



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۹۶۲۸

چاپ اول

ISIRI

9628

1st.Edition

بسته‌بندی - بطری - تعیین استالدئید باقی‌مانده
در بطری پلی‌اتیلن ترفنالات با استفاده از روش
کروماتوگرافی گازی مویینه - روش آزمون

**Package - Bottle - Determination of residual
acetaldehyde in polyethylene terephthalate
bottle polymer using an automated static head -
Test method**

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 پیشنهادها 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.

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](mailto:Standard@isiri.or.ir)

بهاء ۲۵۰۰ 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](mailto:Standard@isiri.or.ir)
-  **Price:** 2500 RLS

فهرست مندرجات

صفحه

پیش‌گفتار.....	ب
۱ - هدف.....	۱
۲ - دامنه کاربرد.....	۱
۳ - مراجع الزامی.....	۱
۴ - اصول روش.....	۲
۵ - مواد لازم.....	۳
۶ - وسایل لازم.....	۳
۷ - کالیبراسیون و استانداردسازی.....	۴
۸ - آماده‌سازی آزمونه.....	۶
۹ - روش آزمون.....	۷
۱۰ - محاسبات.....	۹
۱۱ - گزارش.....	۹
۱۲ - دقت و خطا.....	۹
۱۳ - آماده‌سازی استانداردهای کالیبراسیون استالدنید.....	۱۲
پیوست (الف).....	۱۷
پیوست (ب).....	۱۸
پیوست (پ).....	۱۹
پیوست (ت).....	۲۰

کمیسیون استاندارد «بسته‌بندی – بطری – تعیین استالدئید باقی‌مانده در بطری
پلی‌اتیلن ترفنالات با استفاده از روش کروماتوگرافی گازی مویینه –
روش آزمون»

رئیس جلسه

معصومی، محسن

(دکتری مهندسی پلیمر)

سمت یا نمایندگی

استاد دانشگاه صنعتی امیرکبیر

اعضاء

ارومیه‌ای، عبدالرسول

(دکتری مهندسی پلیمر)

مدیر گروه پلاستیک پژوهشگاه پلیمر

حاتمی، سیده‌زینب

(فوق لیسانس علوم و صنایع غذایی)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی مازندران

حجازیان، سیدرضا

(فوق لیسانس بیوشیمی)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی مازندران

خامنه‌فر، آوید

(فوق لیسانس مهندسی پلیمر)

کارشناس پژوهشگاه پلیمر

رئیس‌ان، عبدالهادی

(فوق لیسانی مهندسی شیمی)

سرپرست فنی شرکت گسترش پتروشیمی

شهمیرزادی، خدیجه
(لیسانس مهندسی شیمی)

استاد دانشگاه جویبار

فاعلی، محمد
(دکتری مهندسی شیمی)

کارشناس استاندارد تهران

فتحی، محمدرضا
(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

کارشناس موسسه استاندارد ایران

فدوی، قاسم
(فوق لیسانس صنایع غذایی)

دییر

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی مازندران

سلیم بهرامی، سیده زهرا
(لیسانس شیمی کاربردی)

بسته‌بندی – بطری – تعیین استالدئید باقی‌مانده در بطری پلی‌اتیلن ترفتالات با

استفاده از روش کروماتوگرافی گازی مویینه – روش آزمون

۱ هدف

هدف از تدوین این استاندارد، ارائه روش اندازه‌گیری (استالدئید)^۱ باقی‌مانده موجود در هموپلیمرها و کوپلیمرهای پلی‌اتیلن ترفتالات^۲ مورد مصرف در بطری‌های نوشیدنی با استفاده از دستگاه کروماتوگرافی مویینه می‌باشد.

۲ دامنه کاربرد

این استاندارد در مورد دانه‌های آمورف جامد و نمونه‌های پیش‌فرم کاربرد دارد. یادآوری – برخلاف آزمون بطری، طبق بند ۳-۱ این استاندارد، آزمون استالدئید به ۲۴ ساعت زمان جذب، در ۲۳ درجه سلسیوس در داخل سیستم تعادل فازی بطری نیاز دارد، و بنابراین غلظت استالدئید فضای خالی بطری توسط یک روش کروماتوگرافی مشابه، تعیین می‌شود.

۳ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد به آنها ارجاع شده است بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد محسوب می‌شود. در مورد مراجع دارای تاریخ چاپ و یا تجدیدنظر، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی این مدارک موردنظر نیست. معه‌ذا بهتر است

1 – Acetaldehyd (AA)

2 – Poly ethylen ter fetalat (PET)

کاربران ذینفع این استاندارد امکان کاربرد آخرین اصلاحیه ها و تجدیدنظرهاى مدارک الزامی زیر را مورد بررسی قرار دهند. در مورد مراجع بدون تاریخ چاپ و/ یا تجدیدنظر، آخرین چاپ و/یا تجدیدنظر آن مدارک الزامی ارجاع داده شده که موردنظر است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربران این استاندارد الزامی است:

3-1 ASTM D 4509 . Test method for determining the 24 Hour Gas (AIR) space Acetaldehyde content of Freshly Blown PET.

3-2 ASTM E 691 .

۴ اصول روش

۴-۱ اندازه مشخصی از نمونه دانه شده (۸۰۰-۱۰۰۰ میکرون)، در داخل شیشه نمونه گیر^۱ ۲۰ میلی لیتری دستگاه تعیین فضای خالی^۲ وزن شده، آب بندی شده، و سپس به مدت ۶۰ دقیقه در دمای ۱۵۰ درجه سلسیوس حرارت داده می شود. گاز متصاعد شده در بالای نمونه آب بندی شده پلیمر پلی اتیلن ترفتالات به ستون، یک گاز کروماتوگرافی موئینه تزریق می شود. استالدئید جدا شده و مقدار آن برحسب قسمت در میلیون^۳ محاسبه می گردد.

یادآوری ۱ - از این روش آزمایش به عنوان یک ابزار کنترل کیفیت برای عملیات قالب گیری یا سنتز استفاده می شود. استالدئید یک محصول فرار حاصل از تخریب است که در حین فرآیند ذوب پلی اتیلن ترفتالات به دست می آید. بنابراین به تدریج در دیواره های جانبی محصول قالب گیری شده حبس می شود و به تدریج به درون محتویات داخل ظرف جذب می شود. استالدئید در برخی از مواد خوراکی و نوشیدنی ایجاد طعم نامطلوب می نماید؛ بنابراین آگاهی از غلظت آن در محصولات از جنس پلی اتیلن ترفتالات که در تماس با مواد غذایی هستند، مهم است.

یادآوری ۲ - شرایط جذب در ۱۵۰ درجه سلسیوس و ۶۰ دقیقه به گونه‌ای است که استالدئید به دست آمده طی فرآیند جذب قابل اندازه‌گیری نمی‌باشد.

۵ مواد لازم

۱-۵ استالدئید؛ (۵۰۰ قسمت در میلیون استالدئید در آب یا ۱۰۰۰ قسمت در میلیون با استاندارد مشخص)

۲-۵ نیتروژن مایع؛ (گونه کارخانه‌ای R-۳ ، S-۳)

۶ وسایل لازم

۱-۶ دستگاه کروماتوگرافی گازی با ستون موئینه

۲-۶ یکنواخت کننده

۳-۶ نمونه گیر فضای خالی بطری

۴-۶ ستون موئین، ۳۰ متر با قطر داخلی ۵۳ میلی‌متر

۵-۶ شیشه‌های نمونه‌گیر، ۲۰ میلی‌متری، دستگاه headspace ، با ۲۰ میلی‌متر سپتا،

۲۰ میلی‌متر در پوش آلومینیومی، و کریمپر برای درپوش‌های ۲۰ میلی‌متری

۶-۶ کریمپر، ۲۰ میلی‌متری

۷-۶ دیکریمپر، ۲۰ میلی‌متری

۸-۶ آسیاب وایلی، مجهز به توری ۸۰۰-۱۰۰۰ میکرون یا مشابه آن

۹-۶ سرنگ کالیبره، با گواهی کالیبراسیون

۱۰-۶ جاروبرقی کوچک، با شلنگ متصل برای تمیزکاری

۱۱-۶ ترازو با دقت ± 0.0001 گرم

۱۲-۶ چکش

یادآوری ۱ - منابع خطا در این روش شامل موارد ذیل است:

- اگر نسبت جرم نمونه (بر حسب میلی گرم) به حجم فضای خالی شیشه نمونه گیر بر حسب میلی لیتر بیشتر از ۱۰ باشد، خطا وجود دارد.

- استالدئید بسیار فرار است و در هنگام کار باید احتیاط کرد تا از اتلاف نمونه در حین روال کالیبراسیون جلوگیری شود. ذخیره کردن شیشه های نمونه در یخچال به منظور حداقل کردن خطای ناشی از فرار است الزامی است.

- نقص در آب بندی کامل فضای خالی شیشه نمونه گیر باعث از دست رفتن استالدئید طی مراحل ذخیره سازی و جذب می شود؛ که این امر منجر به اشتباه می شود.

- نقص در خرد کردن نمونه به اندازه مناسب، به دلیل افزایش زمان جذب، منجر به تعیین مقداری اشتباه برای استالدئید باقی مانده می شود.

- عدم نگهداری نمونه های جمع آوری شده برای اندازه گیری استالدئید در فریزر تا زمان آزمون منجر به نتایجی کمتر از مقادیر مورد انتظار می شود.

- خرد کردن بیش از حد نمونه ها، منجر به ایجاد استالدئید باقی مانده می شود. خرد کردن بیش از حد منجر به ذوب شدن پلیمر و تولید استالدئید می شود. نمونه هایی که به خوبی در نیتروژن مایع خنک شده اند باید تنها در مدت ۳۰ ثانیه یا کمتر خرد شود.

۷ کالیبراسیون و استاندارد سازی

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

۱-۷ آمپول حاوی استالدئید استاندارد باز شود یا استالدئید استاندارد توسط روش

ارائه شده در بند ۱۳ تهیه شود.

- ۲-۷ با قرار دادن نوک سرنگ آن در مایع استاندارد و چندبار حرکت سریع پیستون به طرف بالا و پایین حباب‌ها را از بین ببرید. سپس پیستون به عقب کشیده شود تا ابتدا به علامت ۲/۰۰۰ میکرولیتر، سپس به ۲/۲۰۰ میکرولیتر و سرانجام به ۲/۲۵۰ میکرولیتر برسد.
- ۳-۷ سوزن سرنگ با دستمال پاک شود.
- ۴-۷ پیستون را فشار دهید تا عدد ۲/۰۰۰ میکرولیتر به صورت دیجیتالی خوانده شود.
- ۵-۷ قسمت بیرونی فضای خالی شیشه نمونه‌گیر با مایع اضافی روی نوک سرنگ آغشته شود.
- ۶-۷ سرنگ درون شیشه نمونه‌گیر طوری قرار گیرد که نوک آن با ته شیشه در تماس باشد.
- ۷-۷ مایع استاندارد به سرعت تزریق شود و سر سرنگ در داخل شیشه نمونه‌گیر طوری چرخانده شود که تمام دیواره‌های شیشه با مایع آغشته شود.
- ۸-۷ سرنگ برداشته شده و بلافاصله درپوش شیشه نمونه‌گیر گذاشته شود.
- ۹-۷ وزن استالدئید بر مبنای مقدار استاندارد و حجم تزریق شده ۲/۰۰۰ میکرولیتر محاسبه شود.
- یادآوری ۲ - استالدئید بسیار فرار است. آمپول‌های استالدئید باید در یخچال نگهداری شوند و استانداردها باید بلافاصله پس از باز کردن آمپول آماده شوند.
- ۱۰-۷ استاندارد کار به وسیله روش شرح داده شده در بند ۱۳، تحلیل شود.
- ۱۱-۷ ضریب پاسخ استالدئید برای استاندارد را از طریق معادله زیر محاسبه کنید.
- سطح زیر پیک / وزن استالدئید بر حسب میکروگرم = ضریب پاسخ استالدئید

یادآوری ۳ - باتوجه به خطای همراه با استاندارد، بند ۷-۱ تا ۷-۱۱، باید ۵ مرتبه با استفاده از ۵ آمپول استاندارد متفاوت انجام شوند.

۷-۱۲ میانگین ۵ ضریب پاسخ به دست آمده برای تحلیل نمونه استفاده شود.

۷-۱۳ ضریب پاسخ محاسبه شده به صورت دستی در فهرست کالیبراسیون یکپارچه ساز یا سیستم داده ها وارد شود.

یادآوری ۴ - در حین تحلیل های نمونه، بازرسی دوره های کارایی دستگاه، از طریق قرارداد چند نمونه مایع استاندارد در مجموعه نمونه ها، توصیه می شود. اگر این مقادیر خارج از محدوده قابل قبول مشخص شده قرار گرفت، کالیبراسیون مجدد باید انجام شود.

۸ آماده سازی آزمون

۸-۱ پاریسون ها یا پیش فرم ها یا پلاک ها را می توان کلاً با روش سرمازایی آسیاب کرد، یا با چکش و با استفاده از نیتروژن مایع نمونه را به قطعات کوچک تقسیم نموده و سپس به کمک آسیاب غلتکی مجهز به توری با مش ۲۰ یا اندازه ۸۵۰ میکرومتر، آن ها را ریز نمود. خرده ها قبل از نمونه گیری برای استالدئید باید یکنواخت باشند. اگر روی آسیاب غلتکی توری در اندازه مناسب موجود نباشد، پیشنهاد می شود نمونه روی یک غلتک بزرگ به قطعات ۶-۳ میلیمتری خرد شده و نمونه کاملاً یکنواخت گردد. سپس بخشی از نمونه به یک غلتک کوچکتر مجهز به توری با مش ۲۰ یا اندازه ۸۵۰ میکرومتر منتقل شده و دوباره آسیاب شود. باز هم نمونه نهایی باید یکنواخت گردد.

۸-۲ دانه ها می توانند در یک آسیاب غلتکی کوچک با استفاده از نیتروژن مایع، خرد شوند. نمونه نهایی باید، قبل از نمونه برداری برای تحلیل، یکنواخت گردد.

یادآوری - نمونه‌ها (به صورت پیش فرم یا پلاک یا با دانه) باید به مدت چند دقیقه در نیتروژن مایع سرد شوند تا زمانی که جوشیدن نیتروژن مایع متوقف شود، سپس بلافاصله داخل مخلوط‌کن ریخته شوند. نمونه باید ظرف مدت ۲۰ تا ۳۰ ثانیه در مخلوط‌کن، آسیاب شود، زیرا در غیر این صورت، نمونه گرم خواهد شد.

۹ روش آزمون

۱-۹ کروماتوگراف گازی با شرایط مشخص شده در پیوست الف تنظیم شود. نمونه گیر فضای خالی با شرایط پیوست ب تنظیم شود. یکپارچه ساز مجموعه‌ها با شرایط پیوست پ تطبیق یابد.

۲-۹ تحلیل نمونه

- ۱-۲-۹ تا ۳ دانه پلیمری (یا پیش فرم خرد شده) را در یک فلاسک کوچک قرار دهید.
- ۲-۲-۹ پلیمر را با ۲۰ تا ۴۰ میلی‌لیتر نیتروژن مایع بپوشانید.
- ۳-۲-۹ پلیمر را تقریباً ۳ دقیقه تحت نیتروژن مایع سرد کنید. (یا تا زمانی که بیشتر نیتروژن مایع تبخیر شده باشد).
- ۴-۲-۹ آسیاب وایلی، مجهز به توری با اندازه ۸۰۰ تا ۱۰۰۰ میکرومتر را، روشن کنید.
- ۵-۲-۹ نیتروژن مایع باقی‌مانده و به دنبال آن نمونه پلیمر سرد شده را به آرامی از فلاسک به داخل آسیاب غلتکی وایلی بریزد (ممکن است ضربه زدن به نمونه لازم باشد).
- ۶-۲-۹ پلیمر خرد شده را در یک ظرف شیشه‌ای یا یک پاکت کوچک جمع‌آوری نمایید.
- ۷-۲-۹ پس از خاموش کردن آسیاب وایلی را، با یک جاروبرقی تمیز کنید.
- ۸-۲-۹ اجازه دهید تا نمونه پلیمری خرد شده به دمای اتاق برسد (تقریباً ۱۰ دقیقه).

۹-۲-۹ حداکثر تا (± 0.0200) ۰/۲۰۰۰ گرم، در داخل فضای خالی شیشه نمونه‌گیر

۲۰ میلی‌لیتری وزن کنید (در گزارش، ارقام تا ۰/۰۰۰۱ گرم قید نمایید).

۱۰-۲-۹ یک واشر (با دیواره‌ای از جنس فلوروکربن^۱ - به سمت پایین و داخل شیشه

نمونه‌گیر) بر روی شیشه نمونه‌گیر قرار دهید. درپوش آلومینیومی در بالای واشر قرار گرفته و با کریمپر تا حدی محکم کنید که درپوش نتواند بچرخد. قسمت مرکزی درپوش آلومینیومی (در صورت وجود) را بردارید.

۱۱-۲-۹ شیشه نمونه‌گیر در مکان مناسبی داخل فضای خالی قرار داده شود.

۱۲-۲-۹ کلید "Vial Parameter" دستگاه را فشار دهید و مکان‌های شروع و توقف شیشه نمونه‌گیری را مشخص کنید.

۱۳-۲-۹ دکمه استارت دستگاه فشار داده شود.

۱۴-۲-۹ نمونه را در فضای خالی نمونه‌گیر به مدت ۶۰ دقیقه در دمای ۱۵۰ درجه سلسیوس حرارت دهید. سپس به طور خودکار گاز فضای خالی تزریق شده و گروماتوگراف گازی و یکپارچه ساز را راه‌اندازی نمایید.

۱۵-۲-۹ گزارش نهایی وقتی که کار گاز کروماتوگرافی به اتمام رسید روی یکپارچه‌ساز H-۶۸۹۰P یا سیستم داده‌ها ظاهر می‌شود. این گزارش نشان‌دهنده میزان استالدئید برحسب میکروگرم می‌باشد.

۱۶-۲-۹ برای تعیین غلظت استالدئید (برحسب قسمت در میلیون) در نمونه پلیمری، میزان استالدئید برحسب میکروگرم (گزارش شده در بند ۹-۲-۱۵) تقسیم بر وزن نمونه داخل شیشه نمونه‌گیر می‌شود. (گزارش شده برحسب گرم در بند ۹-۲-۹).

1 – Fluoro carbon (TEF)

۱۰ محاسبات

۱-۱۰ ضریب پاسخ استالدئید

ضریب پاسخ استالدئید مطابق آنچه که در بندهای ۷-۱۱ و ۷-۱۲ شرح داده شد، محاسبه می‌شود. مقدار استالدئید برحسب قسمت در میلیون می‌تواند به صورت دستی از طریق ضرب کردن ضریب پاسخ در مساحت پیک استالدئید محاسبه شده و سپس این عدد بر وزن نمونه در شیشه نمونه‌گیر (به گرم) تقسیم شود.

۱۱ گزارش

۱-۱۱ میزان استالدئید بر حسب قسمت در میلیون تا دو رقم اعشار گزارش شود.

۱۲ دقت و خطا

۱-۱۲ اطلاعات زیر از کار تکمیل شده توسط کمیته فرعی مرتبط با استاندارد

سازی روش تعیین باقیمانده استالدئید در پلی اتیلن ترفتالات، که زیرمجموعه انجمن بین‌المللی متخصصین فناوری نوشیدنی‌ها^۱ می‌باشد، اخذ شده است.

۲-۱۲ تعداد آزمایشگاه‌ها، مواد و تشخیص‌ها در این تحقیق با حداقل الزامات

برای تعیین دقت مطابق با استاندارد E۶۹۱، تطبیق دارد. گزارشی کامل از این تحقیق در پرونده‌ای در اداره مرکزی ASTM موجود است.

۳-۱۲ این کار تحقیقاتی با داشتن یک قالب پیش فرم آزمایشگاهی پلی اتیلن ترفتالات روی یک ماشین قالب گیری تزریقی ۴۸ محفظه‌ای و انتخاب هر ۶ محفظه به عنوان یک مجموعه نمونه انجام گرفته است. اگرچه این پیش‌فرم‌ها همه از یک نمونه (پلی اتیلن ترفتالات از نظر مواد) به دست می‌آیند، هر محفظه دارای مقدار استالدئید منحصر به فردی است؛ و بنابراین، با آن به صورت ۶ ماده مختلف برخورد می‌شود. همچنین، دو نوع متفاوت دقت و خطا محاسبه می‌شود؛ که یکی بر مبنای استفاده هر آزمایشگاه از محلول استاندارد کالیبراسیون خودش و دیگری بر مبنای استفاده از آزمایشگاه از یک استاندارد کالیبراسیون عمومی می‌باشد.

جدول یک - مطالعه استاندارد E۶۹۱

حد اقل		
۶	۶	آزمایشگاه‌ها
۴	۶	مواد
۲	۳	تشخیص‌ها

۴-۱۲ دقت و خطا بر مبنای استفاده هر آزمایشگاه از استاندارد کالیبراسیون خود - دقت که با قابلیت تکرارپذیری، r و Sr ، و باز تولید، R و SR ، شناخته می‌شود، برای مواد به صورت زیر مشخص می‌شود:

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

۱-۴-۱۲ چون مواد استفاده شده در این تحقیق تماماً از یک نوع ماده خاص پلی اتیلن ترفتالات هستند، ولی مقادیر استالدئید آن‌ها متفاوت است. (زیرا از محفظه‌های متفاوتی هستند)، لذا داشتن مجموعه‌ای از مقادیر دقت بهتر از این است که هر حفره یک مقدار دقت داشته

باشد. این کار را می‌توان با به توان دو رساندن هر Sr و SR و سپس میانگین‌گیری از هر Sr^2 و SR^2 و سرانجام گرفتن ریشه دوم آن‌ها انجام داد.

Sr	SR	r	R
۰/۳۴۶۶	۰/۷۳۳۵	۰/۹۷۰۵	۲/۰۵۳۸

۱۲-۱-۴-۱ انحراف معیار $Sr - (Sr)$ ریشه دوم میانگین واریانس درون آزمایشگاهی است.

۱۲-۱-۴-۲ انحراف معیار $SR - (SR)$ ریشه دوم مجموع واریانس درون آزمایشگاهی و واریانس بین آزمایشگاهی وسایل آزمایشگاهی است.

۱۲-۱-۴-۳ قابلیت تکرارپذیری $r -$ بازه‌ای است که بزرگترین میزان اختلاف بین ۲ نتیجه آزمایش را برای یک ماده، که توسط یک اپراتور با استفاده از یک دستگاه در یک روز و در یک آزمایشگاه به دست آمده است، نشان می‌دهد. اختلاف‌های بیشتر r نشان می‌دهد که گوناگونی بیش از حد مورد انتظار وجود دارد.

۱۲-۱-۴-۴ باز تولید $R -$ بازه‌ای 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 به دست آمده است، را نشان می‌دهد. اختلاف‌های بزرگتر از R نشان می‌دهد که گوناگونی بیشتر از حد مورد انتظار وجود دارد.

۱۲-۵ دقت و خطا بر مبنای استفاده آزمایشگاه از یک استاندارد کالیبراسیون عمومی -

دقت که با قابلیت تکرارپذیری، Sr و r ، و بازه تولید، SR و R ، شناخته می‌شود، برای مواد به صورت زیر مشخص می‌شود:

مواد	میانگین	Sr	SR	r	R
A	۵/۴۲	۰/۱۸۴۹	۰/۴۱۲۸	۰/۵۱۷۸	۱/۱۵۹۶
B	۶/۴۷	۰/۴۱۲۳	۰/۶۴۳۸	۱/۱۵۴۵	۱/۸۰۲۶
C	۶/۵۹	۰/۲۷۰۳	۰/۵۰۲۰	۰/۷۵۶۷	۱/۴۰۵۷
D	۷/۴۵	۰/۳۱۱۳	۰/۶۳۳۳	۰/۸۷۱۶	۱/۷۷۳۲

۱/۶۰۹۰	۱/۱۲۴۰	۰/۵۷۴۷	۰/۴۰۱۴	۷/۲۶	E
۱/۴۲۳۷	۱/۰۷۹۲	۰/۵۰۸۵	۰/۳۸۵۴	۶/۱۰	F

۱۲-۵-۱ چون مواد استفاده شده در این تحقیق تماماً از یک نوع ماده خاص پلی اتیلن ترفتالات هستند، ولی مقادیر استالدئید آن‌ها متفاوت است. (زیرا از محفظه‌های متفاوتی هستند)، لذا داشتن مجموعه‌ای از مقادیر دقت بهتر از این است که هر حفره یک مقدار دقت داشته باشد. این کار را می‌توان با به توان دو رساندن هر Sr و SR و سپس میانگین‌گیری از هر Sr^2 و SR^2 و سرانجام گرفتن ریشه دوم آن‌ها انجام داد.

Sr	SR	r	R
۰/۳۳۷۶	۰/۵۵۱۸	۰/۹۴۵۳	۱/۵۴۵۰

۱۲-۶ خطا - هیچ پلیمر استاندارد 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 عمومی استفاده می‌کنند، هیچ خطای آزمایشگاهی را بین آزمایشگاه‌ها یا بین میانگین تمام آزمایشگاه‌ها و مقدار شناخته شده نشان نمی‌دهد.

۱۳ آماده‌سازی استانداردهای کالیبراسیون استالدئید

۱۳-۱ معرفی

۱۳-۱-۱ استانداردهای کالیبراسیون استالدئید برای کالیبره کردن کروماتوگراف گازی به منظور تعیین استالدئید موجود در پیش‌فرم‌های پلی اتیلن ترفتالات، که در صنعت غذا و نوشیدنی استفاده می‌شوند، به کار می‌رود.

۱۳-۲ مواد

۱۳-۲-۱ مواد لازم برای استانداردهای کالیبراسیون استالدئید به شرح زیر است:

۱۳-۲-۱-۱ آب مقطر

فلاسک حجم سنجی از نوع ۱ لیتری	۲-۱-۲-۱۳
سیلون CT	۳-۱-۲-۱۳
استالدئید	۴-۱-۲-۱۳
سرنگ (۱ میلی لیتری)	۵-۱-۲-۱۳
درپوش های کهربایی (۴ میلی لیتر)	۶-۱-۲-۱۳
درپوش های سوراخ دار و واشری با وجهی از جنس فلوروکربن - TFE	۷-۱-۲-۱۳
سینی شیشه ای	۸-۱-۲-۱۳
ترازو (با دقت ۱ میلی گرم)	۹-۱-۲-۱۳
یخچال ، تنظیم شده در دمای ۴ درجه سلسیوس	۱۰-۱-۲-۱۳
نصب و راه اندازی	۳-۱۳

۱۳-۳-۱ از آب مقطری استفاده شود که در ظرفی به غیر از ظرف پلی اتیلن ترفتالات نگهداری می شود (مانند بطری های پلی اتیلن با چگالی بالا یا بطری های پلی وینیل کلرید)

۱۳-۳-۲ اگر این اولین باری است که از فلاسک حجم سنجی ۱ لیتری استفاده می شود و یا اینکه فلاسک برای چیزی غیر از استالدئید به کار رفته است، بند ۱۳-۳-۳ انجام شود. اگر فلاسک قبلاً هم برای آماده سازی محلول استالدئید استفاده شده، بند ۱۳-۳-۴ را انجام دهید.

۱۳-۳-۳ فلاسک باید غیرفعال شود که با سیلون CT یا مشابه آن انجام می گیرد.

۱۳-۳-۴ از آب مقطر شرح داده شده در بند ۱۳-۳-۱ استفاده شود، فلاسک ۱ لیتری غیرفعال یا قبلاً استفاده شده، به منظور پرکردن خط با استفاده از سطح هلالی پر کنید.

۱۳-۳-۵ فلاسک را در یخچال قرار داده و تا تقریباً ۴ درجه سلسیوس خنک کنید.

۱۳-۳-۶ مواردی از قبیل استالدئید، سرنگ ۱ میلی لیتر، جعبه‌ای از شیشه‌های باز نشده کهربایی ۴ میلی لیتری و سینی شیشه‌ای نیز باید در یخچال در دمای تقریبی ۴ درجه سلسیوس قرار داده شود.

۱۳-۳-۷ درپوش‌ها، از طریق قرار دادن واشری با وجهی از جنس فلوروکربن در کلاهک‌های آلومینیومی دارای سوراخ، آماده‌سازی شوند. اطمینان حاصل نمایید که وجه از جنس فلوروکربن به سمت داخل است، به طوری که بین واشر لاستیکی و شیشه نمونه‌گیر قرار گیرد. دقت کنید که درپوش‌ها نباید داخل یخچال قرار گیرند.

۱۳-۴ شیوه کار

۱۳-۴-۱ استالدئید، سرنگ و فلاسک ۱ لیتری را برداشته و در کنار ترازو قرار دهید.

۱۳-۴-۲ سرنگ را با استالدئید پر کنید. سرنگ را از بالای آن در دست نگه دارید و دقت کنید که به بدنه سرنگ دست زده نشود، زیرا باعث افزایش دمای آن می‌شود. سرنگ را روی ترازو قرار داده و وزن سرنگ خالی را محاسبه کنید.

۱۳-۴-۳ مانع شیشه‌ای را از روی فلاسک 1-L برداشته و سپس نوک سرنگ را در آب فرو برده و استالدئید را تخلیه کنید. با خارج کردن سرنگ و زدن آن به دیواره داخلی فلاسک، سعی کنید تا همه قطرات داخل سرنگ خارج شود. دوباره درپوش فلاسک را گذاشته و سرنگ خالی را فوراً وزن کرده و وزن از دست رفته را ثبت نمایید.

۱۳-۴-۴ با وارونه کردن فلاسک و حداقل ۱۰ بار تکان دادن، از اختلاط مناسب استالدئید اطمینان حاصل نمایید.

۱۳-۴-۵ سینی شیشه‌ای و جعبه شیشه‌های نمونه‌گیر را از یخچال بیرون بیاورید. بیش از ۱۰ شیشه نمونه‌گیر در سینی قرار دهید. هدف از سینی، جلوگیری از ریختن مواد اضافه‌ای است که هنگام پرکردن شیشه‌های نمونه‌گیر سرریز می‌شود.

۱۳-۴-۶ با استفاده از محلول استالدئید ۱ لیتری، با برداشتن مانع شیشه‌های نمونه‌گیر تا بالای لبه پر کنید. سپس مانع را در جای خود قرار دهید.

۱۳-۴-۷ با درپوش‌های آماده شده در بند ۱۳-۳-۷ همه شیشه‌های نمونه‌گیر را بپوشانید شوند. انجام سریع بندهای ۱۳-۴-۶ و ۱۳-۴-۷ به منظور جلوگیری از اتلاف استالدئید مهم است.

۱۳-۴-۸ بندهای ۱۳-۴-۶ و ۱۳-۴-۷ را آنقدر تکرار کنید تا تعداد کافی از شیشه‌های نمونه‌گیر پر شده باشد، به صورت همزمان بیش از ۱۰ شیشه نمونه‌گیری پر نشود.

۱۳-۴-۹ برای هر ۵ شیشه نمونه‌گیری آماده شده، یک شیشه نمونه‌گیری کنترل کننده حاوی آب مقطر آماده شود. این کار می‌تواند در دمای اتاق انجام شود. این کار باید بعد از تکمیل بندهای ۱۳-۵-۱ و ۱۳-۵-۳ صورت بگیرد تا از برچسب‌گذاری اشتباه جلوگیری شود.

۱۳-۴-۱۰ به منظور اطمینان از عدم وجود حباب‌های هوا، تمام شیشه‌های نمونه‌گیری کنترل شود (شیشه‌های نمونه‌گیر حاوی حباب هوا کنار گذاشته شود).

۱۳-۵ برچسب‌گذاری

۱۳-۵-۱ برچسب‌های حاوی غلظت که به صورت مقادیر استالدئید (برحسب میلی گرم) تقسیم بر مقدار محلول (برحسب لیتر) بیان می‌شود، با استفاده از مقادیر به دست آمده از بند ۱۰-۱ همراه با تاریخ دقیق آماده شود.

۱۳-۵-۲ برچسب‌هایی برای کنترل شیشه‌های نمونه‌گیر حاوی آب مقطر آماده شود.

۱۳-۵-۳ برچسب‌ها روی ظروف مربوطه چسبانده شود.

پیوست الف

(اطلاعاتی)

اطلاعات عددی

* 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 parameters NO
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 51, 51
INJECTOR 1 (not installed)
INJECTOR 2 (not installed)
TRAY (not installed)

پیوست ب

(اطلاعاتی)

اطلاعات عددی

```
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)
```

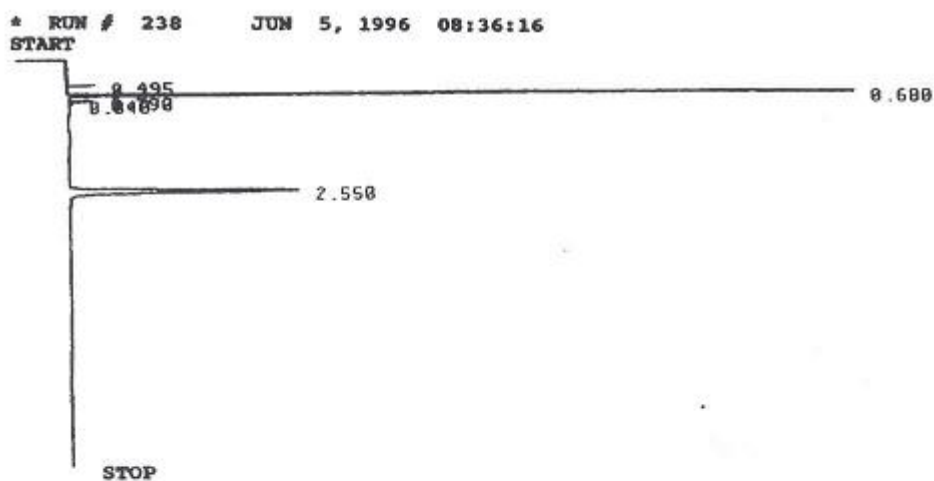
پیوست پ

(اطلاعاتی)

اطلاعات عددی

```
AUX 1                                VALVES
Temp ..... Not installed           Valve 1 ..... Not installed
# Rate Final temp Final time       Valve 2 ..... Not installed
- - - - -
AUX 2                                Valve 3 ..... Not installed
Temp ..... Not installed           Valve 4 ..... Not installed
# Rate Final temp Final time       Valve 5 ..... Not installed
- - - - -                           Valve 6 ..... Not installed
AUX 3                                Valve 7 ..... Not installed
Pressure ..... Off                  Valve 8 ..... Not installed
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
(اطلاعاتی)
نمونه‌ای از طیف



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

ICS: 55.100

صفحه : ۲۰
