



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران
۲۸۸۴
تجدید نظر اول
۱۳۹۷

INSO
2884
1st Revision
2018

افزودنی‌های خوراکی مجاز - فسفریک اسید -
ویژگی‌ها و روش‌های آزمون

Permitted food additives- Phosphoric acid-
specifications and test methods

ICS:67.220.20

استاندارد ملی ایران شماره ۲۸۸۴ (تجدید نظر اول): سال ۱۳۹۷

سازمان ملی استاندارد ایران

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

صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران - ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

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

«افزودنی‌های خوراکی مجاز - فسفریک اسید - ویژگی‌ها و روش‌های آزمون»

رئیس:

فرجی، محمد
(دکتری شیمی تجزیه)

عضو هیئت علمی پژوهشکده صنایع غذایی و کشاورزی -
پژوهشگاه استاندارد

دبیر:

نصیری صحنه، بنفشه
(کارشناسی ارشد فیزیولوژی و اصلاح گیاهان دارویی،
ادویه‌ای و معطر)

کارشناس پژوهشکده صنایع غذایی و کشاورزی - پژوهشگاه
استاندارد

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

آریا منش، خوشنود
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

مدیر فنی آزمایشگاه پرتوبشاش (سهامی خاص)

اسکندری، سیروس
(کارشناسی علوم صنایع غذایی)

دبیر انجمن تولیدکنندگان افزودنی‌های صنایع غذایی (سهامی
خاص)

جوانشیر، ریکا
(کارشناسی شیمی کاربردی)

کارشناس پژوهشکده صنایع غذایی و کشاورزی - پژوهشگاه
استاندارد

حمزه تاش، داریوش
(دکتری شیمی)

مدیر عامل اسانس و رنگ ابیض شیمی (سهامی خاص)

خداداد، منا
(کارشناسی ارشد مهندسی علوم و صنایع غذایی)

کارشناس کانون انجمن‌های صنایع غذایی ایران (سهامی خاص)

درستی، صدیقه
(کارشناسی ارشد صنایع غذایی)

کارشناس دفتر نظارت بر استانداردهای صنایع غذایی، آرایشی،
بهداشتی و حلال - سازمان ملی استاندارد ایران

علوی، مینا
(کارشناسی ارشد فیزیولوژی و اصلاح گیاهان دارویی،
ادویه‌ای و معطر)

کارشناس پژوهشکده صنایع غذایی و کشاورزی - پژوهشگاه
استاندارد

ویراستار:

رشیدی، لادن
(دکتری تخصصی مهندسی شیمی - بیوتکنولوژی)

عضو هیئت علمی پژوهشکده صنایع غذایی و کشاورزی -
پژوهشگاه استاندارد

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
و	پیش‌گفتار
ز	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ ویژگی‌ها
۳	۵ روش‌های آزمون
۳	۵-۱ آزمون شناسایی خاصیت اسیدی
۳	۵-۲ آزمون شناسایی فسفات
۵	۵-۳ نیترات‌ها
۵	۵-۴ اسیدهای فرار
۶	۵-۵ کلرایدها
۷	۵-۶ سولفات‌ها
۸	۵-۷ فلوراید
۱۰	۵-۸ خلوص
۱۱	۵-۹ آرسنیک
۱۱	۵-۱۰ سرب
۱۱	۶ بسته‌بندی
۱۱	۷ نشانه‌گذاری

پیش‌گفتار

استاندارد «افزودنی‌های خوراکی مجاز- فسفریک اسید- ویژگی‌ها و روش‌های آزمون» که نخستین بار در سال ۱۳۶۶ تدوین و منتشر شد، بر اساس پیشنهادهای دریافتی و بررسی و تأیید کمیسیون‌های مربوط برای اولین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در یک هزار و ششصد و پنجاهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد خوراک و فرآورده‌های کشاورزی مورخ ۹۷/۵/۲۴ 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 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 کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۲۸۸۴: سال ۱۳۶۶ می‌شود.

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

- 1- Codexalimentarius monograph, Phosphoric acid: 2006
- 2- Food Chemicals Codex, Phosphoric acid: 2006, pp. 331- 332

مقدمه

فسفریک اسید با فرمول بسته H_3PO_4 ، با داشتن سه هیدروژن قابل تعویض حتی در رقت‌های زیاد یک اسید قوی بوده و یکی از اجزاء تشکیل‌دهنده طبیعی بسیاری از میوه‌ها نیز می‌باشد. فسفریک اسید تنها اسید غیرآلی است که به میزان زیاد در مواد غذایی به کار می‌رود. این اسید در تولید پنیر و صنعت نوشابه‌سازی برای تنظیم pH و اسیدیته، خنثی‌سازی سود کاستیک در پوست‌گیری میوه‌جات، تصفیه روغن‌های نباتی و مقدار کمی نیز در صنعت مربا و ژله استفاده می‌شود. قسمت عمده مصرف این اسید در نوشابه‌های گازدار به‌خصوص نوشابه‌های نوع کولا می‌باشد.

افزودنی‌های خوراکی مجاز - فسفریک اسید - ویژگی‌ها و روش‌های آزمون

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین ویژگی‌های فیزیکی، شیمیایی، بسته‌بندی، نشانه‌گذاری و روش‌های آزمون فسفریک اسید است که در صنایع غذایی مورد استفاده قرار می‌گیرد.

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 ۹۲۶۶، مواد غذایی - اندازه‌گیری مقدار سرب، کادمیم، مس، آهن و روی - روش طیف‌سنجی نوری جذب اتمی

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۶۷۲۲، مواد غذایی - اندازه‌گیری عناصر کم مقدار - اندازه‌گیری آرسنیک کل با روش طیف‌سنجی جذب اتمی تولید هیدرید (HGAAS) پس از خاکسترسازی خشک

۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۲۸۸۱، سال ۱۳۶۷، ویژگی‌ها و روش‌های آزمون اسید فسفریک مورد مصرف در صنایع غذایی

2-4 Combined Compendium of Food Additives Specifications: 2018, Analytical methods, test procedures and laboratory solutions used by and referenced in the food additive specifications

۳ اصطلاحات و تعاریف

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

۱-۳ فسفریک اسید

Phosphoric acid

مایع و بی‌رنگ و بدون بو و بدون رنگ با نام مترادف ارتوفسفریک اسید، جرم مولکولی ۹۸٫۰۰ و INS ۳۳۸ است که به‌عنوان اسیدی‌کننده، مرطوب‌کننده و تشدیدکننده فعالیت آنتی‌اکسیدان‌ها مورد استفاده قرار می‌گیرد.

۴ ویژگی‌ها

ویژگی‌های فیزیکوشیمیایی فسفریک اسید باید مطابق جدول ۱ باشد:

جدول ۱- ویژگی‌های فیزیکوشیمیایی فسفریک اسید

روش‌های آزمون	فسفریک اسید درجه II	فسفریک اسید درجه I	ویژگی‌ها	ردیف
	حدود قابل قبول	حدود قابل قبول		
-	مایع ویسکوز شفاف بدون بو و رنگ	مایع ویسکوز شفاف بدون بو و رنگ	وضعیت ظاهری	۱
-	قابل حل در آب و اتانل	قابل حل در آب و اتانل	حلالیت	۲
طبق زیر بند ۵-۱ این استاندارد	در رقت‌های بالا خاصیت اسیدی بالایی دارد	در رقت‌های بالا خاصیت اسیدی بالایی دارد	آزمون شناسایی خاصیت اسیدی	۳
طبق زیر بند ۵-۲ این استاندارد	تشکیل رسوب زرد قناری که در آمونیاک رقیق حل می‌شود	تشکیل رسوب زرد قناری که در آمونیاک رقیق حل می‌شود	آزمون شناسایی فسفات	۴
طبق زیر بند ۵-۳ این استاندارد	بیشینه ۵	بیشینه ۵	نیتрат‌ها (μg/g) ^۱	۵
طبق زیر بند ۵-۴ این استاندارد	بیشینه ۱۰	بیشینه ۱۰	اسیدهای فرار بر حسب استیک اسید (μg/g)	۶
طبق زیر بند ۵-۵ این استاندارد	بیشینه ۲۰۰	بیشینه ۲۰۰	کلرایدها بر حسب کلرین (μg/g)	۷
طبق زیر ۵-۶ این استاندارد	بیشینه ۰/۱۵	بیشینه ۰/۱۵	سولفات‌ها (%)	۸
طبق زیر بند ۵-۷ این استاندارد	بیشینه ۱۰	بیشینه ۱۰	فلوراید (μg/g)	۹
طبق زیر بند ۵-۸ این استاندارد	کمینه ۷۵	کمینه ۸۵	خلوص (%)	۱۰
طبق زیر بند ۵-۹ این استاندارد	بیشینه ۳	بیشینه ۳	آرسنیک (μg/g)	۱۱
طبق زیر بند ۵-۱۰ این استاندارد	بیشینه ۴	بیشینه ۴	سرب (μg/g)	۱۲

1- Part per million (ppm) or mg/kg

۵ روش‌های آزمون

۱-۵ آزمون شناسایی خاصیت اسیدی

مقداری از نمونه را به نسبت ۱ به ۱۰ با آب مقطر رقیق کرده و اسیدی بودن (pH) آن را پایش کنید، حتی در رقت بالا هم نمونه خاصیت اسیدی خواهد داشت.

۲-۵ آزمون شناسایی فسفات

۱-۲-۵ مواد لازم

۱-۱-۲-۵ سدیم هیدروکسید یک نرمال (N)

۲-۱-۲-۵ پودر مولیبدیک اسید (۸۵٪)

۳-۱-۲-۵ آمونیاک غلیظ (۲۵٪)

۴-۱-۲-۵ نیتریک اسید غلیظ (۷۰٪)

۵-۱-۲-۵ سدیم فسفات رقیق (۱۲٪)

محلول ۱۲٪ بلورهای شفاف سدیم فسفات دی بازیک ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) را در آب مقطر تهیه کنید.

۶-۱-۲-۵ نیتریک اسید رقیق (۱۰٪ w/v)

به دقت ۱۰۵ ml از نیتریک اسید (۷۰٪) را درون بالن حجمی ۱۰۰۰ ml ریخته و با آب مقطر به حجم ۱۰۰۰ ml برسانید.

۷-۱-۲-۵ آمونیوم مولیبدات رقیق

به دقت ۶٫۵ g از پودر بسیار نرم مولیبدیک اسید (۸۵٪) را توزین کرده و در مخلوطی از ۱۴ ml آب مقطر و ۱۴٫۵ ml آمونیاک غلیظ (۲۵٪) حل کنید. اجازه دهید این محلول خنک شود. سپس به آهستگی و در حال هم زدن، آن را به مخلوطی از ۳۲ ml نیتریک اسید و ۴۰ ml آب اضافه کنید. محلول را به مدت ۴۸ h در محیط آزمایشگاه قرار دهید و سپس آن را با استفاده از پشم شیشه صاف کنید. این محلول تا زمانی که در اثر افزودن ۲ ml سدیم فسفات رقیق به ۵ ml از این محلول در حالت عادی و یا طی گرم کردن، رسوب زرد رنگ تولید نکند، قابلیت مصرف دارد. محلول تهیه شده را در محل تاریک نگهداری کنید. اگر طی نگهداری محلول، رسوب تشکیل شد باید از محلول شفاف رویی استفاده کنید.

۸-۱-۲-۵ آمونیاک رقیق (محلول تقریبا ۶ N)

این محلول حاوی ۹/۵٪ تا ۱۰/۵٪ آمونیاک می‌باشد. برای تهیه آن، ۴۰۰ ml آمونیوم هیدروکسید (۲۸٪) را در مقداری آب حل کرده و به حجم ۱۰۰۰ ml برسانید.

۹-۱-۲-۵ نیترات نقره ۰/۱ N

۲-۲-۵ وسایل لازم

۱-۲-۲-۵ ترازوی الکتریکی

۲-۲-۲-۵ شیشه‌آلات معمول آزمایشگاهی

۳-۲-۵ روش آزمون

چند میلی لیتر از فسفریک اسید را با محلول نیترات نقره ۰/۱ N خنثی کرده و به آن نیتریک اسید رقیق شده اضافه کنید. سپس به اندازه هم حجم آن، محلول آمونیوم مولیبدات اضافه و سپس گرم کنید، رنگ زرد قناری درخشانی تشکیل می‌شود که در محلول آمونیاک رقیق قابل حل است.

۳-۵ آزمون اندازه‌گیری نیترات‌ها

۱-۳-۵ مواد لازم

۱-۱-۳-۵ سدیم کلراید

۲-۱-۳-۵ محلول ایندیگوکارمین

به دقت ۰/۱۸ g ایندیگوکارمین (سدیم ایندیگوتین دی‌سولفونات) ($C_{16}H_8O_8N_2S_2Na_2$) را توزین کرده و با آب مقطر به حجم ۱۰۰ ml برسانید. این محلول تا ۶۰ روز پس از آماده‌سازی، قابلیت مصرف دارد.

۳-۱-۳-۵ سولفوریک اسید غلیظ

۲-۳-۵ وسایل لازم

۱-۲-۳-۵ ترازوی الکتریکی

۲-۲-۳-۵ شیشه‌آلات معمول آزمایشگاهی

۳-۳-۵ روش آزمون

به دقت ۳/۴۸ g از نمونه را به حجم ۱۰ ml برسانید، سپس ۵ mg سدیم کلراید، ۰/۱ ml محلول ایندیگوکارمین و ۱۰ ml سولفوریک اسید غلیظ به آن اضافه کنید. رنگ آبی ایجاد شده نباید طی مدت ۵ min از بین برود.

۴-۵ آزمون اندازه گیری اسیدهای فرار

۱-۴-۵ مواد لازم

۱-۱-۴-۵ آب مقطر تازه جوشیده سرد شده

۲-۱-۴-۵ شناساگر فنل فتالئین

به دقت ۰/۲ g فنل فتالئین ($C_{20}H_{14}O_4$) را توزین کرده، در ۶۰ ml اتانل ۹۰٪ حل کنید و با آب مقطر به حجم ۱۰۰ ml برسانید.

۳-۱-۴-۵ سدیم هیدروکسید ۰/۱ N

۴-۱-۴-۵ اتانل ۹۰٪

۲-۴-۵ وسایل لازم

۱-۲-۴-۵ دستگاه تقطیر

۲-۲-۴-۵ ترازوی الکتریکی

۳-۲-۴-۵ شیشه آلات معمول آزمایشگاهی

۳-۴-۵ روش آزمون

به دقت ۶۰/۰۵ g از نمونه را توزین کرده و درون بالن تقطیر متصل به ظرف جمع آوری محلول بریزید و با ۷۵ ml آب مقطر تازه جوشیده خنک شده رقیق کنید. بالن تقطیر را حرارت داده تا ۵۰ ml محلول جمع آوری شود. به محلول جمع آوری شده چند قطره محلول فنل فتالئین اضافه کرده و با سدیم هیدروکسید ۰/۱ N تیتر کنید.

برای خنثی سازی محلول جمع آوری شده نباید بیشتر از ۰/۱ ml سدیم هیدروکسید ۰/۱ N استفاده شود.

۵-۵ آزمون اندازه‌گیری کلرایدها

۱-۵-۵ مواد لازم

۱-۱-۵-۵ هیدروکلریک اسید ۰/۰۱ N

۲-۱-۵-۵ آب مقطر

۳-۱-۵-۵ نیتریک اسید رقیق (محلول ۱۰٪ w/v از HNO_3)

به‌دقت ۱۰۵ ml از نیتریک اسید ۷۰٪ را برداشته و با آب مقطر به‌حجم ۱۰۰۰ ml برسانید.

۴-۱-۵-۵ نیترات نقره رقیق

به‌دقت ۱۵ g نیترات نقره را توزین و در ۵۰ ml آب مقطر حل کرده، سپس ۴۰۰ ml اتانل و چند قطره نیتریک اسید غلیظ به‌آن اضافه کنید. با استفاده از روش ولهارد این محلول را در برابر آمونیوم تیوسیانات ۰/۰۵ N استاندارد کنید. این محلول بسیار ثابت است.

۵-۱-۵-۵ آمونیوم تیوسیانات ۰/۰۵ N

به‌دقت ۰/۴ g آمونیوم تیوسیانات (NH_4SCN) را توزین کنید، آن را در مقداری آب حل کرده و به‌حجم ۱۰۰ ml برسانید.

۲-۵-۵ وسایل لازم

۱-۲-۵-۵ شیشه‌آلات معمول آزمایشگاهی

۲-۲-۵-۵ ترازوی الکتریکی

۳-۲-۵-۵ لوله نسلر^۱

۳-۵-۵ روش آزمون

به‌دقت ۱/۷۸ g از نمونه را توزین کرده و به یک لوله نسلر تمیز و خشک منتقل کنید. نمونه را در حدود ۳۰ ml آب مقطر حل کرده و در صورتی که محلول قلیایی است با نیتریک اسید رقیق خنثی کنید. سپس ۶ ml نیتریک اسید رقیق به‌آن اضافه کرده و تا حجم ۵۰ ml با آب مقطر رقیق کنید.

در یک لوله نسلر تمیز و خشک دیگر، ۱ ml محلول هیدروکلریک اسید ۰/۰۱ N به عنوان محلول استاندارد بریزید و به آن ۶ ml نیتریک اسید رقیق اضافه کرده و تا حجم ۵۰ ml با آب مقطر رقیق کنید.

در صورتی که محلول حاوی نمونه شفاف نیست، هر دو محلول نمونه و محلول استاندارد را در شرایط یکسان صاف کنید. به هر یک از لوله‌های محتوی محلول‌های نمونه و استاندارد، ۱ ml محلول نیترات نقره رقیق اضافه کرده و کاملاً مخلوط کنید. در شرایط دور از نور مستقیم آفتاب، به مدت ۵ min در محیط آزمایشگاه قرار دهید و سپس با بررسی اطراف و دهانه لوله روی یک سطح تیره، کدورت هر دو لوله نسلر را با هم مقایسه کنید. کدورت ایجاد شده در لوله نسلر حاوی محلول نمونه نباید از کدورت لوله نسلر حاوی محلول استاندارد بیشتر باشد.

۵-۶ آزمون اندازه‌گیری سولفات‌ها

۵-۶-۱ مواد لازم

۵-۶-۱-۱ سولفوریک اسید ۰/۰۱ N

به دقت ۲/۸۵ ml سولفوریک اسید غلیظ را برداشته و در ۱۰۰ ml آب مقطر حل کنید.

۵-۶-۱-۲ آب مقطر

۵-۶-۱-۳ هیدروکلریک اسید رقیق (محلول ۱۰٪ w/v از HCl)

به دقت ۲۶/۶ ml از هیدروکلریک اسید ۳۶٪ را برداشته و با آب مقطر به حجم ۱۰۰ ml برسانید.

۵-۶-۱-۳ باریم کلرید ۱ N

به دقت ۱۲ g از باریم کلراید (BaCl₂.2H₂O) را توزین کرده و در ۱۰۰ ml آب مقطر حل کنید.

۵-۶-۲ وسایل لازم

۵-۶-۲-۱ شیشه‌آلات معمول آزمایشگاهی

۵-۶-۲-۲ ترازوی الکتریکی

۵-۶-۲-۳ لوله نسلر

۳-۶-۵ روش آزمون

به دقت ۱۲/۵ g از نمونه را توزین کرده و به یک لوله نسلر تمیز و خشک منتقل کنید. آن را در حدود ۳۰ ml آب مقطر حل کرده و در صورتی که محلول قلیایی است با هیدروکلریک اسید رقیق خنثی کنید. سپس ۱ ml هیدروکلریک اسید رقیق به آن اضافه کرده و تا حجم ۵۰ ml با آب مقطر رقیق کنید.

در یک لوله نسلر تمیز و خشک دیگر، ۱ ml محلول سولفوریک اسید ۰/۰۱ N به عنوان محلول استاندارد بریزید و به آن ۱ ml هیدروکلریک اسید رقیق اضافه کرده و تا حجم ۵۰ ml با آب مقطر رقیق کنید.

در صورتی که محلول نمونه شفاف نیست، هر دو محلول نمونه و محلول استاندارد را در شرایط یکسان صاف کنید. به هر یک از لوله‌های محتوی محلول‌های نمونه و استاندارد، ۲ ml محلول باریم کلرید ۱ N اضافه کرده و کاملاً مخلوط کنید و به مدت ۱۰ دقیقه در محیط آزمایشگاه قرار دهید، سپس با بررسی اطراف و دهانه لوله روی یک سطح تیره، کدورت هر دو لوله نسلر را با هم مقایسه کنید. کدورت ایجاد شده در لوله نسلر حاوی محلول نمونه نباید از کدورت لوله نسلر حاوی محلول استاندارد بیشتر باشد.

۷-۵ آزمون اندازه‌گیری فلوراید

۱-۷-۵ مواد لازم

۱-۱-۷-۵ محلول استاندارد ذخیره سدیم فلوراید با غلظت ۵ ng/g

به دقت ۲/۲۱۰ g از سدیم فلوراید را که قبلاً به مدت ۴ h در دمای ۲۰۰ °C خشک شده است را توزین کرده و درون یک بشر پلاستیکی ۴۰۰ ml خشک بریزید، به آن ۲۰۰ ml آب مقطر اضافه کرده، هم‌بزنید تا کاملاً حل شود. با کمک آب مقطر آن را به تدریج به یک بالن حجمی ۱۰۰۰ ml منتقل کرده و با آب مقطر به حجم برسانید. این محلول را در یک بطری پلاستیکی نگهداری کنید. یک روز قبل از استفاده، ۵ ml از این محلول استاندارد ذخیره را برداشته و به یک بالن حجمی ۱۰۰۰ ml منتقل کنید. آن را با آب مقطر به حجم رسانده و خوب مخلوط کنید. برای تهیه محلول‌های رسم منحنی استاندارد سدیم فلوراید، از این محلول استفاده گردد.

۲-۱-۷-۵ هیدروکلریک اسید ۱ N

۳-۱-۷-۵ سدیم سیترات ۱ M

۴-۱-۷-۵ دی سدیم EDTA، ۰٫۲ M

۲-۷-۵ وسایل لازم

۱-۲-۷-۵ شیشه آلات معمول آزمایشگاهی

۲-۲-۷-۵ ترازوی الکتریکی

۳-۲-۷-۵ دستگاه پتانسیومتر با الکتروود انتخاب یونی مناسب

۴-۲-۷-۵ بشر پلاستیکی

۳-۷-۵ رسم منحنی استاندارد سدیم فلوراید

۶ بشر پلاستیکی ۲۵۰ ml تمیز و خشک تهیه کنید. به ترتیب درون هر یک ۱ ml، ۲، ۳، ۵، ۱۰، ۱۵ از محلول سدیم فلوراید استاندارد ذخیره (طبق زیر بند ۱-۱-۷-۵) بریزید. سپس به هر یک ۵۰ ml آب مقطر، ۵ ml هیدروکلریک اسید ۱ N، ۱۰ ml سدیم سیترات ۱ M و ۱۰ ml EDTA، ۰٫۲ M اضافه کرده و به طور کامل مخلوط کنید. از هر یک از محلول های تهیه شده، ۵۰ ml برداشته و هر یک را درون یک بشر تمیز و خشک ۱۲۵ ml ریخته و پتانسیل هر یک را با استفاده از دستگاه پتانسیومتر با الکتروود انتخاب یونی در مقایسه با یک الکتروود مرجع مناسب اندازه بگیرید و سپس منحنی استاندارد را براساس غلظت سدیم فلوراید و پتانسیل به دست آمده رسم کنید.

۴-۷-۵ روش آزمون

به دقت ۱٫۰۰ g از نمونه را توزین کرده و به یک بشر شیشه ای ۱۵۰ ml منتقل کنید، سپس ۱۰ ml آب مقطر به آن اضافه کرده و در حال هم زدن، به آهستگی ۲۰ ml هیدروکلریک اسید ۱ N به آن اضافه کنید. به سرعت به مدت ۱ min آن را بجوشانید و به یک بشر پلاستیکی ۲۵۰ ml انتقال داده و به سرعت در آب و یخ سرد کنید. سپس ۱۵ ml سدیم سیترات ۱ M و ۱۰ ml EDTA، ۰٫۲ M به آن اضافه کرده و به طور کامل مخلوط کنید. در صورت نیاز، pH این محلول را با استفاده از هیدروکلریک اسید ۱ N و یا سدیم هیدروکسید ۱ M در حدود (۰٫۱ ± ۵٫۵) تنظیم کنید. سپس محلول را به بالن حجمی ۱۰۰ ml انتقال داده و با آب مقطر به حجم رسانده و به طور کامل مخلوط کنید. ۵۰ ml از این محلول را درون یک بشر تمیز و خشک ۱۲۵ ml ریخته و پتانسیل آن را با استفاده از دستگاه پتانسیومتر با الکتروود انتخاب یونی در مقایسه با یک الکتروود

مرجع مناسب اندازه بگیریید. با استفاده از منحنی استاندارد میزان فلوراید محتوی را بر حسب μg به دست آورید.

۸-۵ آزمون اندازه گیری خلوص

۱-۸-۵ مواد لازم

۱-۱-۸-۵ تیمول فتالئین

به دقت 100 mg تیمول فتالئین را توزین و در 100 ml اتانل حل کرده و در صورت لزوم صاف کنید.

۲-۱-۸-۵ سدیم هیدروکسید 1 N

۲-۸-۵ وسایل لازم

۱-۲-۸-۵ شیشه آلات معمول آزمایشگاهی

۲-۲-۸-۵ ترازوی الکتریکی

۳-۸-۵ روش آزمون

به دقت 100 g از نمونه را توزین کرده و درون ارلن مایر دردار بریزید. سپس 100 ml آب مقطر به آن اضافه کرده و به طور کامل مخلوط کنید. این محلول را در حضور تیمول فتالئین با سدیم هیدروکسید 1 N تیترا کنید. هر 1 ml سدیم هیدروکسید 1 N معادل 0.049 g فسفریک اسید (H_3PO_4) می باشد.

۹-۵ آزمون اندازه گیری آرسنیک

اندازه گیری آرسنیک براساس استاندارد ملی ایران به شماره ۱۶۷۲۲، مواد غذایی- اندازه گیری عناصر کم مقدار- اندازه گیری آرسنیک کل با روش طیفسنجی جذب اتمی تولید هیدرید (HGAAS) پس از خاکسترسازی خشک انجام دهید.

۱۰-۵ آزمون اندازه گیری سرب

اندازه گیری سرب براساس استاندارد ملی ایران به شماره ۹۲۶۶، مواد غذایی- اندازه گیری مقدار سرب، کادمیم، مس، آهن و روی- روش طیفسنجی نوری جذب اتمی انجام دهید.

۶ بسته‌بندی

فسفریک اسید دارای خاصیت خورندگی بوده و باید در ظروف محکم و غیر قابل نفوذ نظیر پلاستیک، شیشه، فولاد زنگ‌نزن و یا سایر فلزات با پوشش پلاستیکی مناسب برای اسید و مواد غذائی بسته‌بندی گردد. ظروف محتوی فسفریک اسید باید دور از نور شدید و در شرایط معمولی (حدود 25°C) حمل و نگهداری گردد زیرا در اثر نور در طول زمان تبدیل به متافسفریک اسید شده که مناسب برای مصرف در صنایع غذائی نمی‌باشد.

۷ نشانه‌گذاری

هر بسته از ظروف باید با مشخصات زیر نشانه‌گذاری شود:

- نام ماده با ذکر عبارت نوع خوراکی یا قابل مصرف در صنایع غذائی

- اسم و آدرس کارخانه سازنده

- کشور سازنده

- کد یا شماره سری ساخت

- تاریخ ساخت

- شرایط نگهداری

- وزن یا حجم بر حسب سیستم متریک