



جمهوری اسلامی ایران

Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۸۰۲۲

چاپ اول


ISIRI

8022


1st.edition


**مواد افزودنی - پودر (گرد) لاکتوز خوراکی - ویژگی ها و
روش های آزمون**


**Food additives – Lactose food grade – Specification
and test methods**


نشانی مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران : کرج - شهر صنعتی، صندوق پستی ۳۱۵۸۵-۱۶۳ 


دفتر مرکزی : تهران - ضلع جنوبی میدان ونک - صندوق پستی : ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹


تلفن مؤسسه در کرج: ۰۲۶۱-۲۸۰۶۰۳۱-۸ 

تلفن مؤسسه در تهران: ۰۲۱-۸۸۷۹۴۶۱-۵ 

دورنگار: کرج ۰۲۶۱-۲۸۰۸۱۱۴ - تهران ۰۲۱-۸۸۸۷۰۸۰-۸۸۸۷۱۰۳ 

بخش فروش - تلفن: ۰۲۶۱-۲۸۰۷۰۴۵ - دورنگار: ۰۲۶۱-۲۸۰۷۰۴۵ 

پیام نگار: Standard @ isiri.or.ir 

بهاء: ۳۱۲۵ ریال 

 **Headquarters :Institute Of Standards And Industrial Research Of IRAN**

P.O.Box: 31585-163 Karaj – IRAN

 **Tel.(Karaj): 0098 (261) 2806031-8**

 **Fax.(Karaj): 0098 (261) 2808114**

Central Office : Southern corner of Vanak square , Tehran

P.O.Box: 14155-6139 Tehran - IRAN

 **Tel.(Tehran): 0098(21)8879461-5**

 **Fax.(Tehran): 0098 (21) 8887080,8887103**

 **Email: Standard @ isiri.or.ir**

 **Price: 3125 ”RLS**

« بسمه تعالی »

آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب قانون، تنها مرجع رسمی کشور است که عهده دار وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) میباشد.

تدوین استاندارد در رشته های مختلف توسط کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط با موضوع صورت میگیرد. سعی بر این است که استانداردهای ملی، در جهت مطلوبیت ها و مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فنی و فن آوری حاصل از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع شامل: تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، بازرگانان، مراکز علمی و تخصصی و نهادها و سازمانهای دولتی باشد. پیش نویس استانداردهای ملی جهت نظرخواهی برای مراجع ذینفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال میشود و پس از دریافت نظرات و پیشنهادات در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که توسط مؤسسات و سازمانهای علاقمند و ذیصلاح و با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می شود نیز پس از طرح و بررسی در کمیته ملی مربوط و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی چاپ و منتشر می گردد. بدین ترتیب استانداردهایی ملی تلقی می شود که بر اساس مفاد مندرج در استاندارد ملی شماره ((۵)) تدوین و در کمیته ملی مربوط که توسط مؤسسه تشکیل میگردد به تصویب رسیده باشد.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد میباشد که در تدوین استانداردهای ملی ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندیهای خاص کشور، از آخرین پیشرفتهای علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی استفاده می نماید.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون به منظور 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 استانداردها را با تصویب شورای عالی استاندارد اجباری نماید. مؤسسه می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آنها اجباری نماید.

همچنین بمنظور اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمانها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و گواهی کنندگان سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاهها و کالیبره کنندگان وسایل سنجش، مؤسسه استاندارد اینگونه سازمانها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران مورد ارزیابی قرار داده و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آنها اعطا نموده و بر عملکرد آنها نظارت می نماید. ترویج سیستم بین المللی یکاها، کالیبراسیون وسایل سنجش تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی از دیگر وظایف این مؤسسه می باشد.

کمیسیون استاندارد مواد افزودنی گرد لاکتوز – ویژگیها و روشهای آزمون

رئیس

رضائیان – محمود

(فوق لیسانس صنایع غذایی)

نماینده

مرکز تحقیقات شرکت عطر آگین

اعضاء

نصیری – بنفشه

(لیسانس علوم تغذیه)

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

جنگی – نازنین

(فوق لیسانس مدیریت صنعتی)

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

دبیر

جوانشیر – ریکا

(لیسانس شیمی کاربردی)

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

صفحه

فهرست مندرجات

۱	هدف و دامنه کاربرد
۱	اصطلاحات و تعاریف
۲	ویژگیهای
۳	نمونه برداری
۵	روشهای آزمون
۵	تست شناسایی
۶	تعیین مقدار درصد خلوص
۸	ارسنیک
۱۳	تعیین مقدار فلزات سنگین
۱۶	تعیین مقدار سرب
۲۲	تعیین مقدار درصد افت جرمی در اثر خشک کردن
۲۳	تعیین مقدار pH
۲۴	تعیین مقدار باقیمانده پس از سوختن
۲۵	بسته بندی
۲۵	نشانه گذاری

پیشگفتار

استاندارد افزودنی گرد لاکتوز خوراکی- ویژگیها و روش آزمون که توسط کمیسیون های فنی مربوطه تهیه و تدوین شده و در چهارصد و هشتاد و یکمین جلسه کمیته ملی استاندارد خوراک و فرآورده های کشاورزی مورخ ۸۳/۱۲/۲۳ مورد تصویب قرار گرفته است ، اینک به استناد بند ۱ 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 پیشرفتهای ملی و جهانی در زمینه صنایع ، علوم و خدمات استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدیدنظر خواهد شد و هرگونه پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها ارائه شود ، در هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی ، مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت . بنابراین برای مراجعه به استانداردهای ایران باید همواره از آخرین تجدیدنظر آنها استفاده کرد .

در تهیه و تدوین این استاندارد سعی شده است که ضمن توجه به شرایط موجود و نیازهای جامعه، در حد امکان بین این استاندارد و استاندارد ملی کشورهای صنعتی و پیشرفته هماهنگی ایجاد شود منبع و مأخذ که برای تهیه این استاندارد بکار رفته به شرح زیر است :

Food chemical Codex (F.C.C) : 1997-Specification and test method of lactose

مواد افزودنی - پودر(گرد) لاکتوز خوراکی^۱ - ویژگیها و روشهای آزمون

۱ هدف

هدف از تدوین این استاندارد تعیین ویژگیها ، نمونه برداری ، روش های آزمون ، بسته بندی و نشانه گذاری پودر(گرد) لاکتوز مورد مصرف در صنایع غذایی می باشد .

۲ دامنه کاربرد

این استاندارد در مورد گرد لاکتوز خوراکی بدون آب هم چنین گرد لاکتوز با یک مولکول آب تبلور یا مخلوطی از این دو میباشد که در صنایع غذایی به عنوان شیرین کننده ، کمک کننده فرمولاسیون ، بافت دهنده و جاذب الرطوبه (نوع بدون آب) کاربرد دارد .

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و واژه ها با تعاریف زیر به کار می روند :

۳-۱ گرد لاکتوز^۲

پودر کریستالی سفید رنگ یا سفید مایل به کرم با فرمول بسته $C_{12}H_{22}O_{11}$ (بدون آب) و $C_{12}H_{22}O_{11} (H_2O)$ (با یک مولکول آب) می باشم که بطور طبیعی از آب پنیر بدست میاید.

۳-۲ آزمایه^۳

نمونه ای است که با رعایت اصول نمونه برداری از نمونه آزمایشگاهی برای انجام آزمونهای مختلف برداشته می شود .

۳-۳ آزمون^۴

مقدار نمونه ای است که برای انجام یک آزمایش ، بطور وزنی یا حجمی از آزمایه برداشته می شود .

1- Food Grade

2-

3-Test Sample

4-Test Portion or specimen

۳-۴ سافت^۱

به مجموع بسته های حاوی یک محصول فرآوری شده تحت شرایط یکسان که دارای یک شماره سری ساخت باشد ، گفته میشود .

۴ ویژگیها

۱-۴ گرد لاکتوز به صورت کریستالهای سفید رنگ یا سفید مایل به کرم میباشد .

۲-۴ گرد لاکتوز بدون بو ویا با بوی مشخص ناچیز است .

۳-۴ حلالیت

۱-۳-۴ گرد لاکتوز اگر بصورت فرآیند اسپری تهیه شده باشد در آب محلول میباشد و در الکل خیلی کم حل میشود ولی در اتر و کلروفرم نامحلول است .

۴-۴ سایر ویژگیهای شیمیایی گرد لاکتوز خوراکی باید بر طبق جدول شماره ۱ این استاندارد باشد .

جدول ۱ - ویژگیهای شیمیایی

روش آزمون	مد قابل قبول	ویژگیها
طبق بند ۱-۶	آزمایش را بگذارند	تست شناسایی
طبق بند ۲-۶	۹۸-۱۰۰/۵	در صد خلوص
طبق بند ۳-۶	بیشینه ۰/۵	مقدار ارسنیک (میلی گرم در کیلوگرم)
طبق بند ۴-۶	بیشینه ۵	مقدار فلزات سنگین (بر حسب سرب) (میلی گرم در کیلوگرم)
طبق بند ۵-۶	بیشینه ۰/۵	تعیین مقدار سرب (میلی گرم در کیلوگرم)
طبق بند ۶-۶	بیشینه ۴/۵-۵/۵	فرم آبدار و مخلوط بدون آب و آبدار در صد رطوبت
	بیشینه ۱	فرم بدون آب
طبق بند ۷-۶	۴/۵-۷/۵	PH
طبق بند ۸-۶	بیشینه ۰/۳	در صد باقیمانده پس از سوختن (خاکستر سولفات)

۵ نمونه برداری

۵-۱ کلیات

در نمونه برداری ، نگهداری و جابجایی نمونه های اسید لاکتوز باید احتیاط های زیر بعمل آید .
نمونه برداری باید در محلی بدور از گرد و خاک ، دوده و رطوبت بیش از حد و غیر معمول انجام شود . وسایل مورد استفاده برای نمونه برداری باید تمیز و خشک باشند . برای جلوگیری از آلوده شدن نمونه ها بطور اتفاقی ، باید وسایل نمونه برداری و ظروف نگهداری آنها با دقت نگهداری و استفاده شوند .

برای برداشتن نمونه معرف ، محتویات هر بسته یا ظرف برداشته شده باید تا حد ممکن با وسیله مناسب نمونه برداری آمیخته شوند .

اندازه ظرف باید به گونه ای باشد که کاملاً از نمونه بدون فشردگی پر شوند .

درج اطلاعات در مورد جزئیات نمونه برداری مانند تاریخ نمونه برداری ، شماره سری ساخت نمونه محل نمونه برداری و شرایط محیطی و در گزارش نمونه برداری یا برچسب گنجایه نمونه ضروری است .

نمونه های برداشته شده تا هنگام تحویل به آزمایشگاه ، باید در صورت لزوم دور از نور مستقیم خورشید نگهداری شوند تا دمای آنها بیشتر از دمای محیط نشود .

نمونه برداری باید بوسیله شخص صلاحیت دار و مورد تأیید خریدار و فروشنده و در صورت خواست یکی از طرفین در حضور یکی از آنها یا نماینده آن ها برداشته شوند .

۵-۲ تعداد نمونه هایی که باید برداشته شود .

اگر بسته های موجود در یک محموله از این محصول دارای شماره سری ساخت مختلف هستند : ابتدا باید آنها را به ساخت های جداگانه تقسیم کرد ، سپس از هر ساخت بر طبق روشهای نمونه برداری تصادفی و به تعداد مندرج در جدول شماره ۲ این استاندارد نمونه برداشت .

تعداد بسته ها یا (نمونه هایی) که از هر ساخت برداشته میشود بستگی به اندازه یا حجم ساخت دارد .

جدول ۲- تعداد بسته هایی که باید ازسافت برداشته شود .

شماره ردیف	اندازه ساخت (N)	تعداد بسته هایی که برداشته میشود (n)	شماره ردیف	شماره بسته های ساخت (N)	تعداد بسته های که برداشته میشود (n)
۱	تا ۴	۱	۶	از ۶۱ تا ۸۴	۶
۲	از ۵ تا ۱۲	۲	۷	از ۸۵ تا ۱۱۲	۷
۳	از ۱۳ تا ۲۴	۳	۸	از ۱۱۳ تا ۱۴۴	۸
۴	از ۲۵ تا ۴۰	۴	۹	از ۱۴۵ تا ۱۸۰	۹
۵	از ۴۱ تا ۶۰	۵	۱۰	از ۱۸۱ تا ۲۲۰	۱۰

چنانچه پیش از ۲۲۰ بسته در هر ساخت موجود است . باید ابتدا آنرا به ساخت های ۲۲۰ تائی تقسیم کرد و سپس بر طبق جدول ۲ از آنها نمونه برداشت .

۳-۵ تهیه نمونه های آزمون شاهد

بسته ها یا ظروف یا ظروف برداشته شده را خوب تکان دهید تا محتویات آنها مخلوط شوند ، سپس با وسیله مناسب نمونه برداری ، مقادیری مساوی از هر ظرف بردارید و آنها را با هم بیامیزید، بطوری که نمونه آمیخته ای بوزن حداقل ۱۵۰ گرم بدست آید . این نمونه را تقریباً به سه قسمت مساوی تقسیم کنید و هر قسمت را به فوریت به ظرف تمیز و خشکی منتقل کنید و خوب در آنها به ببندید . نمونه ها را بطور جداگانه بازدن برچسب برای آزمایش، برای صاحب کالا و نمونه شاهد (ممهوره مهر خریدار و فروشنده) مشخص کنید . نمونه شاهد باید در محلی که مورد توافق خریدار و فروشنده است . نگهداری شود تا در هنگام بروز اختلاف مورد استفاده قرار گیرد .

۴-۵ معیار پذیرش

محموله این فرآورده در صورتی پذیرفته میشود که نتایج آزمایش هر نمونه ، با ویژگیهای مندرج در این استاندارد مطابقت داشته باشد .

۶ روش های آزمون :

یادآوری : برای انجام تمام آزمونها باید از آب مقطر یا آب بدون یون و مواد شیمیایی خالص آزمایشگاهی استفاده شود .

۱-۶ تست شناسایی :

۱-۱-۶ مواد لازم :

۱-۱-۱-۶ تارتارات مس قلیایی

فهلینگ (A) : ۳۴/۶۶ گرم سولفات مس $\text{H}_2\text{O} \cdot \text{CuSO}_4$ را در مقداری آب مقطر حل کرده حجم کل را به ۵۰۰ میلی لیتر برسانید .

فهلینگ (B) : ۱۷۳ گرم تارتارات مضاعف سدیم و پتاسیم $(\text{H}_2\text{O}) \cdot \text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ با چهار مولکول آب را با ۵۰ گرم هیدروکسید سدیم (سود) در آب حل کرده و حجم کل را به ۵۰۰ میلی لیتر برسانید (در صورت نیاز محلول های آماده را دو شب بگذارید بماند سپس صاف کنید) برای استفاده در زمان آزمایش بدقت حجمهای مساوی از هر یک از محلولهای A و B را با هم مخلوط کنید و استفاده کنید .

۲-۱-۱-۶ هیدروکسید سدیم ۱ نرمال :

۴/۳ گرم هیدروکسید سدیم را با آب مقطر به حجم ۱۰۰ برسانید

۱-۲-۱-۶ استاندارد کردن هیدروکسید سدیم :

مقداری از محلول اسید کلریدریک نرمال را به بورت منتقل کنید و حجم آنرا در بورت یادداشت کنید . و در یک ارلن میر ۲۵۰ میلی لیتری ۲۵ میلی لیتر محلول سود تهیه شده طبق بند (۲-۱-۱-۶) را بریزید سپس با استفاده از شناساکر متیل اورانژ ، محیط را تا ایجاد رنگ قرمز $(\text{pH} = 4/2 - 4/6)$ بسنجید . به محض ایجاد رنگ قرمز تیتراسیون را متوقف و حجم اسید مصرف شده را یادداشت کنید . چون هر میلی لیتر اسید کلریدریک نرمال معادل ۴۰ میلی گرم هیدروکسید سدیم است عیار هیدروکسید سدیم را از فرمول زیر بدست آورید .

$$\frac{\text{حجم اسید مصرف شده}}{\text{حجم سود مصرف شده در سنجش}} = \text{عیار هیدروکسید سدیم}$$

۲-۱-۶ روش اجرای آزمون :

حدود ۵ میلی لیتر هیدروکسید سدیم ۱ نرمال طبق بند (۳-۱-۱-۶) را به ۵ میلی لیتر محلول لاکتوز اشباع شده داغ اضافه کنید با ملایمت این مخلوط را گرم کنید . یک مایع زردرنگ بدست می آید که به مرور به رنگ قهوه ای مایل به قرمز در می آید مخلوط فوق را در دمای اتاق خنک کنید سپس چند قطره محلول قلیایی تارتارات مس طبق بند (۱-۱-۱-۶) اضافه کنید . رسوب قرمز رنگ اکسید مس تشکیل می گردد .

۲-۶ اندازه گیری درصد خلوص بروش کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا :

۱-۲-۶ مواد لازم :

۱-۱-۲-۶ استونیتریل با درجه خلوص مناسب برای کروماتوگرافی با کارایی بالا

۲-۱-۲-۶ محلول فروکتوز : ۵۰ گرم پودر فروکتوز را به یک بالن اندازه دار ۵۰ میلی لیتری

منتقل و در مقداری آب حل کرده سپس به حجم برسانید

۳-۱-۲-۶ پودر لاکتوز بدون آب

۴-۱-۲-۶ آب مقطر با درجه خلوص مناسب برای کروماتوگرافی با کارایی بالا

۵-۱-۲-۶ فاز متحرک (بخش روان) : استونیتریل - آب به نسبت (۲۰-۸۰)

۶-۱-۲-۶ محلول استاندارد لاکتوز : ۲ گرم لاکتوز بدون آب را بدقت وزن نموده به یک بالن

اندازه دار ۱۰۰ میلی لیتری منتقل و به آن ۱۰ میلی لیتر محلول فروکتوز طبق بند (۲-۱-۲-۶)

اضافه و سپس با آب مقطر به حجم برسانید . این محلول لازم است روزانه تهیه گردد .

۷-۱-۲-۶ محلول نمونه : حدود ۲ گرم از نمونه را بدقت وزن کنید و به یک بالن اندازه دار

۱۰۰ میلی لیتری منتقل کنید سپس ۱۰ میلی لیتر محلول فروکتوز طبق بند (۲-۱-۲-۶) را به آن

اضافه کرده با آب به حجم برسانید و کاملاً مخلوط کنید . و این آزمایش حداکثر طی ۲۴

ساعت انجام گیرد .

۲-۲-۶ وسایل لازم :

۶-۲-۱-۱ دستگاه کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا دارای ضمائم زیر

۶-۲-۱-۱-۱ شناساگر یا آشکارساز

۶-۲-۱-۲ رفرکتومتر

۶-۲-۱-۳ ستون از جنس فولاد زنگ نزن به ابعاد $4/6\text{mm} \times 250\text{mm}$ صافی پیش ستون

با قطر منافذ $0/45$ میکرومتر

۶-۲-۱-۴ فاز ثابت (بخش ایستاده) ستون حاوی ذرات میکرونی سیلیکاژل که بر سطح این

ذرات سیل اکسان و سیاتو آمین پیوند داده شده است .

۶-۲-۱-۵ کاغذ صافی واتمن P-۱۰ کربوئیدرات

۶-۲-۱-۶ شدت جریان با جریان ۲ میلی متر در دقیقه

۶-۲-۱-۷ آزمایش تکرار پذیری : اجازه دهید دستگاه با جریان ۲ میلی متر در دقیقه به حالت

تعادل برسد سپس ۲۵ میکرولیتر از محلول استاندارد تزریق کنید که در اینحالت لازم است

دستگاه دارای نمودار پایه و درجه تفکیک قابل قبول باشد بدین طریق که منحنی آب مقطر در

زمان ۱ تا ۲ دقیقه فروکتوز ۲ تا ۳ دقیقه و لاکتوز ۵ تا ۶ دقیقه ظاهر شود زمانی حالت تعادل

ستون کامل می شود که تغییر نسبت ارتفاع منحنی لاکتوز به فروکتوز در ۱۰ تزریق کمتر یا

مساوی $0/6$ درصد شود .

۶-۲-۱-۸ خطی بودن عکس العمل آشکار ساز

خطی بودن آشکار ساز ماهی یکبار و تازمانیکه در دستگاه تغییراتی داده می شود به طریق زیر

مورد آزمایش قرار میگرد .

۶-۲-۱-۹ خطی بودن آشکار ساز را بوسیله تزریق محلولهای استاندارد حاوی $1/4$ و $1/8$ و ۲ و

$2/6$ درصد لاکتوز انجام دهید و منحنی مربوطه را با استفاده از نقاط ارتفاع منحنی بدست آمده

در مقابل غلظت رسم کنید . که در اینحالت ضریب تصحیح بایستی حداقل $0/999$ باشد .

۶-۲-۵ روش آزمون

تزریق را ۳ بار با ۲۵ میکرولیتر از هر یک از محلولهای نمونه و استاندارد انجام دهید در صورتیکه تعداد نمونه ها بیش از یکی می باشد ما بین هر سه نمونه یک محلول استاندارد تزریق نمائید .

۱-۵-۲-۶ و برای محاسبه از میانگین استانداردهای تزریق شده استفاده نمائید .

مماسبه :

برای محاسبه درصد لاکتوز بدون آب از رابطه زیر استفاده کنید .

$$\frac{R_L}{R_F} \times \frac{W_L}{W_S} \times \frac{100 - M_L}{100 - M_S} \times P$$

که در آن :

R_F = فاکتور جوابدهی برای فروکتوز

R_L = فاکتور جوابدهی برای لاکتوز

W_S = وزن نمونه برداشتی

W_L = وزن لاکتوز مصرفی برای محلول استاندارد

M_L = میزان رطوبت لاکتوز استاندارد

M_S = میزان رطوبت نمونه

P = درصد خلوص لاکتوز

۳-۶ اندازه گیری آرسنیک :

۱-۳-۶ واکنشگرهای لازم

۱-۱-۳-۶ محلول استاندارد آرسنیک

به دقت ۱۳۲/۰ میلی گرم تری اکسید آرسنیک (As_2O_3) را که قبلا در دمای ۱۰۵ درجه سلسیوس به مدت یک ساعت خشک شده است وزن کنید و در ۵ میلی لیتر محلول هیدروکسید سدیم (یک در پنج) حل کنید . این محلول را با مقداری اسید سولفوریک رقیق طبق بند (۳-۱-۳-۶) که ۱۰ میلی لیتر بیشتر از مقدار لازم برای خنثی کردن باشد بیامیزید و تا حجم ۱۰۰۰ میلی لیتر به آهستگی با آب مقطر تازه جوشیده رقیق کنید .

۱۰ میلی لیتر از این محلول را به یک بالن اندازه دار یک لیتری منتقل سازید و ۱۰ میلی لیتر اسید سولفوریک رقیق طبق بند (۳-۱-۳-۶) افزوده و با آب مقطر تازه جوشیده رقیق کنید و به حجم برسانید . محلول پایانی را که حاوی یک میکروگرم آرسنیک (As) در هر میلی لیتر می باشد می توانید ظرف سه روز استفاده کنید .

۶-۳-۱-۲ محلول هیدروکسید سدیم ۱ در ۵

۶-۳-۱-۳ محلول اسید سولفوریک رقیق :

محلولی حاوی ۱۰ درصد (وزنی - حجمی) از اسید سولفوریک . به دقت ۵۷ میلی لیتر اسید سولفوریک (۹۵-۹۸درصد) را در حدود ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر حل کنید و تا دمای اتاق خنک کنید . سپس با آب مقطر به حجم ۱۰۰۰ میلی لیتر برسانید .

۶-۳-۱-۴ محلول دی اتیل دی تیو کاربامات نقره :

یک گرم دی اتیل دی تیو کاربامات نقره دوبار متبلور شده $(C_2H_5)_2NCS_2Ag$ ، را در ۲۰۰ میلی لیتر پیریدین خالص آزمایشگاهی حل کنید، این محلول را در ظرف نور ناپذیر نگهداری کنید . (این محلول تا یک ماه قابل نگهداری و کاربرد دارد) .

۶-۳-۱-۵ پیریدین خالص آزمایشگاهی

۶-۳-۱-۶ نیتрат نقره خالص آزمایشگاهی

۶-۳-۱-۷ محلول کلرور قلع دو ظرفیتی :

۴۰ گرم کالر در قلع دو ظرفیتی دو آبه خالص آزمایشگاهی $(SnCl_2.2H_2O)$ را در ۱۰۰ میلی لیتر اسید کلریدریک حل کنید . این محلول را در ظرف شیشه ای نگهداری کنید مدت کاربرد آن ۳ ماه می باشد .

۶-۳-۱-۸ پنبه آغشته به استات سرب :

پنبه آبدوست را در محلول اشباع استات سرب خالص آزمایشگاهی خیس کنید و با فشار دادن محلول اضافی را خارج کرده و آن را تحت خلا در دمای آزمایشگاه خشک کنید .

۶-۳-۱-۹ اسید سولفوریک ۱ در ۵

۶-۳-۱-۱۰ محلول یدور پتاسیم :

۱۶/۵ گرم یدور پتاسیم را در ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر حل کرده و در یک ظرف نفوذ ناپذیر نگهداری کنید .

یادآوری ۲- برای جلوگیری از اتلاف آرسنیک سه ظرفیتی در ترکیبات هالوژن دار ، مخلوط اسید سولفوریک و نمونه را در حرارت پایین تر قرار دهید و به جوش نیاورید و پیش از ذغالی شدن ، پراکسید هیدروژن را با احتیاط به آن بیافزایید .

۲-۳-۶ وسایل لازم

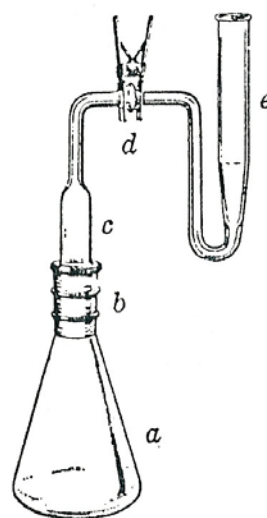
۱-۲-۳-۶ گرمخانه آزمایشگاهی

۲-۲-۳-۶ بوته صافی دار

۳-۲-۳-۶ وسایل شیشه ای معمول آزمایشگاهی

۴-۲-۳-۶ بیناب سنج (اسپکتروفتومتر)

۵-۲-۳-۶ دستگاه نشان داده شده در شکل



دستگاه معمول اندازه گیری آرسنیک

۳-۳-۶ اساس کار :

آرسنیک به وسیله روی در محیط اسیدی احیا شده و به آرسین تبدیل می شود . گاز آرسین در محلول دی اتیل دی تیوکاربامات نقره در پیریدین جذب میگردد و ایجاد رنگ قرمز می کند فتومتری محلول حاصل در طول موج ۵۴۰ نانومتر انجام می شود .

۴-۳-۶ روش اجرای آزمون :

یادآوری ۱ - کلیه موادی که در این آزمون به کار می روند باید بدون آرسنیک باشند .

احتیاط - بعضی از مواد هنگامیکه با پر اکسید هیدروژن هضم می شوند ممکن است به شدت منفجر شوند به همین دلیل بایستی در تمام مدت و با کمال دقت احتیاط های ایمنی را به کار گرفت .

دستگاه مورد استفاده در این آزمون در شکل ۲ نشان داده شده است که مرکب است از یک ارلن مایر ۱۲۵ میلی لیتری (a) که در آن گاز آرسین ایجاد میشود ، محکم شده با یک بخش پاک کننده (c) و یک لوله جاذب (e) ، با یک رابط استاندارد کوچک ۲۴/۴۰ (b) و یک اتصال توپی - کاسه ای کروی (d) محکم شده با یک گیره شماره ۱۲ ، واحدها را به هم متصل کنید . لوله بین d و e و بین d و c یک لوله موئین می باشد قطر داخلی ۲ میلی متر و قطر خارجی ۸ میلی متر . هر دستگاهی را که شامل قسمت های مشروحه در بالا باشد می توان جانشین این مجموعه کرد .

۴-۳-۷ محلول نمونه

محلول نمونه به روش زیر تهیه می شود :

۴ گرم نمونه را در ۳۵ میلی لیتر آب حل کرده و به یک ارلن مایر مولد (a) منتقل کنید ، ۵ میلی لیتر اسید سولفوریک غلیظ و چند عدد گلوله شیشه ای به آن اضافه کنید و در دمائی حدود ۱۲۰ درجه سلسیوس حرارت دهید تا ذغالی شدن شروع شود ، ترجیحاً از یک اجاق الکتریکی در زیر هواکش استفاده کنید . (می توان اسید سولفوریک بیشتری اضافه کرد تا همه نمونه کاملاً مرطوب شود ولی حجم کلی اسید اضافه شده نباید از ۱۰ میلی لیتر بیشتر باشد) پس از اینکه نمونه در ابتدا توسط اسید متلاشی گردید ، پراکسید هیدروژن ۳۰ درصد را با احتیاط و به صورت قطره ای

بیافزایید ، بگذارید که واکنش فروکش کند و دوباره عمل حرارت دادن را بین قطره ها ادامه دهید . توجه داشته باشید که چند قطره اول به آهستگی اضافه شود و با مخلوط کردن کافی از بروز یک واکنش سریع جلوگیری به عمل آید ، هم چنین اگر کف اضافی تولید می شود باید حرارت دادن قطع شود. بالن محتوی محلول را به طور مرتب بچرخانید تا از رسوب کردن و چسبیدن مواد به جدار بالن (یعنی از خارج شدن آنها از جریان واکنش) جلوگیری شود . در خلال عمل هضم اکسیداسیون را در تمام مدت به وسیله اضافه کردن مقادیر کم پراکسید هیدروژن تا هنگامیکه مخلوط برنگ قهوه ای یا تیره باشد ادامه دهید . عمل هضم را آنقدر ادامه دهید تا ماده آلی از بین برود ، سپس درجه حرارت اجاق الکتریکی را کم کم بالا ببرید و به دمای ۲۵۰-۳۰۰ درجه سلسیوس برسانید تا مقادیر فراوانی از دود تری اکسید گوگرد پیدا شود و محلول بیرنگ یا برنگ کاهی روشن در آید . محلول را خنک و با احتیاط ۱۰ میلی لیتر آب مقطر به آن افزوده و دوباره تبخیر کنید تا دود غلیظ ظاهر شود ، سپس دوباره خنک کنید . با احتیاط ۱۰ میلی لیتر آب مقطر افزوده و مخلوط کنید ، با چند میلی لیتر آب کناره های ارلن میر را بشوئید و تا حجم ۳۵ میلی لیتر رقیق کنید .

اگر محلول نمونه در ارلن میر مولد آماده نیست یک حجم از محلولی که به صورت مستقیم تهیه می شود و معادل یک گرم ماده مورد آزمون است به ارلن میر مولد منتقل کنید و با آب مقطر به حجم ۳۵ میلی لیتر برسانید .

۲۰ میلی لیتر اسید سولفوریک (یک در پنج) ، ۲ میلی لیتر یدور پتاسیم (طبق بند (۶-۳-۱-۱۰) و ۰/۵ میلی لیتر محلول کلرور قلع دو ظرفیتی اضافه و مخلوط کنید . به مدت ۳۰ دقیقه این مخلوط را در دمای آزمایشگاه قرار دهید . لوله پاک کننده (c) را با دو تکه پنبه آغشته به استات سرب خشک به قسمی پر کنید که بین آنها فضای کوچکی از هوا بجا بماند . در هر بار کار با دستگاه برای جلوگیری از چسبندگی ، پیوستگیهای b و d را با وازلین یا روغن سیلیکون مخصوص شیرهای شیشه ای ، چرب و روان کنید و بخش پاک کننده (c) را به لوله جاذب (e) بیونیدید . ۳ میلی لیتر محلول دی اتیل دی تیوکاربامات نقره را به لوله جاذب (e) منتقل کنید ، ۳/۰ گرم دانه روی به قطر ۲۰ مش به مخلوط موجود در ارلن مایر (a) اضافه کنید و برای جلوگیری از فرار گاز آرسین

بی درنگ انتهای سنباده ای بخش پاک کننده (c) را دهانه ارلن میر (a) فرو ببرید و کاملاً به طور محکم و جذب به هم پیوندید . بگذارید در دمای آزمایشگاه 25 ± 3 درجه سلسیوس بمدت ۴۵ دقیقه بماند و به فواصل ۱۰ دقیقه آن را بچرخانید تا هیدروژن و رنگ تشکیل شوند و افزایش یابند. (افزودن مقدار کمی از ایزوپروپانول به ارلن میر (a) ممکن است سرعت و میزان تشکیل یکنواخت گاز هیدروژن را بهبود بخشد) . لوله جاذب (e) را از بخش های مولد (a) و پاک کننده (c) جدا سازید و محلول دی اتیل دی تیو کاربامات نقره را به یک نمایه جذب یک سانتی متری بیناب سنج منتقل کنید . مقدار جذب را در بیشینه طول موج جذب بین ۵۳۵ تا ۵۴۰ نانومتر با استفاده از یک بیناب سنج نوری یا رنگ سنج مناسب تعیین کنید .

در این اندازه گیری محلول دی اتیل دی تیو کاربامات نقره را به عنوان نمونه تهی به کار ببرید . میزان عدد جذب خوانده شده به واسطه رنگ قرمز تولیدی توسط محلول نمونه مورد آزمون نباید از مقدار جذب $3/0$ میلی لیتر محلول استاندارد آرسنیک (As ، 3 میکروگرم) که به همین ترتیب و در همان دمای نمونه مورد آزمون ($2 \pm$ درجه سلسیوس) اندازه گیری شود ، بیشتر باشد .

* مداخله کننده ها در آزمون :

فلزات یا نمک های فلزی مانند : کروم ، کبالت ، مس ، جیوه ، مولیبدن ، نیکل پالا دیوم و نقره به عنوان مداخله کننده در سنجش آرسین در نظر گرفته می شوند .

آنتیموان (sb) استبین (sbH_3) را تشکیل می دهد . این فلز تنها فلزی است که احتمالاً یک مداخله مثبت را در پیشرفت رنگ با دی اتیل دی تیو کاربامات نقره دارد . $stibine$ رنگ قرمزی را تولید میکند که بیشینه جذب را در طول موج 510 نانومتر دارد ولی در طول موجهای 535 و 540 نانومتر جذب ترکیب پیچیده آنتیموان به قسمی کم می شود که تغییر چندان زیادی در اندازه گیری آرسین ندارد .

۴-۶ تعیین مداکثر مقدار فلزات سنگین :

۱-۴-۶ واکنشگرهای لازم :

۱-۱-۴-۶ اسید نیتریک ۶۵ درصد ، $d = 1/40$

۲-۱-۴-۶ اسید سولفوریک ۹۵-۹۸ درصد ، $d = 1/84$

۳-۱-۴-۶ محلول اسید کلریدریک رقیق (۲در۱)

۴-۱-۴-۶ محلول اسید استیک رقیق

این محلول حاوی حدود ۶ درصد (وزنی - حجمی) CH_3COOH می باشد . ۶/۰ میلی لیتر اسید استیک رقیق قابل تبلور (یخ زدنی) ۱۶/۶۶ میلی لیتر اسید استیک (۳۶ درصد) (۶ نرمال) را با مقدار کافی آب رقیق کنید و به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید .

۵-۱-۴-۶ محلول آمونیاک رقیق :

این محلول حاوی ۹/۵-۱۰/۵ درصد NH_3 می باشد . ۴۰۰ میلی لیتر هیدروکسید آمونیوم (۲۸ درصد) را با مقدار کافی آب رقیق و به حجم ۱۰۰۰ میلی لیتر برسانید .

۶-۱-۴-۶ محلول کلروفریک :

۹ گرم کلروفریک ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) را در مقدار کافی آب مقطر حل کنید و به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید .

۷-۱-۴-۶ محلول اشباع شده سولفید هیدروژن :

به وسیله عبور دادن گاز SH_2 در آب سرد ، محصول اشباعی از سولفید هیدروژن تهیه کنید ، این محلول اشباع را در شیشه های کوچک تیره پرو نگهداری کنید تا زمانیکه بوی قوی SH_2 از آن استشمام می شود ، قابلیت مصرف دارد و به علاوه وقتی با هم حجم خود از محلول کلروفریک ترکیب شود رسوب فراوان سولفور آهن ایجاد میکند . این محلول باید در محل سرد و تاریک نگهداری شود .

۸-۱-۴-۶ محلول استاندارد ذخیره نترات سرب :

۱۵۹/۸ میلی گرم نترات سرب $(\text{pbNO}_3)_2$ را در ۱۰۰ میلی لیتر آب حاوی یک میلی لیتر اسید نیتریک حل کنید و به حجم ۱۰۰۰ میلی لیتر برسانید و کاملاً مخلوط کنید و در ظرف شیشه ای بدون نمک های سرب نگهداری کنید . هر میلی لیتر این محلول دارای ۰/۱ میلی گرم یا ۱۰۰ میکرोगرم سرب می باشد .

۹-۱-۴-۶ محلول استاندارد سرب :

این محلول باید در روز آزمایش تهیه گردد . ۱۰/۰ میلی لیتر از محلول استاندارد ذخیره نترات سرب را آب با مقطر رقیق کرده و به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید . هر میلی لیتر از این محلول دارای ۱۰ میکروگرم یون سرب (pb) می باشد .

۱۰-۱-۴-۶ محلول (الف)

۲ میلی لیتر از محلول استاندارد سرب (حاوی ۲۰ میکروگرم سرب) را توسط پی پت بکشید و به یک لوله ۵۰ میلی لیتری مقایسه رنگ منتقل کنید ، با آب مقطر حجم آن را به ۲۵ میلی لیتر برسانید PH این محلول را با افزودن محلول رقیق اسید استیک یا محلول رقیق آمونیاک و به کمک کاغذ PH – سنج دامنه کوتاه بین ۳/۰ و ۴/۰ تنظیم کنید ، سپس با آب مقطر تا حجم ۴۰ میلی لیتر رقیق و کاملاً مخلوط کنید .

۲-۴-۶ وسایل لازم :

۱-۲-۴-۶ کوره الکتریکی

۲-۲-۴-۶ ترازو با حساسیت ۰/۱ میلی گرم

۳-۲-۴-۶ اجاق الکتریکی

۴-۲-۴-۶ بوته چینی

۵-۲-۴-۶ حمام بخار

۶-۲-۴-۶ لوله مقایسه رنگ ۵۰ میلی لیتری

۳-۴-۶ روش اجرای آزمون

۴ گرم نمونه را بدقت وزن کنید و در یک بوته مناسب قرار دهید ، با مقدار کافی اسید سولفوریک طبق بند (۲-۱-۴-۶) نمونه را مرطوب کنید ، بوته را روی حرارت ملایم بگذارید تا محتویات بوته کاملاً ذغال گردد توجه داشته باشید که در طی عمل سوزاندن باید بوته را با در پوش مناسب پوشاند . پس از اینکه نمونه ذغال گردید ، ۲ میلی لیتر اسید نیتریک (طبق بند (۲-۱-۴-۶) و ۵ قطره اسید سولفوریک (طبق بند (۲-۱-۴-۶) به آن بیافزایید و با احتیاط آن را گرم کنید تا هنگامیکه بخارات سفید رنگ ظاهر شوند . پس از این مرحله نمونه را در یک کوره با دمای ۵۰۰-۶۰۰ درجه سلسیوس آنقدر قرار دهید تا تمام کربن موجود بسوزد و خارج گردد . بوته و محتویاتش را خنک

کنید . سپس ۴ میلی لیتر اسید کلریدریک رقیق (۲در۱) بیافزید ، روی بوته را بپوشانید و عمل هضم را روی حمام بخار به مدت ۱۵-۱۰ دقیقه ادامه دهید . در پوش را بردارید و به آهستگی روی یک حمام بخار تبخیر کنید تا محتویات بوته خشک گردد . باقیمانده تبخیر را با یک قطره اسید کلریدریک طبق بند (۶-۴-۱-۳) مرطوب کنید ، سپس ۱۰ میلی لیتر آب مقطر داع به آن بیافزاید و عمل هضم را به مدت ۲ دقیقه دیگر ادامه دهید . قطره قطره محلول آمونیاک رقیق اضافه کنید تا محلول قلیایی گردد (با کاغذ لیموس ببانید) این محلول را تا حجم ۲۵۰ میلی لیتر با آب مقطر رقیق کنید و سپس PH را با استفاده از استیک اسید رقیق (از PH سنج با دامنه کوتاه استفاده کنید) بین ۳/۰ و ۰/۴ تنظیم کنید . در صورت لزوم محلول فوق را صاف کنید و با استفاده از ۱۰ میلی لیتر آب مقطر بوته را شستشو دهید . محلول صاف شده را به یک لوله مقایسه رنگ ۵۰ میلی لیتری منتقل کنید و با استفاده از آب مقطر تا حجم ۴۰ میلی لیتر رقیق و خوب مخلوط کنید . به هر یک از لوله های موجود (لوله محتوی نمونه لوله پایش) ۱۰ میلی لیتر محلول سولفید هیدروژن اشباع تازه تهیه شده افزوده و مخلوط کنید .

لوله ها را به مدت ۵ دقیقه به حال خود بگذارید بماند . سپس روی یک سطح سفید بررسی کنید . رنگ محلول نمونه نباید از رنگ محلول (الف) (محلول شاهد) تیره تر باشد .

۵-۶ اندازه گیری سرب :

این روش برای اندازه گیری مقادیر کم سرب به میزان ۰/۰۳ میلی گرم در کیلوگرم ، در موادی نظیر اسید سیتریک ، مواد محلول در آب مانند قندها و شربت های قندی بکار می رود حساسیت این روش ۵ نانوگرم در کیلوگرم است .

۱-۵-۶ وسایل و دستگاه لازم

۱-۱-۵-۶ ظروف شیشه ای آزمایشگاهی شامل :

۱-۱-۱-۵-۶ لوله های آزمایش و بالن های اندازه دار ۱۰، ۵۰، ۱۰۰ میلی لیتری بدون سرب به تعداد

کافی

۲-۱-۱-۵-۶ میکروپی پت های ۳، ۵ و ۲۰ میکرولیتری با لوله های یکبار مصرف بدون سرب

۳-۱-۱-۵-۶ دماسنج یا پیرومتر نوری یا ترموکوپل

۴-۱-۱-۵-۶ بیناب سنج جذب اتمی با کوره گرافیتی

این دستگاه باید قابل تنظیم در طول موج $283/3$ نانومتر و درجه شکاف $0.5/0$ نانومتر و مجهز به نمونه بردار خودکار و پردازشگر باشد.

۵-۱-۱-۵-۶ لامپ هالوکاتد یا لامپ تخلیه بدون الکتروود

۲-۵-۶ مواد لازم

۱-۲-۵-۶ آب مقطر: بدون یون (۱۸ مگااهم)

۲-۲-۵-۶ اسید کلریدریک ۵ درصد در آب مقطر بدون یون طبق بند (۱-۲-۵-۶) و تقطیر شده

زیر نقطه جوش

۳-۲-۵-۶ اسید نیتریک ۵ درصد در آب مقطر بدون یون طبق بند (۱-۲-۹-۸) و تقطیر شده زیر

نقطه جوش

۴-۲-۵-۶ نیترات منیزیم با ۶ مولکول آب

۵-۲-۵-۶ هیدروژن پراکسید رقیق شده:

۵ میلی لیتر هیدروژن پراکساید ۲۵-۲۰ درصد را با ۵ میلی لیتر آب مقطر طبق بند (۱-۲-۵-۶) رقیق و مخلوط کنید.

۶-۲-۵-۶ گاز آرگون

۳-۵-۶ آماده کردن وسایل

۱-۳-۵-۶ کلیه ظروف مورد استفاده شامل: ظروف نمونه، هم چنین بالن های اندازه دار مورد

استفاده برای تهیه محلول های نمونه، استاندارد و بلانک (تهی از نمونه) پی پت ها و سر نمونه برداردها به مدت ۲۴ ساعت در محلولی از اسید کلریدریک (طبق بند (۲-۲-۵-۶) و اسید نیتریک طبق بند (۳-۲-۵-۶) قرار داده شود و با آب مقطر طبق بند (۱-۲-۵-۶) آبکشی شوند تا بدون آلودگی به سرب باشند.

۲-۳-۵-۶ برای هضم نمونه از لوله های پلی اتیلنی با چگالی بالا، لوله های پروپیلنی و یا

کوارتز شسته شده با اسید، میتوانید استفاده کنید. میکروپی پت ها باید نوک یکبار مصرف داشته و

آلودگی سرب نداشته باشد. و برای اطمینان از دقت عمل آنها، چند بار (۵ تا ۱۰ مرتبه) آنها را با حجم معینی از آب پرو خالی کنید و وزن آب را با ترازوی حساس تعیین کنید.

۴-۵-۶ آماده کردن محلول ذخیره اصلاح کننده

۲۰ گرم نیترات منیزیم خیلی خالص (طبق بند (۶-۵-۲-۴) را وزن و آنرا در مقداری آب مقطر حل و به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید.

۱-۴-۵-۶ محلول اصلاح کننده کاری

قبل از شروع به آزمایش از محلول ذخیره طبق بند (۶-۵-۲-۴) یک محلول اصلاح کننده کاری به نسبت

(۱ میلی لیتر محلول ذخیره و ۹ میلی لیتر آب) تهیه کنید.

{ هر ۵ میکرولیتر محلول اصلاح کننده کاری تهیه شده حاوی ۰/۰۶ میلی گرم نیترات منیزیم می باشد. }

۵-۵-۶ تهیه محلول های استاندارد

تمام محلول های استاندارد سرب باید در اسید نیتریک ۵ درصد و تقطیر شده زیر نقطه جوش تهیه گردد.

۱-۵-۵-۶ محلول ذخیره سرب :

یک گرم سرب خالص فلزی (تمیز شده در اسید نیتریک) را وزن و آنرا به یک بالن اندازه دار ۱۰۰ میلی لیتری منتقل کنید. سپس آن مقداری از مخلوط حجمی مساوی آب مقطر طبق بند (۶-۵-۲-۱) و اسید نیتریک طبق بند (۶-۵-۲-۳) حل و بعد با همان مخلوط به ۱۰۰ میلی لیتر این محلول (حاوی ۱۰/۰۰۰ میکروگرم یون سرب است). از این محلول، محلول های واسط را به شرح زیر تهیه کنید.

محلول واسط شماره یک :

یک میلی لیتر از محلول ذخیره طبق بند (۶-۵-۵-۱) بردارید و به یک بالن اندازه دار، ۱۰۰ میلی لیتری منتقل کنید و با اسید نیتریک ۵ درصد به حجم برسانید. هر میلی لیتر این محلول حاوی ۱۰۰ میکروگرم یون سرب است.

محلول واسط شماره دو :

در روز آزمایش ، ۱۰ میلی لیتر از محلول واسط شماره یک (حاوی ۱۰ میکروگرم یون سرب در میلی لیتر) بردارید و به یک بالن ۱۰۰ میلی لیتری منتقل کنید و با اسید نیتریک ۵ درصد به حجم برسانید . هر میلی لیتر این محلول حاوی ۱۰ میکروگرم یون سرب است .

محلول واسط شماره سه :

در روز آزمایش ، ۱۰ میلی لیتر از محلول واسط شماره دو بردارید و در یک بالن اندازه دار ۱۰۰ میلی لیتری بریزید و با محلول اسید نیتریک ۵ درصد به حجم برسانید و خوب به هم بزنید تا همگن شود. هر میلی لیتر از این محلول حاوی ۱۰ میکروگرم یون سرب در میلی لیتر) را بردارید و به بالن ۱۰۰ میلی لیتری منتقل کنید و با اسید نیتریک ۵ درصد به حجم برسانید هر میلی لیتر این محلول حاوی یک میکروگرم (۱۰۰۰ نانوگرم) یون سرب است .

محلولهای استاندارد کاری را به شرح زیر تهیه کنید .

۵ بالن اندازه دار ، ۵۰ میلی لیتری را با شماره های ۱، ۲، ۳، ۴، ۵ مشخص کنید . در ۴ بالن اول ، به ترتیب ۰/۵ ، ۱/۲۵ ، ۲/۵ و ۵ میلی لیتر از محلول استاندارد سرب (محلول واسط شماره ۳) که هر میلی لیتر آن ، حاوی ۱۰۰۰ نانوگرم یون سرب است بریزید . سپس به هر یک از آنها ۱۲/۵ میلی لیتر از محلول اصلاح کننده کاری طبق بند (۶-۵-۴-۱) بیفزائید و بعد با اسید نیتریک ۵ درصد به حجم برسانید . و بالن شماره ۵ که به بلانک (تهی نمونه) تخصیص داده شده ، محلول اصلاح کننده افزوده و بعد با اسید نیتریک ۵ درصد به حجم برسانید بدین ترتیب ۴ محلول استاندارد با غلظت های ۱۰، ۲۵، ۵۰، ۱۰۰ نانوگرم سرب در میلی لیتر و یک نمونه بلانک تهیه میشود .

۴-۵-۶ آماده کردن نمونه مورد آزمایش

یادآوری : عمل هضم نمونه باید در زیر هواکش آزمایشگاهی و استفاده از عینک ایمنی انجام شود .

۵ گرم از نمونه مورد آزمایش را به دقت توزین و آنرا در یک بالن اندازه دار ، ۱۰ میلی لیتری در مقداری آب مقطر بدون یون (۱۸ مگا اهم) حل کنید و حجم کل را با آب مقطر ، به ۱۰ میلی لیتر برسانید ۳ میلی لیتر از محلول فوق (معادل ۱/۵ گرم نمونه) را بردارید و به بالن هضم منتقل کنید . یک نمونه شاهد با استفاده از ۳ میلی لیتر از آب مقطر بدون یون (بجای نمونه) نیز تهیه کنید . به هر یک از دو بالن نمونه و نمونه تهی ، ۰/۷۵ میلی لیتر اسید نیتریک ۵ درصد طبق بند (۳-۲-۵-۶) اضافه کنید و آنها را تا دمای حدود ۹۰ تا ۹۵ درجه سلسیوس به آهستگی روی اجاق برقی حرارت دهید بگونه ای محتوای بالن به بیرون نپرد . اگر از (لوله های پلاستیکی استفاده می شود ، آنها را در حمام آب حرارت دهید) . دما را بگونه ای مناسب کنترل و از آن آگاهی یابید . حرارت دادن را ۲۰ تا ۳۰ دقیقه پس از متصاعد شدن بخارات قهوه ای رنگ ادامه دهید . بعد بالن ها را سرد کنید و ۰/۵ میلی لیتر هیدروژن پراکساید طبق بند (۵-۲-۵-۶) جداگانه و قطره قطره به محتوای هر یک از بالن ها اضافه کنید . مجدداً ۵ دقیقه در دمای ۹۰ تا ۹۵ درجه سلسیوس حرارت دهید و پس از سرکردن باردیگر ، ۰/۵ میلی لیتر هیدروژن پراکساید طبق بند (۵-۲-۵-۶) را قطره قطره به محتوای بالن ها اضافه کنید ، حرارت دهید و سر کنید . یکبار دیگر افزودن هیدروژن پراکساید ، حرارت دادن و سر کردن را تکرار کنید تا محتوای بالن ها کاملاً شفاف شوند نمونه مورد آزمایش و نمونه تهی را به بالن های اندازه دار ، ۱۰ میلی لیتری منتقل کنید و بطور جداگانه به هر یک ۲/۵ میلی لیتر از محلول اصلاح کننده کاری (۹+۱) طبق بند (۵-۶-۱-۴) بیفزائید و با اسید نیتریک ۵ درصد طبق بند (۳-۲-۵-۶) به حجم برسانید .

روش اجرای آزمون :

آزمون با دیتگاه طی مراحل زیر انجام میشود .

- ۱- خشک کردن نمونه در ۲۰۰ درجه سلسیوس با استفاده از صعود ۲۰ ثانیه ای و نگهداری ۳۰ ثانیه ای و سرعت جریان گاز آرگون به میزان ۳۰۰ میلی لیتر در دقیقه
- ۲- خاکستر کردن نمونه در ۷۵۰ درجه سلسیوس با استفاده از صعود ۴۰ ثانیه ای و نگهداری ۴۰ ثانیه ای
- ۳- اتم افشانی در دمای ۱۸۰۰ درجه سلسیوس با استفاده از صعود صفر ثانیه ای و نگهداری ۱۰ ثانیه ای در ضمن متوقف کردن جریان گاز آرگون.

یادآوری ۱: متناسب با نوع دستگاه و تجربه کارشناس، دمای اتم افشانی تعیین می شود، یعنی بهترین جواب ممکن است در ۱۵۰۰ یا ۱۶۰۰ درجه سلسیوس بدست آید .

یادآوری ۲: سرد کردن کوره در تمام مراحل بطور خودکار انجام میشود

یادآوری ۳: قبل از شروع آزمون دستگاه را بر طبق دستور سازنده محاسبه نمائید .
بوسیله نمونه بردار خودکار ، به ترتیب از محلول تهیه از استاندارد (بلانک) ، محلول های استاندارد از رقیق به غلیظ ، از هر یک ۲۰ میکرولیتر بدستگاه تزریق کنید .
پس از تزریق منحنی استاندارد بطور خودکار توسط دستگاه رسم می شود در دستگاه خودکار میزان سرب در کروماتوگرام بر حسب میکروگرم در میلی لیتر محلول تزریق شده محاسبه میشود . چنانچه دستگاهی بطور خودکار عمل نمیکند ، باید منحنی استاندارد را بر اساس غلظت (محور X) و جذب (محور Y) رسم نمائید . سپس با همان نمونه بردار خودکار به مقدار ۲۰ میکرولیتر از هر یک از محلول و نمونه بدستگاه تزریق کنید . اگر دستگاه بصورت خودکار عمل کند . جذب های خوانده شده مربوط به نمونه ها بر روی منحنی استاندارد رسم شده انتقال می یابد و میزان سرب نمونه ها را بر حسب نانوگرم در میلی لیتر محلول تزریق شده مورد آزمایش ثبت میکند در اینصورت باید با درنظر گرفتن

ضریب دقت و میزان نمونه برداشتی ، میزان سرب نمونه را برحسب میلی گرم در کیلوگرم تعیین کنید .

۶-۶ اندازه گیری در صد افت جرمی در اثر خشک کردن در دمای 100 ± 2 درجه

سلسیوس (رطوبت و مواد فرار) :

۱-۶-۶ ابزار کار :

(افزون بر ابزار معمول آزمایشگاه ، ابزار ویژه زیر نیز لازم است):

۱-۱-۶-۶ گرمخانه یا آون

۲-۱-۶-۶ دستگاه خشک کن آزمایشگاهی^۱ (که در اینجا به ذکر کلمه خشک کن اکتفا می شود)

۳-۱-۶-۶ ترازوی آزمایشگاهی با حساسیت ۰/۱ میلی گرم

۴-۱-۶-۶ شیشه توزین در دار کم عمق

۲-۶-۶ اساس کار :

تبخیر آب و مواد فرار آزمونه در دمای 100 ± 2 درجه سلسیوس ، توزین باقیمانده و محاسبه مواد تبخیر شده .

۳-۶-۶ روش کار :

قبل از انجام آزمایش نمونه را کاملاً مخلوط کنید ، اگر اندازه بلورها بزرگ میباشند نمونه را خرد کنید تا اندازه هر ذره حدود ۱-۲ میلی متر شود . سعی کنید عمل خرد کردن بسرعت انجام شود که از افزایش و کاهش رطوبت آن جلوگیری بعمل آید . شیشه توزین و در آنرا در کنار هم بمدت ۳۰ دقیقه در درجه حرارت 120 ± 2 درجه سلسیوس در گرمخانه قرار دهید تا به وزن ثابت برسند سپس در آنرا بگذارید و در خشک کن خنک و وزن کنید . حدود ۲ گرم از نمونه یکنواخت شده را در شیشه توزین خشک و پارسنگ شده بریزید ، در پوش را روی آن بگذارید و بکشید (وزن شیشه توزین + وزن آزمونه = m_1) سپس به آهستگی با تکان دادن ، نمونه را بطور یکنواخت در کف شیشه پخش کنید ، ستبرای نمونه نباید از ۵ میلی متر بیشتر باشد (برای موادی که دارای ذرات بزرگتر هستند این ستبرا نباید از ۱۰ میلی متر بیشتر شود) شیشه توزین حاوی نمونه را در گرمخانه قرار دهید ، در شیشه توزین را بردارید و در کنار آن بمدت ۱۶ ساعت در گرمخانه

1- desicator

دمای ۲+۱۲۰ درجه سلسیوس قرار دهید ، آنگاه در را روی شیشه توزین بگذارید و از گرمخانه خارج و در خشک کن خشک کن کنید و بکشید .

۴-۶-۶ در صدفات جرمی (رطوبت و مواد فرار) از بستگی زیر بدست می آید ::

$$m1-m2$$

$$= \frac{\quad}{m} \times 100 = \text{درصد افت جرمی}$$

$$m$$

که در آن :

$m1$ = وزن شیشه توزین و آزمون قبل از خشک شدن به گرم

$m2$ = وزن شیشه توزین و آزمون بعد از خشک شدن به گرم

m = وزن آزمون به گرم

۷-۶ تعیین pH

۱-۷-۶ وسایل لازم

۱-۱-۷-۶ ارلن میر

۲-۱-۷-۶ pH متر مناسب

۲-۷-۶ مواد لازم

۱-۲-۷-۶ مخلوط های بافر ۴/۰۱ و ۹/۱۸

۳-۷-۶ روش آزمون

۱۰ گرم نمونه را بدقت وزن کنید و در یک ارلن میر ۱۰۰ میلی لیتری تمیز بریزید و به آن ۹۰ میلی لیتر آب مقطر تازه جوشیده شده اضافه کرده و تکان دهید تا زمانیکه هیچ ذرت معلقی در آن نماند سپس نمونه را گرم کنید تا بخوش آید متناوباً تکان دهید تا حلالیت انجام شود . پس اجازه دهید سوسپانسیون به مدت ۱۰ دقیقه ثابت بماند .

لایه حل شده را جدا کرده سریعاً تا حد ۲۵° درجه سانتیگراد خشک کنید و بلافاصله pH محلول را با استفاده از محلولهای بافر ۴/۰۱ و ۹/۱۸ (جهت استاندارد کردن pH متر) اندازه گیری کنید .

۸-۶ اندازه گیری باقیمانده پس از سوختن (خاکستر سولفات)

۱-۸-۶ وسایل لازم :

۱-۱-۸-۶ ظرف توزین از جنس پلاتین یا جنس مناسب دیگر

۲-۱-۸-۶ کوره برقی قابل تنظیم و حفظ دما در 25 ± 800 درجه سلسیوس

۳-۱-۸-۶ خشکانه (دسیکاتور)

۴-۱-۸-۶ اجاق برقی

۲-۸-۶ مواد لازم

۱-۲-۸-۶ سولفوریک اسید ۲ نرمال

۳-۸-۶ روش اجرای آزمون

۲ گرم از آزمایش را بدقت وزن و آنرا به یک ظرف توزین (کپسول) که قبلاً وزن آنرا تعیین کرده اید . منتقل کنید . مقدار کافی سولفوریک اسید برای مرطوب کردن نمونه به آن بیفزائید و سپس ظرف حاوی نمونه را روی اجاق برقی به آهستگی حرارت دهید تا نمونه خشک و کاملاً زغال شود (بسوزد) سپس حرارت دادن را ادامه دهید تا تقریباً تمام کربن نمونه اکسید شود (سفید شود)

پس از آن ظرف و محتوای آن را بگذارید سرد شود . مجدداً باقیمانده در ظرف را با اسید سولفوریک (۰/۱ میلی لیتر سولفوریک اسید) مرطوب کنید و بهمان روشی که در بالا گفته شد حرارت دهید تا باقیمانده های نمونه و اسید اضافی تبخیر شوند . بعد ظرف را تا رسیدن به وزن ثابت در کوره با دمای 25 ± 800 درجه سلسیوس برای ۱۵ دقیقه یا اگر لازم بود مدت بیشتر بسوزانید ، سپس در دسیکاتور قرار داده تا سرد شود . پس از آن ظرف و محتوایش را وزن کنید .

۴-۸-۶ محاسبه

در صد وزنی خاکستر سولفات در نمونه از فرمول زیر بدست می آید .

$$\text{درصد وزنی خاکستر به گرم درصد گرم نمونه} = \frac{a-b}{W} \times 100$$

که در آن :

a = عبارتست از وزن کپسول و نمونه پس از حرارت دادن و سوزاندن در کوره به گرم

b = عبارتست از وزن ظرف توزین خالی به گرم

W = وزن آزمون

۷ بسته بندی

پودر لاکتوز خوراکی باید در بسته ای مجاز و مناسب برای مواد غذایی که مقاوم و نفوذ ناپذیر باشد . بگونه ای که کیفیت آنرا تا زمان مصرف حفظ نماید ، بسته بندی شود.

۸ نشانه گذاری

روی بسته های این فرآورده ، موارد زیر باید بطور واضح ، خوانا ، با جوهر پاک نشدنی و غیر سمی ، زبان فارسی یا زبان انگلیسی یا زبان مورد در خواست خریدار نوشته شده باشد .

نام و نوع فرآورده

نام و مشخصات تولید کننده ، صادر کننده ، وارد کننده

تاریخ ساخت

شماره سری ساخت

تاریخ سپری شدن قابلیت مصرف

شرایط نگهداری از بابت دما و دمه

وزن خالص در بسته به سیستم متری

