



جمهوری اسلامی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

شماره استاندارد ایران

6963_



میوه ها و سبزیها - سیب زمینی - اندازه گیری نترات و نیتريت - روش

اسپكترومتری - روش آزمون

چاپ اول

آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب قانون، تنها مرجع رسمی کشور است که عهده دار وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) میباشد. تدوین استاندارد در رشته های مختلف توسط کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط با موضوع صورت میگیرد. سعی بر این است که استانداردهای ملی، در جهت مطلوبیت ها و مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فنی و فن آوری حاصل از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع شامل:

تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، بازرگانان، مراکز علمی و تخصصی و نهادها و سازمانهای دولتی باشد. پیش نویس استانداردهای ملی جهت نظرخواهی برای مراجع ذینفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال میشود و پس از دریافت نظرات و پیشنهادات در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که توسط مؤسسات و سازمانهای علاقمند و ذیصلاح و با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می شود نیز پس از طرح و بررسی در کمیته ملی مربوط و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی چاپ و منتشر می گردد. بدین ترتیب استانداردهایی ملی تلقی می شود که بر اساس مفاد مندرج در استاندارد ملی شماره ((۵)) تدوین و در کمیته ملی مربوط که توسط مؤسسه تشکیل میگردد به تصویب رسیده باشد.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد میباشد که در تدوین استانداردهای ملی ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندیهای خاص کشور، از آخرین پیشرفتهای علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی استفاده می نماید.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون به منظور 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 استانداردها را با تصویب شورای عالی استاندارد اجباری نماید. مؤسسه می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه بندی آنها اجباری نماید.

همچنین بمنظور اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمانها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و گواهی کنندگان سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاهها و کالیبره کنندگان وسایل سنجش، مؤسسه استاندارد اینگونه سازمانها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران مورد ارزیابی قرار داده و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آنها اعطا نموده و بر عملکرد آنها نظارت می نماید. ترویج سیستم بین المللی یکاها، کالیبراسیون وسایل سنجش تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی از دیگر وظایف این مؤسسه می باشد.

کمیسیون استاندارد سیب زمینی - اندازه گیری نیترات و نیتريت

جذب مولکولی - روش اسپکترومتری

رئيس	سمت يا نمايندگی
زاهدي ، محمد حسن (فوق لیسانس زراعت)	سازمان کشاورزی استان خراسان
اعضاء	
اسحاقی ، زرین (دکترای شیمی)	دانشگاه پیام نور - واحد فریمان
شرایعی ، پروین (فوق لیسانس صنایع غذایی)	مرکز تحقیقات کشاورزی استان خراسان
دبیر	
اسماعیلی شانديز ، احمد (لیسانس زراعت)	اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان خراسان

فهرست مندرجات :

صفحه

پیش گفتار.....	ب
مقدمه	پ
۱- هدف	۱
۲- دامنه کاربرد.....	۱
۳- مراجع الزامی.....	۱
۴- اصول کار.....	۲
۵- مواد لازم	۲-۵
۶- وسایل لازم	۵-۶

۷- روش اندازه گیری نیتريت ۱۰-۶

۸- روش اندازه گیری نیترات ۱۲-۱۰

۹- گزارش آزمون ۱۳

پیش گفتار

استاندارد «سیب زمینی - اندازه گیری نیترات و نیتريت جذب مولکولی - روش اسپکترومتری» که توسط کمیسیون های مربوط تهیه و تدوین شده و در سیصد و سومین جلسه کمیته ملی استاندارد خوراکی و فرآورده های کشاورزی مورخ ۸۰/۳/۲۹ 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 بعنوان استاندارد ملی ایران منتشر می شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استاندارد های ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و هرگونه پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استاندارد ها ارائه شود، در هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین برای مراجعه به استانداردهای ایران باید همواره از آخرین تجدید نظر آنها استفاده کرد. در تهیه و تدوین این استاندارد سعی شده است که ضمن توجه به شرایط موجود و نیازهای جامعه، در حد امکان بین این استاندارد و استاندارد ملی کشورهای صنعتی و پیشرفته هماهنگی ایجاد شود.

منابع و مآخذی که برای تهیه این استاندارد به کار رفته به شرح زیر است:

1- ISO 6635: 1984, Fruits, Vegetables and Derived Products, Determination of Nitrite and Nitrate Content, Molecular Absorption Spectrometric method, First edition

۲- سالاردینی، علی اکبر- حاصل خیزی خاک، انتشارات دانشگاه تهران- سال ۱۳۵۸

۳- بررسی و نتایج آزمایشگاهی انجام شده در اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی خراسان با همکاری بخش فنی مهندسی مرکز تحقیقات کشاورزی خراسان

4- Journal of agricultural chemistry, Vol.21, NO.6

مقدمه

رشد فزاینده جمعیت باعث مصرف روزافزون مواد غذایی و در نتیجه نیاز به تولیدات کشاورزی گردیده است. برای توفیق در تولید، بکارگیری بهینه عوامل تولید کشاورزی ضروری است، لیکن متأسفانه عوامل ارزان قیمت و سهل در بکارگیری، مانند کودهای شیمیایی و سموم نباتی به مصرف بیشتری رویه دچار شده که پیامدهای

ناخوشایندی داشته است. نه تنها افزایش عملکرد با افزایش کودهای شیمیایی همراه نبوده بلکه عوارضی چون سفتی، شوری و عدم تعادل عناصر غذایی خاک، آلودگی وافت کیفی محصولات، آلودگی آبهای جاری و زیرزمینی و نهایتاً هدرفت بخش عظیمی از سرمایه های ملی را بدنبال داشته است.

ازت که از عناصر مورد نیاز رشد گیاهی می باشد در کودهای شیمیایی ازتی بصورت ازت آمونیاکی (اوره، سولفات آمونیوم) و یا نیتراتی (نیترات آمونیوم و پتاسیم) موجود می باشد که به هر دو صورت قابل جذب گیاه است. مصرف بی رویه کودهای ازتی منجر به تجمع ازت اضافی و مضر در گیاهان می گردد. این تجمع زمانی صورت می گیرد که جذب نیترات بیشتر از کاهش آن در فرآیند ماده سازی باشد. میزان تجمع نیترات وابسته به استعداد توارثی، عوامل محیطی، مدیریت و اعمال زراعی می باشد.

تعدادی از گیاهان، نیتراتی را که بیش از احتیاجات متابولیک خود جذب کرده اند در ریشه (چغندر قند)، ساقه و برگ (سیب زمینی و پیاز خوراکی) و اندامهای هوایی (برخی از سبزیجات) انباشته می نمایند. بدلیل انتقال نیترات توسط آوندهای چوبی، مقدار کمتری نیترات در میوه و دانه ذخیره می گردد. تجمع ازت غیر لازم در گیاه، و نیز در آبهای زیرزمینی و جاری و مصرف آن توسط دام و انسان در اثر تبدیل نیترات به نیتريت در دستگاه گوارش باعث بروز بیماریهای خطرناکی می گردد. نیترات خود برای انسان سمی نیست، اما وقتی در بدن عمدتاً توسط باکتریهای روده بزرگ به نیتريت تبدیل و جذب می تواند هموگلوبین یعنی مولکول اصلی منتقل کننده اکسیژن بدن را اکسید و در نتیجه باعث ایجاد هموگلوبینمی¹ و عطش اکسیژن شود. از جمله علائم این بیماری کبودی لبها و پوست، ضعف، تندی نبض و تندی نفس می باشد. شیرخواران در معرض خطر بیشتر ابتلا به این بیماری هستند، زیرا با لا بودن اسیدیته معده آنها محیط مناسبی را برای باکتریهای تبدیل کننده نیترات فراهم می سازد.

همچنین نیتراتها پس از تبدیل به نیتريت و نیتريتها بطور مستقیم می توانند با آمینهای موجود در بافتها یا دیگر غذاها ترکیب و در شرایط خاص به نیتروز آمین تبدیل شوند. برخی ریز جانداران نیز می توانند در شرایط ویژه نیتراتها را به نیتريت تبدیل و نیتريت حاصله با آمین به نیتروز آمین تبدیل شود. مشابه این عمل در مواد غذایی نگهداری شده در حرارت متعارف و در دستگاه گوارش انسان و دام هم در اثر واکنشهای شیمیایی ویژه می تواند صورت پذیرد. نیتروزها عموماً از عوامل مهم ایجاد سرطان در انسان و دام می باشند که مهمترین آنها نیتروز آمین ها هستند. اثرات سمی و سرطانزای این مواد اولین بار در سال ۱۹۰۷ کشف و منجر به مرگ دو شیمیدان در معرض نیتروز آمین قرار گرفته گردید. کالبد شکافی این افراد نشان داد، مرگ آنها در اثر آسیبهای حاد و سیروز کبدی بوده است. البته تبدیل قطعی نیترات به نیتروز آمین هنوز در حد فرضیه می باشد.

1- Methemoglobinemia

روش اندازه گیری نیترات و نیتريت درسيب زميني

۱ هدف

هدف از تدوين اين استاندارد، تعيين روش اندازه گيري نيترات و نيتريت درسيب زميني مي باشد.

۲ دامنه کاربرد

اين استاندارد، در مورد سيب زميني هاي مصرفي خوراكي کاربرد دارد.

۳ مراجع الزامي

مدارك الزامي زير حاوي مقرراتي است كه در متن اين استاندارد به آنها رجاع داده شده است. بدين ترتيب آن مقررات جزئي از اين استاندارد محسوب مي شود. در مورد مراجع داراي تاريخ چاپ و/ يا تجديد نظر، اصلاحيه ها و تجديد نظر هاي بعدي اين مدارك مورد نظريست. معهد بهتر است کاربران ذينفع اين استاندارد، امكان کاربرد آخرين اصلاحيه ها و تجديد نظر هاي مدارك الزامي زيرا مورد بررسي قرار دهند. در مورد مراجع بدون تاريخ چاپ و/ يا تجديد نظر، آخرين چاپ و/ يا تجديد نظر آن مدارك الزامي ارجاع داده شده مورد نظراست.

استفاده از مراجع زير براي کاربرد اين استاندارد الزامي است:

۱-۳ استاندارد ملي ايران ۱۹۵۹: سال ۱۳۶۰ پي پت هاي يك خط نشانه ساده.

۲-۳ استاندارد ملي ايران ۲۳۴۹: سال ۱۳۶۶ ويژگي هاي آب مقطر با درجه خلوص زياد.

۳-۳ استاندارد ملي ايران ۱۶۴۹: سال ۱۳۷۱ نمونه برداري از محصولات غذايي و كشاورزي جهت تعيين

باقيمانده سموم.

۴ اصول كار

۱-۴ تعيين نيتريت

آزمونه را توسط آب داغ استخراج کرده و پروتئين هاي مربوط به آن را با اضافه نمودن محلول هاي پتاسيم هگزا سيانوفرات^۱ و استات روي ته نشين ساخته و رسوب به دست آمده را، پالایش نماييد. با اضافه نمودن سولفانيل آميد كلرايد و نفتيل اتيلن دي آمين دي هيدرو كلرايد نرمال به پالايه، كمپلكس قرمز رنگي به دست مي آيد. غلظت نيتريت را در طول موج هاي ۵۳۸ الي ۵۴۰ نانومتر به روش اسپكتروفوتومتري، اندازه گيري نماييد.

1- Potassium hexacianoferrate

۲-۴ تعیین نیترات

آزمونه را توسط آب داغ استخراج کرده، پس از ته نشین ساختن پروتئین ها توسط اضافه نمودن محلول های پتاسیم هگزاسیانوفرات و استات روی، رسوب را پالایش نموده و توسط کادمیم فلزی، نیترات را به نیتريت احیا و با افزودن سولفانيل آميد کلراید و ۱- نفتيل اتيلن دی آمین هیدروکلراید نرمال، به ماده پالایش شده تبدیل کرده، و با استفاده از روش اسپکتروفتومتری، کمپلکس قرمز رنگ ناشی از حضور نیتريت را در طول موج های ۵۳۸ الی ۵۴۰ نانومتر، اندازه گیری نماید.

۵ مواد لازم

۱-۵ معرف ها

همه معرف ها، باید دارای درجه تجزیه ای^۱ و شناخته شده باشد. آب مورد استفاده باید آب مقطر بوده و ویژگی های آن، باید برابر استاندارد ملی ایران ۲۳۴۹: سال ۱۳۶۶، باشد.

۱-۱-۵ محلول اشباع دی سدیم تترابورات

۵۰ گرم دی سدیم تترابورات ده آبه ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) را در ۱۰۰۰ میلی لیتر آب ولرم حل نموده و تا درجه حرارت اتاق، سرد نماید.

۲-۱-۵ محلول پتاسیم هگزاسیانوفرات

۱۰۶ گرم پتاسیم هگزاسیانوفرات سه آبه ($\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) را در آب موجود در ریک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری ریخته و محلول را به حجم برسانید.

۳-۱-۵ محلول استات روی

۲۲۰ گرم استات روی دو آبه ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) را در مخلوطی از آب و ۳۰ میلی لیتر اسیداستیک خالص، در ریک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری حل نموده و محلول را با آب به حجم برسانید.

۴-۱-۵ معرف مورد استفاده برای تشدید رنگ

۱-۴-۱-۵ محلول (الف)

۰/۴ گرم سولفانیل آمید را همراه با حدود ۱۶۰ میلی لیتر آب ، به یک بالن حجمی ۲۰۰ میلی لیتری اضافه نموده و توسط حرارت دادن در یک حمام آب جوش، حل نمایید. محلول را سرد کرده و در صورت لزوم پالایش نمایید. آنگاه در حین هم زدن ۲۰ میلی لیتر اسید هیدروکلریک ($1/19 \text{ g/I}$ = وزن مخصوص در ۲۰ زینه سلسیوس) رابه آن افزوده و تاخط نشانه محلول رارقیق نمایید.

محلول (ب)

۰/۱ گرم ۱- نفتیل اتیلن دی آمین هیدروکلرایدنرمال رادر یک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتر با آب حل نموده ، تاخط نشانه، با آب به حجم رسانیده و مخلوط نمایید.

۲-۴-۱-۵

یادآوری - محلول های (الف) و (ب) را در بطری های در بسته بزرگ به رنگ قهوه ای تیره نامدت یک هفته می توان نگهداری کرد.

۳-۴-۱-۵ محلول (ج)

۴۴۵ میلی لیتر اسید هیدروکلریک ($1/19 \text{ g/I}$ = وزن مخصوص در ۲۰ زینه سلسیوس) را تاخط نشانه ۱۰۰۰ میلی لیتری، در یک بالن حجمی رقیق نمایید.

۲-۵ روی

به صورت مفتول هایی به طول ۱۵۰ میلی متر، به قطر ۵ تا ۷ میلی متر.

۳-۵ محلول کادمیم سولفات

۴۰ گرم کادمیم سولفات هشت آب ($3 \text{ Cdso}_4, 8 \text{ H}_2 \text{ o}$) را در آب و در یک بالن حجمی ۲۰۰ میلی لیتری حل کرده و تاخط نشانه، با آب به حجم برسانید.

۴-۵ کادمیم

مفتول های روی (طبق بند ۲-۵) رادر یک بشر آزمایشگاهی بلند ۲۵۰ میلی لیتری حاوی ۲۰۰ میلی لیتر محلول کادمیم سولفات (طبق بند ۳-۵)، قرار دهید، برای مدت زمان یک ساعت به حال خود گذاشته و در این مدت به طور مرتب با کاردک (طبق بند ۶-۷)، کادمیم احیاشده را برتراشید.

محتویات بشرابایک میله هم زن (طبق بند ۶-۸) بهم بزنید. پیش از استفاده کادمیم جمع آوری شده، از مفتول های روی رابا اسید هیدروکلرید 0.1 mol/l و سپس چندین بار با آب، بشوید. کادمیم جمع آوری شده را، ساییده و در آب نگهداری نمایید.

۵-۵ محلول بافر آمونیاکی $\text{pH} = 9/6$

۳۷/۴ گرم کلرید آمونیم (NH_4Cl) را در حدود ۹۰۰ میلی لیتر آب در یک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتر، حل نمایید. محلول را توسط محلول غلیظ آمونیاک در $\text{pH} = 9/6$ تثبیت نموده (0.88 g/ml) = وزن مخصوص در ۲۰ درجه سلسیوس) و تا خط نشانه، با آب به حجم برسانید.

۶-۵ محلول استاندارد نیتريت سدیم

۳ گرم نیتريت سدیم خالص (NaNO_2) که پیش از این در حرارت $5 \pm 115^\circ \text{C}$ خشک شده و به جرم ثابت رسیده است را تا دقت یک میلی گرم وزن کرده و در ۵۰ میلی لیتر آب، حل نمایید. محلول را به یک بالن حجمی ۱۰۰۰ میلی لیتری بریزید، سپس خوب تکان داده و آن را به حجم برسانید. ۵ میلی لیتر از این محلول را با پی پت به یک بالن ۱۰۰۰ میلی لیتر بریزید و آن را، به حجم برسانید. یک میلی لیتر از این محلول استاندارد شامل ۱۰ میکروگرم یون نیتريت (NO_2) می باشد.

یادآوری - این محلول ناپایدار است و باید در زمان استفاده تهیه شود.

۶ وسایل لازم

یادآوری - همه ظروف شیشه ای مورد استفاده، باید شسته و در آب مقطر یا آب یون زدایی شده، برای اطمینان از عدم وجود نیتريت یا نیترات، قرار داده شوند. وسایل لازم علاوه بر وسایل معمولی آزمایشگاهی شامل وسایل زیر نیز می باشد:

۱-۶ بالن های حجمی

دارای ظرفیت های ۵۰ و ۲۰۰ میلی لیتر.

۲-۶ لیوان

به ظرفیت ۲۰۰ میلی لیتر.

۳-۶ پیپت حجمی

به ظرفیت های ۱۰، ۲، ۳، ۵، ۱ میلی لیتر ، برابر استاندارد ملی ایران ۱۹۵۹ : سال ۱۳۶۰، ویژگی های پی پت های بایک خط نشانه ساده.

۴-۶ کاغذ پالایش چین دار شده بدون نیتريت

۵-۶ بالنهای مخروطی

به ظرفیت ۲۵ میلی لیتر که بادرهای شیشه ای، به گونه محکم حفاظت شوند.

۶-۶ حمام آب جوش

۷-۶ کاردک

انتهای کاردک، باید بایک پلیمر غیر قابل واکنش (پلی تترافلورواتیلن^۱)، پوشش داده شده باشد.

۸-۶ میله بهم زدن

انتهای آن باید پهن بوده و بایک پلیمر غیر قابل واکنش بامواد، پوشش داده شده باشد.

۹-۶ اسپکتروفتومتر

با انتخاب گره های متغیر پیوسته و ناپیوسته، متناسب برای اندازه گیری در طول موج های ۱۵۳۸ الی ۵۴۰ نانومتر، همراه با سلول هائی به ضخامت یک سانتی متر، متناسب با دستگاه.

۱۰-۶ ترازوی تجزیه ای

۷ روش اندازه گیری نیتريت

۱-۷ تهیه آزمون^۱

۵ عدد نمونه از بین ۱۰۰ نمونه اولیه را به صورت تصادفی برابر استاندارد ملی ایران ۱۶۴۹: سال ۱۳۷۱ (نمونه برداری از محصولات غذایی و کشاورزی جهت تعیین باقیمانده سموم)، انتخاب نموده و پس از پوست گیری توسط کارد و شستشوی آنها، با استفاده از دستگاه خردکن ویژه سیب زمینی، که دارای کاردک های بسیار تیز است ، عمود به محور اصلی ، ورقه های سیب زمینی را به ضخامت ۳ الی ۶ میلی متر، جدا و آماده نمایید.

آزمون را در دمای ۷۰ زینه سلسیوس در آون خشک نموده و عصاره آن را توسط حل کردن دو محلول ۲ درصد اسید استیک و سپس آسیاب نمودن بمدت نیم ساعت در همزن بادور بالا استخراج نمائید. عصاره را به

1- PTTE , Poly Tetra Fleuro Ethylene
1- Test Sample

دوبخش تقسیم کرده ، یک قسمت رابعنوان آزمون شاهد ، منجمدونگهداری نموده و قسمت دیگر ابادمای ۹۰زینہ سلسیوس، پروتئین زدایی و پالایش نماید.

۱-۱-۷ مقدار آزمون^۲

بوسیله یک پی پت (طبق بند ۶-۳) یک تا ۱۰ میلی لیتر از آزمونہ را (طبق بند ۷-۱) بسته به مقدار نیتريت محتوی مورد انتظار در نمونہ ، برداشت نماید.

۲-۲ تهیه پالایه^۳

مقدار آزمونہ (طبق بند ۷-۱-۱) را به طور کمی به یکی از لیوان ها (طبق بند ۶-۲) منتقل نموده و ۵ میلی لیتر محلول دی سدیم تترابورات (طبق بند ۵-۱-۱) را به آن اضافه و حدود ۱۰۰ میلی لیتر آب داغ (بادمای ۷۰ تا ۸۰ زینہ سلسیوس) نیز به آن بیافزایید. بشر را در مدت زمان حدود ۱۵ دقیقه در حمام آب جوش (طبق بند ۶-۶) قرار داده و مرتباً تکان دهید ، سپس ۲ میلی لیتر محلول پتاسیم هگراسیانوفرات (طبق بند ۵-۱-۲) و ۲ میلی لیتر محلول استات روی (طبق بند ۵-۱-۳) را تدریجاً اضافه نموده و پس از افزایش، محلول را تکان دهید.

محلول را سرد نموده و به یک بالن حجمی ۲۰۰ میلی لیتری (طبق بند ۶-۱) بریزید و تا خط نشانه، با آب شستشوبه حجم رسانیده و تکان دهید و از طریق کاغذ پالایه ای که آنرا چین دار نموده اند (طبق بند ۶-۴) آن را پالایش نموده و در صورت لزوم مرحله پالایش را تکرار نمائید تا مایعی شفاف به دست آید.

۳-۲ روش اندازه گیری

توسط پی پت (طبق بند ۶-۳) مقدار مشخصی^۱ از پالایه (کمینه به مقدار ۱۰ میلی لیتر) را به بالن ۵۰ میلی لیتری منتقل کرده (طبق بند ۶-۱) و تقریباً "تا حجم ۳۰ میلی لیتر، آن را با آب رقیق نمایید. از طریق یک پی پت (طبق بند ۶-۳) ۵ میلی لیتر از محلول، (الف)، ۵-۱-۴-۱ را به آن افزوده و سپس ۳ میلی لیتر از محلول (ج)، ۵-۱-۴-۳ را به آن اضافه نموده و مخلوط نمایید. مخلوط را در درجه حرارت محیط و محفوظ از نور، نگهداری نمایید.

یک لیتر از محلول (ب)، ۵-۱-۴-۲ را به آن اضافه نموده ، نمونه را با دقت مخلوط و به مدت زمان ۳ دقیقه در حرارت محیط و به دور از نور، به حال خود بگذارید، سپس تا خط نشانه به حجم رسانیده و مخلوط نمایید. طی مدت زمان ۱۵ دقیقه ، جذب محلول را توسط اسپکتروفتومتر (طبق بند ۶-۹) اندازه گیری نمایید.

2- Test Portion

3- Filtrate

1- Aliquate

مقدار به دست آمده برای آزمون شاهد را (به بند ۷-۴ این استاندارد رجوع شود) حذف و جرم نیتريت را از منحنی کالیبراسیون (به بند ۷-۵ این استاندارد رجوع شود)، بخوانید.

**یادآوری - در دستگاه های مجهز به سیستم نرم افزاری، رسم منحنی کالیبراسیون و محاسبات غلظت ،
بعهد نرم افزاری باشد.**

۴-۷ آزمون شاهد

یک آزمون شاهد را با توجه به شرح بندهای ۷-۲ و ۷-۳، انجام دهید، لیکن مقدار آزمون را با ۱۰ میلی لیتر آب، تعویض نمایید.

۵-۷ نحوه تهیه منحنی کالیبراسیون

در یک سری شش تایی بالن حجمی ۵۰ میلی لیتری (طبق بند ۶-۱) مقادیر (۳/۵، ۱، ۲، ۲/۰، ۰، ۰/۲) میلی لیتر از محلول استاندارد نیتريت سدیم (طبق بند ۵-۶) و به ترتیب مقادیر (۳۰/۵، ۲۸، ۲۹، ۲۷/۲۷) میلی لیتر آب، اضافه نمایید. به ترتیب مراحل شرح داده شده در بند ۷-۳ را، عمل نمایید.

یک منحنی رسم نمایید که جرم ها را بر حسب میکرو گرم نیتريت موجود در محلول های کالیبراسیون در محور افقی و مقادیر تناسب جذب آن را، که بوسیله اسپکتروفتومتر اندازه گیری شده است (طبق بند ۶-۹) را، در محور عمودی قرار دهید.

۶-۷ ارائه نتایج

۱-۶-۷ روش محاسبه و فرمول

مقدار نیتريت که بر حسب میلی گرم یون نیتريت (NO_2) در یک کیلو گرم یا بر حسب میلی گرم در لیتر از محصول محاسبه می شود، با استفاده از فرمول ۱ به شرح زیر به دست می آید:

$$m_1 \times \frac{200}{V_0 \times m_0} = \text{مقدار نیتريت بر حسب میلی گرم در کیلو گرم}$$

فرمول ۱

$$m_1 \times \frac{200}{V_1 \times V_0} = \text{مقدار نیتريت بر حسب میلی گرم در لیتر}$$

بطوریکه: m_0 جرم برحسب گرم از مقدار آزمون طبق بند ۷-۱-۱ می باشد.

m_1 جرم یون نیتريت (NO_2) موجود در مقدار مشخص (V_1) برداشته شده از پالایه (به بند ۷-۲ مراجعه نمایید) که

از منحنی کالیبراسیون خوانده شده برحسب میکروگرم (به بند ۷-۵ مراجعه نمایید) میباشد.

V_0 حجم آزمون برحسب میلی لیتر (طبق بند ۷-۱-۱) است.

V_1 حجم مقدار مشخص که از پالایه برداشته شده برحسب میلی لیتر (طبق بند ۷-۲).

۷-۲ تکرار پذیری

تفاوت بین نتایج حاصل از دو آزمایشگاه روی یک نمونه مشابه، نباید از ۳ درصد بیشتر باشد.

۸ روش اندازه گیری نترات

۱-۸ وسایل لازم

وسایل و تجهیزات نوشته شده در بند ۶ و علاوه بر آن ها وسایل دیگری شرح زیر:

۱-۱-۸ بهم زن مکانیکی عمودی

۲-۱-۸ کاغذ پالایش

متناسب برای پالایش کند، بدون نیتريت و نترات.

۲-۸ تهیه آزمون

برای تهیه مواد آزمایش و پالایه به شرح نوشته شده در بندهای (۷-۱) الی (۷-۲)، عمل شود.

۳-۸ روش اندازه گیری

بوسیله یک پی پت (طبق بند ۶-۳) مقدار مشخصی از پالایه (به مقدار ۱۰ میلی لیتر یا کمتر از آن) را به یک بالن

مخروطی ۲۵ میلی لیتری در دار (طبق بند ۶-۵) که داخل آن پیش از این ۲ گرم کادمیم (طبق بند ۵-۴) و ۵ میلی

لیتر از محلول بافر (طبق بند ۵-۵) ریخته شده است، منتقل نمایید. در بالن را بسته و آن را به مدت زمان ۵ دقیقه

توسط بهم زن مکانیکی با حرکت عمودی (طبق بند ۸-۱-۱)، تکان دهید. از طریق کاغذ پالایه (طبق بند ۶-۴)

مخلوط را پالایش نموده و پالایه را در یک بالن حجمی ۵۰ میلی لیتری (طبق بند ۶-۱)، جمع آوری

نمایید. چندین بار کاغذ صافی را با مقدار کم آب خیس نموده و آب شستشوراهم در بالن مذکور ریخته و به حجم

برسانید. به شکلی که در بند ۴-۱ برای تعیین نیتريت كل نوشته شده است ، با استفاده از مقدار ۱۰ ميلي ليتر آزمون، کار را انجام دهید.

مقدار مربوط به آزمون شاهد (به بند ۷-۴ مراجعه نماييد) را تفریق نموده و جرم نیتريت كل را از منحنی كالیبراسیون بخوانید (به بند ۷-۵ مراجعه نماييد).

۴-۸ ارائه نتایج

۱-۴-۸ روش محاسبه و فرمولهای مربوط

مقدار نیتريت بر حسب ميلي گرم يون نیتريت (NO_2) در يك كيلوگرم يا ميلي گرم در ليتر محلول با استفاده از فرمول ۲ به شرح زیر محاسبه می گردد:

$$\text{مقدار نیتريت بر حسب ميلي گرم در ليتر محلول} = \left(\frac{m_2 \times 10000}{V_2 \times V_2 \times m_0} - \frac{m_1 \times 200}{V_1 \times m_0} \right) \times 1348$$

فرمول ۲

$$\text{مقدار نیتريت بر حسب ميلي گرم در ليتر محلول} = \left(\frac{m_2 \times 10000}{V_2 \times V_2 \times V_0} - \frac{m_1 \times 200}{V_2 \times V_0} \right) \times 1348$$

باتوجه به اینکه :

m_2 نیتريت كل بر حسب ميكروگرم يون نیتريت موجود در حجم V_2 محلول آزمون برداشته شده (به بند ۸-۳ مراجعه نماييد) و خوانده شده از منحنی كالیبراسیون (به بند ۷-۵ مراجعه شود).

V_2 حجم محلول آزمایشی بر حسب ميلي ليتر (به بند ۸-۲ مراجعه شود) که در آزمون اسپكتروفوتومتري بکاررفته است.

V_2 عبارت است از حجم مشخص از پالایه بر حسب ميلي ليتر که برای آماده کردن محلول آزمایش بکاررفته است (به بند ۸-۳ مراجعه شود). V_1 ، V_0 ، m_1 ، m_0 مفاهیمی مانند آنچه در بند ۷-۶-۱ نوشته شده است، دارند. 1348 نسبت جرم مولکولی يون های نیتريت (NO_2) و نیتريت (NO_2) می باشد.

۲-۴-۸ تکرار پذیری

رجوع شود به بند ۷-۷

گزارش آزمون ۹

گزارش آزمون، باید نشان دهنده روش بکاررفته و نتایج به دست آمده طبق این استاندارد باشد، هم چنین باید حاوی کلیه توضیحات عملی که در این استاندارد نوشته نشده یا بعنوان اختیاری نوشته شده است و نیز هر گونه عملی که مؤثر بر نتایج آزمون است، باشد.

گزارش آزمون، باید شامل همه اطلاعات لازم برای شناسایی کامل نمونه باشد.



ISLAMIC REPUBLIC OF IRAN

Institute of Standards and Industrial Research of Iran

ISIRI NUMBER

6963_



**Fruits and vegetables – Potato – Measuring of nitrate
and nitrite – Spectrometric method – Test method**

–
1st. Revision