

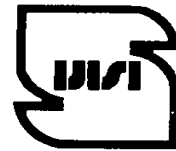


جمهوری اسلامی ایران

Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۱۱۸۷۶

چاپ اول

ISIRI

11876

1st. edition

شیر و شیر غلیظ بسته بندی شده در قوطی -  
تعیین مقدار قلع - روش طیف سنجی - روش  
آزمون

**Milk and canned evaporated milk-  
Determination of tin content - Spectrometric  
method - Test method**

ICS:67.100.10

## به نام خدا

### آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بندیک 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) را به عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف توسط کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه<sup>۱</sup>، 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، صادر کنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمانهای دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی برای مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرات 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 علاقمند و ذی صلاح با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی می شود و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می گردد. بدین ترتیب استانداردهایی ملی تلقی می شود که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که مؤسسه استاندارد تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)<sup>۱</sup>، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)<sup>۲</sup> و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)<sup>۳</sup> است و به عنوان تنها رابط<sup>۴</sup> کمیسیون کدکس غذایی (CAC)<sup>۵</sup> در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندیهای خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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. مؤسسه می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای 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) و وسایل سنجش، مؤسسه استاندارد این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) و وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این مؤسسه است.

\* مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

<sup>1</sup> – International Organization for Standardization

<sup>2</sup> – International Electrotechnical Commission

<sup>3</sup> – International Organization for Legal Metrology (Organization International de Metrologie Legal)

<sup>4</sup> – Contact Point

<sup>5</sup> – Codex Alimentarius Commission

## کمیسیون فنی تدوین استاندارد

" شیر و شیر غلیظ بسته بندی شده در قوطی - تعیین مقدار قلع - روش

طیف سنجی - روش آزمون "

### رئیس:

### سمت و / یا نمایندگی

علیزاده ، محمد

دانشکده کشاورزی - دانشگاه ارومیه

(دکترای صنایع غذایی)

### دبیر:

اسلامی فرد ، فریده

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان آذربایجان غربی

(لیسانس صنایع غذایی )

### اعضاء:(اسامی به ترتیب حروف الفبا)

امینی ، غلامرضا

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان آذربایجان غربی

(فوق لیسانس مدیریت دولتی)

اسلامی فرد ، جواد

نماینده جامعه مسئولین فنی استان آذربایجان غربی

(لیسانس صنایع غذایی )

پیراوی ونک ، زهرا

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

(فوق لیسانس صنایع غذایی )

جلیل زاده رضایی ، پیمان

شرکت تولیدی آفتاب ارومیه

(لیسانس علوم آزمایشگاهی دامپزشکی)

آزمایشگاه تحقیقاتی جهاد دانشگاهی واحد استان آذربایجان غربی	حسین زاده ، رضا (فوق لیسانس شیمی)
شرکت تولیدی فرآورده های لبنی اروم بنیان	خدادادی ، الناز (لیسانس صنایع غذایی )
معاونت غذا و دارو دانشگاه علوم پزشکی استان آذربایجان غربی	فهیمی ، سمیرا (لیسانس صنایع غذایی)
اداره کل دامپزشکی استان آذربایجان غربی	قنبرپور، فرامرز (لیسانس شیمی )
مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران	رشیدی ، لادن (فوق لیسانس شیمی - بیوتکنولوژی)
شرکت شیر پاستوریزه پگاه استان آذربایجان غربی	زرین پور ، رقیه (لیسانس شیمی )
مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران	شریعتی ، منیژه (لیسانس علوم تغذیه )
مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران	مصطفوی ، بیتا (لیسانس شیمی)
نماینده جامعه کنترل کیفیت استان آذربایجان غربی	ولی زاده ، مهناز (لیسانس صنایع غذایی)

## فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ج	آشنایی با موسسه استاندارد
د	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ز	پیش گفتار
۱	۱ هدف
۱	۲ دامنه کاربرد
۱	۳ مراجع الزامی
۲	۴ اصطلاحات و تعاریف
۳	۵ اصول آزمون
۳	۶ مواد و/ یا واکنشگرها
۵	۷ وسایل لازم
۷	۸ نمونه برداری
۷	۹ آماده سازی آزمایه
۸	۱۰ روش انجام آزمون
۱۱	۱۱ محاسبه و بیان نتایج
۱۲	۱۲ گزارش آزمون

## پیش گفتار

استاندارد " شیر و شیر غلیظ بسته بندی شده در قوطی - تعیین مقدار قلع - روش طیف سنجی - روش آزمون " که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران تهیه و تدوین شده و در هشتصد و بیست و هفتمین اجلاس کمیته ملی استاندارد خوراک و فرآورده های کشاورزی مورخ ۱۳۸۷/۱۲/۲۰ مورد تصویب قرار گرفته است ، اینک 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 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 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 استفاده کرد.

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

ISO/TS 9941 : 2005 / IDF 160 :2005 Milk and canned evaporated milk\_ Determination of tin content \_ Spectrometric method

شیر و شیر غلیظ بسته بندی شده در قوطی - تعیین مقدار قلع - روش طیف سنجی -

## روش آزمون

### ۱ هدف

هدف از تدوین این استاندارد ، تعیین مقدار قلع در شیر غلیظ بسته بندی شده در قوطی<sup>۱</sup> به روش طیف سنجی می باشد.

### ۲ دامنه کاربرد

این استاندارد برای تعیین مقدار قلع با حد تشخیص ۵mg/kg کاربرد دارد.

### ۳ 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 تجدیدنظرهای 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 :

۱-۳ استاندارد ملی ایران شماره ۳۲۶ : سال ۱۳۸۷ ، شیر و فرآورده های آن - راهنمای نمونه برداری

۲-۳ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۵۶ : سال ۱۳۸۲ ، شیر و فرآورده های آن - تعاریف و واژه ها

۳-۳ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ : سال ۱۳۸۱ ، آب مورد استفاده در آزمایشگاه تجزیه - ویژگیها و

روش های آزمون

- ۴-۳ استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۹ : سال ۱۳۵۸ ، انتخاب و تعداد نمونه شیر و فرآورده های آن
- ۵-۳ استاندارد ملی ایران شماره ۷۹۴۹ : سال ۱۳۸۴ ، شیر غلیظ قوطی شده - تعیین میزان قلع - روش طیف سنجی جذب اتمی کوره گرافیتی
- ۶-۳ استاندارد ملی ایران شماره ۱- ۷۴۴۲ : سال ۱۳۸۳ ، درستی (صحت و دقت) روشها و نتایج اندازه گیری - قسمت اول: تعاریف و اصول کلی
- ۷-۳ استاندارد ملی ایران شماره ۲- ۷۴۴۲ : سال ۱۳۸۴ ، درستی (صحت و دقت) روشها و نتایج اندازه گیری - قسمت دوم : روش پایه برای تعیین تکرار پذیری و تجدید پذیری روش اندازه گیری استاندارد

#### ۴ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد ، اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می رود:

۱-۴

بهر

مقدار مشخصی از محصول است که در یک نوبت و در شرایط یکسان تهیه و تولید می شود.

۲-۴

آزمایه<sup>۱</sup>

نمونه ای است که از بهر مورد نظر طبق ضوابط نمونه برداری ، استاندارد ملی ایران شماره ۳۲۶ : سال ۱۳۸۷ برای انجام آزمون تهیه می گردد .

۳-۴

آزمونه<sup>۲</sup>

مقدار معینی از آزمایه است که برای انجام آزمایش ، از آزمایه به طور وزنی برداشت می شود.

۴-۴

---

1 - Test sample

2 - Test portion



شیر غلیظ بسته بندی شده در قوطی

شیری است که پس از طی فرآیند های تغلیظ ( تبخیری یا غشایی ) ، با یا بدون افزودن شکر و سترون سازی در قوطی های سترون ، بسته بندی می شود.

یادآوری- سترون سازی ممکن است به دو روش سترون سازی قبل یا بعد از بسته بندی ، انجام شود.

۵-۴

#### میزان قلع

مقدار کسر جرمی موادی است که به روش تعیین شده در این استاندارد ملی اندازه گیری می شود .

یادآوری - میزان قلع برحسب میلی گرم در کیلوگرم نمونه بیان می شود.

#### ۵ اصول آزمون

ماده آلی توسط مخلوطی از نیتریک اسید و سولفوریک اسید ، معدنی می گردد. سپس آب ، کلریدریک اسید و محلول کربنات سدیم به آن اضافه می شود. یون های آهن سه ظرفیتی مزاحم توسط محلول تیواوره پوشش داده می شوند و قلع (۴ ظرفیتی) با کرسستین<sup>۱</sup> کمپلکس تشکیل می دهد. میزان جذب محلول زرد رنگ به روش طیف سنجی در طول موج حداکثر جذب (۴۳۷ نانومتر) اندازه گیری می شود.

#### ۶ مواد و/ یا واکنشگرها

فقط از واکنشگرهایی با درجه خلوص آزمایشگاهی مشخص استفاده کنید ، به غیر از محلول استاندارد قلع (طبق بند ۶-۱۱) ، همه مواد باید عاری از قلع باشند .

۱-۶ آب

---

1-Quercetin

آب دو بار تقطیر یا معادل آن از نوع درجه ۲ ( مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ : سال ۱۳۸۱).

۲-۶ اتانول<sup>۱</sup>، با کسر حجمی حدود ۹۶٪.

۳-۶ دی اتیل اتر<sup>۲</sup>

۴-۶ سولفوریک اسید ، غلیظ  $\rho_{20}(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1/84 \text{ g/ml}$

۵-۶ نیتریک اسید ، غلیظ  $\rho_{20}(\text{HNO}_3) = 1/42 \text{ g/ml}$

۶-۶ محلول پراکسید هیدروژن<sup>۳</sup>  $\rho_{20}(\text{H}_2\text{O}_2) = (1/099-1/103) \text{ g/ml}$

یادآوری - محلول پراکسید هیدروژن را در یخچال نگه داری کنید.

۷-۶ کلریدریک اسید ، رقیق با غلظت ۲/۵ مول بر لیتر

طرز تهیه: ۲۲۱ ml از کلریدریک اسید غلیظ ( $\rho_{20}(\text{H CL}) = \{(1/17-1/18)\text{g/ml}\}$ ) را با آب به حجم

۱۰۰۰ ml برسانید و به هم بزنید.

۸-۶ محلول کربنات سدیم  $c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 200 \text{ g/l}$

طرز تهیه: ۲۰۰ g از کربنات سدیم بدون آب را در آب حل کنید . با آب به حجم ۱۰۰۰ ml برسانید و به

هم بزنید.

۹-۶ محلول تیواوره<sup>۴</sup>  $c[\text{CS}(\text{NH}_2)_2] = 90 \text{ g/l}$

طرز تهیه: ۴۵ g از تیواوره را در آب حل کنید. با آب به حجم ۵۰۰ ml برسانید و به هم بزنید.

۱۰-۶ محلول کرسستین  $c(\text{C}_{15}\text{H}_{10}\text{O}_7) = 0/75 \text{ g/l}$

---

1 -  $\text{cH}_3\text{cH}_2\text{OH}$   
2 -  $[(\text{c}_2\text{H}_5)_2\text{O}]$   
3 -  $(\text{H}_2\text{O}_2)$   
4 - Thiourea solution

طرز تهیه: ۷۵۰ mg از کرسستین (۳ و ۳ و ۴ و ۵ و ۷- پنتاهیدروکسی فلاون) را در اتانول (طبق بند ۶-۲) حل کنید. سپس محلول را با اتانول (طبق بند ۶-۲) به حجم ۱۰۰۰ ml برسانید و به هم بزنید. محلول کرسستین را با کاغذ صافی صاف کنید .

یادآوری - محلول را باید در جای تاریک و حداکثر تا یک هفته نگه داری کنید.

۱۱-۶ محلول استاندارد قلع  $c(\text{Sn}) = 1000 \text{ g/l}$

یک محصول آماده تجاری که دقیقاً حاوی ۱۰۰۰ g قلع می باشد (قلع ۴ ظرفیتی تجاری با شماره تیترازول ۹۹۲۹ مناسب است) را با کلریدریک اسید (طبق بند ۶-۷) به حجم ۱۰۰۰ ml برسانید و به هم بزنید.

۱۲-۶ شیر با مقدار قلع کم ، مانند شیر تغلیظ شده یا شیر کامل پاستوریزه

۱۳-۶ محلول کلرید سدیم ، شامل نیم درصد کلرید سدیم (کسر جرمی)

## ۷ وسایل لازم

علاوه بر وسایل معمول آزمایشگاهی ، تجهیزات زیر مورد نیاز است :

یادآوری - وسایل شیشه ای تمیز ، شامل سنگ جوش ( شیشه ای یا کوارتز) (طبق بند ۷-۵) را در محلول نیتریک اسید ۱۰ درصد نگه دارید . قبل از استفاده وسایل شیشه ای و سنگ جوش را ۳ بار با آب مقطر و سپس ۳ بار با آب دو بار تقطیر شستشو بدهید . در صورت لزوم با اتانول (طبق بند ۶-۲) و دی اتیل اتر (طبق بند ۶-۳) به صورت متوالی شستشو بدهید و خشک کنید.

## ۱-۷ ترازوی آزمایشگاهی

با دقت نزدیک یک میلی گرم

#### ۲-۷ حمام آب

با قابلیت تنظیم در  $^{\circ}\text{C}$  (۲۰±۲) ،  $^{\circ}\text{C}$  (۴۰±۲) و  $^{\circ}\text{C}$  ۴۰ تا ۶۰

#### ۳-۷ شعله های گاز سوز میکرو

اجزاء سازنده مشعل و همچنین گرما دهنده های الکتریکی حاوی قلع نباشند.

#### ۴-۷ بالن کجدال<sup>۱</sup>

با ظرفیت تقریباً ۷۰ ml و اتصالات شیشه ای گرد (NS ۱۹ با درهای شیشه ای متناسب) که در قسمت پائینی گردن بالن با یک خط نشانه تا ۵۰ ml کالیبره شده است .

#### ۵-۷ سنگ جوش از جنس شیشه یا کوارتز

#### ۶-۷ بالن های حجمی

با حجم ۵۰ ml ، ۵۰۰ ml و ۱۰۰۰ ml

#### ۷-۷ پی پت های مدرج

با حجم یک میلی لیتر ، دو میلی لیتر ، پنج میلی لیتر و درجه بندی ۰/۱ میلی لیتر

#### ۸-۷ پی پت های حبابدار

با حجم سه میلی لیتر ، ۱۰ ml و ۲۰ ml

#### ۹-۷ میکروپی پت

---

1 - Mineralization flasks (kjeldahl flasks)

با حجم ۱۰ میکرولیتر، ۲۰ میکرو لیتر، ۵۰ میکرو لیتر، ۱۰۰ میکرو لیتر و ۱۵۰ میکرو لیتر

#### ۱۰-۷ طیف سنج

با قابلیت اندازه گیری جذب در ۴۳۷ نانومتر و مجهز به سل های شیشه ای یا کوارتز با طول مسیر نوری ۱۰ mm و درهای پلی تترافلورو اتیلن

#### ۸ نمونه برداری

نمونه برداری باید مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۳۲۶ : سال ۱۳۸۷، شیر و فرآورده های آن - راهنمای نمونه برداری انجام گیرد. در حین نمونه برداری باید از آلوده شدن آن به قلع جلوگیری کرد. جارهای شیشه ای نمونه برداری را در نیتریک اسید ۱۰ درصد نگه داری کنید. آنها را کاملاً شستشو دهید و قبل از استفاده خشک کنید .

#### ۹ آماده سازی آزمایش

۱-۹ قوطی را با وارونه کردن کامل و مداوم تکان دهید . از آلوده شدن آن به قلع جلوگیری کنید . در قوطی را باز کنید و محتویات آن را به آرامی داخل یک ظرف شیشه ای تمیز دیگر بریزید و با در پوش غیر قابل نفوذ به هوا ببندید و به شدت تکان دهید .

۲-۹ ظرف شیشه ای در بسته ( طبق بند ۹-۱) را در حمام آب (طبق بند ۷-۲) با دمای  $40^{\circ}\text{C}$  تا  $60^{\circ}\text{C}$  گرم کنید . هر ۱۵ دقیقه ظرف را از حمام خارج کنید و به شدت تکان دهید ، بعد از دو ساعت ظرف را برداشته و در حمام آب دیگری (طبق بند ۷-۲) تا  $20^{\circ}\text{C}$  سرد کنید . درپوش را بردارید و محتویات را به طور کامل با قاشقک به هم بزنید.

۳-۹ در صورت جدا شدن چربی ، نمی توان نتایج درستی بدست آورد .

## ۱۰ روش انجام آزمون

### ۱-۱۰ آزمون و پیش تیمار

g (۰/۱ ± ۰/۵) از آزمایش (طبق بند ۹-۲) را با دقت یک میلی گرم در بالن کج‌دال (طبق بند ۷-۴) وزن کنید . در حین چرخاندن نیم میلی لیتر آب و نیم میلی لیتر سولفوریک اسید غلیظ (طبق بند ۶-۴) و نیم میلی لیتر نیتریک اسید غلیظ (طبق بند ۶-۵) اضافه کنید .

احتیاط - در حین انجام آزمون از آلوده شدن به قلع جلوگیری کنید .

### ۲-۱۰ معدنی سازی<sup>۱</sup>

۱-۲-۱۰ سه عدد سنگ جوش شیشه ای (کوارتز) (طبق بند ۷-۵) به محتویات بالن کج‌دال (طبق بند ۷-۴) اضافه کنید . بالن را در دمای اتاق به مدت زمان ۳۰ دقیقه نگه دارید . در زیر هود با تهویه مناسب کار کنید . بالن را به صورت مایل نگه دارید و با دستگاه شعله گازسوز میکرو یا گرمکن الکتریکی (طبق بند ۷-۳) گرم کنید . تولید کف را با تنظیم شعله اجاق یا موقعیت منبع انرژی گرمکن الکتریکی کنترل کنید . کف کردن در حین جوشیدن و بالا آمدن تا گردن بالن باید به حدی باشد که هیچ کفی بیرون نریزد . بالن را در حال جوش نگه دارید . از حرارت دادن بیش از حد و موضعی خودداری کنید . قسمت‌های نزدیک به سطح مایع از بالن را به طور مستقیم حرارت ندهید . به بند ۱۰-۶ رجوع شود.

۲-۲-۱۰ زمانی که محلول شروع به قهوه ای شدن می کند ، با دقت سه تا پنج قطره نیتریک اسید (طبق بند ۶-۵) را به بالن کج‌دال اضافه کنید . از زغالی شدن جلوگیری نمائید ، زیرا ممکن است که باعث از بین رفتن قلع شود. بالن را گاهگاهی برای جداسازی مواد دیواره بالن بچرخانید . اگر محلول قهوه ای باقی بماند به حرارت دادن ادامه دهید و ۵ تا ۲۰ قطره نیتریک اسید (طبق بند ۶-۵) اضافه کنید تا کاملاً بی رنگ شود ، سپس به مدت زمان ۱۵ دقیقه به شدت حرارت دهید و تا رسیدن به دمای اتاق خنک کنید .

---

1-Mineralization

۳-۲-۱۰ در حال هم زدن دو میلی لیتر آب (طبق بند ۶-۱) و یک میلی لیتر محلول پراکسید هیدروژن را به محتویات بالن کجدال اضافه کنید. دوباره آن را گرم کنید تا بخارات سفید از بین برود. از اتلاف ناشی از تبخیر جلوگیری نمائید برای این منظور اجازه دهید تا بخارات سولفوریک اسید به گردن بالن جریان برگشتی پیدا کنند. اگر محلول زرد رنگ شد ، آن را تا دمای اتاق سرد کنید و دوباره نیم میلی لیتر محلول پراکسید هیدروژن (طبق بند ۶-۶) به آن اضافه کنید . بعد از شروع نشت بخارات سفید ، حرارت دادن را به مدت ۱۵ دقیقه دیگر ادامه دهید . دوباره آن را تا دمای اتاق سرد کنید . در این مرحله ، محلول باید به طور کامل بی رنگ شود .

### ۳-۱۰ ظهور رنگ

به آرامی ۱۰ ml آب (طبق بند ۶-۱) ، چهارو نیم میلی لیتر کلریدریک اسید (طبق بند ۶-۷) ، چهارو نیم میلی لیتر محلول کربنات سدیم (طبق بند ۶-۸) ، سه میلی لیتر محلول تیواوره (طبق بند ۶-۹) و ۲۰ ml محلول کرسستین (طبق بند ۶-۱۰) را به محلول خنک شده در بالن کجدال (طبق بند ۹-۲-۳) اضافه کنید و بعد از افزودن هر ماده به بالن آن را تکان دهید و سپس با اضافه کردن ۵۰ ml آب تا خط نشان محتویات بالن را رقیق کنید. بالن را در حمام آب (طبق بند ۷-۲) با دمای ۴۰ °C به مدت یک ساعت نگه دارید. بالن را در حمام آب (طبق بند ۷-۲) دیگری تا ۲۰ °C سرد کنید و دوباره با آب تا خط نشان ۵۰ ml برسانید و به مدت ۳۰ دقیقه در این دما نگه دارید .

### ۴-۱۰ آزمون شاهد

به طور همزمان با انجام آزمون بر روی آزمونه (طبق بندهای ۱-۱۰ و ۲-۱۰) یک آزمون شاهد را با استفاده از تمام واکنشگرها انجام دهید ، ولی به جای آزمونه (طبق بند ۱-۱۰) از نیم میلی لیتر آب (طبق بند ۶-۱) استفاده کنید. در مرحله معدنی سازی از همان مقدار نیتریک اسید (طبق بند ۶-۵) و محلول پراکسید هیدروژن (طبق بند ۶-۶) که برای معدنی سازی آزمونه به کار رفته ، استفاده کنید .

## ۱۰-۵ آماده سازی منحنی کالیبراسیون

۱-۵-۱۰ به داخل سری ۶ تایی بالن کج‌دال (طبق بند ۷-۴)، نیم گرم شیر تغلیظ شده یا یک گرم شیر کامل (طبق بند ۶-۱۲) با استفاده از میکروپی پت (طبق بند ۷-۹) به هر یک از بالن ها اضافه کنید. سپس مقادیر زیر از محلول استاندارد قلع (طبق بند ۶-۱۱) را به ترتیب ، به آن ها اضافه کنید : صفر میکرولیتر (عضو صفر) ، ۱۰ میکرولیتر ، ۲۰ میکرولیتر ، ۵۰ میکرولیتر ، ۱۰۰ میکرولیتر ، ۱۵۰ میکرولیتر . مقادیر پی پت به ترتیب مطابق با صفر میکروگرم ، ۱۰ میکروگرم ، ۲۰ میکروگرم ، ۵۰ میکروگرم ، ۱۰۰ میکروگرم از قلع می باشد سپس : نیم میلی لیتر آب ، نیم میلی لیتر سولفوریک اسید (طبق بند ۶-۴) و نیم میلی لیتر نیتریک اسید (طبق بند ۶-۵) را به هر یک از بالن ها اضافه کنید و بعد از هر بار افزودن به هم بزنید .

۲-۵-۱۰ معدنی سازی و ظهور رنگ را مطابق با بندهای ۱۰-۲ و ۱۰-۳ انجام دهید .

۳-۵-۱۰ از پی پت برای انتقال محلول به سل نوری ml ۱۰ طیف سنج (طبق بند ۷-۱۰) استفاده کنید. میزان جذب هر کدام از ۶ محلول استاندارد قلع را در مقایسه با جذب آب در طول موج ۴۳۷ نانومتر اندازه بگیرید . جذب عضو صفر را از جذب های به دست آمده برای ۵ محلول دیگر کم کنید.

۴-۵-۱۰ مقادیر جذب خالص بدست آمده را در مقایسه با مقادیر غلظت محلول های استاندارد قلع که به بالن کج‌دال اضافه شده ، ترسیم کنید. (طبق بند ۱۰-۵-۱) (ضریب جذب مولی ویژه به طور تقریبی  $3.38 \times 10^3 \text{ mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$  است). مناسب ترین خط مستقیم را از بین نقطه ها برای دستیابی به منحنی کالیبراسیون بکشید یا رگرسیون خطی را با استفاده از روش حداقل مربعات محاسبه کنید.

۵-۵-۱۰ منحنی کالیبراسیون بدست آمده با استفاده از این روش را به طور هفتگی کنترل کنید .

۶-۱۰ کنترل اتلاف قلع



به دلیل بالا بودن فرار یت تتراکلریدقلع (IV) ، اتلاف قلع در طی مرحله معدنی سازی می تواند اتفاق بیفتد. در صورت ایجاد شک ، پیشنهاد می شود که معدنی سازی را مطابق بند ۱۰-۵-۱۰ تا ۵-۵-۱۰ انجام دهید ، ولی به جای مقدار شیر به کار رفته (طبق بند ۶-۱۲) ، از یک میلی لیتر آب (طبق بند ۱۰-۵-۱) استفاده کنید و به موازات آن با یک میلی لیتر محلول کلرید سدیم (طبق بند ۶-۱۳) آزمون را انجام دهید . معدنی سازی صحیح زمانی است که هر دو منحنی کالیبراسیون برهم منطبق شوند .

#### ۷-۱۰ اندازه گیری طیف سنجی

از پی پت برای انتقال محلول آزمون (طبق بند ۱۰-۳) به سل نوری ۱۰ ml طیف سنجی (طبق بند ۷-۱۰) استفاده کنید . جذب محلول آزمون (طبق بند ۱۰-۳) و جذب آزمون شاهد (طبق بند ۱۰-۴) را در مقایسه با جذب آب در طول موج ۴۳۷ نانومتر اندازه گیری کنید . مقدار جذب بدست آمده برای آزمون شاهد را از مقدار بدست آمده برای آزمون کم کنید. برای خواندن مقادیر محتوای قلع از منحنی کالیبراسیون استفاده کنید یا مقدار قلع بدست آمده از رگراسیون خطی را با استفاده از روش حداقل مربعات محاسبه کنید .

#### ۸-۱۰ تعداد اندازه گیری ها

تمامی اندازه گیری ها را همزمان با آزمون شاهد (طبق بند ۱۰-۴) به صورت دوتایی انجام دهید .

#### ۱۱ محاسبه و بیان نتایج

##### ۱-۱۱ محاسبه

مقدار قلع نمونه ( $w$ ) را بر حسب میلی گرم در هر کیلوگرم مطابق فرمول شماره ۱ محاسبه کنید:

$$w = \frac{m_1}{m_0} \quad \text{فرمول ۱}$$

که در آن :

$m_0$  مقدار جرم آزمونه ، بر حسب گرم (طبق بند ۱۰-۱)؛

$m_1$  مقدار جرم قلع بدست آمده از منحنی کالیبراسیون ( یا رگرسیون خطی حاصل از روش حداقل مربعات) ، بر حسب میکروگرم (طبق بند ۱۰-۷).

## ۱۱-۲ بیان نتایج

نتایج آزمون را به صورت میانگین عددی بدست آمده تا یک رقم اعشار ثبت کنید.

## ۱۲ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید دارای آگاهی های زیر باشد :

۱-۱۲ تمام اطلاعات لازم برای شناسایی نمونه

۲-۱۲ روش نمونه برداری طبق استاندارد ملی ایران شماره ۳۲۶ : سال ۱۳۸۷ ، شیر و فرآورده های آن -

راهنمای نمونه برداری

۳-۱۲ تاریخ انجام آزمون

۴-۱۲ روش آزمون طبق این استاندارد ملی ایران

۵-۱۲ هر گونه شرایطی که به طور اختیاری انجام شده و در این استاندارد ذکر نشده و همچنین هرگونه

مشاهده غیر عادی در طول آزمون که ممکن است روی نتیجه آزمون موثر باشد ، ذکر گردد .

۶-۱۲ نتایج آزمون بدست آمده

۷-۱۲ نام و نام خانوادگی و امضاء آزمایش کننده

۸-۱۲ محل انجام آزمون