



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran  
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران  
۲۰۲۴۸

چاپ اول

۱۳۹۴



دارای محتوای رنگی

INSO  
20248  
1st.Edition

2016

تجزیه کیفی ترکیبات قابل استخراج فرار  
در سسپتورهای مایکروفر استفاده شده برای  
گرم کردن محصولات غذایی - روش آزمون

**Qualitative Analysis of Volatile Extractables  
in Microwave Susceptors Used to Heat Food  
Products- Test Method**

ICS:97.040.20

سازمان ملی استاندارد ایران

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

صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران- ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج- ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۸۱۱۴-۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: [standard@isiri.org.ir](mailto:standard@isiri.org.ir)

وبگاه: <http://www.isiri.org>

**Iranian National Standardization Organization (INSO)**

No.1294 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.org.ir](mailto:standard@isiri.org.ir)

Website: <http://www.isiri.org>

## 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 پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهای یک مؤسسه 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، استانداردهای 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)<sup>۱</sup>، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)<sup>۲</sup> و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)<sup>۳</sup> است و به عنوان تنها رابط<sup>۴</sup> کمیسیون کدکس غذایی (CAC)<sup>۵</sup> 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 استانداردهای 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 صدورگواهی 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

« تجزیه کیفی ترکیبات قابل استخراج فرار در سسپتورهای مایکروفر استفاده شده برای گرم کردن محصولات غذایی - روش آزمون »

### سمت و/یا محل اشتغال:

دانشگاه شهید مدنی تبریز

### رئیس:

حبیبی، بیوک  
(دکتری شیمی تجزیه)

### دبیر:

اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی

ملازاده، میکائیل  
(دکتری شیمی تجزیه)

### اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

دانشگاه تبریز

امینی، سیروس  
(دکتری مهندسی مکانیک)

شرکت پارس نوین فناوران تبریز

ملازاده، سمانه  
(کارشناسی طراحی صنعتی)

دانشگاه امام حسین(ع)

نجفی، مصطفی  
(دکتری شیمی تجزیه)

آزمایشگاه همکار هما پژوهان

خواجه محمد، مهریز  
(کارشناسی ارشد شیمی)

دانشگاه صنعتی مالک اشتر تهران

قربانی، مصطفی  
(دکتری شیمی آلی)

دانشگاه تبریز

ابراهیمی، علیرضا  
(کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)

### ویراستار:

اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی

قدیمی، فریده  
(کارشناسی ارشد شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۲	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ اصول
۳	۵ تداخل‌ها
۳	۱-۵ کروماتوگرافی گازی/طیف‌سنجی جرمی
۳	۲-۵ وسایل و مواد
۳	۶ تجهیزات و واکنشگرها
۳	۱-۶ برشگر، سوراخ کن چوب پنبه شماره ۱۴
۳	۲-۶ شیشه آلات
۳	۳-۶ حمام روغن
۳	۴-۶ دماسنج‌ها
۳	۵-۶ سیستم GC/MS
۴	۶-۶ آماده سازی ترکیبات استاندارد فرار در سیستم GC/MS
۴	۷-۶ ظرف شاهد
۴	۸-۶ هلیوم
۵	۹-۶ آون کالیبره
۶	۷ راه اندازی دستگاه
۶	۱-۷ تنظیم GC/MS/DS
۷	۸ بررسی روزانه عملکرد GC/MS
۹	۹ نمونه گیری

۹	۱۰	آئین کار
۱۰	۱۱	شناسایی ترکیبات فرار استخراج شده
۱۰	۱۲	راندمان جاذب
۱۱	۱۳	گزارش آزمون
۱۱	۱۴	دقت و اریبی

## پیش‌گفتار

استاندارد «تجزیه کیفی ترکیبات قابل استخراج فرار در سسپتورهای مایکروفر استفاده شده برای گرم کردن محصولات غذایی- روش آزمون» که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط تهیه و تدوین شده است، در یکصد و هفتاد و چهارمین اجلاس کمیته ملی استاندارد بسته بندی مورخ ۱۳۹۴/۱۱/۲۴ 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 می شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوه نگارش) تدوین می شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استاندارد های ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون های مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

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

ASTM F 1519:1998(2014); Standard Test Method for Qualitative Analysis of Volatile Extractables in Microwave Susceptors Used to Heat Food Products.

## تجزیه کیفی ترکیبات قابل استخراج فرار در سسپتورهای مایکروفر استفاده شده برای گرم کردن محصولات غذایی - روش آزمون

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین روشی برای شناسایی ترکیبات قابل استخراج فرار وقتی که بسته‌بندی تحت شرایط شبیه‌سازی شده با شرایط کاربری نهایی مورد آزمون قرار می‌گیرد، آزاد می‌شوند. ترکیبات قابل استخراج فرار با استفاده از روش کروماتوگرافی گازی جفت‌شده با طیف‌سنجی جرمی (GC/MS) شناسایی می‌شوند.

این استاندارد برای بسته‌بندی‌های مواد غذایی قابل استفاده در ماکروفر به صورت ورق‌های چندلایه و فیلم‌های چندلایه حاوی لایه سسپتور از قبیل آلومینیم، آلیاژ استنلس استیل و غیره به صورت لامینیت، کاربرد دارد.

این روش آزمون برای شناسایی انواع مختلفی از ترکیبات فرار قابل استخراج در مقادیر ۰/۱۵ میکروگرم بر سانتی‌مترمربع از سطح بسته‌بندی کاربرد دارد. برای ترکیبات قابل استخراج فراری که ارزیابی نشده‌اند، آزمون-گر باید در مورد مقدار مواد قابل استخراج فرار که شناسایی آن قابل حصول است، مطالعه و آن مقدار را تعیین کند.

آزمون‌گر تکنیک‌هایی مانند کروماتوگرافی گازی با طیف‌سنجی جرمی تفکیک بالا (GC/HRMS)<sup>۱</sup> و کروماتوگرافی گازی با طیف‌سنجی مادون قرمز یا دیگر تکنیک‌هایی که کمک به تایید در شناسایی یا شناسایی ترکیبات قابل استخراج فرار ناشناخته نموده، می‌تواند استفاده کند.

### 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.

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 E260 Practice for Packed Column Gas Chromatography

2-2 ASTM F874 Test Method for Temperature Measurement and Profiling for Microwave Susceptors

---

<sup>1</sup> - Gas chromatography/high resolution mass spectrometry



- 2-3 ASTM F1308 Test Method for Quantitating Volatile Extractables in Microwave Susceptors Used for Food Products
- 2-4 ASTM F1317 Test Method for Calibration of Microwave Ovens

### ۳ اصطلاحات و تعاریف

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

۱-۳

به دام اندازی انتشار

#### **diffusion trapping**

جمع آوری ترکیبات فرار قابل استخراج روی یک جاذب، از طریق انتشار جرمی ترکیبات فرار قابل استخراج

۲-۳

سسپتورهای ماکروویو

#### **microwave susceptors**

مواد بسته بندی که وقتی داخل یک میدان مایکروویو قرار می گیرند، در اثر برهم کنش با میدان، گرمای لازم برای گرم کردن محصولات غذایی در بسته بندی را فراهم می آورد.

۳-۳

ترکیبات فرار قابل استخراج

#### **volatile extractables**

ترکیباتی که در مطالعه به روش اسپایک (spike) و بازیابی، دارای بازیابی بیشتر از ۵۰ درصد هستند با استفاده از روش استخراج ترکیبات فرار قابل اجراست. قابلیت استخراج لزوماً دلیل بر مهاجرت گونه های قابل- استخراج به داخل محصول غذایی گرم شده در ظرف نمی باشد.

### ۴ اصول آزمون

زمانی که بسته بندی با شرایط گرمایش کاربری نهایی (از لحاظ دما و زمان گرمایش) با استفاده از حمام روغن مجهز به تنظیم کننده دما و یا یک آون مایکروویو کالیبره گرم می شود، ترکیبات فرار قابل استخراج آزاد می- شوند.

ترکیبات فرار آزاد شده، از طریق به دام اندازی انتشار، بر روی یک جاذب تغلیظ می‌شوند. پس از اینکه جذب کامل شد، جاذب جهت واجدنی ترکیبات قابل استخراج فرار بر روی یک ستون کروماتوگرافی گاز، حرارت داده می‌شود (ب ۱-۲).

سپس ترکیبات قابل استخراج فرار با استفاده از کروماتوگرافی گازی جداسازی شده و به وسیله طیف‌سنجی جرمی شناسایی می‌شوند. هویت ترکیبات قابل استخراج فرار با مقایسه زمان‌های بازداری و طیف‌جرمی آنها نسبت به ترکیبات مرجع در شرایط یکسان GC/MS، تایید می‌شود.

## ۵ مزاحمت‌ها

### ۱-۵ کروماتوگرافی گازی با طیف‌سنجی جرمی

شرایط ارائه شده برای کروماتوگرافی یا ستون ممکن است برای شناسایی همه ترکیبات قابل استخراج فرار تفکیک‌پذیری مناسبی نداشته باشد. بنابراین برای شناسایی ترکیبات قابل استخراج فرار تفکیک نشده، باید از تکنیک‌های جایگزین مانند جایگزینی شرایط GC، ستون GC، GC/HR-MS و/یا GC/IR استفاده کرد. زمان بازداری و طیف جرمی یا طیف‌مادون قرمز ترکیبات قابل استخراج فرار باید با مواد مرجع، تایید شود.

### ۲-۵ وسایل و مواد

مزاحمت‌های روش ممکن است از طریق آلودگی ویال‌ها، سپتوم، سرنگ‌ها و غیره ایجاد شود که منجر به تفسیر اشتباه نتایج در مقادیر جزئی شود. باید اثبات شود که همه مواد به طور معمول تحت شرایط آنالیز با انجام آزمون شاهد، عاری از هرگونه آلودگی باشد.

## ۶ تجهیزات و واکنشگرها

### ۱-۶ برشگر نمونه، سوراخ‌کن چوب پنبه شماره ۱۴ (یاد آوری)

۲-۶ شیشه‌آلات، همه شیشه‌آلات را قبل از استفاده به‌طور کامل شسته و در آون با دمای ۱۲۵ درجه سلسیوس حداقل به مدت ۴ ساعت خشک کنید. برای خشک کردن از حلال‌ها استفاده نکنید.

۱-۲-۶ ویال‌ها، به حجم ۴۰ میلی‌لیتر.

۲-۲-۶ لوله‌های کشت، ۱۰ در ۷۵ میلی‌متر.

۳-۶ درپوش ویال، درپوش‌های پیچی برای ویال‌های بند ۱-۲-۶.

۴-۶ سپتوم ویال، سپتوم به قطر ۲۲ میلی‌متر، با سطح درونی پلی‌تترافلورواتیلن و سطح دیگر سیلیکونی. قبل از استفاده، سپتوم را به مدت ۱۶ ساعت در آون خلأ با دمای ۱۳۵ درجه سلسیوس قرار دهید.

۵-۶ جاذب ترکیبات فرار، برای مشخصات فیزیکی، شیمیایی و جذب‌کنندگی و واجدبی، به مدارک و مستندات تولید کننده مراجعه شود.

۱-۵-۶ جاذب، تناکس تی ای<sup>۱</sup>، مش ۳۵/۶۰. (یاد آوری)

Poly(2,6-diphenyl-p-phenylene oxide) (PPPO) is a porous polymerresin based on oxidative polymerisation of 2,6-diphenylphenol. It is mostly known by its trademark Tenax.

۲-۵-۶ آماده‌سازی، انتهای یک لوله به طول ۱۴ سانتی‌متر، به قطر بیرونی ۶/۳۵ میلی‌متر، به قطر درونی ۵/۳ میلی‌متر و از جنس فولاد زنگ‌نزن ۳۰۴ را با پشم شیشه سیلانایز ببندید. سپس لوله را با جاذب پر و انتهای دیگر را نیز با پشم شیشه سیلانایز مسدود کنید. لوله را به محل تزریق نمونه در GC متصل کنید. (یاد آوری) جاذب را با گاز هلیوم با خلوص بالا و با جریان ۳۰ میلی‌لیتر بر دقیقه و با استفاده از برنامه دمایی زیر تنظیم کنید:

دمای تزریق	۲۵۰ درجه سلسیوس
دمای ۱	۷۰ درجه سلسیوس
زمان ۱	۳۰ دقیقه
نرخ افزایش دما	۱۰ درجه بر دقیقه
دمای ۲	۲۵۰ درجه سلسیوس
زمان ۲	۶۰ دقیقه

۳-۵-۶ نگهداری، هر دو انتهای لوله را پس از خنک شدن با درپوش ببندید. سپس به یک منطقه عاری از مواد شیمیایی برده و پس از برداشتن یکی از درپوش‌ها، پشم شیشه را خارج کرده و به آرامی ضربه بزنید تا جاذب به یک ویال شیشه‌ای ۴۰ میلی‌لیتری انتقال یابد.

ویال را به وسیله گاز هلیوم یا گاز آرگون با خلوص بالا به مدت ۱ دقیقه پاکسازی کنید و توسط یک سپتوم سیلیکون/PTFE آماده‌سازی شده درزبندی کنید. (سطح دارای PTFE به طرف جاذب باشد). هنگام کار با جاذب خیلی دقت کنید.

۴-۵-۶ شاهد‌ها، جاذب باید قبل از استفاده از نظر وجود آلودگی مورد آزمون قرار گیرد.

۶-۶ حمام روغن، حمام مجهز به سیستم گردش روغن با قابلیت گرم شدن تا  $250 \pm 1$  درجه سلسیوس است. برای گرم کردن ویال‌ها از روغن سیلیکون استفاده کنید.

۶-۷ دماسنج‌ها، با قابلیت اندازه‌گیری دما تا دمای ۲۵۰ درجه سلسیوس.

برای اطمینان از صحت دماسنج، آنها را با یک دماسنج استاندارد شده NIST کالیبره کنید.

#### ۶-۸ سیستم کروماتوگرافی گازی با طیف سنج جرمی

۶-۸-۱ کروماتوگراف گازی، با توانایی برنامه‌ریزی دمایی. مسیر گاز حامل ورودی باید مجهز به شیری باشد که قابلیت باز و بسته شدن در مدت یک ثانیه را داشته باشد.

۶-۸-۲ دریچه تزریق باید از جنس شیشه با قابلیت تعویض پذیری و حجم حداقل ۳۰۰ میکرولیتر یا ۴۰ میلی‌گرم جاذب باشد.

دریچه تزریق باید این امکان را فراهم کند که لاینر در مدت ۵ ثانیه جاسازی شده و مجدداً چفت شود. بهینه‌سازی دریچه تزریق شاید به ۳ تا ۴ مرتبه تکرار نیاز داشته باشد.

۶-۸-۳ ستون کروماتوگرافی، Stabilwax به طول ۶۰ متر، قطر داخلی ۰٫۲۵ میلی‌متر و ۵ ضخامت فاز ساکن ۰٫۵ میکرومتر.

۶-۸-۴ طیف سنجی جرمی، که قابلیت اسکن از ۳۵ amu تا ۳۰۰ amu در ۲ ثانیه یا کمتر را هنگامی که داده‌های طیف جرمی، در مد یونش برخورد الکترون با انرژی اسمی ۷۰ الکترون ولت به دست می‌آید، داشته باشد.

۶-۸-۵ سیستم داده‌ها، به یک سیستم داده واسط برای اکتساب، ذخیره‌سازی، کاهش و خروجی داده‌های طیف جرمی نیاز می‌باشد.

یک نرم افزار کامپیوتری باید امکان جستجو در هر گونه فایل داده GC/MS

برای یون‌های با جرم مشخص را فراهم کند، و فراوانی آنها را نسبت به زمان یا تعداد اسکن‌ها رسم کند. این نوع نمودار، تحت عنوان پروفایل جریان یون استخراج شده تعریف می‌شود (EICP<sup>1</sup>).

#### ۶-۹ عملکرد استاندارد ترکیبات فرار در سیستم کروماتوگرافی گازی با طیف‌سنج جرمی

۶-۹-۱ مخلوط استاندارد ذخیره، با پیپت حجم مناسبی از ترکیبات فرار را مطابق جدول ۱ به داخل یک بالن ۱۰۰ میلی‌لیتری که تا نیمه با هگزان پر شده بریزید. پس از این که تمام ترکیبات افزوده شد، تا خط نشانه با هگزان پر و سپس به خوبی مخلوط کنید. ترکیبات گوناگون ممکن است جایگزین شود. مخلوط را تا زمان مورد نیاز در یخچال در دمای ۴ درجه سلسیوس نگهداری کنید.

۶-۹-۲ عملکرد استاندارد ترکیبات فرار، مخلوط استاندارد ذخیره ترکیبات فرار بند ۶-۹-۱ را به نسبت ۱ به ۱۰۰۰ با هگزان رقیق کنید. ممکن است رقیق‌سازی‌های مختلفی انجام شود. محلول‌های استاندارد را تا زمان استفاده در یخچال در دمای ۴ درجه سلسیوس نگهداری کنید.

#### ۶-۱۰ سسپتور میکروبیو شاهد

یک نمونه از مواد بسته بندی مورد آزمون تهیه کنید. جهت حذف هرگونه مواد قابل استخراج فرار، آن را به مدت یک شب در آون با دمای ۱۰۵ درجه سلسیوس، قرار دهید. سپس تا زمان مورد نیاز در یک ظرف شیشه‌ای تمیز و درزبندی شده (برای مثال دسیکاتور) قرار دهید.

جدول ۱-مخلوط استاندارد ذخیره مواد فرار- آماده سازی و یون‌های مشخصات،  $m/z$  برای هر ترکیب فرار

یون های مشخصه $m/z$	حجم اضافه شده <sup>A</sup> $ml$	ترکیب
۵۳و۸۱و۸۲	۱٫۷	۲- متیل فوران
۵۲و۷۷و۷۸	۱٫۷	بنزن
۴۳و۷۳	۱٫۷	n- پروپیل استات
۹۵و۱۳۰	۱٫۰	تری کلرو اتیلن
۸۲و۷۲و۵۶	۲٫۰	هگزانال
۵۶و۴۱و۴۳	۲٫۰	n- بوتیل الکل
۸۵و۷۳و۵۵	۱٫۷	n-بوتیل اکریلات
۸۵و۷۱و۵۷	۲٫۰	دودکان
۷۸و۱۰۳و۱۰۴	۱٫۷	استایرن
۹۰و۵۵	۱٫۵	۴،۱-دی کلرو بوتان
۴۲و۴۴و۷۳	۱٫۵	N,N-دی متیل فرمامید
۹۵و۹۶	۱٫۵	فورفورال
۷۷و۱۰۵و۱۰۶	۱٫۵	بنزالدهید
۶۰و۷۳	۱٫۵	پنتانوئیک اسید
۷۵و۵۷و۴۵	۱٫۵	۲- (۲- بوتوکسی اتوکسی)- اتانول
<sup>A</sup> با پیپت در بالن ۱۰۰ میلی لیتری که تا نیمه با هگزان پر شده، بریزید.		

۱۱-۶ هلیوم، با درجه خلوص بسیار بالا.

۱۲-۶ آون کالیبره، به استاندارد F1317ASTM مراجعه شود.

### ۷ تنظیمات دستگاه

۱-۷ مطابق با معیارهای زیر GC/MS/DS را تنظیم کنید. ممکن است شرایط مختلفی توسط آزمون گر برای شناسایی ترکیبات فرار ناشناخته مورد استفاده قرار گیرد.

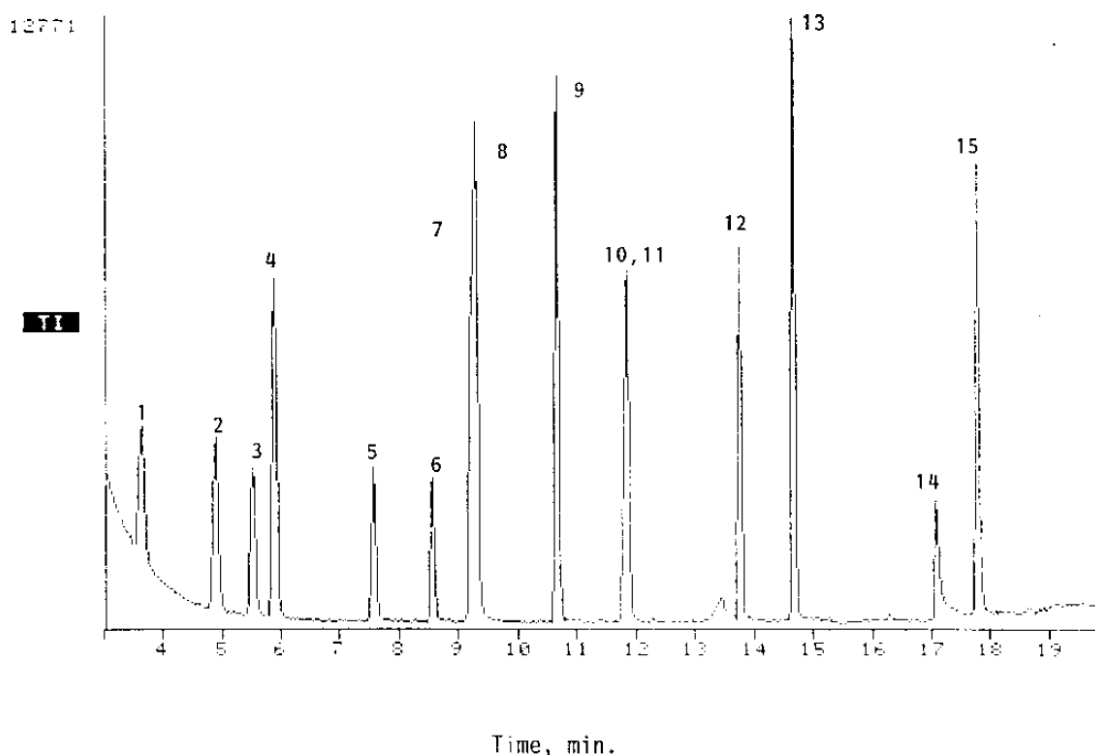
۴۰°C	دمای ۱
۳ دقیقه	زمان ۱
۱۰°C/min	نرخ افزایش دما
۲۱۰°C	دمای ۲
۱۵ دقیقه	زمان ۲
هلیوم با خلوص بالا ۱۰ ml/min	جریان گاز حامل
۲۵۰°C	دمای دریچه تزریق
الکترون مولتی پلایر	آشکارساز
۲۵۰°C	دمای رابط
۲۵ amu تا ۲۵۰ amu	محدوده اسکن جرمی
۷۰ الکترون ولت	ولتاژ یونش

### ۸ بررسی روزانه عملکرد GC/MS

۱-۸ طیف سنج جرمی را مطابق با روش سازنده دستگاه تنظیم کنید.

۲-۸ یک میکرولیتر از محلول تهیه شده استاندارد ترکیبات فرار (تقریباً ۱۴ تا ۱۸ نانوگرم از هر ترکیب فرار) (طبق بند ۶-۹-۲) را برای تایید زمان بازداری و طیف جرمی تهیه شده طبق بند ۷ تزریق کنید.

یک مثال از کروماتوگرام در شکل ۱ نشان داده شده است. حداقل، یونهای فهرست شده در جدول ۱ باید در نسبت‌های مورد انتظار برای هر ترکیب فرار وجود داشته باشند



ترکیب	شماره پیک
۲- متیل فوران	۱
بنزن	۲
n- پروپیل استات	۳
تری کلرو اتیلن	۴
هگزانال	۵
n- بوتیل الکل	۶
n بوتیل اکریلات-	۷
دودکان	۸
استایرن	۹
۴،۱- دی کلرو بوتان	۱۰
N,N- دی متیل فرمامید	۱۱
فورفورال	۱۲
بنزaldehid	۱۳
پنتانوئیک اسید	۱۴
۲- (۲- بوتوکسی اتوکسی) - اتانول	۱۵

شکل ۱- کروماتوگرام یون های به دست آمده از ترکیبات فرار محلول استاندارد

۳-۸ مراحل ۱-۸ و ۲-۸ را تکرار کنید تا این شرایط برای هر نمونه قبل از انجام آنالیز فراهم شود.

## ۹ نمونه برداری

- ۹-۱ نمونه سسپتور میکروویو انتخاب شده برای استخراج، باید نشان دهنده همه بسته بندی باشد.
- ۹-۲ نمونه باید بدون آسیب ظاهری، که آن لمینیت سالم، فاقد چین و چروک (مگر اینکه در ساختار آن باشد) و بدون تغییر باشد.
- ۹-۳ با استفاده از چوب پنبه سوراخ کن، یک قسمت دایره ای شکل به قطر ۱/۹ سانتیمتر از بسته بندی را با دقت ببرید. قبل از انجام عمل استخراج، دقت کنید لبه های نمونه فاقد هرگونه تراشه بدلیل برش نمونه باشد.

## ۱۰ روش کار

- ۱۰-۱ نمونه حاصل از بند ۹-۳ را به داخل ویال ۴۰ میلی لیتری منتقل کنید.
- ۱۰-۲ مقدار کافی تناکس-GC آماده سازی شده (تقریباً به حجم ۲۵۰ میکرولیتر یا ۴۰ میلی گرم) را به داخل لوله کشت (۱۰ در ۷۵ میلی متر) وارد نموده و آن را به همراه نمونه داخل ویال قرار دهید.
- ۱۰-۳ بلافاصله سپتومی را روی ویال قرار داده (سطح دارای PTFE به طرف نمونه باشد) درپوش آن را ببندید.
- ۱۰-۴ ویال را به مدت ۵ دقیقه داخل حمام روغن با دمای  $218^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$  قرار دهید. دمای حمام روغن باید توسط یک دماسنج کالیبره کنترل شود. دما و زمان مورد نظر برای گرمایش نمونه، می تواند طبق روش استاندارد ASTM F874 و ASTM F1317 انتخاب شود. متناوباً می توان از روش آزمون ASTM F1308 نیز برای گرمایش نمونه بسته بندی استفاده کرد.
- ۱۰-۵ پس از گرمایش، ویال را از حمام روغن خارج کرده، به مدت ۱۶ ساعت در داخل آون با دمای ۳۵ درجه سلسیوس قرار دهید.
- ۱۰-۶ تناکس-GC لوله کشت را به داخل لاینر قسمت تزریق بریزید (به بند ۶-۸-۲ مراجعه کنید). برای کمک به انتقال از قیف های کوچک با لوله کوتاه پلاستیکی استفاده کنید. پشم شیشه سیلانیزه شده را در سمت دیگر لاینر قرار دهید تا تناکس را نگه دارد.
- ۱۰-۷ گاز حامل دستگاه GC را با استفاده از شیر ورودی قطع کنید.
- ۱۰-۸ هرچه سریعتر درپوش محل تزریق نمونه را برداشته، لاینر را داخل قسمت تزریق قرار و دوباره درپوش را گذاشته و گاز حامل را باز کنید.
- ۱۰-۹ برنامه دستگاه GC را اجرا کنید.
- ۱۰-۱۰ کروماتوگرام نمونه را با استفاده از شرایط داده شده در بند ۷ رسم کنید.



۱۰-۱۱ ویالی که فقط حاوی تناکس داخل لوله کشت است باید با روش مناسب، آماده شده و پیک‌های مزاحم بالقوه مورد شناسایی قرار گیرد.

## ۱۱ شناسایی ترکیبات فرار قابل استخراج

۱-۱۱ از اطلاعات به دست آمده از بند ۱۰، طیف جرمی ترکیبات فرار قابل استخراج مورد نظر را به دست آورید. طیف زمینه باید قبل یا بعد از شویش هر ترکیب قابل استخراج فرار تهیه شود و از طیف ترکیب قابل استخراج فرار کم شود تا تداخل‌های طیفی به کمترین مقدار برسد.

۱۱-۲ با مراجعه به کتابخانه مرجع مناسب، بهترین تطابق طیف جرمی ترکیبات فرار را جستجو و پیدا کنید.

۱۱-۲-۱ توجه کنید اگر چندین ترکیب قابل استخراج فرار در نمونه وجود داشته و هم‌شویش شوند، طیف حاصل نشان دهنده حضور یک مخلوط خواهد بود. به همین دلیل ممکن است تکنیک‌های جایگزینی برای طیف سنجی ترکیبات فرار مورد نظر نیاز باشد.

۱۱-۳ با استفاده از شرایط دستگاهی مشابه، که برای آنالیز نمونه مورد استفاده قرار گرفت، طیف جرمی ترکیبات مرجع معتبر را نیز به دست آورید.

۱۱-۴ برای تأیید جستجوی کتابخانه‌ای، طیف جرمی ترکیبات مرجع را با طیف جرمی ترکیبات استخراج شده نامعلوم مقایسه کنید.

۱۱-۵ زمان‌های بازداری ترکیبات مرجع معتبر را با زمان‌های بازداری ترکیب قابل استخراج فرار را که به طور آزمایشی مشخص شده است، مقایسه کنید. اگر زمان بازداری ترکیب قابل استخراج فرار در حدود ٪ $\pm 1$  زمان بازداری ترکیب مرجع باشد، هر دو ترکیب می‌توانند یکسان در نظر گرفته شوند.

## ۱۲ کارایی جاذب

۱۲-۱ سه آزمایشگاه مستقل به صورت مشترک، استفاده از این روش را برای تعیین اثربخشی جاذب روی جذب و واجذب ترکیبات قابل استخراج فرار از نظر صحت و تکرارپذیری مطالعه نمایند.

۱۲-۲ هر آزمایشگاهی می‌تواند محلول‌های استاندارد آبی ایزوپروپیل‌الکل، دی‌بوتیل‌اتر و تولوئن را در سطح ۱۰ نانوگرم به نمونه‌های بسته‌بندی اسپایک نموده و هر یک از این ترکیبات را آنالیز نماید.

۱۲-۳ نمونه‌ای به مساحت ۶/۵۴ سانتیمترمربع از محصول لامینیت که تحت خلاء خشک شده، با یک محلول استاندارد آبی روی سطح نمونه بسته‌بندی اسپایک شده و داخل ویال ۴۰ میلی‌لیتری آب‌بندی شده با پلی‌تترافلورواتیلن قرار گرفته و برای برقراری تعادل قبل از آنالیز به مدت ۱۶ ساعت در دمای ۳۵ درجه سلسیوس نگه‌داشته شود.

### ۱۳ گزارش آزمون

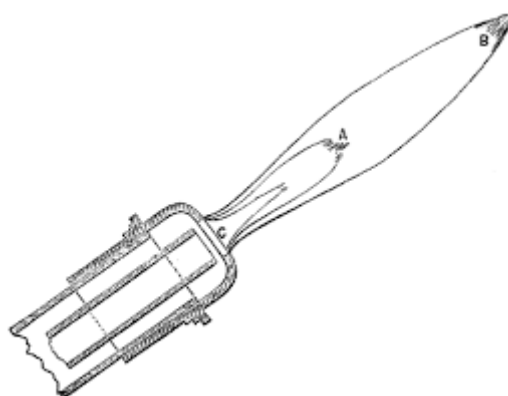
۱-۱۳ کلیه گزارشات باید شامل شرایط آزمون، به ویژه حداکثر دما و زمان نگهداری نمونه بسته‌بندی در این دما باشد.

### ۱۴ دقت و اریبی

این روش آزمون یک روش کیفی است که مواد باید جذب سپس واجذب و شناسایی شوند. داده‌های به‌دست آمده از بند ۱۲ و نشان داده شده در جدول ۲، جمع‌آوری و شناسائی مواد با قطبیت‌های مختلف را نشان می‌دهد. قابلیت کاربرد این روش در داده‌های مراجع ۱، ۶، ۷ و ۲ نشان داده شده است.

### کتابنامه

- [1] Booker, J. L., "Collecting Volatile Compounds by Simple Diffusion," *Journal of Chromatography Science*, Vol 23, 1985, p. 415.
- [2] MacLeod, G., and Ames, J. M., "Comparative Assessment of the Artifact Background on Thermal Desorption of Tenax-GC and Tenax- TA," *Journal of Chromatography Science*, Vol 355, 1986, p. 393.
- [3] Pankow, J. F., and Isabelle, L. M., "Adsorption Thermal Desorption as a Method for the Determination of Low Levels of Aqueous Organics," *Journal of Chromatography Science*, Vol 237 , 1982, p. 25.
- [4] Nunez, A. J., Gonzalez, L. F., and Janak, F., "Pre-Concentration of Headspace Volatiles for Trace Organic Analysis by Gas Chromatography," *Journal of Chromatography Science*, Vol 300, No. 1, 1984, p. 127.
- [5] The Royal Society of Chemistry, "Eight Peak Index of Mass Spectra," third edition 1983, published by the Mass Spectrometry Data Centre, *The Royal Society of Chemistry*, The University, Nottingham, NG7 2RD, UK.
- [6] Eiceman, G. A., Field, L. R., and Sievers, R. E., "Gas Chromatographic Injector Attachment for the Direct Insertion and Removal of a Porous Polymer Sorption Trap," *Analytical Chemistry*, Vol 50, No. 14, 1978, p. 2152.
- [7] Lawrence, A. H., and Elias, L., "A Single-Stage GC Injector Apparatus for Thermal Desorption of Sorbent Tubes," *American Laboratory*, July 1989, p. 88.
- [8] Pankow, J. F., Isabelle, L. M., and Kristensen, T. J., "Tenax-GC Cartridge for Interfacing Capillary Column Gas Chromatography with Adsorption/Thermal Desorption for Determination of Trace



### Packing of Desorption Tube with Adsorbent Resin

