

روش تعیین مهاجرت کلی در تماس با شبه غذاهای آبی توسط غوطه ور سازی کامل

۱- دامنه کاربرد

این روش آزمایش بیانگر رویه ای برای تعیین مهاجرت کلی افزودنی های درون پلاستیک های بسته بندی مواد غذایی به شبه غذاهای آبی می باشد. اساس این روش غوطه وری کامل نمونه پلاستیکی درون شبه غذا به مدت ۱۰ روز، ۲۴ ساعت یا ۲ ساعت در ۴۰ درجه سانتیگراد و یا ۲ ساعت در ۷۰ درجه سانتیگراد می باشد.

این روش برای پلاستیک هایی به شکل فیلم و یا ورقه، مناسب ترین روش است. اما می توان آن را برای گستره وسیعی از مواد یا ظروف، که می توان تکه هایی با اندازه مناسب از آنها برید بکار برد.

۲- اصول کار

مهاجرت کلی مواد غیر فرار از یک نمونه پلاستیکی با اندازه گیری جرم باقیمانده مواد غیر فرار پس از تبخیر شبه غذایی که نمونه پلاستیکی در آن غوطه ور شده تعیین می گردد.

انتخاب شرایط آزمون با توجه به شرایط کاربری صورت می گیرد.

نمونه های مورد آزمایش با اندازه تقریبی یک دسی متر مربع در شبه غذا به مدت ۱۰ روز، ۲۴ ساعت یا ۲ ساعت در ۴۰ درجه و یا ۲ ساعت در ۷۰ درجه غوطه ور می شوند، سپس آنها را بیرون می آورند. شبه غذا تبخیر می شود، تا باقیمانده خشک شود. توده باقیمانده غیر فرار برحسب میلی گرم بر دسی متر مربع از سطح نمونه گزارش می شود.

برای گزارش میزان مهاجرت کلی بایستی آزمون را بر روی سه نمونه مجزا انجام داده و مقدار متوسط را گزارش نمود.

۳- معرف های مورد استفاده

۱-۳- آب مقطر و یا آبی با کیفیت معادل (شبه غذایی نوع A)

۲-۳- اسید استیک (w/v) ۳٪ در محلول آبی (شبه غذایی نوع B)

۳-۳- اتانول (v/v) ۱۵٪ در محلول آبی (شبه غذایی نوع C)

۴-۳- شبه غذایی الکلی برای مایعات یا آشامیدنیهایی با قدرت الکلی بیش از ۱۵٪

نکته: در مورد قطعات و یا موادی که قرار است در معرض مایعات با آشامیدنی هایی با قدرت الکلی بیش از ۱۵ درصد قرار گیرند. آزمایش می تواند توسط محلول آبی اتانول با همان درصد الکلی انجام شود.

۴- وسایل مورد نیاز

۱-۴- تخته برش، شیشه صاف و تمیز، تخته پلاستیکی یا فلزی با مساحت کافی برای آماده کردن نمونه های آزمون، صفحه ای با ابعاد ۲۵۰ میلی متر در ۲۵۰ میلی متر مناسب است.

۲-۴- پنس استیل با لبه تیز

۳-۴- ابزار برش مانند قیچی ، چاقوی تیز و یا ابزار مناسب دیگر

۴-۴- خط کش با طول ۲۵ میلی متر و به پهنای ۱ میلی متر

۵-۴- خط کش درجه بندی شده بر حسب میلی متر، و با دقت یک 0.1mm

۶-۴- ترازوی دیجیتال با دقت اندازه گیری 0.1mg

۷-۴- نگهدارنده نمونه ها ساخته شده از استیل خالص با دسته های متقاطع که توسط جوش کاری یا خیم نقره به آن وصل شده اند ، یا نگهدارنده شیشه ای. قبل از نخستین استفاده نگهدارنده های استیل را کاملاً بشویید . استفاده از محلولهای چربی زدا و سپس اسید نیتریک رقیق مناسب تشخیص داده شده است . از آنجائی که احتمال پوسیدگی نگهدارنده های فلزی به ویژه زمانی که دارای اتصالاتی با لحیم نقره است ، توسط اسید استیک وجود دارد برای قرار دادن نمونه ها در محلول آبی اسید استیک بعنوان شبه غذا ، بهتر است از نگهدارنده های شیشه ای استفاده شود. به هر حال می توان نگهدارنده های استیلی را برای محلول آبی اسید استیک استفاده کرد به شرطی که عدم تاثیر آن بر باقیمانده های غیر فرار پس از تبخیر شبه غذا ثابت شده باشد . برای اطمینان از این که نگهدارنده ها تاثیر ویژه ای روی باقی مانده ندارند همه آنها را بررسی کنید .

۸-۴- لوله های شیشه ای برای نگهداری شبه غذاها و نمونه های آزمون ، لوله هایی با قطر داخلی تقریباً ۳۵ میلی متر و طول ۱۰۰ تا ۲۰۰ میلی متر برای کار مناسب تشخیص داده شده اند .

۹-۴- مهره های شیشه ای به قطر ۲ تا ۳ میلی متر یا میله های شیشه ای به قطر ۲ تا ۳ میلی متر و طول تقریبی ۱۰۰ میلی متر .

۱۰-۴- آون حرارتی و یا انکوباتور با قابلیت تنظیم دما در ۴۰ و ۷۰ درجه سانتیگراد با تلورانس ۱ درجه سانتیگراد

۱۱-۴- ظروف از جنس استیل خالص ، نیکل و یا پلاتینیوم به قطر ۵۰ تا ۹۰ میلی متر با حداکثر وزن ۱۰۰ گرم برای تبخیر شبه غذا و وزن کردن مواد غیر فرار باقیمانده ظروف شیشه ای و یا سرامیکی نیز برای هر سه نوع شبه غذا مناسب بوده می توانند استفاده شوند .

۱۲-۴- صفحه داغ ، دستگاه تقطیر یا منتل برای تبخیر شبه غذا در پایان زمان آزمون

۱۳-۴- دیسکاتور حاوی کلرید کلسیم فاقد آب یا سیلیکا ژل

۱۴-۴- استوانه مدرج 100mm دارای تطابق با شرایط استاندارد ISO 4788

۵- آماده سازی نمونه های آزمون

تمیز و فاقد هر گونه آلودگی سطحی بودن برای نمونه های آزمون ضروری می باشد (بسیاری از پلاستیک ها بعلت دارا بودن بار سطحی دارای قابلیت جذب گرد و غبار می باشند) قبل از آماده کردن نمونه های آزمون ، هرگونه آلودگی سطحی را توسط خشک کردن با یک پارچه تمیز کتان یا پاک کردن توسط یک برس نرم از روی آنها بزدایید .

تحت هیچ شرایطی نمونه ها را با آب یا حلال نشویید حتی اگر در دستورالعمل استفاده آمده است که برای استفاده از نمونه باید آن را شست یا تمیز کرد . برخورد دست با نمونه را به حداقل رسانده و در مواقع ضروری از دستکش کتان استفاده کنید .

جهت حصول اطمینان از جدا بودن کامل نمونه های مورد آزمایش در طول انجام آزمون و این که سطوح آزادانه در تماس با شبه غذا قرار گرفته اند ، می توان گلوله و یا میله های شیشه ای با قطر کم بین نمونه ها استفاده نمود ، هنگامی که از نگهدارنده های نمونه استفاده می کنید روی آنها بر چسبی بزنید که شامل مشخصات نمونه مورد آزمون باشد .

۲-۵- تعداد نمونه های مورد آزمون

در مورد کاربردهای بسته بندی به شکل فیلم نازک ، ورقه ، بطری یا قطعات مشابه سه نمونه برای آزمون مورد نیاز است . برای قطعاتی که دارای شکل منظمی نمی باشند ، پنج نمونه آزمون که از نظر ابعادی یکسانند نیاز می باشد .

این نمونه ها به شرح زیر استفاده می شوند :

الف (۳ نمونه برای تعیین میزان مهاجرت

ب) ۲ نمونه برای تعیین مساحت نمونه هایی که دارای شکل منظمی نمی باشد .

۳-۵- فیلم های نازک و مواد ورقه ای

نمونه را بر روی تخته برش قرار داده و نمونه های آزمون با اندازه $1dm^2$ را توسط قالب 100 میلی متر در 100 میلی متر برش دهید . توسط خط کش ، چک کنید که تلورانس ابعاد نمونه در محدوده مجاز باشد .

با استفاده از خط کش هر نمونه را به 4 تکه 25×100 میلی متری برش دهید . سپس تمامی نمونه های آزمون را با ایجاد سوراخ مناسب بر روی نگهدارنده سوار کنید .

۴-۵- بطری ها و قطعات دیگر

برای هر نمونه آزمایشی از دیواره بطری یا قطعه ، تکه هایی را با مساحت تقریبی $1dm^2$ را جدا کنید برای قطعاتی که به تنهایی دارای مساحت کمتر از $1dm^2$ هستند، برای تهیه هر نمونه مورد آزمایش از تعداد کافی قطعه استفاده کنید . ابعاد نمونه ها را بوسیله خط کش اندازه گیری کنید تنها مساحت سطحی از نمونه را که قرار است در معرض ماده غذایی قرار گیرد ، اندازه گیری کنید . یعنی لبه ها برش داده شده و هر سطحی که قرار نیست در معرض مواد غذایی قرار گیرد را نادیده بگیرید . مساحت هر نمونه را با دقت $0.01 dm^2$ محاسبه کرده و آن را ثبت کنید. در صورت لزوم هر نمونه آزمون را به تکه های کوچکتر برش دهید تا بتوانید آنها را در لوله های شیشه ای قرار دهید نمونه های آزمون را با کمک نگهدارنده درون لوله های شیشه ای و تحت شرایط آزمون قرار دهید . در صورتی که یک نمونه آزمون به اندازه کافی سخت باشد ، می توان آنها را بدون نگهدارنده تحت شرایط آزمایش قرار داد .

۶- روش آزمون

۶-۱- نحوه و شرایط قرار دادن نمونه ها در معرض شبه غذا

سه لوله آزمایش شیشه ای را برداشته و توسط استوانه مدرج ، $100ml$ شبه غذا در هر کدام بریزید و در آنها را ببندید اگر قرار است از روش تبخیر استفاده کنید، $120ml$ شبه غذا را توسط استوانه مدرج در دو لوله آزمایش دیگر بریزید تا بعنوان مرجع از آنها استفاده کنید .

اگر قرار است از روش تقطیر استفاده کنید ، 100ml شبه غذا را توسط استوانه مدرج در دو لوله آزمایش اضافی بریزید تا بعنوان مرجع از آنها استفاده کنید .

ه لوله آزمایش، همه میله های شیشه ای و مهره هایی را که مورد نیاز است در آون یا انکوباتور که دمای آن در درجه حرارت آزمون تثبیت شده است (۴۰ یا ۷۰ درجه سانتیگراد) ، قرار دهید و آنها را تا رسیدن به دمای آزمون رها کنید . در هر یک از سه لوله آزمایش که شامل ۱۰۰ میلی لیتر از شبه غذا هستند ، یکی از نمونه های مورد آزمون را قرار داده و در آنها را ببندید بر روی هر یک از لوله ها برچسبی زنید تا امکان شناسایی آنها وجود داشته باشد . مطمئن شوید که تمام نمونه ها بطور کامل درون شبه غذا غوطه ور شده اند. در صورتی که نمونه ها غوطه ور نشده اند با افزودن مهره های شیشه ای سطح شبه غذا را بالا ببرید تا غوطه وری کامل حاصل شود . این قسمت از عملیات باید در حداقل زمان ممکن صورت گیرد تا افت دمایی در شبه غذا اتفاق نیافتد سپس بر روی هر لوله، سطح مایع را با وسیله ای مناسب علامت بزنید .

تمام لوله ها را درون آون یا انکوباتوری که درجه حرارت آن در دمای آزمون تثبیت شده است قرار دهید و دمای آن را ثبت کنید . لوله ها باید در مدت زمان آزمون یعنی 240-249 h و یا 24-24.5 h و یا 120-125 min درون آون با شرایط تثبیت شده قرار داشته باشند .

پس از اتمام زمان آزمون ، لوله ها را از آون یا انکوباتور خارج کنید و سطح شبه غذا را در هر کدام از آنها کنترل کنید در صورتی که سطح کنونی در حدود ۱۰ میلی متر پایین تر از سطح علامت زده است یا قسمتی از نمونه های مورد آزمون بیرون از شبه غذا قرار گرفته آزمایش را توسط نمونه های جدید تکرار کنید .

اگر سطح شبه غذا کمتر از ۱۰ میلی متر افت کرده است، بایستی نمونه مورد آزمون را از لوله خارج کرده و صبر کنید تا شبه غذای همراه آن به لوله آزمایش باز گردد . شبه غذای باقیمانده بایستی حداقل ۹۰ درصد مقدار اولیه باشد، در غیر این صورت باید آزمون را با نمونه های جدید تکرار نمود .

۲-۶- تعیین میزان مهاجرت

۱-۲-۶- آماده سازی ظروف تبخیر

پنج شیشه ساعت بردارید و برای سهولت در شناسایی آنها را علامت گذاری کنید. شیشه های ساعت را درون آون با دمای ۱۰۵ درجه سانتی گراد تا ۱۱۰ درجه سانتی گراد به مدت زمان ۳۰ الی ۳۵ دقیقه قرار دهید، تا بطور کامل خشک شوند. شیشه های ساعت را از آون خارج کرده ، درون دسیکاتور قرار دهید و اجازه دهید تا در دمای محیط خنک شوند آنها را وزن کرده و وزن هر کدام را بصورت جداگانه ثبت کنید شیشه های ساعت را مجدداً درون آون قرار دهید و چرخه حرارات دهی، خنک کاری و وزن کردن را تکرار کنید تا اختلاف وزن بین دو توزین متوالی برای هر شیشه ساعت کمتر از 0/5 mg شود .

۲-۲-۶- روش تبخیر شبه غذا

لوله های آزمایش شامل شبه غذاها را برداشته و 40ml تا 50ml از هر کدام را به داخل شیشه ساعت جداگانه بریزید. و به وسیله حمام بخار ، صفحه داغ یا نوع دیگری از سیستم های حرارت دهی شبه غذا را تبخیر کنید . مراقب باشید تا در حین تبخیر، مواد غیر فرار باقیمانده به دلیل حرارت بیش از حد یا ناگهانی از بین نروند .

تذکر : تبخیر استیک اسید و اتانول بایستی در زیر هود صورت گیرد .

وقتی بیشتر از شبه غذا تبخیر شد، شبه غذای باقیمانده از هر لوله آزمایش را به درون شیشه ساعت مربوطه بریزید و عمل تبخیر را ادامه دهید. هر کدام از لوله ها را که حاوی نمونه تحت آزمایش بوده، دو بار با مقادیر 10ml و 1ml از شبه غذای استفاده نشده شستشو دهید و آن را به شیشه ساعت حاوی مواد غیر فرار اضافه کنید عمل تبخیر را ادامه دهید.

تذکر ۲: گاز نیتروژن می تواند برای ایجاد سهولت در عمل تبخیر استفاده شود.

وقتی شبه غذا کاملاً تبخیر شد، شیشه ساعت را جهت تکمیل تبخیر و خشک کردن باقیمانده غیر فرار به مدت ۳۰ دقیقه تا ۵ دقیقه درون آونی که دمای آن در ۱۰۵ درجه سانتی گراد تا ۱۰۰ درجه سانتی گراد تثبیت شده است قرار دهید. شیشه های ساعت را از درون آون خارج کنید و در دسیکاتور قرار دهید سپس اجازه دهید تا در دمای محیط خنک شوند. شیشه های ساعت حاوی مواد باقیمانده غیر فرار را وزن کنید سپس مقادیر را ثبت نمایید. شیشه های ساعت را دوباره درون آون قرار دهید و چرخه حرارت دهی، خنک کاری و توزین را تکرار کنید تا اختلاف دو توزین متوالی برای هر شیشه ساعت کمتر از 0/5 mg گردد.

وزن مواد غیر فرار را از طریق کم کردن وزن شیشه ساعت از وزن شیشه ساعت همراه مواد غیر فرار تعیین کنید.

۶-۲-۳- روش تقطیر شبه غذا

شبه غذاها را به بالن های ته گرد انتقال دهید. (بالن ۲۵۰ مناسب است) هر لوله آزمایش را ۲ بار با 20ml و 2ml شبه غذای استفاده نشده بشویید و آنها را به بالن های مربوط اضافه کنید. بالن ها را درون منتل قرار دهید و به برج تقطیر یا تبخیر کننده چرخشی متصل کنید. تقطیر شبه غذا را تا زمانی که تقریباً 30ml تا 50ml از آن در بالن باقی مانده ادامه دهید. شبه غذای باقیمانده را به شیشه ساعت انتقال دهید. بالن را با 1ml و 10ml از شبه غذای استفاده نشده بشویید و آن را به شیشه ساعت مربوطه اضافه کنید. عمل تبخیر شبه غذا را بوسیله حمام بخار، صفحه داغ یا هر سیستم حرارت دهی دیگر مشابه قبل ادامه دهید.

تذکر: تبخیر استیک اسید و اتانول بایستی در زیر هود صورت گیرد.

۷- بیان نتایج

۷-۱- روش محاسبه

مهاجرت کلی را برحسب میلی گرم مواد باقیمانده بر دسی متر مربع از سطح نمونه که در تماس با شبه غذا قرار گرفته بیان کنید. مقادیر مهاجرت برای هر نمونه را با استفاده از فرمول زیر محاسبه کنید:

$$M = \frac{(m_a - m_b) * 1000}{S}$$

که در این رابطه:

m_a : جرم شیشه ساعت پس از تبخیر شبه غذا برحسب میلی گرم

m_b : جرم شیشه ساعت خالی برحسب میلی گرم

S: سطح برحسب دسی متر مربع

M: میزان مهاجرت