-2:2002 گزارش شود.

۳-۶-۲ دقت

از نتایج آزمون همبستگی ، مقدار تکرارپذیری و تجدید پذیری تعیین می شود.

۳-۷ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید مطابق بند ۹ استاندارد BS EN 1186-2:2002 تنظیم شود .

۴ روش ب : جذب سطحی با پلی فنیلن اکسید اصلاح شده

۴-۱ اساس روش

در این روش سطح ذرات مورد آزمون توسط پلی فنیلن اکسید اصلاح شده پوشیده شده و در شرایط دما و زمان منتخب که حداکثر دمای در نظر گرفته شده برای آن 175°C است ، نگهداری می شود .

فرآیند گرمادهی در یک اجاق معمولی قابل انجام است ، حتی اگر نمونه برای استفاده در اون ماکروبی طراحی شده باشد ، پس از در معرض قرار دادن ، فرآیند استخراج ماده جذب شده توسط دی اتیل اتر انجام می شود . نهایتاً ماده استخراج شده توسط جریانی از نیتروژن تا حد خشکی تبخیر می شود و ماده باقیمانده توسط گراویمتری تعیین می شود .

پلی فنیلن اکسید اصلاح شده ، یک پلیمر متخلخل با وزن مولکولی بالا (۵۰۰۰۰۰-۱۰۰۰۰۰۰) ، پایداری در دمای بالا ($T = 350^{\circ}\text{C}$) ، سطح جانبی بالا و جرم ویژه پایین (23 g/cm^3) است .

۴-۲ مواد/واکنشگر ها

کلیه واکنشگرها باید دارای کیفیت خلوص آزمایشگاهی معتبر باشند ، مگر اینکه به طریقی دیگر مشخص شده باشند .

۴-۲-۱ دی اتیل اتر

با خلوص $99/8\%$ و پایداری شده با اتانول $1/5\%$ تا $2/5\%$

۴-۲-۲ پلی فنیلن اکسید اصلاح شده (MPPO) با مش ۶۰ تا ۸۰

کروماتوگرام های گازی بدست آمده از مواد استخراج شده از MPPO جدید تجارتي ، بیانگر وجود میزان زیادی از ناخالصی های غیر قابل قبول است . بنابراین قبل از استفاده برای اولین بار در این آزمون ، لازم است MPPO توسط دی اتیل اتر با روش سوکسله خالص سازی شود .

فرآیند استخراج بدین ترتیب انجام می شود :

MPPO را در یک کارتریج سوکسله قرارداده و برای مدت زمان ۶ ساعت با دی اتیل اتر استخراج کنید . MPPO را در یک ظرف پتری با قطر مناسب پخش کرده و ظرف را زیر هود قرار دهید . با هم زدن متوالی بایک میله شیشه ای اجازه دهید تا اتر تبخیر شود ، سپس ظرف را برای مدت ۶ ساعت درون اون با دمای 160°C قرار دهید ،

پس از حرارت دادن MPPO، در صورتی که فوراً به آن نیاز ندارید، MPPO را داخل فلاسک مخروطی نگه داری کنید.

یادآوری ۱ - حرارت دادن MPPO های اشباع شده با دی اتیل اتر قابلیت انفجاری دارد، لذا باید قبل از خشک کردن در °C ۱۶۰ از تبخیر کامل دی اتیل اتر مطمئن شد.

یادآوری ۲ - MPPO ای که به این روش خالص شده، قابل استفاده مکرر می باشد.

یادآوری ۳ - MPPO یک ماده پودری و سبک است و توسط هوا پخش می شود. به هنگام خشک کردن MPPO یا زمان استفاده از یک اون با جریان هوا، اون باید روی درجه کم تنظیم شده باشد و در ظروف برای جلوگیری از پخش شدن MPPO پوشانیده شود.

۳-۲-۴ نیتروژن

با خلوص ۹۹/۹۹۹٪

۳-۴ وسایل

۳-۳-۴ ۱- وسایل برش: تیغ، قیچی، چاقوتیز و یاسایر وسایل مناسب

۳-۳-۴ ۲- خط کش مدرج با دقت ۰.۱ mm

۳-۳-۴ ۳- ترازوی آزمایشگاهی با دقت ۰.۱ mg

۳-۳-۴ ۴- اون یا انکوباتور با کنترل ترمواستاتیکی با قابلیت تنظیم دما با حدرواداری مشخص شده در پیوست ب استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷.

یادآوری - در صورتی که از اون دارای سیستم تهویه استفاده شود، باید درجه تهویه روی کم قرار گیرد.

۳-۳-۴ ۵- ظروف پتری

ظرف شیشه ای با قطر داخلی ۱۴۰ mm و مقاوم به حرارت

۳-۳-۴ ۶- حلقه ها

شیشه ای با قطر داخلی ۱۲۵ mm و قطر خارجی تقریبی ۱۳۰ mm

۳-۳-۴ ۷- ظروف ارلن مایر

ظروفی دردار با گنجایش ۳۰۰ ml

۳-۳-۴ ۸- قیف های شیشه ای

۳-۳-۴ ۹- کاغذ صافی

تاشده با قطر ۱۲۵ mm

۳-۳-۴ ۱۰- ظروف شیشه ای

ظروف شیشه ای با ظرفیت ۱۰ ml تا ۱۰۰ ml

۴-۳-۱۱ قطره چکان

۴-۳-۱۲ پارچه بدون پرز

۴-۴-۱۳ صفحات ، شیشه برای پوشاندن ظروف یا سینی

۴-۳-۱۴ شیشه دردار

شیشه دردار برای شستن MPPO

یادآوری - اندازه ظرف به میزان MPPO استفاده شده بستگی دارد (به جدول ۱ مراجعه شود).

۴-۳-۱۵ وسیله برای پخش کردن حلال باگازنیتروژن

۴-۴ آماده سازی نمونه

۴-۴-۱ کلیات

لازم است آزمونه ها تمیز و عاری از هرگونه آلودگی سطحی باشند (بسیاری از پلاستیک ها به دلیل وجود بارهای الکترواستاتیکی ، گردوغبار را به خود جذب می کنند). قبل از آماده سازی آزمونه ها ، با استفاده از یک پارچه بدون پرز یا یک برس نرم هرگونه آلودگی را از سطح نمونه بردارید.

تحت هیچ گونه شرایطی نباید نمونه را با آب یا حلال دیگری بشوئید. (در صورتی که در دستورالعمل کاربرد بیان شده باشد که کالای مورد نظر شسته یا تمیز شود ، قبل از مصرف باید به بند ۸-۱ استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۷۳۷-۱ مراجعه شود) .

دست زدن (لمس کردن) نمونه ها را تا حد امکان به حداقل برسانید .

۴-۴-۲ تعداد آزمونه ها

سه آزمونه برای انجام هرآزمون لازم است .

۴-۴-۳ فیلم و ورق

نمونه را روی یک صفحه برش قرار دهید. حلقه شیشه ای را برداشته و روی سطح نمونه قرار دهید. با استفاده از وسایل برش وبا بریدن دور حلقه ، نمونه را برش دهید .

یادآوری - بادر نظر گرفتن قطر داخلی حلقه شیشه ای ، سطح تماس مفید ایجاد شده با این روش 22 dm^2 / ۱ خواهد بود .

۴-۴-۴ ظروف وسایر کالاهای

در صورتی که بتوان این نمونه ها را با قطعات شیشه ای محصور کرد ، نیازی به بریدن کالاهای نیست. در این مورد سطح صاف زیرین کالا را برای تعیین میزان جذب شونده مورد نیاز تعیین کنید.

۴-۴-۵ آماده سازی MPPO

برای پوشش کافی سطح تماس مواد غذایی ، به ۴ گرم MPPO به ازاء هردسی متر مربع از سطح آزمون نیاز است .

۴-۵ روش آزمون

۴-۵-۱ تماس با MPPO

برای موادی به شکل فیلم و ورق های انعطاف پذیر و نازک ، ۳ ظرف پتری برداشته ، داخل هر ظرف یک آزمون آماده شده (باسطح تماس مفید 22 dm^2) قرار دهید. آزمون را توسط حلقه شیشه ای در محل خود ثابت کنید. ۴/۸ گرم از MPPO را به طور یکنواخت روی سطح هر آزمون داخل حلقه شیشه ای بریزید، سپس در ظرف پتری را ببندید.

درمورد ظروف سخت و انعطاف ناپذیر و سایر کالاها که باید بطور کامل مورد آزمون قرار گیرند ، میزان MPPO مورد نیاز با توجه به سطح صاف در تماس با مواد غذایی محاسبه می شود ، که می توان این قسمت صاف را با مقدار مورد نیاز از MPPO پوشانید. میزان MPPO مورد نیاز را براساس سطح تماس مواد غذایی در قسمت کف صاف که با MPPO پوشانده می شود و ۴ گرم MPPO به ازاء هر دسی مترمربع از سطح محاسبه کنید . مقدار مناسب از MPPO را با دقت ± 0.1 گرم توزین کرده و آن را روی سطح کف صاف آزمون قرار دهید . هریک از سه کالا را با صفحه شیشه ای بیوشانید .

یادآوری ۱- زمانی که نمونه آزمون (که طبق روش بیان شده آماده شده است) درون اون قرار گیرد ، زمان مورد نیاز برای رسیدن به دمای مورد نظر می تواند نسبت به زمان در نظر گرفته شده برای در معرض قرار گرفتن وحد رواداری در نظر گرفته شده برای زمان و دمای تماس ، زیاد باشد. لذا برای رسیدن به نتایج تکرارپذیر و قابل تعمیم لازم است روشی برای کنترل دما و زمان تماس آزمون با MPPO در نظر گرفته شود .

یادآوری ۲ - در مورد کالاهایی با شکل نامنظم و بدون سطوح صاف ، لازم است روش دیگری برای در معرض قراردادن سطح تماس مواد غذایی با MPPO در نظر گرفته شود . راه حل های ممکن می تواند برش قسمت های مناسبی از کالا ، پوشاندن یا مخلوط کردن آن با MPPO با در نظر گرفتن نسبت جرم تماس MPPO به سطح تماس با ماده غذایی باشد. در صورت نیاز لازم است برای اطمینان از تماس کامل آزمون با MPPO ، مقادیر بیشتری MPPO مصرف شود.

برای تعیین شاهد ، یک ظرف پتری خالی برداشته و وزن مشابهی از MPPO نسبت به آنچه در سایر ظروف روی آزمون ها گذاشته شده ، قرار دهید و ظرف را بیوشانید . دمای آن را روی دمای آزمون تنظیم کرده و دما را پایش کنید . زمانی که دمای اون به دمای آزمون رسید ، نمونه شاهد را درون اون قرار دهید .

زمانی که دمای آن به حد رواداری مجاز برای دمای آزمون (مطابق پیوست "ب" استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۷۳۷-۱) رسید ، دمای اون را پایش کنید و برای مدت زمان در نظر گرفته شده برای آزمون ، آزمون را به حال خود رها کنید . بدون برداشتن پوشش های شیشه ای ، نمونه ها را از اون خارج کرده و اجازه دهید تا در دمای اتاق خنک شوند .

یادآوری ۳ - خنک شدن نمونه ها دردمای اتاق تقریباً نیم ساعت زمان لازم دارد.

۴-۵-۲ تعیین مهاجرت مواد

بوسیله یک قیف، MPPO را به ظرف شیشه ای ارلن مایر منتقل کنید .
در صورت نیاز ، برای انتقال کامل MPPO از برس استفاده کنید . میزان دی اتیل اتر لازم و مورد نیاز برای استخراج MPPO مطابق با جدول " ۱ " می باشد .

یادآوری - در طی استخراج MPPO ، حلال در هر مرحله از شستشو، از MPPO استخراج می شود .
مقادیر قابل توجه حلال بر روی MPPO با استفاده از ظرف شیشه ای با ظرفیت حجمی ۱۰۰ میلی لیتر پس از هر مرحله شستشو باقی می ماند . در صورت نیاز باید از ظرف شیشه ای دیگری با ظرفیت ۱۰۰ میلی لیتر استفاده کرد .

بوسیله قیف ، دی اتیل اتر را درون ظرف شیشه ای ارلن مایر ریخته و برای مدت زمان یک دقیقه به صورت دستی تکان دهید ، سپس به مدت یک دقیقه ظرف ارلن مایر و محتویات آن را ساکن نگه دارید .
صافی تاشده را درون قیف قرارداده و قیف را روی ظرف شیشه ای ۱۰۰ میلی لیتری قرار دهید . بوسیله صافی ، دی اتیل اتر را از MPPO جداسازی کنید .

با توجه به مقادیر حجمی دی اتیل اتر مصرفی در جدول " ۱ " ، این روش استخراج را دوبار تکرار کنید .
صافی را با ۱۰ میلی لیتر دی اتیل اتر شستشو دهید ، در ابتدا با استفاده از تبخیر کننده چرخشی و سپس از جریان ملایم نیتروژن ، محلول های دی اتیل اتر ترکیبی را تا ۵ میلی لیتر تغلیظ کنید .

جدول ۱ - میزان دی اتیل اتر مورد نیاز برای استخراج MPPO

جرم MPPO جذب شده (gr)	حجم دی اتیل اتر برای استخراج اول (ml)	حجم دی اتیل اتر برای استخراج دوم (ml)	حجم دی اتیل اتر برای استخراج سوم (ml)
۱	۲۰	۳۰	۳۰
۲	۳۰	۳۰	۳۰
۳	۳۵	۳۰	۳۰
۴	۴۵	۳۰	۳۰
۵	۵۰	۳۰	۳۰
۶	۵۵	۳۰	۳۰
۷	۶۰	۳۰	۳۰
۸	۷۰	۳۰	۳۰
۹	۸۰	۴۰	۴۰
۱۰	۹۰	۴۰	۴۰
۱۵	۱۲۰	۵۰	۵۰
۲۰	۱۶۰	۶۰	۶۰

برای هر آزمون و شاهد یک ظرف شیشه ای ۱۰ میلی لیتری را با دقت ۰/۱ میلی گرم توزین کنید . هر یک از مواد استخراجی تغلیظ شده را بوسیله پی پت به ظروف ۱۰ میلی لیتری آماده شده منتقل کنید و با یک مرحله شستشو با استفاده از ۵ میلی لیتر دی اتیل اتر با استفاده از جریان نیتروژن به محلول های تغلیظ شده اضافه کنید .

برای رسیدن به وزن ثابت با این روش ، عمل خشک کردن توسط تبخیر را ادامه دهید که تقریباً ۳۰ دقیقه زمان لازم دارد . آب جمع آوری شده در دیواره خارجی ظرف شیشه ای را پاک کنید . تحت یک جریان نیتروژن ، جرم باقیمانده در ظرف شیشه ای را هر ۵ دقیقه پایش کنید . وزن ثابت ، بعد از دومین توزین زمانی بدست می آید که تفاوت توزین کمترین مساوی ۰/۵ میلی گرم باشد .

با تفریق جرم اولیه از مجموع جرم ظرف و باقیمانده (که به وزن ثابت رسیده است)، جرم باقیمانده حاصل می شود.

۴-۶ بیان نتایج

۴-۶-۱ روش محاسبه

میزان ماده جذب شده به MPPO توسط میلی گرم ماده هدررفته به ازاء هر دسی متر مربع از سطح آزمون (با در نظر گرفتن سطح پوشیده شده با MPPO به عنوان سطح نمونه) بیان می شود .

میزان جذب شده برای هر آزمون با استفاده از فرمول زیر محاسبه می شود :

$$M = \frac{m_a - m_b}{S}$$

که در آن :

M جرم مواد مهاجرت یافته و جذب شده به MPPO از آزمون ، برحسب میلی گرم به ازاء دسی متر مربع .
 m_a جرم باقیمانده از MPPO که در تماس با آزمون بوده ، برحسب میلی گرم .
 m_b جرم باقیمانده از MPPO که در تماس با آزمون نبوده ، برحسب میلی گرم .
 S سطح مقطعی از آزمون که در تماس با MPPO بوده ، برحسب دسی متر مربع .
 نتایج را برای هر آزمون با تقریب 1 mg/ dm^2 و برای میانگین نتایج آزمون ها با تقریب 1 mg/ dm^2 گزارش کنید.

برای راهنمایی بیشتر برای تعیین دقت نتایج به بند ۱۱ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۷۳۷ مراجعه شود.

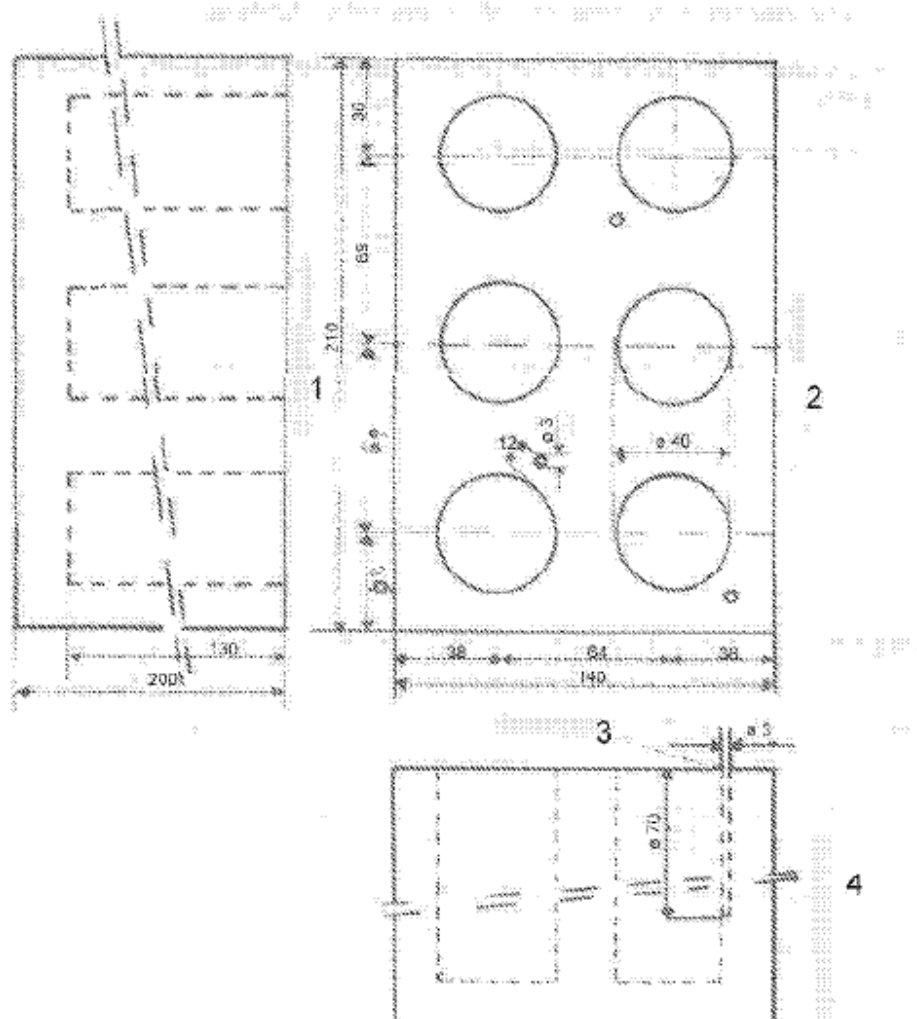
۴-۶-۲ دقت

از نتایج آزمون همبستگی ، مقدار تکرارپذیری و تجدید پذیری تعیین می شود.
 براساس روش های شرح داده شده وبا استناد به نتایج تعداد زیادی از آزمون ها ، نتایج با حداکثر تکرارپذیری $r = 1 \text{ mg/dm}^2$ می باشد .

۴-۷ گزارش آزمون

- گزارش آزمون باید دارای آگاهی های زیر باشد :
- ۴-۷-۱ روش آزمون استفاده شده مشخص باشد .
- ۴-۷-۲ تمامی اطلاعات لازم برای تشخیص کامل نمونه ، شامل نوع شیمیایی ، علامت تجاری ، درجه ، سری ساخت ، ضخامت بیان شود .
- ۴-۷-۳ شرایط دما وزمان در معرض قرار گرفتن با MPPO باشد .
- ۴-۷-۴ در صورت خارج شدن از روش تعیین شده ، دلایل آن بیان شود .
- ۴-۷-۵ نتایج تک تک آزمون ها و میانگین آنها که براساس میلی گرم باقیمانده به ازاء دسی متر مربع از نمونه باید گزارش شوند .
- ۴-۷-۶ توضیحات ونکات مرتبط با نتایج آزمون ها بیان شوند .
- ۴-۷-۷ تاریخ انجام آزمون بیان شود .
- ۴-۷-۸ نام ونام خانوادگی وامضاء آزمونگر بیان شود .

پیوست الف
(اطلاعاتی)
نمایی از قطعه آلومینیومی



شکل ۱ - نمایی از قطعه آلومینیومی

راهنما :

- ۱ مقطع عرضی از سمت بزرگتر
- ۲ نمای بالایی
- ۳ ترموکوپل
- ۴ مقطع عرضی از سمت کوچکتر