



سیستم مدیریت ایزو
www.isomanagement.ir

تماس تلفنی جهت دریافت مشاوره:

۱. مشاور دفتر تهران (آقای محسن ممیز)

☎ ۰۹۱۲ ۹۶۳ ۹۳۳۶

۲. مشاور دفتر اصفهان (سرکار خانم لیلا ممیز)

☎ ۰۹۱۳ ۳۲۲ ۸۲۵۹

مجموعه سیستم مدیریت ایزو با هدف بهبود مستمر عملکرد خود و افزایش رضایت مشتریان سعی بر آن داشته، کلیه استانداردهای ملی و بین المللی را در فضای مجازی نشر داده و اطلاع رسانی کند، که تمام مردم ایران از حقوق اولیه شهروندی خود آگاهی لازم را کسب نمایند و از طرف دیگر کلیه مراکز و کارخانه جات بتوانند به راحتی به استانداردهای مورد نیاز دسترسی داشته باشند.

این موسسه اعلام می دارد در کلیه گرایشهای سیستم های بین المللی ISO پیشگام بوده و کلیه مشاوره های ایزو به صورت رایگان و صدور گواهینامه ها تحت اعتبارات بین المللی سازمان جهانی IAF و تامین صلاحیت ایران می باشد.

هم اکنون سیستم خود را با معیارهای جهانی سازگار کنید...





جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران
۱۵۵۴۷
چاپ اول
۱۳۹۷

INSO
15547
1st Edition
2018

چای - اندازه گیری میزان فلوراید -
روش آزمون

Tea- Determination of fluoride content- Test
method

ICS: 67.140.10

استاندارد ملی ایران شماره ۱۵۵۴۷ (چاپ اول): سال ۱۳۹۷

سازمان ملی استاندارد ایران

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

صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران - ایران

تلفن: ۵-۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۸۱۱۴-۳۲۸۰ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.gov.ir

وبگاه: <http://www.isiri.gov.ir>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No.2592 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.gov.ir

Website: <http://www.isiri.gov.ir>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد 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) 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، به‌عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به‌عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی 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)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به‌عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ 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 به‌منظور 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 صدور گواهی 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

«چای - اندازه گیری میزان فلوراید - روش آزمون»

سمت و/یا محل اشتغال:

رئیس:

پژوهشگاه استاندارد - پژوهشکده صنایع غذایی و کشاورزی

محمودی میمند، معصومه
(کارشناسی ارشد سم شناسی)

دبیر:

پژوهشگاه استاندارد - پژوهشکده صنایع غذایی و کشاورزی

بلقیسی، سبا
(کارشناسی ارشد علوم و صنایع غذایی)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

شرکت یونیلیور ایران (سهامی خاص)

آتش، امیرفرزین
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

پژوهشگاه استاندارد - پژوهشکده صنایع غذایی و کشاورزی

امینی فر، مهرناز
(دکتری صنایع غذایی)

شرکت احمد ایرانیان شایان (سهامی خاص)

ایمانی، سمیرا
(کارشناسی علوم و صنایع غذایی)

اداره کل استاندارد استان گیلان

برادران کتابچی، مریم
(کارشناسی ارشد میکروبیولوژی)

موسسه تحقیقات علوم باغبانی - پژوهشکده چای

تقی شکرگزار، سید احمد
(کارشناسی شیمی کاربردی)

آزمایشگاه و پروم

حسن پور، علیرضا
(کارشناسی ارشد علوم و صنایع غذایی)

پژوهشگاه استاندارد - پژوهشکده صنایع غذایی و کشاورزی

سلطانی، رضا
(کارشناسی ارشد انگل شناسی)

اداره کل استاندارد استان تهران

فخیره، فریده
(کارشناسی علوم تغذیه)

اعضا:

سمت و/یا محل اشتغال:

اداره کل استاندارد استان گیلان

یوسفی، زهرا

(کارشناسی ارشد مهندسی کشاورزی، زراعت)

ویراستار:

پژوهشگاه استاندارد- پژوهشکده صنایع غذایی و کشاورزی

نصیری صحنه، بنفشه

(کارشناسی ارشد فیزیولوژی و اصلاح گیاهان دارویی،

ادویه‌ای و معطر)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ز	پیش‌گفتار
ح	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصطلاحات و تعاریف
۳	۴ اصول روش
۳	۵ نمونه‌برداری
۳	۶ آماده‌سازی نمونه
۳	۷ روش‌های آزمون
۳	۱-۷ اندازه‌گیری فلوراید در چای به روش پتانسیومتری
۵	۲-۷ اندازه‌گیری فلوراید در چای به روش اسپکتروفتومتری
۶	۸ گزارش آزمون
۸	

پیوست الف (آگاهی دهنده) نتایج آماری آزمون‌های انجام شده بین آزمایشگاهی

پیش‌گفتار

استاندارد «چای- اندازه‌گیری میزان فلوراید- روش آزمون» که پیش‌نویس آن براساس پژوهش انجام شده تهیه و تدوین شده است، پس از بررسی در کمیسیون‌های مربوط، در هزار و ششصد و پنجاه و چهارمین اجلاس کمیته ملی استاندارد خوراک و فرآورده‌های کشاورزی مورخ ۱۳۹۷/۶/۳ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات سازمان ملی استاندارد مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران براساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های 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 تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

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

۱- بلقیسی، سبا و همکاران، تعیین میزان فلوراید در چای سیاه و چای کیسه‌ای با استفاده از روش اسپکتروفتومتری و پتانسیومتری، ۱۳۹۵، پژوهشگاه استاندارد.

2-Cao, J.; Zhao, Y.; Li, Y.; Deng, H.J.; Yi, J.; Liu, J.W. *Fluoride levels in various black tea commodities: Measurement and safety evaluation*. Food and Chemical Toxicology, 2006, 44, 1131-1137.

3-Lu, Y., Guo, W.F., Yang, X.Q. *Fluoride content in tea and its relationship with tea quality*. Journal of Agriculture and Food Chemistry, 2004, 52, 4472-4476.

4-Malinowska, E.; Inkielewicz, I.; Czarnowski, W.; Szefer, P. *Assessment of fluoride concentration and daily intake by human from tea and herbal infusions*. Food and Chemical Toxicology, 2008, 46, 1055-1061.

مقدمه

فلوراید آنیون بسیار مهمی است که در برخی مواد غذایی موجود بوده و مقادیر کم آن به‌ویژه برای جلوگیری از آسیب‌های دندانی در انسان، ضروری می‌باشد. گیاه چای بیش از سایر گیاهان، این عنصر را از هوا و خاک جذب و در برگ‌های خود ذخیره می‌کند. فلوراید به‌طور انتخابی از خاک، جذب بوته شده و در برگ‌ها به‌صورت آنیون موجود است. به‌طور خاص، در خاک‌های اسیدی مقادیر زیادی فلوراید جذب گیاه می‌شود. بیش از ۹۸٪ فلوراید در برگ‌های گیاه چای ذخیره می‌شود، بنابراین معمولاً برگ‌های چای بسیار غنی از فلوراید می‌باشند. مقدار فلوراید در برگ‌ها و ساقه‌ها با افزایش سن گیاه، افزایش می‌یابد. گاهی اوقات فلوراید اضافی باعث ایجاد نکروز در حاشیه برگ‌های چای می‌شود. در غنچه و برگ‌های جوان که معمولاً برای ساخت چای سبز یا سیاه به‌کار می‌رود مقدار فلوراید 100 mg/kg تا 430 mg/kg است در حالی که در برگ‌های مسن سطوح فلوراید 530 mg/kg تا 2350 mg/kg است. فلوراید به‌طور طبیعی از آب آشامیدنی و مواد غذایی مانند دم کرده‌های چای وارد بدن انسان می‌شود. در کشورهای مثل ایران و کشورهای خاور دور که نوشیدن چای از نظر فرهنگی جزئی از رژیم غذایی روزانه است، نوشیدن چای یکی از منابع مهم دریافت فلوراید است. محتوای فلوراید چای در ایجاد استحکام ساختمان دندان و جلوگیری از پوسیدگی دندان دارای اهمیت است، اما مصرف مقادیر زیاد فلوراید در دراز مدت می‌تواند باعث ایجاد مشکلاتی از جمله فلوروزیس دندانی یا اسکلتی در افراد شود. این موضوع زمانی اهمیت بیشتری پیدا می‌کند که جذب فلوراید حاصل از مصرف چای با سایر منابع فلوراید از جمله آب شرب همراه گردد.

چای - اندازه‌گیری میزان فلوراید - روش آزمون

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش‌های اندازه‌گیری مقدار فلوراید در چای، می‌باشد. این استاندارد، برای انواع چای (طبق بند ۳) کاربرد دارد.

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:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۶۲۴، چای خشک - نمونه‌برداری

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۳۲۷۲، چای - روش تهیه نمونه نرم شده و اندازه‌گیری ماده خشک آن

۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۲۵۰۶، بسته‌بندی - بسته‌بندی چای کیسه‌ای - ویژگی‌ها و روش‌های آزمون

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود:

۱-۳

چای سیاه

black tea

فرآورده‌ای است، که تنها از جوانه‌ها، برگ‌ها و ساقه‌های ترد و جوان رقم‌هایی از گیاه چای به نام *Camellia Sinensis (Linnaeus) O.Kuntze* که برای تهیه چای سیاه مناسب می‌باشند با بهره‌گیری از

شیوه‌های پذیرفته شده چای‌سازی که پایه آن بر انجام عملیات پلاس، مالش، اکسیداسیون (تخمیر) و خشک کردن است، به دست می‌آید.

[منبع: زیر بند ۴-۱ استاندارد ملی ایران شماره ۶۲۳]

۲-۳

چای سبز

green tea

فرآورده‌ای است که در مرحله ابتدایی برگ‌های چای را بخار داده و یا روی یک سطح داغ برای مدت کوتاهی حرارت می‌دهند تا آنزیم پلی فنل اکسیداز غیرفعال شده و در نتیجه عمل اکسیداسیون (تخمیر) اتفاق نیفتد. رنگ خشک شده این نوع چای سبز بوده و نوشیدنی آن به رنگ سبز تا زرد روشن است.

[منبع: زیر بند ۴-۱ استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۷۶۸]

۳-۳

چای سفید

white tea

فرآورده‌ای است، که تنها از غنچه (جوانه باز نشده برگ) و یا شاخساره‌های لطیف (یک تا سه برگ) رقم‌هایی از گیاه چای با نام *Camellia Sinensis (Linnaeus) O.Kuntze*، که برای نوشیدن مناسب می‌باشد در طی یک مرحله هم‌زمان پلاسیده شدن و خشک کردن تولید می‌شود.

[منبع: زیر بند ۴-۱ استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۰۴۷]

۴-۳

چای کیسه‌ای

tea bag

فرآورده‌ای است از نوع خالص خاک چای حاصله از عملیات چای‌سازی چای سیاه و چای سبز و هم‌چنین ارقام حاصل از عملیات چای‌سازی سی تی سی که علاوه بر دارا بودن خصوصیات و فاکتورهای مورد نظر، ذرات آن از کاغذ صافی مخصوص کیسه، طبق استاندارد ملی ایران شماره ۲۵۰۶، بسته بندی چای، عبور نکنند.

[منبع: زیر بند ۴-۴ استاندارد ملی ایران شماره ۳۱۱۹]

۵-۳

چای معطر

flavoured tea

چای‌های تعریف شده در زیربندهای ۱-۳، ۲-۳، ۳-۳ و ۴-۳ می باشد که توسط طعم‌دهنده‌های مجاز، معطر و یا طعم‌دار شده است.

۶-۳

آزمونه

test sample

مقدار معینی از چای است که از نمونه کلی برداشته شده و برای آزمون‌های چای به کار برده می‌شود.

۴ اصول روش

فلوراید، پس از استخراج با آب مقطر از آزمونه که شامل چای خشک سائیده شده است استخراج می‌گردد و به روش رنگ‌سنجی^۱ و یا پتانسیومتری^۲ اندازه‌گیری می‌شود.

۵ نمونه‌برداری

نمونه برداری باید مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۶۲۴، چای خشک- نمونه‌برداری، انجام شود.

۶ آماده سازی نمونه

۱۰۰ g از نمونه چای خشک را به‌طور مساوی به ۴ بخش مساوی تقسیم کنید. ۱۰ g از هر بخش را به‌طور تصادفی بردارید. نمونه‌ها را در مربع های ۱۰ cm × ۱۰ cm گسترانیده، تقریباً ۸ g از ۵ ناحیه مجزا انتخاب کرده و کاملاً با هم مخلوط کنید. از این مخلوط ۲ g گرم توزین کرده و برای آزمون به کار ببرید. سپس نمونه مورد آزمون را به مدت ۴ h در ۶۰°C خشک کنید. پس از آن نمونه را در دسیکاتور قرار دهید تا خنک شود. به ۲ g نمونه آزمایشگاهی، ۲۰۰ ml آب مقطر ۱۰۰°C افزوده و به مدت ۱۰ min در حمام آب ۱۰۰°C حرارت دهید و سپس تا دمای محیط خنک کرده، با استفاده از کاغذ صافی صاف کنید و مجدداً به حجم ۲۰۰ ml برسانید.

1- Colorimetry
2- Potentiometry

۷ روش‌های آزمون

۷-۱ اندازه‌گیری فلوراید در چای به پتانسیومتری

۷-۱-۱ مواد لازم

۷-۱-۱-۱ بافر تیساب^۱

۵۸٫۵ g سدیم کلرید، ۶۶ g سدیم استات را توزین و در مقداری آب حل کنید. سپس ۱۴٫۲ ml استیک اسید گلاسیال و ۱ g CDTA^۲ به آن ضافه کرده و پس از انحلال کامل با آب مقطر به حجم ۱ l برسانید.

۷-۱-۱-۲ محلول‌های استاندارد ذخیره

به دقت ۲۲۱ mg سدیم فلوراید را وزن کرده و به حجم ۱ l برسانید. غلظت محلول استاندارد به دست آمده ۱۰۰۰ mg/l خواهد بود.

از محلول بالا ۲ محلول با غلظت ۱۰ mg/l و ۱۰۰ mg/l به عنوان محلول‌های استاندارد ذخیره تهیه کنید. به این منظور به ترتیب ۱ ml و ۱۰ ml از محلول استاندارد ۱۰۰۰ mg/l را با پی‌پت برداشته و به دو بالن حجمی ۱۰۰ ml منتقل کنید و هر یک را با آب مقطر به حجم ۱۰۰ ml برسانید.

۷-۱-۱-۳ محلول‌های استاندارد

۶ عدد بالن حجمی ۵۰ ml تهیه کنید. به‌طور جداگانه، از هریک از محلول‌های استاندارد ذخیره (زیر بند ۷-۱-۱-۲، ۱۰ mg/l و ۱۰۰ mg/l) به ترتیب ۰٫۵ ml و ۱ ml و ۲ ml برداشته و به بالن‌های ۵۰ ml منتقل کنید، سپس با آب مقطر به حجم ۵۰ ml برسانید. به این ترتیب محلول‌های استاندارد با غلظت‌های ۰٫۱ mg/l، ۰٫۲ mg/l، ۰٫۴ mg/l، ۱ mg/l، ۲ mg/l و ۴ mg/l تهیه می‌گردد.

۷-۱-۲ وسایل لازم

۷-۱-۲-۱ ترازوی آزمایشگاهی حساس

با قابلیت توزین ۰٫۰۰۱ گرم

۷-۱-۲-۲ پیپت

شیشه ای یا خودکار، برای برداشتن مقادیر حجمی از محلول های رقیق شده استاندارد و رقت های نمونه استخراجی

۳-۲-۱-۷ بالن های حجمی نشانه دار

در حجم های ۵۰ میلی لیتر و ۱۰۰ میلی لیتر

۴-۲-۱-۷ پتانسیومتر

مجهز به الکتروود انتخابی یون فلوراید

۳-۱-۷ رسم منحنی استاندارد

دستگاه پتانسیومتری که الکتروود فلوراید روی آن نصب است را به وسیله محلول های استاندارد کالیبره کنید. سپس ۱۰ ml از هر کدام از محلول های استاندارد را در ظرفی جداگانه ریخته و به هر کدام ۱۰ ml محلول بافر تیساب بیفزایید. سپس میزان اختلاف پتانسیل الکتریکی هریک از محلول ها را قرائت و سپس منحنی استاندارد را براساس اختلاف پتانسیل الکتریکی بر حسب mv و لگاریتم غلظت mg/l یا ppm رسم کنید.

۳-۱-۷ روش اجرای آزمون

۱۰ ml بافر تیساب به ۱۰ ml از محلول نمونه اضافه کنید و با استفاده از دستگاه پتانسیومتر اختلاف پتانسیل الکتریکی نمونه را قرائت کنید. سپس با استفاده از منحنی استاندارد، غلظت فلوراید موجود در نمونه را بر حسب mg/l محاسبه کنید.

۲-۷ اندازه گیری فلوراید در جای به روش اسپکتروفتومتری

۱-۲-۷ مواد لازم

۱-۱-۲-۷ محلول بافر استات

۶۰ گرم سدیم استات بدون آب را در حدود ۶۰۰ ml آب مقطر حل کرده، ۱۰۰ ml استیک اسید گلاسیال به آن افزوده و سپس حجم آن را با استفاده از آب مقطر به ۱l برسانید.

۲-۱-۲-۷ محلول آلیزارین فلوراین

به دقت ۹۶۰ mg از آلیزارین فلورین^۱ را توزین، به یک بالن حجمی ۲۵۰ ml منتقل کرده و در ۱۰۰ ml آب مقطر حل کنید. ۲ ml آمونیوم هیدروکسید به آن افزوده و خوب مخلوط نمایید. در مرحله بعد ۲ ml استیک اسید گلاسیال به آن اضافه کرده و با آب مقطر به حجم ۲۵۰ ml برسانید.

۳-۱-۲-۷ محلول ذخیره لانتانیوم نیترات^۲

به دقت ۱٫۰۸ g لانتانیوم نیترات را در توزین کرده، به یک بالن حجمی ۲۵۰ ml منتقل کنید و با آب مقطر به حجم ۲۵۰ ml برسانید (این محلول باید در یخچال نگهداری شود).

۴-۱-۲-۷ محلول کاری رنگی

۳۰۰ ml بافر استات، ۱۵۰ ml استن، ۵۰ ml تریشری- بوتانول^۳، ۳۶ ml محلول آلیزارین فلورین، ۴۰ ml محلول لانتانیوم نیترات و ۲ ml پلی اکسی اتیلن ۲۳ لوریل اتر^۴ را مخلوط کرده و با آب مقطر به حجم ۱ l برسانید.

۵-۱-۲-۷ محلول استاندارد ذخیره

به دقت ۲۲۱ mg سدیم فلوراید را توزین کرده و به حجم ۱ l برسانید. غلظت محلول استاندارد به دست آمده ۱۰۰۰ mg/l خواهد بود. جهت تهیه محلول استاندارد ذخیره، ۱ ml از این محلول برداشته، درون بالن حجمی ۱۰۰ ml بریزید و با آب مقطر به حجم ۱۰۰ ml برسانید. غلظت محلول تهیه شده ۱۰ mg/l خواهد بود.

۶-۱-۲-۷ محلول استاندارد کاری

از محلول ۱۰ mg/l استاندارد ذخیره، محلول‌هایی با غلظت ۰٫۲ mg/l، ۰٫۸ mg/l، ۱٫۶ mg/l، ۲٫۴ mg/l، ۳٫۲ mg/l و ۴ mg/l تهیه کنید. به این منظور، به ترتیب ۰٫۱ ml، ۰٫۴ ml، ۰٫۸ ml، ۱٫۲ ml، ۱٫۶ ml و ۲ ml از محلول ۱۰ mg/l برداشته و به بالن حجمی ۵۰ ml منتقل کنید و با آب مقطر به حجم ۵۰ ml برسانید.

۲-۲-۷ وسایل لازم

۱-۲-۱-۷ ترازوی آزمایشگاهی حساس

با قابلیت توزین ۰٫۰۰۱ گرم

1- Alizarin Fluorine $C_{14}H_7O_4CH_2N(CH_2.CooH)_2$

2 - $La(NO_3)_3$

3- Tertiary butanol

4- Polyoxyethylene 23 lauryl ether

۷-۱-۲-۲ پی پت

شیشه ای یا خودکار، برای برداشتن مقادیر حجمی از محلول های رقیق شده استاندارد و رقت های نمونه استخراجی

۷-۱-۲-۳ بالن های حجمی نشانه دار

در حجم های ۵۰ میلی لیتر، ۱۰۰ میلی لیتر، ۲۵۰ میلی لیتر و ۱۰۰۰ میلی لیتر

۷-۱-۲-۴ اسپکتروفتومتر

باسل ۱۰ میلی لیتری و قابلیت اندازه گیری در طول موج ۶۲۰ نانومتر

۷-۲-۳ منحنی استاندارد

پس از کالیبره کردن دستگاه اسپکتروفتومتر با محلول های استاندارد، ۱۰ ml از هر یک از محلول های استاندارد کاری (طبق زیر بند ۷-۲-۱-۴) را با ۱۰ ml محلول کاری رنگی (طبق زیر بند ۷-۲-۱-۴) در لوله آزمایش بریزید و خوب مخلوط کنید. پس از ۱ h، بیشینه جذب هر یک از محلول ها را با دستگاه اسپکتروفتومتر در طول موج ۶۲۰ nm قرائت و منحنی استاندارد را بر حسب mg/l رسم کنید.

۷-۲-۴ روش اجرای آزمون

به ۱۰ ml از محلول تهیه شده نمونه چای، ۱۰ ml محلول کاری رنگی افزوده، خوب مخلوط کنید و پس از h ۱، بیشینه جذب آن را با دستگاه اسپکتروفتومتر در طول موج ۶۲۰ nm قرائت کنید. سپس با استفاده از منحنی استاندارد رسم شده، غلظت فلوراید موجود در نمونه را بر حسب mg/l محاسبه کنید.

۸ گزارش آزمون

گزارش آزمون، باید حداقل دارای آگاهی های زیر باشد:

۸-۱ تمام اطلاعات لازم برای شناسایی نمونه

۸-۲ تاریخ دریافت نمونه

۸-۳ تاریخ انجام آزمون

۸-۴ روش آزمون مورد استفاده با ارجاع به این استاندارد ملی

۵-۸ همه جزئیاتی که در این استاندارد مشخص نشده و از سوی آزمایشگاه به کار گرفته شده است و هر آن چه که ممکن است روی نتایج آزمون تاثیر داشته باشد.

۶-۸ نام، نام خانوادگی و امضاء آزمایش کننده

۷-۸ نام، نام خانوادگی و امضاء تأییدکننده

پیوست الف
(آگاهی دهنده)

نتایج آماری آزمون های انجام شده بین آزمایشگاهی

نتایج آماری آزمون های بین آزمایشگاهی در جدول زیر خلاصه شده است. مقادیر به دست آمده از آزمون بین آزمایشگاهی ممکن است برای غلظت های مختلف دیگر کاربرد نداشته باشد.

جدول الف-۱ نتایج تکرار پذیری و تجدید پذیری به روش پتانسیومتری

ردیف	شرح	چای خشک سیاه	چای خشک سبز	چای سیاه کیسه ای	چای سبز کیسه ای
۱	تعداد نمونه مورد آزمون	۱۵	۴	۵	۶
۲	تعداد نتایج آزمون مورد پذیرش	۱۵	۴	۵	۶
۳	میزان فلوراید (mg/l)	۱٫۱	۱٫۷	۱٫۶۴۴	۲٫۸۵۲
۴	انحراف استاندارد تکرار پذیری (S_T)	۰٫۴	۱٫۱	۱٫۴۳۳	۱٫۰۶۲
۵	تغییرات ضریب تکرار پذیری (%)	۱٫۵۲	۱٫۲۶	۱٫۷۳	۱٫۱۶
۶	حد تکرار پذیری $r=(2.8S_T)$	۱٫۱۲	۳٫۰۸	۴٫۸۴	۳٫۲۵
۷	انحراف استاندارد تجدید پذیری (S_R)	۲٫۰۱	۱٫۹۵	۱٫۶۴	۱٫۷۲
۸	تغییرات ضریب تجدید پذیری (%)	۳٫۴۴	۴٫۰۳	۴٫۶۷	۴٫۱۱
۹	حد تجدید پذیری $R=(2.8S_R)$	۵٫۶۳	۵٫۴۶	۴٫۵۹	۴٫۸۲

جدول الف-۲ نتایج تکرار پذیری و تجدید پذیری به روش اسپکتروفتومتری

ردیف	شرح	چای خشک سیاه	چای خشک سبز	چای سبز کیسه ای	چای سیاه کیسه ای
۱	تعداد نمونه مورد آزمون	۱۵	۴	۶	۵
۲	تعداد نتایج آزمون مورد پذیرش	۱۵	۴	۱۱	۵
۳	میزان فلوراید (mg/l)	۰٫۷۳۷	۱٫۱۱۲	۱٫۸۵	۱٫۲۰۸
۴	انحراف استاندارد تکرار پذیری (S_r)	۰٫۵۷۵	۱٫۰۷۷	۰٫۷۳۱	۱
۵	تغییرات ضریب تکرار پذیری (%)	۱٫۲۳	۱٫۴۴	۱٫۴۷	۱٫۶۷
۶	حد تکرار پذیری $r=(2.8S_r)$	۱٫۶۱	۳٫۰۱	۲٫۰۴	۲٫۸
۷	انحراف استاندارد تجدید پذیری (S_R)	۱٫۰۴	۱٫۲۹	۱٫۱۸	۱٫۳۶
۸	تغییرات ضریب تجدید پذیری (%)	۳٫۴۶	۵٫۱۳	۶٫۲۱	۴٫۲۵
۹	حد تجدید پذیری $R=(2.8S_R)$	۲٫۹۱	۳٫۶۱	۳٫۳۰	۳٫۸۰

کتاب نامه

اصطلاحات و تعاریف

- [۱] استاندارد ملی ایران - شماره ۶۲۳: سال ۱۳۹۲، چای سیاه- ویژگی ها و ش های آزمون
- [۲] استاندارد ملی ایران - شماره ۱۰۷۶۸: سال ۱۳۹۳، چای سبز- ویژگی ها و ش های آزمون
- [۳] استاندارد ملی ایران - شماره ۱۹۰۴۷: سال ۱۳۹۳، چای سفید- ویژگی ها و ش های آزمون
- [۴] استاندارد ملی ایران - شماره ۳۱۱۹: سال، چای کیسه ای- ویژگی ها و ش های آزمون