



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۸۰۸

تجدیدنظر دوم

۱۳۹۱

INSO

1808

2nd.Revision

2013

پنیر و محصولات فرآوری شده آن - تعیین
مقدار فسفر کل - روش طیف سنجی جذب
مولکولی

**Cheese and processed cheese products-
Determination of total phosphorus
content- Molecular absorption
spectrometric method**

ICS: 67.100.30

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات سازمان ملی استاندارد ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

نام سازمان ملی استاندارد ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، 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، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود 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 می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

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

سازمان ملی استاندارد 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. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاها 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، سازمان ملی استاندارد ایران 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 سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2 - International Electrotechnical Commission

3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

« پنیر و محصولات فرآوری شده آن - تعیین مقدار فسفر کل - روش طیف سنجی جذب مولکولی »
تجدید نظر دوم

رئیس :

بهره مند، محمدرحیم
(دکترای مدیریت)

سمت و / یا نمایندگی

اداره کل استاندارد استان بوشهر

دبیر :

حاجی زاده، صدیقه
(لیسانس زیست شناسی - میکروبیولوژی)

اداره کل استاندارد استان بوشهر

اعضاء : (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

آبشیرینی، خدیجه
(لیسانس فیزیک)

اداره کل استاندارد استان بوشهر

برسان، حمیده
(لیسانس شیمی)

اداره کل استاندارد استان بوشهر

خدری، صابر
(لیسانس مهندسی عمران)

اداره کل استاندارد استان بوشهر

دشتی، راضیه
(لیسانس شیمی)

اداره کل استاندارد استان بوشهر

رازه، لیلا
(لیسانس شیمی)

شرکت صدرا

صفایی، زینب
(فوق لیسانس صنایع غذایی)

آزمایشگاه معیار آزما ی لیان

کمیسیون فنی تدوین استاندارد (ادامه)

سمت و/یا نمایندگی

آزمایشگاه شاخه زیتون لیان

اداره کل استاندارد استان بوشهر

اداره کل استاندارد استان بوشهر

آزمایشگاه معیار آزماي لیان

اداره کل استاندارد استان بوشهر

اعضاء:

فرخ نیا، فاطمه
(لیسانس صنایع غذایی)

عزیزی، علی
(لیسانس صنایع غذایی)

قدیمی، امیرحسین
(لیسانس صنایع غذایی)

ملاح شاکر، سیما
(لیسانس صنایع غذایی)

مواجی، فریده
(مهندسی کشاورزی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ اصطلاحات و تعاریف
۱	۳ اصول کلی
۱	۴ مواد/ واکنشگرها
۲	۵ وسایل
۲	۶ نمونه برداری
۲	۷ آماده سازی نمونه آزمونی
۳	۸ روش آزمون
۴	۹ محاسبه
۵	۱۰ دقت
۵	۱۱ گزارش آزمون
۶	۱۲ کتابنامه

پیش گفتار

استاندارد " پنیر و محصولات فرآوری شده آن- تعیین مقدار کلی فسفر- روش طیف سنجی جذب مولکولی " که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده است و در یک‌هزار و دویست و چهل و دومین اجلاس کمیته ملی استاندارد خوراک و فرآورده‌های کشاورزی مورخ ۹۱/۱۲/۲۲ مورد تصویب قرار گرفته است ، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران ، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود. 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 تجدید نظر 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 ماخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ISO/2962:2010 ,Cheese and processed cheese products-Determination of total phosphorus content- Molecular absorption spectrometric method.

پنیر و محصولات فرآوری شده آن - تعیین مقدار فسفر کل - روش طیف سنجی جذب

مولکولی

(تجدید نظر دوم)

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین مقدار فسفر کل پنیر به روش طیف سنجی جذب مولکولی است. این استاندارد، برای انواع پنیر و محصولات فرآوری شده آن کاربرد دارد.

۲ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاح و تعریف زیر به کار می‌رود:

۱-۲

مقدار فسفر کل در پنیر و محصولات فرآوری شده آن

کسر جرمی مواد اندازه گیری شده با استفاده از روش تعیین شده در این استاندارد. یادآوری - مقدار فسفر کل به صورت درصد کسر جرمی بیان می‌شود.

۳ اصول آزمون

پنیر به وسیله اسید سولفوریک غلیظ و پراکسید هیدروژن هضم می‌شود. با اضافه کردن محلول سدیم مولیبدات - اسکوربیک اسید، مولیبدن آبی تشکیل می‌شود. جذب مولکولی رنگ آبی تشکیل شده با استفاده از طیف سنجی در طول موج ۸۲۰ nm اندازه گیری می‌شود. یادآوری - در صورتی می‌توان از روش خاکستر گیری خشک استفاده کرد که نتایج قابل مقایسه ای با روش هضم مرطوب وجود داشته باشد.

۴ مواد / یا واکنشگرها

به غیر از موارد بیان شده، تنها از واکنشگرهای شناخته شده با درجه خلوص آزمایشگاهی و آب مقطر، املاح زدایی شده یا آبی با درجه خلوص معادل، بدون ترکیبات فسفردار، استفاده نمایید.

۱-۴ اسید سولفوریک غلیظ (H₂SO₄)، ρ₂₀=۱,۸۴g/ml

۲-۴ پراکسید هیدروژن، محلول حاوی در حدود ۳۰ gr از H₂O₂ در هر ۱۰۰ ml باشد.

۳-۴ محلول مولیبدات اسکوربیک اسید

۱-۳-۴ محلول مولیبدات سدیم

۱۲,۵ gr مولیبدات سدیم دو آبه (Na₂MoO₄. 2H₂O) در محلول اسید سولفوریک ۵ mol/l به حجم ۵۰۰ ml رسانده و مخلوط کنید.

۲-۳-۴ محلول اسکوربیک اسید

۱۰g اسکوربیک اسید ($C_2H_8O_6$) را در آب حل کرده، آن را به حجم ۲۰۰ml رسانده و مخلوط کنید. این محلول قابلیت نگهداری ندارد و باید سریع، پیش از استفاده تهیه کرد.

۳-۳-۴ محلول مخلوط شده

۲۵ ml محلول مولیبدات سدیم (طبق بند ۳-۴-۱) را با ۱۰ ml محلول اسکوربیک اسید (طبق بند ۳-۴-۲) سریع قبل از استفاده مخلوط کرده، با آب آن را به حجم ۱۰۰ ml رسانده و مخلوط کنید.

۴-۴ فسفر، محلول استاندارد معادل با ۱۰۰µg فسفر در هر میلی لیتر

حدود ۱ g دی هیدروژن اورتوفسفات پتاسیم (KH_2PO_4) حداقل به مدت ۴۸ h، را در یک خشک کن حاوی رطوبت گیر مناسب، مانند اسیدسولفوریک غلیظ، خشک کنید. ۰٫۴۳۹۴g از فسفات خشک شده مرحله قبل را در آب حل کرده، حجم آن را به ۱۰۰۰ ml رسانده و مخلوط کنید.

۵ وسایل

یادآوری - همه وسایل شیشه ای باید به طور کامل با استفاده از یک شوینده بدون فسفات شسته شده و با آب، آب کشی شود. علاوه بر تجهیزات معمول آزمایشگاهی وسایل مورد نیاز به شرح زیر است:

۱-۵ ترازوی آزمایشگاهی

۲-۵ وسیله ای برای خرد کردن یا رنده کردن پنیر، که بتوان به آسانی آن را تمیز کرد.

۳-۵ حمام آب

۴-۵ فلاسک های هضم (فلاسک های کلدال یا لوله های هضم)، با ظرفیت ۲۵ ml

۵-۵ دستگاه های گرمایشی

۱-۵-۵ میکروگازسوزها یا هیترهای برقی، برای حرارت دادن به فلاسک های کلدال

۲-۵-۵ بلوک های گرمایشی، برای حرارت دادن به لوله های هضم

۶-۵ مهره های شیشه ای

۷-۵ استوانه های مدرج، به ظرفیت های ۵ml و ۲۵ml، مطابق ^[5]ISO 4788 رده A.

۸-۵ فلاسک های حجم سنجی نشان دار، به ظرفیت های ۵۰ ml و ۱۰۰ ml، Class ^[4]ISO 1042

۹-۵ پی پت، به ظرفیت های ۱ml، ۲ml، ۳ml، ۵ml، ۱۰ml، مطابق با ISO6481 یا ^[3]ISO835 رده B

۱۰-۵ طیف سنج، مناسب برای اندازه گیری در طول موج ۸۲۰nm، که سل‌های طول مسیر نوری ۱۰ mm تعبیه شده است.

۶ نمونه برداری

نمونه برداری بخشی از روش تعیین شده در این استاندارد ملی ایران نمی باشد. روش نمونه برداری مطابق با ISO 707/IDF SO⁽²⁾ توصیه می شود.

نمونه هایی که به آزمایشگاه تحویل داده می شود باید نماینده واقعی کل نمونه بوده و در طی حمل و جا به جایی و نگه داری صدمه ندیده و یا تغییری در آن ایجاد نشده باشد.

۷ آماده سازی نمونه آزمونی

لایه های سطحی بیرونی، لکه دار یا کپک زده سطح پنیر را به گونه ای که پنیر بطور معمول استفاده می شود، بردارید. با استفاده از یک وسیله مناسب (طبق بند ۵-۲) نمونه آزمون را خرد یا رنده کنید. پنیر خرد شده یا رنده شده را به سرعت مخلوط کنید، در صورت امکان، دوباره آن را رنده یا خرده کرده و سپس به طور کامل مخلوط کنید. در صورتی که نمونه آزمونی را نتوان ریز یا رنده کرد، با استفاده از هم زدن شدید و ورز دادن آن را مخلوط کنید.

نمونه آزمونی را به یک محفظه در بسته جهت تجزیه انتقال دهید. زیرا آزمون باید هرچه سریعتر پس از خرد یا رنده کردن نمونه انجام شود. اگر تأخیر اجتناب ناپذیر است، همه احتیاط های لازم را برای اطمینان از محافظت مناسب از نمونه به کارگیرید تا از جمع شدن رطوبت روی سطح داخلی ظرف در بسته جلوگیری شود. پس از خرد کردن یا رنده کردن نمونه وسیله را تمیز کنید.

۸ روش انجام آزمون

۱-۸ آزمون

۰/۵g تا ۱/۰g آزمون را با دقت ۱mg، از نمونه آزمونی درون یک فلاسک هضم (طبق بند ۴-۵) وزن کنید. اگر آب محتوای پنیر کمتر از ۵۰٪ کسر جرمی باشد، آزمون ای در حدود ۰/۵g کافی است. در مورد پنیر تازه، آزمون ای در حدود ۱/۰g را می توان برداشت.

۲-۸ اندازه گیری

۱-۲-۸ سه گلوله شیشه ای و ۴ml اسید سولفوریک غلیظ (طبق بند ۴-۱) را به یک فلاسک هضم اضافه کرده و در زیر هود دارای تهویه مناسب حرارت دهید. فلاسک کلدال باید در یک محل شیبدار قرار داده شود. ارتفاع درجه حرارت را چنان کنترل کنید که تولید کف در فلاسک محدود گردد. کف کردن تارسیدن به گلوی فلاسک مجاز می باشد اما، نباید از داخل محفظه سرریز شود.

مخلوط را در دمای جوش نگه دارید، از حرارت دادن بیش از حد یک ناحیه خودداری کنید و از گرما دادن فلاسک بالای سطح محتویات مایع اجتناب کنید.

۲-۲-۸ به محض متوقف شدن تولید کف، آن را در دمای اتاق سرد کنید. به دقت چند قطره از محلول پراکسید هیدروژن (طبق بند ۴-۲) را اضافه کنید، دوباره حرارت دهید، و این روش را تا زمانی که محتویات روشن و بی رنگ گردد، تکرار کنید. هراز گاهی در طول گرما دهی، محتویات را به دقت بچرخانید. از گرمادهی یک ناحیه دوری کنید.

۳-۲-۸ گردن فلاسک را با حدود ۲ ml آب آبکشی کنید، محتویات را تا زمانی که آب بخار شود، حرارت دهید.

اجاز دهید مایع ۳۰ min پس از ناپدید شدن رنگ بجوشد تا اثر پراکسید هیدروژن از بین رود. از گرمای دهی یک ناحیه دوری کنید.

۴-۲-۸ محتویات را به دمای اتاق برسانید. محتویات مایع را به طور کمی به درون فلاسک حجمی نشان دار ۱۰۰ ml (طبق بند ۵-۸) انتقال دهید. تا خط نشان با آب پر کنید و به خوبی مخلوط کنید.

۵-۲-۸ با استفاده از پیپت (طبق بند ۵-۹) ۱ ml از محلول را به درون فلاسک حجمی نشان دار ۵۰ ml (طبق بند ۵-۸) انتقال داده و آن را با ۲۵ ml آب رقیق کنید. ۲۰ ml از محلول مولیبدات اسکوربیک اسید (طبق بند ۴-۳) را به آن اضافه نمایید. محلول را با آب تا خط نشانه پر کرده و به خوبی مخلوط کنید.

۶-۲-۸ فلاسک را در یک حمام آب جوش (طبق بند ۵-۳) به مدت ۱۵ min حرارت دهید.

۷-۲-۸ آن را با استفاده از حمام آب سرد (طبق بند ۵-۳) تا دمای اتاق خنک کنید. در مدت ۱ h، جذب محلول را در مقابل محلول شاهد (طبق بند ۴-۸ مراجعه کنید) با طول موج ۸۲۰ nm اندازه گیری کنید.

۳-۸ منحنی کالیبراسیون

۱-۳-۸ با استفاده از پیپت (طبق بند ۵-۹) ۱۰ ml از محلول استاندارد فسفر (طبق بند ۴-۴) را به درون یک فلاسک حجمی نشان دار ۱۰۰ ml (طبق بند ۵-۸) بریزید. تا خط نشانه در آن آب ریخته و به خوبی مخلوط کنید.

۲-۳-۸ درون یک سری ۵ تایی از فلاسک های حجمی نشان دار (طبق بند ۵-۸) ۵۰ ml به ترتیب با استفاده از پیپت مقدار ۰ ml، ۱ ml، ۲ ml، ۳ ml و ۵ ml محلول استاندارد رقیق شده (طبق بند ۸-۳-۱) بریزید، بدین ترتیب ۰ μg، ۱۰ μg، ۲۰ μg، ۳۰ μg و ۵۰ μg با فسفر عنصری برابر خواهد بود. محتویات هر فلاسک را به طور تقریبی با ۲۰ ml آب رقیق نمایید.

۳-۳-۸ به محتویات هر یک از فلاسک های حجمی نشان دار ۲۰ ml از محلول مولیبدات اسکوربیک اسید (طبق بند ۴-۳-۳) اضافه کنید. تا خط نشان به آن آب اضافه کرده و به خوبی مخلوط نمایید.

همان گونه که در بند ۸-۲-۶ تعریف شده است.

۸-۳-۴ با استفاده از آب سرد محتویات را تارسیدن به دمای اتاق سرد نمایید. به مدت ۱h، جذب هر یک از محلول های کالیبراسیون را در برابر آب مرجع با طول موج ۸۲۰ nm اندازه گیری کنید.

۸-۳-۵ این مقادیر جذب شده را در برابر مقادیر فسفر عنصری اضافه شده ترسیم کنید.

۴-۸ آزمون شاهد

یک آزمون شاهد را مطابق با روش مشخص شده در بند ۸-۲ اما بدون آزمایش انجام دهید.

۹ محاسبه

محتوی فسفر کل (w_p) که برحسب درصد جرمی بیان می شود ، با استفاده از فرمول زیر به دست می آید.

$$w_p = \frac{m_1}{100 m_0}$$

که در آن:

m_0 جرم آزمون برحسب گرم

m_1 جرم فسفر برحسب میکروگرم است، که از منحنی کالیبراسیون خوانده می شود (یا با استفاده از خط رگرسیون به دست آمده به روش مجموع حداقل مربعات محاسبه می شود).

نتایج را تا دو رقم اعشار گزارش کنید.

۱۰ دقت

۱-۱۰ تکرار پذیری

اختلاف بین دو نتیجه ی منفرد به دست آمده روی مواد آزمون یکسان توسط یک آزمون کننده با استفاده از همان دستگاه ها بعد از بازه زمانی کوتاه در یک عملیات معمول و صحیح که اختلاف ۰٫۰۳ g فسفر در هر ۱۰۰g، نباید بیش از یک مورد در ۲۰ مورد باشد.

۲-۱۰ تجدید پذیری

اختلاف بین دو نتیجه ی منفرد و مستقل به دست آمده روی مواد آزمون یکسان توسط دو کاربر در دو آزمایشگاه متفاوت که بیش از ۰٫۰۶ g از فسفر در هر ۱۰۰g نباید بیش از یک مورد در ۲۰ مورد، در عملیات معمول و صحیح روش باشد.

۱۱ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید دارای آگاهی ها زیر باشد:

۱۱-۱ همه اطلاعات لازم برای شناسایی کامل نمونه

- ۱۱-۲ روش نمونه برداری استفاده شده (در صورت موجود بودن)
- ۱۱-۳ روش آزمون استفاد شده، شامل ارجاع به این استاندارد ملی ایران
- ۱۱-۴ هرگونه شرایط کارهایی که در این استاندارد مشخص نشده یا اختیاری در نظر گرفته شده، به همراه جزئیات هر فاصله موثر بر نتایج آزمون
- ۱۱-۵ نتایج آزمون به دست آمده
- ۱۱-۶ نتیجه نهایی به دست آمده، از تکرارپذیری، در صورت بررسی تکرارپذیری
- ۱۱-۷ تاریخ انجام آزمون
- ۱۱-۸ نام و نام خانوادگی و امضاء آزمون کننده

پیوست الف

(اطلاعاتی)

کتابنامه

- ۱- استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۵۹، لوازم شیشه‌ای آزمایشگاهی - پیپت‌های تک نشانه
- ۲- استاندارد ملی ایران شماره ۳۲۶، شیر و فرآورده‌های آن - راهنمای نمونه برداری
- ۳- استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۶۲، لوازم شیشه‌ای آزمایشگاهی - پیپت‌های مدرج - ویژگی‌ها
- ۴- استاندارد ملی ایران شماره ۷۵۲۰، شیشه آلات آزمایشگاهی بالن‌های حجم‌سنجی با یک خط نشانه - ویژگی‌ها
- ۵- استاندارد ملی ایران شماره ۷۲۵۸، شیشه آلات آزمایشگاهی - استوانه‌های مدرج