



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۹۶۲۸

تجدید نظر اول

۱۳۹۹

INSO

9628

1st Revision

2020

Modification of
ASTM F2013:
2016

بسته بندی - تعیین استالدهید باقی مانده در
بطری ها و ظروف پلی اتیلن ترفتالات با
استفاده از دستگاه نمونه برداری فضای
فوقانی به صورت استاتیکی اتوماتیک و
کروماتوگرافی گازی با ستون موئین مجهز به
آشکارساز یونیزاسیون شعله - روش آزمون

**Packaging-Determination of residual
acetaldehyde in polyethylene terephthalate
bottles & containers using an automated
static head-space sampling device and a
capillary GC with a flame ionization
detector-Test method**

ICS: 55.100

استاندارد ملی ایران شماره ۹۶۲۸ (تجدید نظر اول): سال ۱۳۹۹

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹ تهران - ایران

تلفن: ۸۸۸۷۹۴۶۱-۵

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۳۱۵۸۵-۱۶۳ کرج - ایران

تلفن: ۳۲۸۰۶۰۳۱-۸ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.gov.ir

وبگاه: <http://www.isiri.gov.ir>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No. 2592 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@isiri.gov.ir

Website: <http://www.isiri.gov.ir>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد 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.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود 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، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود 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 می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، 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 for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

« بسته‌بندی - تعیین استالدهید باقی مانده در بطری‌ها و ظروف پلی‌اتیلن ترفتالات با استفاده از دستگاه نمونه‌برداری فضای فوقانی به صورت استاتیکی اتوماتیک و کروماتوگرافی گازی با ستون مؤین مجهز به آشکارساز یونیزاسیون شعله - روش آزمون »

رئیس:

سمت و/یا محل اشتغال:
آزمایشگاه پاک بنیان البرز

علمی‌زاده، زهرا
(کارشناسی مهندسی شیمی، صنایع پلیمر)

دبیر:

پژوهشگاه استاندارد

جهانگیری، معصومه
(کارشناسی ارشد شیمی کاربردی-پلیمر)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

شرکت خوشفرم توس

صادقی اردکانی، حمیدرضا
(کارشناسی شیمی محض)

پژوهشگاه استاندارد

عبدی، منیژه
(کارشناسی ارشد علوم و مهندسی صنایع غذایی)

پژوهشگاه استاندارد

عدل نسب، لاله
(دکترای شیمی تجزیه)

آزمایشگاه پاک بنیان البرز

فرجی، رزگار
(کارشناسی ارشد علوم و مهندسی صنایع غذایی)

شرکت ماندانا شیمی

فتحی، ماندانا
(کارشناسی مهندسی شیمی - صنایع پلیمر)

شرکت ماندانا شیمی

محمدی، محبوبه
(کارشناسی علوم تغذیه)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

موحدی، فرناز
(دکترای شیمی آلی)

سمت و/یا محل اشتغال:

پژوهشگاه استاندارد

ویراستار:

پاشای‌آهی، لیلا
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

پژوهشگاه استاندارد

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ز	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ اصول روش
۲	۵ اهمیت و کاربرد
۳	۶ منابع خطا
۳	۷ تجهیزات
۴	۸ مواد
۴	۹ کالیبراسیون و استانداردسازی
۵	۱۰ آماده‌سازی نمونه
۶	۱۱ روش آزمون
۷	۱۲ محاسبه
۷	۱۳ گزارش
۷	۱۴ دقت و خطا

پیش گفتار

استاندارد «بسته‌بندی- تعیین استالدهید باقی‌مانده در بطری‌ها و ظروف پلی‌اتیلن ترفتالات با استفاده از دستگاه نمونه‌برداری فضای فوقانی به صورت استاتیکی اتوماتیک و کروماتوگرافی گازی با ستون موئین مجهز به آشکارساز یونیزاسیون شعله-روش آزمون» که نخستین بار در سال ۱۳۸۶ تدوین و منتشر شد، بر اساس پیشنهادهای دریافتی و بررسی و تأیید کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی/منطقه‌ای به عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی ایران شماره ۵ برای اولین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در دویست و سی پنجمین اجلاس کمیته ملی استاندارد بسته‌بندی مورخ ۱۳۹۹/۰۴/۰۷ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود. استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد. این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۹۶۲۸ سال ۱۳۸۶ می‌شود. این استاندارد ملی بر مبنای پذیرش استاندارد زیر به روش «تغییر یافته» تهیه و تدوین شده و شامل ترجمه تخصصی کامل متن آن به زبان فارسی همراه با اعمال تغییرات با توجه به مقتضیات کشور است:

ASTM F2013 - 10(2016) Standard Test Method for Determination of Residual Acetaldehyde in Polyethylene Terephthalate Bottle Polymer Using an Automated Static Head-Space Sampling Device and a Capillary GC with a Flame Ionization Detector

بسته‌بندی - تعیین استالدهید باقی‌مانده در بطری‌ها و ظروف پلی‌اتیلن ترفتالات با استفاده از دستگاه نمونه‌برداری فضای فوقانی به صورت استاتیکی اتوماتیک و کروماتوگرافی گازی با ستون موئین مجهز به آشکارساز یونیزاسیون شعله-روش آزمون

هشدار - در این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی درج نشده است. در صورت مواجه با چنین مواردی، مسئولیت برقراری شرایط بهداشتی و ایمنی مناسب و اجرای آن و همچنین در نظر گرفتن محدودیت‌های قانونی برعهده کاربر این استاندارد است.

۱ هدف و دامنه کاربرد^۱

هدف از تدوین این استاندارد، ارائه روش اندازه‌گیری استالدهید^۲ باقی‌مانده بر حسب قسمت در میلیون (ppm)^۳ موجود در هموپلیمرها و کوپلیمرهای پلی‌اتیلن ترفتالات (PET)^۴ مورد مصرف در ساخت بطری‌های نوشیدنی و سایر ظروف بسته‌بندی، با استفاده از دستگاه کروماتوگرافی گازی می‌باشد. این استاندارد هم برای نمونه به صورت گرانول آمورف^۵ (بی شکل) و هم برای تکه‌هایی به حالت جامد^۶ و نمونه‌های پریفرم کاربرد دارد، برخلاف استاندارد ASTM D4509-96 که باطل شده و فقط جهت بطری کاربرد داشت و در آن برای انجام آزمون استالدهید، لازم بود بطری به مدت ۲۴ ساعت در دمای ۲۳ درجه سلسیوس بماند و سپس از فضای فوقانی بطری، غلظت استالدهید به روش مشابه، توسط دستگاه کروماتوگرافی اندازه‌گیری شود.

در این استاندارد مقادیر در سیستم بین‌المللی یکاها (SI) بیان شده است. سایر واحدهای اندازه‌گیری در این استاندارد مورد استفاده قرار نمی‌گیرد.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند.

۱- توضیحات تکمیلی در خصوص دامنه کاربرد این استاندارد در بند اهمیت و کاربرد (به بند ۵ مراجعه شود) ارائه شده است.

2- Acetaldehyde

3- PPM

4- Polyethylene Terephthalate

5- Amorphous

6- Solid-stated

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است. استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

2-1 ASTM E691-19 Standard Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method

۳ واژگان

اصطلاحات به کار رفته در این روش آزمون به طور معمول در عملکرد عادی آزمایشگاهی استفاده می‌شود و نیازی به اظهار نظر خاصی نیست.

۴ اصول روش

نمونه گرانول شده با اندازه مشخص (کمتر از ۱۰۰۰ میکرون) در داخل ویال با فضای فوقانی^۱ ۲۰ میلی‌لیتری توزین شده و ویال آب‌بندی می‌شود، سپس به مدت ۶۰ دقیقه در دمای ۱۵۰ درجه سلسیوس حرارت داده می‌شود. پس از گرم کردن، گاز متصاعد شده در بالای نمونه پلی‌اتیلن ترفتالات داخل ویال آب‌بندی شده به ستون کروماتوگرافی گازی موئین تزریق می‌شود. استالدهید جداسازی شده و مقدار آن برحسب قسمت در میلیون محاسبه می‌شود.

۵ اهمیت و کاربرد

۵-۱ از این روش آزمون به عنوان یک ابزار کنترل کیفیت برای عملیات قالب‌گیری یا سنتز استفاده ویژه می‌شود. استالدهید یک محصول فرار ناپایدار حاصل از تخریب است که در حین فرآیند ذوب پلی‌اتیلن ترفتالات به دست می‌آید. بنابراین در دیواره‌های جانبی محصول قالب‌گیری شده حبس شده و به تدریج به درون محتویات داخل ظرف دفع می‌شود. استالدهید در برخی از مواد خوراکی و نوشیدنی ایجاد طعم نامطلوب می‌نماید، بنابراین اندازه‌گیری غلظت آن در کالاهای از جنس پلی‌اتیلن ترفتالات که در تماس با مواد غذایی مورد استفاده هستند، مهم است.

۵-۲ شرایط دفع در دمای ۱۵۰ درجه سلسیوس و ۶۰ دقیقه به گونه‌ای است که هیچ استالدهید قابل اندازه‌گیری در طی فرآیند دفع به وسیله نمونه تولید نمی‌شود.

1- Headspace vial

۶ منابع خطا

- ۶-۱ اگر نسبت جرم نمونه (بر حسب میلی گرم) به حجم ویال دارای فضای فوقانی (بر حسب میلی لیتر) بیشتر از ۱۰ باشد، خطا وجود دارد.
- ۶-۲ استالدهید بسیار فرار است و در هنگام کار باید احتیاط کرد تا از اتلاف نمونه در حین کالیبراسیون جلوگیری شود. نگهداری ویال‌های نمونه در یخچال (4 ± 2) درجه سلسیوس الزامی است تا خطای ناشی از فراریت به حداقل برسد.
- ۶-۳ نقص در آببندی محکم و کامل ویال با فضای فوقانی باعث از دست رفتن استالدهید طی مراحل ذخیره‌سازی و دفع می‌شود، که این امر منجر به ایجاد مقداری استالدهید کاذب می‌شود.
- ۶-۴ عدم آسیاب کردن نمونه به اندازه مناسب، منجر به ایجاد مقداری استالدهید باقی مانده کاذب در اثر افزایش طول مسیر دفع می‌شود.
- ۶-۵ نمونه‌های جمع‌آوری شده برای اندازه‌گیری استالدهید باقی مانده باید تا زمان آزمون در فریزر در دمای کمتر از (-10) درجه سلسیوس نگهداری شود. عدم رعایت این نکته منجر به ایجاد نتایجی کمتر از مقادیر مورد انتظار می‌شود.
- ۶-۶ آسیاب کردن بیش از حد نمونه‌ها، منجر به از بین رفتن استالدهید باقی مانده می‌شود. آسیاب کردن بیش از حد منجر به ذوب شدن پلیمر و تولید استالدهید می‌شود. نمونه‌هایی که به خوبی در نیتروژن مایع خنک شده‌اند باید در مدت زمان ۳۰ ثانیه یا کمتر آسیاب شوند.

۷ تجهیزات

- ۷-۱ دستگاه کروماتوگرافی گازی با آشکارساز یونیزاسیون شعله‌ای^۱
- ۷-۲ انتگرال‌گیر^۲ یا یک کامپیوتر دارای نرم افزار پردازش داده‌ها
- ۷-۳ نمونه بردار فضای فوقانی (نمونه بردار فضای فوقانی استاتیکی)
- ۷-۴ ستون موئین، ۳۰ متری با قطر داخلی ۰/۵۳ میلی متر (ستون موئین متخلخل دی وینیل بنزن یا مشابه آن)
- ۷-۵ ویال‌های ۲۰ میلی متری، فضای فوقانی با سپتای^۳ دو میلی متری و درپوش آلومینیومی ۲۰ میلی متری و کریمپر^۴ برای درپوش‌های ۲۰ میلی متری
- ۷-۶ کریمپر^۵ (انبر قفلی)، ۲۰ میلی متری
- ۷-۷ دیکریمپر، ۲۰ میلی متری

1- Flame ionization detector (FID)

2- Integrator

3- Septa

4-Crimper

5-Decrimper

- ۷-۸ آسیاب وایلی^۱، مجهز به توری ۸۰۰-۱۰۰۰ میکرومتر یا مشابه آن
- ۷-۹ سرنگ کالیبره (عایق گازی)، با گواهی کالیبراسیون
- ۷-۱۰ جارو برقی کوچک، با شلنگ متصل برای تمیزکاری
- ۷-۱۱ ترازو با دقت ± 0.0001 گرم
- ۷-۱۲ چکش
- ۷-۱۳ هوا برای FID
- ۷-۱۴ هلیم با خلوص ۹۹.۹۹۹۵٪ به عنوان گاز حامل
- ۷-۱۵ هیدروژن با خلوص ۹۹.۹۹۹۵٪ برای آشکارساز یونیزاسیون شعله ای یا قابل استفاده به عنوان گاز حامل
- ۷-۱۶ قاشقک
- ۷-۱۷ ظرف مخصوص ازت
- ۷-۱۸ شیشه دهن گشاد یا پاکت کاغذی از نوع محکم
- ۷-۱۹ کاغذ یا دستمال کاغذی خشک
- ۷-۲۰ سرنگ دیجیتالی، مجهز به یک سرنگ شیشه‌ای ۱۰ میکرولیتری

۸ مواد

- ۸-۱ استالدهید، ۵۰۰ ppm استالدهید در آب (یا ۱۰۰۰ ppm خریداری شده با استاندارد مشخص)
- ۸-۲ نیتروژن مایع، (نوع کارخانه‌ای S-3، R-3)

۹ کالیبراسیون و استانداردسازی

یادآوری ۱- روش زیر باید هر ۳ ماه یک بار انجام و ثبت شود.

- ۹-۱ آمپول استاندارد حاوی استالدهید مورد تایید را به وسیله شکستن درب آن باز کرده (آمپول باید در یخچال نگهداری شود)، یا استالدهید استاندارد را توسط روش تکمیلی ارائه شده در پیوست الف تهیه کنید.
- ۹-۲ با استفاده از سرنگ و قراردادن سر آن در مایع استاندارد و چند بار حرکت سریع پیستون به طرف بالا و پایین، حباب‌ها را از بین برده و سرنگ را پر کنید. سپس پیستون تا ۲/۰۰۰ میکرولیتر به عقب کشیده شود تا به نشان ۲/۲۰۰ میکرولیتر و در نهایت ۲/۲۵۰ میکرولیتر برسد.
- ۹-۳ سوزن سرنگ را با دستمال پاک کنید.
- ۹-۴ پیستون را فشار دهید تا عدد ۲/۰۰۰ میکرولیتر به صورت دیجیتالی خوانده شود.
- ۹-۵ مایع اضافی روی سر سرنگ با قسمت خارجی ویال با فضای فوقانی گرفته شود.

- ۹-۶ سرنگ درون ویال طوری قرار گیرد که سر آن فقط با ته ویال در تماس باشد.
- ۹-۷ مایع استاندارد را به سرعت درون ویال تزریق کرده و سر سرنگ در تمام نواحی داخلی ویال به گونه‌ای چرخانده شود که تمام دیواره‌های ویال به مایع آغشته شود.
- ۹-۸ سرنگ را برداشته و بلافاصله درپوش ویال را بگذارید.
- ۹-۹ وزن استالدهید را بر مبنای مقدار تایید شده استاندارد و حجم تزریق ۲/۰۰۰ میکرولیتر محاسبه کنید.
- یادآوری ۲- استالدهید بسیار فرار است. آمپول‌های استالدهید باید در یخچال نگهداری شوند و استانداردها باید بلافاصله پس از باز کردن آمپول با شکستن درب آن آماده شوند.
- ۹-۱۰ استاندارد کاری به وسیله روش شرح داده شده در بند ۱۰، آنالیز شود.
- ۹-۱۱ فاکتور پاسخ استالدهید برای استاندارد با استفاده از معادله زیر محاسبه می‌شود:

سطح زیر پیک استالدهید / وزن استالدهید بر حسب میکروگرم = فاکتور پاسخ استالدهید

یادآوری ۳- زیربندهای ۹-۱ تا ۹-۱۱ به دلیل خطای مرتبط با استاندارد باید ۵ مرتبه با استفاده از ۵ آمپول استاندارد متفاوت انجام شوند.

- ۹-۱۲ میانگین پنج فاکتور پاسخ را به دست آورده و این مقدار را برای آنالیز نمونه استفاده کنید.
- ۹-۱۳ فاکتور پاسخ محاسبه شده را به صورت دستی در فهرست کالیبراسیون انتگرال گیر یا سیستم داده‌ها وارد کنید.
- یادآوری ۴- در حین آنالیز نمونه‌ها، بازرسی دوره‌ای عملکرد دستگاه، با قراردادن چند نمونه مایع استاندارد در مابین مجموعه نمونه‌ها، توصیه می‌شود. اگر این مقادیر خارج از محدوده قابل پذیرش معین قرار گرفت، همان‌طور که با گواهی آنالیز مشخص شده است، کالیبراسیون مجدد (زیربندهای ۹-۱ تا ۹-۱۲) باید انجام شود.

۱۰ آماده‌سازی آزمونه

۱۰-۱ پاریسون‌ها^۱ یا پریفرم‌ها یا پرک‌ها^۲ را می‌توان با روش سرمازایی^۳ کاملاً آسیاب کرد، یا با چکش (با استفاده از نیتروژن مایع) نمونه را به قطعات کوچک آسیاب نموده و سپس به کمک آسیاب غلتکی مجهز به توری با مش ۲۰ یا کمتر از ۱۰۰۰ میکرومتر آسیاب کرد. نمونه‌های آسیاب شده باید قبل از نمونه‌برداری برای استالدهید کاملاً یکنواخت باشند. در صورتی که روی آسیاب غلتکی بزرگ توری در اندازه مناسب موجود نباشد، پیشنهاد می‌شود نمونه روی یک غلتک بزرگ به قطعات ۳ تا ۶ میلی‌متری آسیاب شده و کاملاً یکنواخت گردد. سپس بخشی از نمونه به یک غلتک کوچکتر مجهز به توری با مش ۲۰ یا کمتر از ۱۰۰۰ میکرومتر منتقل شده و قبل از آنالیز دوباره با روش سرمازایی آسیاب شود. نمونه نهایی مجدداً باید یکنواخت گردد.

1 - Parisons

2 - Plaques

3 - Cryogenically

۱۰-۲ دانه‌ها^۱ را می‌توان با روش سرمازایی در یک آسیاب غلتکی کوچک با استفاده از نیتروژن مایع، آسیاب کرد. نمونه نهایی باید قبل از نمونه‌برداری برای آنالیز کاملاً یکنواخت گردد.

یادآوری- نمونه‌ها (به‌صورت پریفرم، پلاک یا دانه) باید به‌مدت چند دقیقه در نیتروژن مایع سرد شوند تا زمانی که جوشیدن نیتروژن مایع متوقف شود، سپس بلافاصله داخل آسیاب ریخته شوند. نمونه باید ظرف چند ثانیه آسیاب شود. دستگاه آسیاب نباید بیش از ۲۰ تا ۳۰ ثانیه کار کند زیرا در چنین مواردی ممکن است گرمایش نامطلوب نمونه رخ دهد.

۱۱ روش آزمون

یادآوری- برای راهنمایی انجام مراحل در این روش، به دستورالعمل کلی عملکرد کروماتوگراف گازی، نمونه‌گیر فضای فوقانی و مجموعه انتگرال‌گیر مراجعه کنید.

۱۱-۱ کروماتوگراف گازی با شرایط مشخص‌شده در پیوست ب تنظیم شود. نمونه‌گیر فضای فوقانی با شرایط پیوست پ تنظیم شود. مجموعه انتگرال‌گیر با شرایط پیوست ت تطبیق یابد.

۱۱-۲ آنالیز نمونه

۱۱-۲-۱ ۲ تا ۳ دانه پلیمری (یا پریفرم آسیاب شده) را در یک فلاسک دوجداره کوچک قرار دهید.
۱۱-۲-۲ پلیمر را با ۲۰ تا ۴۰ میلی‌لیتر نیتروژن مایع بپوشانید.
۱۱-۲-۳ پلیمر را تقریباً ۳ دقیقه تحت نیتروژن مایع سرد کنید (یا تا زمانی که بیشترین مقدار نیتروژن مایع تبخیر شود).

۱۱-۲-۴ آسیاب وایلی، مجهز به توری با اندازه ۸۰۰ تا ۱۰۰۰ میکرومتر را روشن کنید.
۱۱-۲-۵ نیتروژن مایع باقی‌مانده را مطابق با نمونه پلیمر سرد شده به آرامی از فلاسک دو جداره به داخل آسیاب وایلی بریزید (ممکن است ضربه زدن به نمونه مورد نیاز باشد).

۱۱-۲-۶ پلیمر آسیاب شده را در یک ظرف شیشه دهن گشاد یا پاکت کاغذی از نوع محکم جمع‌آوری نمایید.
۱۱-۲-۷ آسیاب وایلی را خاموش کرده و با یک جاروبرقی تمیز کنید.
۱۱-۲-۸ اجازه دهید تا نمونه پلیمری آسیاب شده به دمای اتاق برسد (تقریباً ۱۰ دقیقه).

۱۱-۲-۹ حدود $(\pm 0.200) / 0.200$ گرم، در داخل ویال با فضای فوقانی ۲۰ میلی‌لیتری وزن کرده (ارقام را تا 0.0001 گرم ثبت نمایید).

۱۱-۲-۱۰ یک سپتوم (در سمت پایین و به طرف داخل ویال از جنس فلئوروکربن - TFE^۲) بر روی ویال قرار دهید. درپوش آلومینیومی را روی قسمت بالای سپتوم قرار دهید و با کریمپر تا حدی محکم کنید که درپوش نتواند بچرخد. قسمت مرکزی درپوش آلومینیومی (در صورت وجود) را بردارید.
۱۱-۲-۱۱ ویال را در موقعیت مناسب داخل نمونه‌بردار فضای فوقانی قرار دهید.

1 - Pellets

2 - TFE-fluorocarbon

۱۱-۲-۱۲ نمونه بردار فضای فوقانی و شرایط برنامه مورد استفاده GC را که در پیوست ب و پیوست پ ذکر شده است، مطابق با دستورالعمل عملیاتی سازنده دستگاه تنظیم کنید.

۱۱-۲-۱۳ نمونه بردار فضای فوقانی نمونه را به مدت ۶۰ دقیقه در دمای ۱۵۰ درجه سلسیوس گرم می کند و سپس به طور خودکار گاز فضای فوقانی را تزریق کرده و کروماتوگراف گازی و نرم افزار انتگرال گیر یا جمع آوری داده را شروع می کند.

۱۱-۲-۱۴ گزارش نهایی زمانی که کار GC به اتمام رسید روی انتگرال گیر یا سیستم داده ها ظاهر می شود.

۱۱-۲-۱۵ سطح زیر پیک برای استالدهید را از نرم افزار انتگرال گیر یا نرم افزار جمع آوری داده تعیین نمایید.

۱۱-۲-۱۶ برای تعیین جرم استالدهید در نمونه، مساحت استالدهید در ضریب پاسخ ضرب می شود.

۱۱-۲-۱۷ برای تعیین غلظت استالدهید بر حسب ppm در نمونه پلیمری، جرم استالدهید بر حسب میکروگرم (گزارش شده در زیربند ۱۱-۲-۱۶) بر وزن نمونه داخل ویال تقسیم می شود (گزارش شده در زیربند ۱۱-۲-۹ بر حسب گرم پلیمر).

۱۲ محاسبه

۱۲-۱ فاکتور پاسخ استالدهید مطابق با آنچه که در زیربندهای ۱۱-۹ و ۱۲-۹ شرح داده شد، محاسبه می شود. مقدار استالدهید بر حسب ppm را می توان به صورت دستی از طریق ضرب کردن فاکتور پاسخ در مساحت پیک استالدهید و سپس تقسیم این عدد بر وزن نمونه موجود در ویال (بر حسب گرم) محاسبه نمود.

۱۳ گزارش

۱۳-۱ مقدار استالدهید را بر حسب ppm یا میکروگرم بر گرم تا دو رقم اعشار گزارش دهید.

۱۴ دقت و خطا

۱۴-۱ موارد زیر از فعالیت صورت گرفته توسط «انجمن بین المللی متخصصین فناوری نوشیدنی ها»^۱ مرتبط با استاندارد سازی روش تعیین باقی مانده استالدهید در پلی اتیلن ترفتالات، بدست آمده است.

۱۴-۲ تعداد آزمایشگاه ها، مواد و محاسبات موجود در این مطالعه حداقل شرایط لازم جهت محاسبه دقت مطابق با استاندارد ASTM E691 را برآورده می کند. گزارش کاملی از این تحقیق در اداره مرکزی ASTM موجود است.

۱۴-۳ این کار تحقیقاتی راندراین^۱ با داشتن یک قالب پریفرم آزمایشگاهی پلی اتیلن ترفتالات روی یک دستگاه قالب گیری تزریقی ۴۸ حفره ای و انتخاب هر ۶ حفره به عنوان یک مجموعه نمونه انجام شده است. با وجودی که این پریفرم ها همه از یک نمونه پلی اتیلن ترفتالات (از نظر مواد) به دست آمده اند، هر حفره دارای مقدار استالدهید منحصر به فردی است، بنابراین با آن ها به صورت ۶ ماده مختلف برخورد می شود. همچنین دو نوع متفاوت دقت و خطا محاسبه می شود، یکی بر اساس اینکه هر آزمایشگاه از محلول کالیبراسیون استاندارد خود استفاده نماید و دیگری بر مبنای استفاده هر آزمایشگاه از یک استاندارد کالیبراسیون رایج می باشد.

مطالعه استاندارد E691			حداقل
آزمایشگاه ها	۶	۶	۶
مواد	۶	۶	۴
اندازه گیری ها	۳	۳	۲

۱۴-۴ دقت و خطا مربوط به هر آزمایشگاه که از کالیبراسیون خود استفاده نموده است- دقت که با قابلیت تکرارپذیری (r و Sr) و تجدیدپذیری (SR و R) شناخته می شود، برای مواد زیر تعیین شده است:

مواد	میانگین	Sr	SR	r	R
ماده A	۵/۲۱	۰/۱۸۱۲	۰/۶۴۰۳	۰/۵۰۷۴	۱/۷۹۲۸
ماده B	۶/۲۵	۰/۴۰۶۰	۰/۷۴۶۴	۱/۱۳۶۸	۲/۰۸۹۹
ماده C	۶/۳۷	۰/۲۸۸۰	۰/۶۷۱۳	۰/۸۰۶۶	۱/۸۷۹۶
ماده D	۷/۲۱	۰/۳۲۸۵	۰/۷۷۴۳	۰/۹۱۹۸	۲/۱۶۸۰
ماده E	۷/۰۱	۰/۴۲۱۷	۰/۸۳۵۰	۱/۱۸۰۸	۲/۳۳۸۰
ماده F	۵/۸۸	۰/۳۹۳۰	۰/۷۱۶۸	۱/۱۰۰۳	۲/۰۰۷۱

۱۴-۴-۱ از آنجایی که در این تحقیق از یک نوع خاص ماده پلی اتیلن ترفتالات استفاده شده است، که به علت تفاوت حفره ها دارای مقادیر متفاوت استالدهید می باشد، لذا داشتن مجموعه ای از مقادیر دقت نسبت به داشتن یک مقدار برای هر حفره منطقی تر است. این کار را می توان با مجذور هر Sr و SR و سپس میانگین گیری از هر Sr^2 و SR^2 و در نهایت گرفتن ریشه دوم آن ها انجام داد.

R	r	SR	Sr
۲/۰۵۳۸	۰/۹۷۰۵	۰/۷۳۳۵	۰/۳۴۶۶

۱۴-۴-۱-۱ انحراف معیار (Sr)، ریشه دوم میانگین واریانس درون آزمایشگاهی است.

۱۴-۴-۱-۲ انحراف معیار (SR)، ریشه دوم مجموع واریانس درون آزمایشگاهی و واریانس بین آزمایشگاهی وسایل آزمایشگاه می‌باشد.

۱۴-۴-۱-۳ تکرارپذیری (r)، بازه‌هایی است که بزرگترین اختلاف مورد انتظار بین دو نتیجه آزمایش را برای یک ماده، که توسط یک اپراتور با استفاده از یک دستگاه در یک روز و در یک آزمایشگاه به‌دست آمده است، نشان می‌دهد. تفاوت بزرگتر از r نشان دهنده اختلاف بیش از حد انتظار است.

۱۴-۴-۱-۴ تجدیدپذیری (R)، بازه‌هایی است که بزرگترین اختلاف مورد انتظار بین دو نتیجه آزمایش برای یک ماده، که توسط اپراتورهای مختلف با استفاده از دستگاه‌های مختلف و در آزمایشگاه‌های متفاوت نه لزوماً در یک روز به‌دست آمده است را نشان می‌دهد. تفاوت بزرگتر از R نشان دهنده اختلاف بیش از حد انتظار است.

۱۴-۵ دقت و خطا زمانی که هر آزمایشگاه از یک استاندارد کالیبراسیون رایج استفاده می‌کند- دقت که با قابلیت تکرارپذیری (Sr و r) و تجدیدپذیری (SR و R) شناخته می‌شود، برای مواد به صورت زیر مشخص می‌شود:

مواد	میانگین	Sr	SR	r	R
ماده A	۵/۴۲	۰/۱۸۴۹	۰/۴۱۲۸	۰/۵۱۷۸	۱/۱۵۹۶
ماده B	۶/۴۷	۰/۴۱۲۳	۰/۶۴۳۸	۱/۱۵۴۵	۱/۸۰۲۶
ماده C	۶/۵۹	۰/۲۷۰۳	۰/۵۰۲۰	۰/۷۵۶۷	۱/۴۰۵۷
ماده D	۷/۴۵	۰/۳۱۱۳	۰/۶۳۳۳	۰/۸۷۱۶	۱/۷۷۳۲
ماده E	۷/۲۶	۰/۴۰۱۴	۰/۵۷۴۷	۱/۱۲۴۰	۱/۶۰۹۰
ماده F	۶/۱۰	۰/۳۸۵۴	۰/۵۰۸۵	۱/۰۷۹۲	۱/۴۲۳۷

۱۴-۵-۱ از آنجایی که در این تحقیق از یک نوع خاص ماده پلی‌اتیلن‌ترفتالات استفاده شده است، که به علت تفاوت حفره‌ها دارای مقادیر متفاوت استالدهید می‌باشد، لذا داشتن مجموعه‌ای از مقادیر دقت نسبت به داشتن یک مقدار برای هر حفره منطقی‌تر است. این کار را می‌توان با مجذور هر Sr و SR و سپس میانگین‌گیری از هر Sr^2 و SR^2 و در نهایت گرفتن ریشه دوم آن‌ها انجام داد.

R	r	SR	Sr
۱/۵۴۵۰	۰/۹۴۵۳	۰/۵۵۱۸	۰/۳۳۷۶

۱۴-۶ خطا- هیچ استاندارد پلیمری شناخته شده‌ای وجود ندارد که بتوان با آن خطای این روش آزمون را تخمین زد. آزمون یک مایع استاندارد شناخته شده در تمام آزمایشگاه‌هایی که از کالیبراسیون رایج استفاده

می‌کنند، هیچ خطای آزمایشگاهی بین آزمایشگاه‌ها یا بین میانگین تمام آزمایشگاه‌ها و مقدار شناخته شده نشان نداد.

پیوست الف

(آگاهی دهنده)

شرایط کروماتوگرافی گازی سری HEWLETT-PACKARD 6890

جدول الف-۱ شرایط کروماتوگرافی گازی سری HEWLETT-PACKARD 6890

TABLE X1.1 Hewlett-Packard 6890 Series GC Conditions

Temp 1 Isothermal	90°C
Time 1	8.00 min
Injector Temperature	250°C
Detector Temperature	250°C
Head Pressure	10 psi
Column-Flow	12.2 mL/min Helium
Velocity	85 cm/s
Split Ratio	2.0
Detector Air Flow	300 mL/min
Detector Hydrogen Flow	30 mL/min
Detector Makeup Flow	20 mL/min helium

پیوست ب

(آگاهی دهنده)

شرایط نمونه بردار فضای فوقانی Hewlett-Packard 7694

جدول ب-۱ شرایط نمونه بردار فضای فوقانی Hewlett-Packard 7694

**TABLE X2.1 Hewlett-Packard 7694 Head-Space Sampler
Conditions**

Oven Temp	150°C
Loop Temp	160°C
Transfer Line Temp	170°C
Carrier Pressure	11.5 psi
Vial Pressure	10.5 psi
Vial Eq. Time	60 min
Pressurize Time	0.2 min
Loop Fill Time	0.2 min
Loop Eq. Time	0.1 min
Inject Time	0.2 min
GC Cycle Time	9 min

پیوست پ

(آگاهی دهنده)

فایل روش انتگرال گیر سری HEWLETT-PACKARD 6890

* LIST: METH @

RUN PARAMETERS

ZERO = 0
ATT 2^ = 0
CHT SP = 0.5
AR REJ = 200
THRSH = -2
PK WD = 0.04

TIMETABLE EVENTS

EMPTY

CALIBRATION

ESTD

REF % RTW: 5.000 NON-REF % RTW: 5.000

LEVEL: 1 RECALIBRATIONS: 3

CAL#	RT	LV	AMT	AMT/AREA
1R	2.545	1	1.5030E+00	1.4933E-04

CAL# NAME

1 ACETALDEHYDE

INTEGRATION PLOT TYPE FILTERED

Presentation plot NO

RUN DATA STORAGE

Store signal data YES

Device M

Bunched or raw data RAW

Store processed peaks NO

CALIBRATION OPTIONS

RF of uncalibrated peaks 0.0000E+00

Calibration fit P

Disable post-run RT update .. NO

SAMPLE AMT 1.0000E+00

MUL FACTOR 1.0000E-02

REPORT OPTIONS

Suppress local report NO

HEIGHT% report NO

Report uncalibrated peaks ... YES

Extended report YES

PRINT & POST-RUN LIST OPTIONS

Large font YES

Store post-run report NO

External post-run report NO

List run parametersNO

List timetable NO

List calibration table NO

List remote method NO

Form-feed before report NO

Form-feed after report NO

Skip perforations in report . NO

Skip perforations in plot ... NO

RANGE: C1,BUFFER 5!, 5!

INJECTOR 1 (not installed)

INJECTOR 2 (not installed)

TRAY (not installed)

```

HP 6890 Series Gas Chromatograph 14 Feb 96 10:30
OVEN                                OVEN TEMPERATURE PROGRAM
Temp ..... 90 deg C      # Rate Final temp Final time
Initial time ..... 8.00 min  - -----  ---  -----
Maximum temp ..... 450 deg C      1  0.00 (off)
Equib time ..... 2.00 min
CRYO (not installed)
FRONT INLET (Split/Splitless)      BACK INLET (Split/Splitless)
Mode ..... Split      Mode ..... Split
Temp ..... 250 deg C      Temp ..... 250 deg C
Pressure ..... 10.0 psi      Pressure ..... 10.0 psi
Split ratio ..... 50.0      Split ratio ..... 2.0
Split flow ..... 87.7 mL/min      Split flow ..... 25 mL/min
Gas saver ..... Off      Gas saver ..... Off
Gas type ..... He      Gas type ..... He
COLUMN 1                          COLUMN 2
Length ..... 30.0 m      Length ..... 30.0 m
Diameter ..... 320 u      Diameter ..... 530 u
Film thickness ..... 0.00 u      Film thickness ..... 5.00 u
Inlet ..... Front      Inlet ..... Back
Detector ..... Front      Detector ..... Back
Vacuum correct ..... Off      Vacuum correct ..... Off
Pressure correct ..... Off      Pressure correct ..... Off
Pressure ..... 10.0 psi      Pressure ..... 10.0 psi
Flow ..... 1.8 mL/min      Flow ..... 12.2 mL/min
Velocity ..... 32 cm/sec      Velocity ..... 85 cm/sec
Mode ..... Constant pressure      Mode ..... Constant pressure
FRONT DET (Flame Ionization)      BACK DET (Flame Ionization)
Temp ..... 250 deg C      Temp ..... 250 deg C
H2 flow ..... Off      H2 flow ..... 30.0 mL/min
Air flow ..... Off      Air flow ..... 300 mL/min
Mode ..... Constant makeup      Mode ..... Constant makeup
Makeup flow ..... Off      Makeup flow ..... 20 mL/min
Makeup gas ..... He      Makeup gas ..... He
Flame ..... Off      Flame ..... On
Lit offset ..... 2.0 pA      Lit offset ..... 2.0 pA
Electrometer ..... On      Electrometer ..... On
SIGNAL 1                          SIGNAL 2
Type: ..... Back      Type: ..... Back
Zero ..... 0.0      Zero ..... 0.0
Range ..... 0      Range ..... 0
Attn ..... 0      Attn ..... 0
COLUMN COMP 1 (no data)      COLUMN COMP 2 (no data)

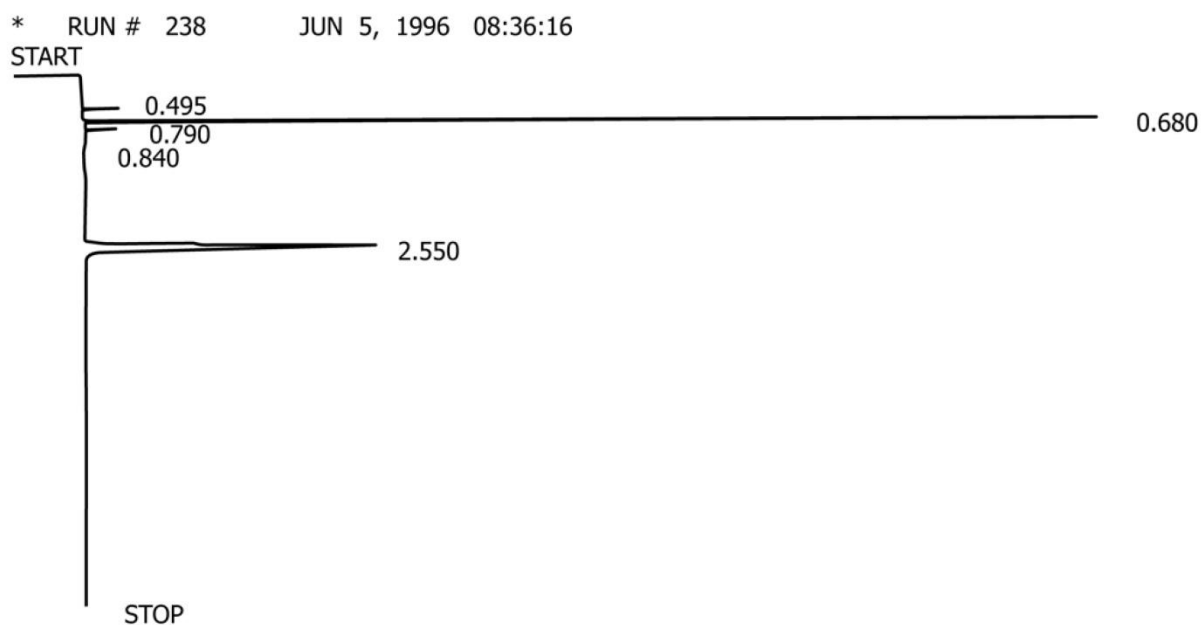
```

AUX 1	VALVES
Temp Not installed	Valve 1 Not installed
# Rate Final temp Final time	Valve 2 Not installed
- -----	Valve 3 Not installed
AUX 2	Valve 4 Not installed
Temp Not installed	Valve 5 Not installed
# Rate Final temp Final time	Valve 6 Not installed
- -----	Valve 7 Not installed
AUX 3	Valve 8 Not installed
Pressure Off	
Initial time 0.00 min	
AUX 3 PRESSURE PROGRAM	
# Rate Final pres Final time	
- -----	
1 0.00 (off)	
AUX 4	
Pressure Off	
Initial time 0.00 min	
AUX 4 PRESSURE PROGRAM	
# Rate Final pres Final time	
- -----	
1 0.00 (off)	
AUX 5	
Pressure Off	
Initial time 0.00 min	
AUX 5 PRESSURE PROGRAM	
# Rate Final pres Final time	
- -----	
1 0.00 (off)	
RUN TABLE	
No entries	

پیوست ت

(آگاهی دهنده)

کروماتوگرافی از یک نمونه



Closing signal file M:SIGNAL :RAW

RUN# 238 JUN 5, 1996 08:36:16

METHOD NAME: M*M18AAF.MET

SIGNAL FILE: M:SIGNAL.RAW

ESTD%-AREA

RT	TYPE	AREA	WIDTH	CAL#	AMOUNT	NAME
.680	PB	27112	.009		.000	
2.550	PB	9753	.070	1R	1.456	ACETALDEHYDE

TOTAL AREA = 36865

MUL FACTOR = 1.0000E - 02

SAMPLE AMT = 1.0000E + 00

پیوست ث

(آگاهی دهنده)

آماده سازی استانداردهای کالبراسیون استالدهید

ث-۱ مقدمه

استانداردهای کالبراسیون استالدهید برای کالیبره کردن کروماتوگراف گازی به منظور تعیین استالدهید موجود در پرفرم‌های پلی‌اتیلن ترفتالات، که در صنعت غذا و نوشیدنی استفاده می‌شوند، بکار می‌رود.

ث-۲ مواد

مواد لازم برای استانداردهای کالبراسیون استالدهید به شرح زیر است:

ث-۲-۱ آب مقطر

ث-۲-۲ بالن حجم سنجی ۱ لیتری از نوع A

ث-۲-۳ سیلون^۱ CT (5% dimethyldichlorosilane in toluene)

ث-۲-۴ استالدهید

ث-۲-۵ سرنگ (۱ میلی لیتری)

ث-۲-۶ درپوش‌های کهربایی رنگ (۴ میلی لیتری)

ث-۲-۷ درپوش‌های دارای سوراخ و سپتوم از جنس فلوروکربن - TFE

ث-۲-۸ سینی شیشه‌ای

ث-۲-۹ ترازو (با دقت ۱ میلی گرم)

ث-۲-۱۰ یخچال، تنظیم شده در دمای ۴ درجه سلسیوس

ث-۳ نصب

الف-۳-۱ از آب مقطری استفاده شود که در ظرفی به غیر از ظرف پلی‌اتیلن ترفتالات نگه‌داری شده است (مانند بطری‌های پلی‌اتیلن با چگالی بالا یا بطری‌های پلی‌وینیل کلرید)

ث-۳-۲ در صورتی که برای اولین بار از بالن حجم‌سنجی ۱ لیتری استفاده می‌شود یا بالن برای ماده دیگری غیر از استالدهید استفاده شده است، با توجه به زیربند ث-۳-۳ اقدام نمایید. در صورتی که بالن قبلاً هم برای آماده‌سازی محلول استالدهید استفاده شده، زیربند ث-۳-۴ را انجام دهید.

ث-۳-۳ بالن باید غیرفعال شود (کاملاً تمیز شود) که با سیلون CT یا مشابه آن انجام می‌گیرد.

ث-۳-۴ از آب مقطر مطابق با زیربند ث-۲-۱ جهت پر نمودن بالن ۱ لیتری غیرفعال یا قبلا استفاده شده، تا خط نشانه، استفاده نمایید.

ث-۳-۵ بالن را در یخچال قرار داده و تا دمای تقریبی ۴ درجه سلسیوس خنک کنید و به تعادل برسانید.

ث-۳-۶ مواردی از قبیل استالدهید، سرنگ ۱ میلی لیتر، جعبه‌ای از ویال باز نشده کهربایی رنگ ۴ میلی لیتری و سینی شیشه‌ای نیز باید در یخچال در دمای تقریبی ۴ درجه سلسیوس قرار داده شود.

ث-۳-۷ درپوش‌ها را با قراردادن سپتومی از جنس فلوروکربن، در پوش‌های آلومینیومی دارای سوراخ، آماده‌سازی کنید. اطمینان حاصل نمایید قسمتی که از جنس فلوروکربن است به سمت داخل باشد، به طوری که بین سپتوم لاستیکی و ویال قرار گیرد.

دقت کنید که درپوش‌ها نباید داخل یخچال قرار گیرند.

ث-۴ روش کار

ث-۴-۱ استالدهید، سرنگ و بالن ۱ لیتری را برداشته و در کنار ترازو قرار دهید.

ث-۴-۲ سرنگ را از بالای آن در دست نگه‌دارید و با استالدهید پر کنید. به علت افزایش دمای سرنگ از لمس بدنه سرنگ خودداری نمایید. سرنگ را روی ترازو قرار داده و صفر نمایید.

ث-۴-۳ درپوش شیشه‌ای را از روی بالن ۱ لیتری برداشته و سپس نوک سرنگ را در آب فرو برده و استالدهید را تخلیه کنید. با خارج کردن سرنگ و زدن آن به دیواره داخلی بالن، همه قطرات داخل سرنگ تخلیه نمایید. درپوش بالن را گذاشته و سرنگ خالی را فوراً وزن کرده و کاهش وزن را ثبت نمایید.

ث-۴-۴ با وارونه کردن بالن و حداقل ۱۰ بار تکان دادن آن، از مخلوط شدن مناسب استالدهید اطمینان حاصل نمایید.

ث-۴-۵ سینی شیشه‌ای و جعبه ویال‌ها را از یخچال خارج کنید. بیش از ۱۰ ویال در سینی قرار ندهید. جهت جلوگیری از ریختن مواد اضافه‌ای که هنگام پرکردن سرریز می‌شود از سینی استفاده می‌شود.

ث-۴-۶ درپوش بالن را برداشته و با استفاده از محلول استالدهید ۱ لیتری، ویال‌ها را تا بالای لبه پر کنید. سپس درپوش بالن را در جای خود قرار دهید.

ث-۴-۷ درب همه ویال‌ها را با درپوش‌های آماده شده در زیربند ث-۳-۷ بپوشانید. انجام سریع زیربندهای ث-۴-۶ و ث-۴-۷ به منظور جلوگیری از اتلاف استالدهید مهم است.

ث-۴-۸ زیربندهای ث-۴-۶ و ث-۴-۷ را آنقدر تکرار کنید تا تعداد کافی از ویال‌ها پر شده باشد، هرگز به صورت همزمان بیش از ۱۰ ویال را پر نکنید.

ث-۴-۹ برای هر ۵ ویال آماده شده، یک ویال کنترل کننده حاوی آب مقطر در دمای اتاق آماده نمایید. جهت جلوگیری از برچسب گذاری اشتباه این کار باید بعد از تکمیل زیربندهای ث-۵-۱ و ث-۵-۳ صورت بگیرد.

ث-۴-۱۰ به منظور اطمینان از عدم وجود حباب‌های هوا، تمام ویال‌ها کنترل شود (ویال‌های حاوی حباب هوا کنار گذاشته شود).

ث-۵ برچسب‌گذاری

ث-۵-۱ برچسب‌های نشان دهنده غلظت که به صورت مقادیر استالدهید (برحسب میلی‌گرم) تقسیم بر مقدار محلول استالدهید (برحسب لیتر) بیان می‌شود، با استفاده از مقادیر به‌دست آمده از زیربند الف-۴-۳ همراه با آخرین تاریخ آماده شود.

ث-۵-۲ برچسب‌هایی برای ویال‌های کنترل حاوی آب مقطر آماده شود.

ث-۵-۳ برچسب‌ها روی ظروف مربوطه چسبانده شود.