



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

۱۵۵۴۸

چاپ اول

۱۳۹۷

INSO

15548

1st Edition

2018

Identical with
ISO 10504:

2013

مشتقات نشاسته – تعیین ترکیب شربت‌های
گلوکز، شربت‌های فروکتوز و شربت‌های
گلوکز هیدروژنه – به روش کروماتوگرافی
مایع با کارایی بالا (HPLC)

**Starch derivatives — Determination of the
composition of glucose syrups, fructose
syrups and hydrogenated glucose syrups —
Method using high-performance liquid
chromatography**

ICS: 67.180.20

استاندارد ملی ایران شماره ۱۵۵۴۸ (چاپ اول): سال ۱۳۹۷

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۱۲۹۴

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: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.gov.ir

وبگاه: <http://www.isiri.gov.ir>

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.gov.ir

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

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 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، به عنوان 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 به عنوان 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 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 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

«مشتقات نشاسته - تعیین ترکیب شربت‌های گلوکز، شربت‌های فروکتوز و شربت‌های گلوکز

هیدروژنه - به روش کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا (HPLC)»

رئیس:

هنرور، مسعود

(دکتری علوم و صنایع غذایی)

سمت و/یا محل اشتغال:

دانشگاه آزاد اسلامی - واحد علوم و تحقیقات

دبیر:

نصیری، سیده لیلا

(کارشناسی ارشد علوم و صنایع غذایی)

سازمان ملی استاندارد ایران - دفتر مطالعات تطبیقی و مشارکت

در تدوین استانداردهای بین‌المللی

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

جباری، مریم

(کارشناسی ارشد شیمی)

شرکت گلوکز (سهامی عام)

حسن پور، علیرضا

(کارشناسی ارشد علوم و صنایع غذایی)

آزمایشگاه تخصصی شرکت ویرومد

حسن نژاد، نفیسه

(کارشناسی ارشد علوم و صنایع غذایی)

شرکت نشاسته ایران (سهامی خاص)

راستگو، آناهیتا

(کارشناسی ارشد علوم و صنایع غذایی)

شرکت گروه زرماکارون (سهامی خاص)

سید یعقوبی، امین

(دکترای علوم و صنایع غذایی)

گروه صنعتی و پژوهشی زر (سهامی خاص)

عرب زاده، محمدرضا

(کارشناسی مهندسی شیمی)

شرکت آرین گلوکز (سهامی خاص)

اعضا:

فلاح نژاد، سجاد

(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

کشتکاران، علی

(لیسانس مهندسی صنایع)

کوهستانی، سعید

(کارشناسی شیمی)

مصائبی، محمدرسول

(کارشناسی مهندسی صنایع)

وکیلی، حمیده

(کارشناسی ارشد علوم و صنایع غذایی)

هداییان، قاسم

(کارشناسی حقوق)

ویراستار:

منزوی، هاشمه

(کارشناسی شیمی)

سمت و/یا محل اشتغال:

شرکت فروکتوز ناب (سهامی خاص)

شرکت پارس خوشه پرداز (سهامی خاص)

شرکت گلوکز ان (سهامی عام)

انجمن نشاسته و گلوکز ایران

شرکت آردینه (سهامی خاص)

شرکت نشاسته ایران (سهامی خاص)

کارشناس استاندارد - بازنشسته سازمان ملی استاندارد ایران

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ز	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصول روش
۲	۴ واکنشگرها
۳	۵ وسایل
۴	۶ روش اجرای آزمون
۶	۷ محاسبه
۷	۸ دقت
۹	پیوست الف (آگاهی‌دهنده) مثال‌هایی از محلول‌های استاندارد

پیش‌گفتار

استاندارد «مشتقات نشاسته - تعیین ترکیب شربت‌های گلوکز، شربت‌های فروکتوز و شربت‌های گلوکز هیدروژنه - به روش کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا (HPLC)» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی/منطقه‌ای به عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی ایران شماره ۵ تهیه و تدوین شده، در یک هزار و ششصد و چهل و هفتمین اجلاس کمیته ملی استاندارد خوراک و فرآورده‌های کشاورزی مورخ ۱۳۹۷/۰۴/۲۵ 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 می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس 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 صورت لزوم تجدیدنظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون‌های مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد ملی بر مبنای پذیرش استاندارد بین‌المللی زیر به روش «معادل یکسان» تهیه و تدوین شده و شامل ترجمه تخصصی کامل متن آن به زبان فارسی می‌باشد و معادل یکسان استاندارد بین‌المللی مزبور است:

ISO 10504: 2013, Starch derivatives — Determination of the composition of glucose syrups, fructose syrups and hydrogenated glucose syrups — Method using high-performance liquid chromatography

مشتقات نشاسته - تعیین ترکیب شربت‌های گلوکز، شربت‌های فروکتوز و شربت‌های گلوکز هیدروژنه - به روش کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا^۱ (HPLC)

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، اندازه‌گیری ترکیب محلول‌های دکستروز، شربت‌های گلوکز، شربت‌های حاوی فروکتوز، شربت‌های گلوکز هیدروژنه، سوربیتول، مانیتول و مالتیتول با استفاده از روش کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا می‌باشد. به طور عمده اجزاء شامل گلوکز، مالتوز، مالتوتریوز، فروکتوز، سوربیتول، مانیتول، مالتیتول و مالتو-ولیگوساکاریدها می‌باشند.

استفاده از ستون‌های پُر شده از رزین تبادل یون ضروری است.

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 مراجعه 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 ISO 3696:1987, Water for analytical laboratory use - Specification and test methods

یادآوری ۱- استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸: سال ۱۳۸۱، آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه-ویژگی‌ها و روش‌های آزمون با استفاده از این منبع تدوین شده است.

2-2 ISO 5381:1983, Starch hydrolysis products - Determination of water content - Modified Karl Fischer method

یادآوری ۲- استاندارد ملی ایران شماره ۴۴۰۱: سال ۱۳۷۷، فرآورده‌های آبکافتی نشاسته - روش اندازه‌گیری آب به روش اصلاح شده کارل با استفاده از این منبع تدوین شده است.

۳ اصول روش

اجزای ساکاریدی با استفاده از HPLC جداسازی می‌شوند. این جداسازی با استفاده از یک ستون تبادل یونی و نیز آب به عنوان شوینده^۱ انجام می‌گیرد. اجزای شسته شده توسط یک رفاکتومتر افتراقی شناسایی و توسط یک انتگراتور الکترونیکی به صورت کمی اندازه‌گیری می‌شوند.

۴ واکنشگرها

تمامی واکنشگرهای مورد استفاده باید از درجه واکنشگر تجزیه‌ای باشند.

۱-۴ آب مقطر ویژه

آب مورد استفاده می‌تواند دوبار تقطیر با درجه کیفی ۱ مطابق استاندارد شماره ISO 3696 باشد. مناسب ترین نوع آب، آب یون‌زدایی شده^۲ می‌باشد که از آلوده شدن رزین تبادل یونی جلوگیری می‌کند.

آب بهتر است با عبور از یک صافی با قطر منافذ $0.22 \mu\text{m}$ فیلتر شود. همچنین بهتر است با اعمال خلاء و یا یک واحد گاززدایی در بین مسیر، گاززدایی گردد. این آب بهتر است تحت اتمسفر بی‌اثر و ترجیحاً در دمای 70°C نگهداری شود تا مانع از رشد میکروب شود.

یادآوری - برخی تجهیزات تصفیه آب تجاری به طور همزمان آب را فیلتر و گاززدایی می‌نماید.

۲-۴ محلول‌های استاندارد اولیه

بر حسب حساسیت رفاکتومتر، محلول‌هایی (طبق پیوست الف) حاوی ۱۰٪ (یا کمتر) ماده خشک با ترکیبات تا حد ممکن نزدیک به نمونه‌های تحت آنالیز، تهیه نمائید.

یادآوری - مواد مرجع مناسب برای اجزاء فهرست شده در بند ۱ از شرکت‌های معتبر مواد شیمیایی می‌توانند تأمین شوند.

۳-۴ رزین‌های تبادل یونی، جهت یون‌زدایی نمونه‌های خارج از مسیر^۳.

نمک‌های موجود در نمونه به طور همزمان از ستون شسته شده و به وسیله رفاکتومتر شناسایی می‌شوند که این امر موجب خطاهایی در شناسایی می‌شود. این نمک‌ها ابتدا باید توسط رزین‌های تبادل یونی حذف شوند. مناسب‌ترین روش، برخورداری از یک ستون محافظ به صورت سیستم کارتریج (به بند ۵-۵ مراجعه

1- Eluent
2- Demineralized water
3- Off-line

کنید) در داخل مسیر^۱ می‌باشد، ولی انجام این امر به صورت خارج از مسیر با استفاده از رزین‌های زیر نیز مقدور است^۲:

۱-۳-۴ نوع کاتیونی:

۱-۱-۳-۴ مبادله‌گر کاتیونی قوی، ۴٪ دی وینیل بنزن پلی استایرن دارای پیوند عرضی، به شکل H^+ ؛

۲-۱-۳-۴ مش ۲۰۰ تا مش ۴۰۰ به شکل خشک؛

۲-۳-۴ نوع آنیونی:

۱-۲-۳-۴ مبادله‌گر آنیونی ضعیف، ۴٪ دی وینیل بنزن پلی استایرن دارای پیوند عرضی حاوی گروه‌های آمین نوع ۳، به شکل باز آزاد؛

۲-۲-۳-۴ مش ۲۰۰ تا مش ۴۰۰ به شکل خشک.

۵ وسایل

۱-۵ کروماتوگراف مایع؛ دارای تجهیزات زیر.

۱-۱-۵ پمپ، فاقد پالس، با قابلیت تنظیم جریان ثابت، در سرعت مورد نیاز.

۲-۱-۵ رفراکتومتر افتراقی، با قابلیت کنترل دمایی.

۳-۱-۵ آون ستون با قابلیت کنترل دمایی، قادر به نگهداری ستون تا دماهای $95^{\circ}C$ با رواداری $\pm 0.5^{\circ}C$

1- In-line

۲- چنانچه رزین‌هایی که این ویژگی‌ها را دارند بیش از یک تامین کننده داشته باشند، عملکرد آن‌ها متغیر می‌شود. تجربیات چندین آزمایشگاه نشان داده است که رزین‌های $AG^{\circledR} 3-X4$ و $AG^{\circledR} 50W-X4$ مناسب می‌باشد. ($AG^{\circledR} 3-X4$ و $AG^{\circledR} 50W-X4$ نام‌های تجاری می‌باشند و این اطلاعات صرفاً جهت راحتی کاربران این استاندارد بوده و تاییدی بر این محصولات از طرف سازمان ایزو نیست. از محصولات مشابه، در صورتی که نتایج یکسان با این محصولات داشته باشند، نیز می‌توان استفاده کرد.)

۲-۵ تزریق کننده نمونه، شامل یک لوپ تزریق (دستی یا بخشی از یک نمونه گیر خودکار) با ظرفیت $20 \mu\text{l}$ یا کمتر.

۳-۵ انتگراتور^۱، شامل یک انتگراتور الکترونیکی با قابلیت محاسبه و ثبت، متناسب با ولتاژ خروجی آشکارساز.

۴-۵ ستون جداسازی، شامل یک ستون تبادل یونی پر شده با مناسب ترین شکل برای این نوع آنالیز. رزین پیشنهادی 6% تا 8% دی وینیل بنزن پلی استایرن سولفون شده دارای پیوند عرضی با قطر دانه $9 \mu\text{m}$ تا $25 \mu\text{m}$ می باشد.

یادآوری - ستون های قابل قبول از چندین تأمین کننده عمده در دسترس می باشند.

۵-۵ ستون های محافظ، سیستم کارتریج دوتایی تهیه شده به صورت سفارشی، جاسازی شده در مسیر بدون حرارت، به منظور یون زدایی نمونه.^۲

۶-۵ سیستم فیلتراسیون نمونه، شامل یک سرنگ با قابلیت قرارگیری فیلترهای غشایی دیسکی مناسب در آن. قطر منافذ آنها بهتر است $0.45 \mu\text{m}$ باشد.

شربت های تجاری معمولاً به خوبی تصفیه شده اند و فیلتر $0.45 \mu\text{m}$ مناسب است. در هر حال، چنانچه گرفتگی ستون کروماتوگرافی زیاد اتفاق می افتد، بهتر است فیلتر $0.22 \mu\text{m}$ به کار برده شود.

۶ روش اجرای آزمون

۱-۶ انتخاب ستون

برای کاربردهای عمومی به ویژه برای شربت های فروکتوز و شربت های گلوکز هیدروژنه یک رزین تبادل یونی به شکل کلسیمی باید استفاده شود. در هر حال جداسازی مالتوز به میزان زیاد از مالتوتریوز زمانی که مقدار مالتوتریوز در حدود 6% یا بیشتر باشد، دشوار است. در چنین مواردی، با یک رزین تبادل-کاتیونی به شکل پتاسیم یا سدیم، نتایج بهتری به دست خواهد آمد.

۲-۶ راه اندازی سیستم

ستون را در آن دستگاه کروماتوگراف نصب کنید و ستون های محافظ را (در صورت استفاده) متصل نمائید (به زیربند ۵-۵ مراجعه کنید). نیازی به گرم کردن ستون های محافظ وجود ندارد. تزریق کننده را به ورودی

1- Integrator

۲- تعداد محدودی سیستم ولی با کارایی متفاوت موجود می باشد. در چندین آزمایشگاه نشان داده شده است که کارتریج محافظ Bio-Rad 125-0118 از نظر کلیه ویژگی ها، مؤثرترین می باشد. (این اطلاعات صرفاً جهت راحتی کاربران این استاندارد بوده و تاییدی بر این محصولات از طرف سازمان ایزو نیست. از محصولات مشابه، در صورتی که نتایج یکسان با این محصولات داشته باشند، نیز می توان استفاده کرد.)

ستون (یا ستون‌های محافظ، در صورت استفاده) و خروجی ستون را به ورودی آشکارساز متصل نمائید. حلال خروجی از آشکارساز را به سمت ضایعات هدایت نمائید.

پمپ را با سرعت جریان 0.1 ml/min به کار اندازید و حلال را از ستون عبور دهید. دمای صحیح برای ستون را بر اساس توصیه سازنده تنظیم نمائید. پارامترهای کنترلی را به انتگراتور وارد نمائید. زمانی که دمای ستون پایدار شد، سرعت جریان حلال را به 0.5 ml/min افزایش دهید و سل شاهد را شست و شو دهید. برای اندازه‌گیری صحیح سیگنال ناشی از سل نمونه به دفترچه راهنمای رفاکتومتر مراجعه نمائید. دقت لازم را تنظیم نمائید.

۳-۶ کالیبراسیون ستون

۱-۳-۶ مقدار آب هر تک ماده مورد استفاده برای آماده‌سازی محلول‌های استاندارد اولیه مخلوط را طبق روش مشخص شده در استاندارد شماره ISO 5381، تعیین نمائید (به پیوست الف مراجعه شود). برای پلی آل‌های سنگین‌تر (تری آل و بالاتر)، استانداردهای تجاری موجود نیست.

۲-۳-۶ برای تک‌تک مواد، یک محلول استاندارد تهیه نمائید (به زیربند ۴-۲ مراجعه شود) و در شرایط مشابه با شرایط آنالیز، مقداری از نمونه را چندین مرتبه به ستون تزریق نمائید. بر اساس پاسخ انتگراتور، حداقل سه نتیجه با انحراف استاندارد $\pm 0.1\%$ یا کمتر برای جزء اصلی لازم است. نتیجه میانگین را برای تمامی اجزاء محاسبه کنید.

یادآوری - در تک ماده اولیه، برای هر قند پاسخ نسبی مشابه در نظر گرفته می‌شود، و درصد ناحیه نرمال شده نمایانگر آنالیز صحیح می‌باشد. برای دستیابی به گونه‌های با وزن مولکولی بالاتر، از دکستین یا کسر خاص تهیه شده از نشاسته هیدرولیز شده، می‌توان استفاده کرد.

۳-۳-۶ چند مخلوط از هر ماده، تهیه نمائید که ترکیبشان تا حد امکان نزدیک به نمونه‌های مورد آنالیز، باشد. بهتر است این مخلوط‌ها با غلظت‌های انتخابی تهیه گردند (به زیربند ۴-۲ مراجعه شود). یادآوری - یک مثال در پیوست الف آمده است.

۴-۳-۶ مقدار معینی از نمونه را دومرتبه به داخل کروماتوگراف تزریق نمائید. مقدار تزریق شده، به منظور نشان دادن پیک‌های قابل اندازه‌گیری از اجزاء جزئی، باید به اندازه کافی بزرگ باشد و در عین حال، اجزاء عمده نیز در آشکارساز پاسخ خطی داشته باشد. دامنه تشخیص شناساگر برای حصول پاسخ خطی باشد.

۵-۳-۶ سطح پیک‌های کروماتوگراف را بررسی نمائید. بهتر است انحراف مساحت پیک‌های اصلی حداقل دو کروماتوگراف بهتر است حداکثر $\pm 0.2\%$ باشد.

فاکتور پاسخ، x ، برای جزء x از فرمول (۱) محاسبه می‌شود:

$$r_x = m_x/a_x \quad (۱)$$

که در آن:

m_x درصد واقعی جزء X موجود در محلول استاندارد است؛

a_x درصد مساحت کروماتوگرام نرمال شده مربوط به جزء X می‌باشد.

فاکتورهای پاسخ معمولاً با یکدیگر معادل و یا نزدیک به هم می‌باشند. چنانچه انحراف بیش از ۲٪ مشاهده شود، سیستم کروماتوگرافی، به ویژه پارامترهای انتگراتور، بهتر است بررسی شوند.

۴-۶ آماده‌سازی نمونه

۱-۴-۶ زمانی که یون‌زدایی در مسیر انجام می‌گیرد، نمونه را تا غلظت معینی رقیق نمائید (به زیربند ۲-۴ مراجعه شود) و آن را از فیلتر $0.45 \mu\text{m}$ عبور دهید.

در صورت عدم استفاده از چنین سیستمی، نمونه باید در ابتدا خارج از مسیر تصفیه شود (به زیربندهای ۲-۴-۶ و ۳-۴-۶ مراجعه شود).

۲-۴-۶ رزین‌های تبادل یونی را به گونه‌ای که ظرفیت تبدلی مشابهی حاصل گردد، مخلوط نمائید. رزین‌های مخلوط شده را به خوبی با آب شستشو دهید (به زیربند ۱-۴ مراجعه شود)؛ سپس آب اضافی را خارج نمائید ولی همچنان از مرطوب ماندن رزین‌ها اطمینان یابید. رزین‌ها به این طریق برای ماه‌ها قابل نگهداری خواهند بود.

۳-۴-۶ به ۱۵ ml تا ۲۰ ml از نمونه مایع حاوی ۲۵٪ تا ۳۰٪ ماده خشک، ۱ g تا ۱.۵ g از رزین مخلوط اضافه کنید. به مدت ۱۵ min به آرامی هم بزنید و سپس فیلتر کنید تا رزین حذف شود. تا غلظت معینی رقیق نمایید و از فیلتر $0.45 \mu\text{m}$ عبور دهید.
به بند ۵-۶ مراجعه کنید.

۵-۶ آنالیز نمونه

مقداری از نمونه انتخابی را داخل کروماتوگراف تزریق کرده و آنالیز را طبق بند ۳-۴-۶ اجرا نمائید. بهتر است آنالیز با دوبرار تکرار انجام پذیرد. کلیه درصدهای سطح مساحت پاسخ‌های آشکارساز را ثبت کنید.

۷ محاسبه

محتوی ترکیب X بر اساس فرمول (۲) محاسبه می‌گردد:

$$C_x = r_x \cdot a_x \quad (۲)$$

که در آن:

C_x درصد محاسباتی ترکیب x در نمونه مورد آزمون؛

r_x فاکتور پاسخ محاسبه شده قبلی (به زیربند ۶-۳-۵ مراجعه شود)؛

a_x درصد سطح مساحت نرمال شده کروماتوگرام برای ترکیب x است.

نتیجه حاصله باید تا یک رقم اعشار گرد شود. زمانی که سیستم در حالت بهینه کار می کند مقادیر درصد سطح مساحت محلول استاندارد ترکیب باید با همبستگی خوبی نزدیک به استاندارد ترکیب شناخته شده باشد، به نحوی که فاکتور پاسخ یکسانی برای تمامی ترکیبات قابل استفاده باشد. در این شرایط، درصد ترکیب معادل درصد سطح ناحیه ترکیب است.

۸ دقت

۱-۸ تکرارپذیری

تفاوت مطلق بین دو نتیجه آزمون مستقل، به دست آمده با روش یکسان بر روی ماده آزمون مشخص در یک آزمایشگاه توسط آزمونگر مشابه با استفاده از تجهیزات یکسان در یک بازه زمانی کوتاه، نباید در بیشتر از ۵٪ موارد بزرگتر از حد تکرار پذیری (g/۱۰۰g) مندرج در جدول ۱ برای همان نوع شربت باشد.

جدول ۱ - حدود تکرارپذیری

حد تکرارپذیری، r g/۱۰۰g	آزمونه	ترکیب تقریبی شربت g/۱۰۰g	نوع شربت
۰٫۹۰ ۰٫۱۷	دکستروز مالتوز	دکستروز ۹۵	D-α-گلوکز (دکستروز)
۱٫۴ ۰٫۷۰	دکستروز مالتوز	دکستروز ۴۵	D-α-گلوکز (دکستروز)
۰٫۳۶	مالتوز	مالتوز ۸۰	مالتوز
۰٫۳۹	مالتوز	مالتوز ۴۸	مالتوز
۰٫۴۳ ۰٫۲۳	فروکتوز دکستروز	فروکتوز ۴۲	فروکتوز
۰٫۲۲ ۰٫۵۵	فروکتوز دکستروز	فروکتوز ۹	فروکتوز
۰٫۸۱	سوربیتول	سوربیتول ۹۸	سوربیتول
۰٫۱۹ ۰٫۱۲	مالتیتول مالتوتریبتول	مالتیتول ۷۵	مالتیتول

۲-۸ تجدیدپذیری

تفاوت مطلق بین دو نتیجه منفرد، حاصل از روش یکسان بر روی ماده مورد آزمون مشخص، در آزمایشگاه‌های مختلف با آزمونگرهای مختلف با استفاده از تجهیزات مختلف، نباید در بیش از ۵٪ موارد بزرگتر از حد تجدیدپذیری (g/۱۰۰g) مندرج در جدول ۲ برای همان نوع شربت باشد.

جدول ۲- حدود تجدیدپذیری

حد تجدیدپذیری، σ g/۱۰۰g	آزمونه	ترکیب تقریبی شربت g/۱۰۰g	نوع شربت
۱,۷۰ ۰,۵۵	دکستروز مالتوز	دکستروز ۹۵	D- α -گلوکز (دکستروز)
۴,۰ ۱,۲۰	دکستروز مالتوز	دکستروز ۴۵	(D- α -گلوکز) دکستروز
۳,۵۰	مالتوز	مالتوز ۸۰	مالتوز
۲,۱۰	مالتوز	مالتوز ۴۸	مالتوز
۱,۰ ۰,۹۸	فروکتوز دکستروز	فروکتوز ۴۲	فروکتوز
۰,۵۷ ۱,۴۰	فروکتوز دکستروز	فروکتوز ۹	فروکتوز
۱,۷۰	سوربیتول	سوربیتول ۹۸	سوربیتول
۰,۸۷ ۰,۲۱	مالتیتول مالتوترییتول	مالتیتول ۷۵	مالتیتول

پیوست الف

(آگاهی‌دهنده)

مثال‌هایی از محلول‌های استاندارد

مثال‌ها در جدول‌های الف-۱ و الف-۲ ارائه شده است.

جدول الف-۱ - ترکیب محلول‌های استاندارد اولیه

محلول استاندارد	گلوکز	مالتوز	مالتوتریوز	مالتو-الیگوساکارید
گلوکز	۹۹٫۰	۰٫۵	۰٫۰	۰٫۵
مالتوز	۰٫۲	۹۹٫۰	۰٫۵	۰٫۳
مالتوتریوز	۰٫۰	۰٫۰	۰٫۹۵	۵٫۰
مالتو-الیگوساکارید	۴٫۰	۴٫۰	۴٫۰	۸۸٫۰

جدول الف-۲ - ترکیب محلول شاهد شربت مخلوط استاندارد اولیه

محلول شاهد	مخلوط ماده جامد	گلوکز	مالتوز	مالتوتریوز	مالتو-الیگوساکارید
گلوکز	۴٫۵۰۰۰	۴٫۴۵۵۰	۰٫۰۲۲۵	۰٫۰۰۰۰	۰٫۰۲۲۵
مالتوز	۲٫۵۰۰۰	۰٫۰۰۵۰	۲٫۴۷۵۰	۰٫۰۱۲۵	۰٫۰۰۷۵
مالتوتریوز	۰٫۳۰۰۰	۰٫۰۰۰۰	۰٫۰۰۰۰	۰٫۲۸۵۰	۰٫۰۱۵۰
مالتو-الیگوساکارید	۲٫۶۰۰۰	۰٫۱۰۴۰	۰٫۱۰۴۰	۰٫۱۰۴۰	۲٫۲۸۸۰
کل	۹٫۹۰۰۰	۴٫۵۶۴۰	۲٫۶۰۱۵	۰٫۴۰۱۵	۲٫۳۳۳۰
درصد ترکیب	۱۰۰	۴۶٫۱۰	۲۶٫۲۸	۴٫۰۶	۲۳٫۵۷