



جمهوری اسلامی ایران

Islamic Republic of Iran

سازمان استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۳۱۰۵

تجدیدنظر اول

ISIRI

3105

1st.revision

فراورده‌های غذائی کشاورزی - اندازه‌گیری مقدار
فیبر خام - روش عمومی

**Agricultural food products –
Determination of crude fibre contents –
General method**

ICS:67.050

به نام خدا

آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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 مؤسسه* صاحب نظران 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 غیر دولتی حاصل می‌شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون‌های فنی مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادات در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذیصلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که مؤسسه استاندارد تشکیل می‌دهد به تصویب رسیده باشد.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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 نماید. مؤسسه می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری نماید. 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 کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، مؤسسه استاندارد این گونه 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، کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این مؤسسه است.

* مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

¹ - International organization for Standardization

² - International Electro technical Commission

³ - International Organization for Legal Metrology (Organization International de Metrology Legal)

⁴ - Contact point

⁵ - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد
«فراورده‌های غذائی کشاورزی- اندازه‌گیری مقدار فیبر خام – روش عمومی»

رئیس:

اکرم‌زاده اردکانی، مجتبی
(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

سمت و/ یا نمایندگی

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان یزد

دبیر:

زارعی محمود آبادی، مریم
(لیسانس مهندسی کشاورزی- گیاه پزشکی)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان یزد

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اکبرنیا، اعظم
(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

آزمایشگاه همکار اقتدار صنعت ایساتیس

اکرم‌زاده اردکانی، نعیمه
(فوق لیسانس صنایع غذائی)

دانشگاه علوم پزشکی شهید صدوقی یزد- آزمایشگاه کنترل غذا و دارو

انتظاری، محمد جلال
(لیسانس صنایع غذائی)

صنایع و معادن استان یزد

بهجتی اردکانی، رضا
(لیسانس شیمی)

دانشگاه پیام نور- واحد اردکان

فاضل رضوی، خدیجه
(لیسانس صنایع غذائی)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان یزد

قیصری، ناهید
(فوق لیسانس شیمی معدنی)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان یزد

منتظری هدشی، محمد رضا
(لیسانس مهندسی شیمی- صنایع غذائی)

آزمایشگاه همکار آزماپیمان ایساتیس

مورکیان، رضا
(لیسانس علوم و صنایع غذائی)

دانشگاه علوم پزشکی شهید صدوقی یزد- معاونت غذا و دارو

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ج	آشنایی با مؤسسه استاندارد
د	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ه	پیش گفتار
و	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ اساس روش
۲	۵ مواد و / یا واکنشگرها
۳	۶ وسایل
۳	۷ نمونه برداری
۴	۸ روش انجام آزمون
۷	۹ بیان نتایج
۸	۱۰ گزارش آزمون
۱۰	پیوست الف (الزامی) روش استخراج مواد چرب
۱۱	پیوست ب (الزامی) وسایل مختلف برای جداسازی فیبر خام و اطلاعات تکمیلی در جهت کاربرد آنها

پیش گفتار

استاندارد " فراورده‌های غذائی کشاورزی- اندازه‌گیری مقدار فیبر خام – روش عمومی " نخستین بار در سال ۱۳۸۵ تدوین شد. این استاندارد بر اساس پیشنهادهای رسیده و بررسی توسط مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران و تأیید کمیسیون‌های مربوط برای اولین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در نهمین و چهاردهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد خوراک و فراورده‌های کشاورزی مورخ ۱۳۸۸/۱۲/۰۲ 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.

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 استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۳۱۰۵ : سال ۱۳۶۹ است.

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

ISO 5498: 1981 Agricultural food products – Determination of crude fibre contents – General method

مقدمه

روش‌های بسیاری برای اندازه‌گیری مقدار فیبر خام در فراورده‌های غذائی کشاورزی وجود دارد. برای یک روش ارائه شده، تفاوت‌های زیادی بر اساس نوع فراورده یا برای یک فراورده خاص حتی در آزمایشگاه‌های مختلف، تفاوت زیادی وجود دارد.

این استاندارد در جهت هماهنگ سازی ارائه شده است. این استاندارد روشی عمومی بر اساس روش وندي (Weende) بوده، که از سایر روش‌ها متداول‌تر است و اساس آن هضم اسیدی و سپس هضم قلیائی است. مطالعات انجام شده نشان دادند که شرایط هضم اسیدی و قلیایی و روش‌های مختلف مورد استفاده برای جدا سازی مواد نامحلول، باید دقیقاً مشخص باشند. این روش‌ها در پیوست ب شرح داده شده است.

فراورده‌های غذایی کشاورزی- اندازه‌گیری مقدار فیبر خام - روش عمومی

۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه‌گیری مقدار فیبر خام در فراورده‌های غذایی کشاورزی است.

۲-۱ این روش برای کاربردهای عمومی مناسب است. با وجود این، در موارد خاص ممکن است روش مناسب‌تری انتخاب شود.

۳-۱ این روش برای خمیر مایه و فراورده‌هایی که حاوی کمتر از یک درصد فیبر خام هستند، کاربرد ندارد. برای این فراورده‌ها به استاندارد ملی ایران شماره ۳۷۱۷ مراجعه شود.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می‌شود.

در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدید نظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است :

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ : سال ۱۳۸۱، آب - مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگی‌ها و روش‌های آزمون

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۳۷۱۷ : سال ۱۳۷۴، فرآورده‌های خوراکی کشاورزی - تعیین مقدار فیبر خام به روش اصلاح شده به وسیله شارژ

۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۵۰۰۲-۱ : سال ۱۳۸۴، الک‌های آزمون-الزامات فنی و آزمون -قسمت اول-الک‌های آزمون با تور سیمی فلزی

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات با تعاریف زیر بکار می‌رود:

۱-۳

فیبر خام

کل موادی که تحت شرایط توصیف شده در این استاندارد نامحلول بوده و قابلیت سوختن دارند. مقدار فیبر خام به صورت درصد جرمی بر پایه محصول دریافت شده یا مقدار ماده خشک بیان می‌شود.

۴ اساس روش

بعد از خرد کردن و در صورت لزوم چربی‌زدائی آزمونه، با محلول سولفوریک اسید با غلظت مشخص جوشانده می‌شود. سپس باقیمانده نامحلول جداسازی و شستشو داده می‌شود.

این باقیمانده با محلول سدیم هیدروکسید با غلظت مشخص جوشانده می‌شود. سپس جداسازی، شستشو، خشک کردن و توزین باقیمانده نامحلول و اندازه‌گیری کاهش جرم در اثر سوزاندن انجام می‌شود.

۵ مواد و/یا واکنشگرها

در کلیه اندازه‌گیری‌ها، غیر از موارد تصریح شده، از واکنشگرهای با درجه خلوص تجزیه‌ای^۱ و آب مقطر درجه دو با ویژگی‌های منطبق با استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ استفاده کنید.

۱-۵ سولفوریک اسید، با چگالی ۱٫۸۴ گرم بر میلی لیتر (در ۲۰ درجه سلسیوس)؛

۲-۵ محلول سولفوریک اسید، با غلظت (0.255 ± 0.005) مول بر لیتر؛

۱۲/۵ گرم سولفوریک اسید (۱-۵) را به بالن حجمی یک لیتری منتقل کرده و با آب مقطر به حجم برسانید.

۳-۵ محلول سدیم هیدروکسید، با غلظت (0.313 ± 0.005) مول بر لیتر؛

۱۲/۵ گرم سدیم هیدروکسید را به بالن حجمی یک لیتری منتقل کرده و با آب مقطر به حجم برسانید.

این محلول باید تا حد ممکن عاری از کربنات باشد.

۴-۵ استن، یا اتانول ۹۵ درصد (حجمی/حجمی)، یا متانول، یا ۲-پروپانول؛

۵-۵ حلال استخراج

هگزان نرمال با درجه خلوص آزمایشگاهی، یا اتر نفت (با نقطه جوش ۴۰ درجه سلسیوس و ۶۰ درجه سلسیوس)، دی‌اتیل‌اتر، یا حلال دیگر یا مخلوطی از حلال‌های مناسب برای استخراج مواد چرب از محصولاتی که باید مورد آزمون قرار گیرند.

۶-۵ هیدروکلریک اسید، با چگالی ۱٫۱۸ گرم بر میلی لیتر (در ۲۰ درجه سلسیوس)؛

۷-۵ هیدروکلریک اسید، با غلظت ۰٫۵ مول بر لیتر (در مورد فراورده‌های غنی از کربنات)، (به بند ۱۱-۱ رجوع شود)؛

با احتیاط، یک حجم از هیدروکلریک اسید (۵-۶) را با دو حجم آب رقیق کنید.

۸-۵ کمک صافی، (در مواردی که روش‌های جداسازی توصیف شده در بندهای ب.۲ یا ب.۳ از پیوست ب استفاده شود)؛

۹-۵ ضد کف، در صورت استفاده، روی نتایج تأثیری نداشته باشد؛

۱۰-۵ ضد جوش، در صورت استفاده، مقاوم به شرایط آزمون بوده و مشخص شده باشد که روی نتایج تأثیری ندارد.

¹ - Analytical grade

۶ وسایل

علاوه بر وسایل معمول آزمایشگاهی موارد زیر نیز مورد نیاز است :

۱-۶ آسیاب مناسب، به سهولت تمیز شده و متناسب با ماهیت نمونه، آسیاب نمودن آن و بدون ایجاد حرارت اضافی یا تغییر مشخصی در مقدار رطوبت باشد.

۲-۶ الک آزمایشگاهی، با اندازه منافذ یک میلی‌متر، مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۱-۵۰۰۲؛

۳-۶ آون، توانائی حفظ و نگهداری دمای () درجه سلسیوس؛

۴-۶ ظروف دهانه گشاد در سمباده‌ای، همرا با مبرد، برای مثال، بالنی با حداقل ظرفیت ۶۰۰ میلی‌لیتر و مناسب با مبرد رفلاکس، یا بشر با ظرفیت ۶۰۰ میلی‌لیتر که محتوی ۴۵۰ میلی‌لیتر آب سرد بوده و درون آن بالن ته گردی با ظرفیت ۵۰۰ میلی‌لیتر قرار گرفته است؛

۵-۶ گرم‌کن الکتریکی دارای همزن مغناطیسی، با توانائی حفظ و نگهداری دمای مواد در نقطه جوش؛

۶-۶ بوته مناسب، با ظرفیت ۲۵ میلی‌لیتر تا ۵۰ میلی‌لیتر و مقاوم به شرایط آزمون، یا بوته صافی‌دار، مناسب برای جداسازی و سوزاندن باقیمانده؛

۷-۶ کوره الکتریکی، دارای سیستم گردش هوا و حفظ و نگهداری دمای (550 ± 25) درجه سلسیوس؛

۸-۶ دسیکاتور، حاوی جاذب مناسب؛

۹-۶ جدا کننده مناسب؛

انواع مختلفی از جداکننده‌ها در پیوست ب مشخص شده است.

۱۰-۶ ترازوی آزمایشگاهی، با صحت^۱ ۰٫۱ میلی‌گرم.

۷ نمونه برداری

نمونه برداری را بر اساس نمونه مورد آزمون، مطابق استانداردهای ملی مربوطه انجام دهید.

۸ روش انجام آزمون

۱-۸ آماده‌سازی آزمایش

۱-۱-۸ خشک کردن مقدماتی

در مورد فراورده‌هایی که رطوبت بالائی دارند به محض دریافت، باید مخلوط شده یا آسیاب شوند و خشک کردن مقدماتی محصول در دمای مناسب انجام شود. در این موارد، محصول را قبل از خشک کردن اولیه و مجدداً قبل از تهیه آزمایش (۸-۱-۲ یا ۸-۱-۳) وزن کنید.

¹ - Accuracy

۲-۱-۸ فراورده‌هایی که به آسیاب کردن نیاز ندارند

۱-۲-۱-۸ فراورده‌هایی که از الک (۲-۶) عبور کرده و باقیمانده‌ای روی الک به جا نمی‌گذارند، برای آزمون نیازی به آسیاب کردن ندارند.

قبل از تهیه آزمون، آزمایش را خوب مخلوط کنید.

۲-۲-۱-۸ اگر نتایج باید نسبت به مقدار ماده خشک بیان شود، از قبل مقدار ماده خشک آزمایش (۱-۲-۱-۸) را با روش مناسب اندازه‌گیری کنید.

۳-۱-۸ فراورده‌هایی که به آسیاب کردن نیاز دارند

فراورده‌هایی که از الک (۲-۶) عبور نکرده و چیزی زیر الک به جا نمی‌گذارند.

۱-۳-۱-۸ اگر نتایج باید نسبت به محصول دریافتی بیان شود، از قبل مقدار ماده خشک نمونه را با روش مناسب اندازه‌گیری کنید.

۲-۳-۱-۸ نمونه آزمایشگاهی را با استفاده از آسیاب مناسب (۱-۶) خرد کنید، به طوری که تمام نمونه از الک (۲-۶) عبور نماید.

۳-۳-۱-۸ مقدار ماده خشک آزمایش (۲-۳-۱-۸) را به روش مناسب اندازه‌گیری کنید.

۲-۸ آماده‌سازی آزمون

یادآوری- اگر حذف مواد چرب ضروری بوده (به بند ۱-۳-۸ مراجعه شود) و روش توصیف شده در بند الف-۱-۳ از پیوست الف باید به کار برده شود، استخراج چربی باید قبل از تهیه آزمون انجام شود.

حدود سه گرم (بجز در موارد خاص) آزمایش را با دقت یک میلی گرم وزن کنید. آزمایش مطابق بند ۱-۸ تهیه شده و فرض بر آن است که حاوی بیش از یک درصد فیبر خام می‌باشد.

۳-۸ اندازه‌گیری

۱-۳-۸ استخراج مواد چرب (به پیوست الف مراجعه شود)

اگر مقدار مواد چرب کمتر از یک درصد باشد، استخراج مواد چرب ضروری نیست.

اگر مقدار ماده چرب بین یک درصد تا ۱۰ درصد باشد، ضرورتی برای استخراج مواد چرب وجود ندارد. با وجود این، توصیه می‌شود، استخراج ماده چرب انجام شود.

اگر مقدار ماده چرب بیش از ۱۰ درصد باشد، استخراج ماده چرب ضروری است.

برای فراورده‌های حاوی ماده چرب که نمی‌توان مستقیماً آن را حذف نمود، عمل استخراج باید بعد از هضم با اسید انجام شود (به پیوست الف بند الف-۱-۵ مراجعه شود).

یادآوری- اگر نمونه حاوی بیش از یک درصد کربنات است، به آزمون ۱۰۰ میلی لیتر محلول هیدروکلریک اسید (۵-۶) اضافه کنید. بعد از پنج دقیقه نمونه را صاف کرده و با آب مقطر در دمای اتاق بشوئید. حال مطابق بند زیر ادامه دهید. بدون انجام فرایند فوق، یک درصد کربنات، غلظت سولفوریک اسید را کاهش خواهد داد.

۱-۲-۳-۸ آزمون را به ظرف آزمون (۴-۶) منتقل کنید. در صورت لزوم، مقدار مشخصی کمک صافی (۵-۸) (در مواردی که در پیوست ب بندهای ب-۲ و ب-۳ مشخص شده است) ، ضد کف (۵-۹) و ضد جوش (۵-۱۰) اضافه کنید.

۲۰۰ میلی لیتر محلول سولفوریک اسید (۵-۲) را در دمای اتاق برداشته و آن را به دمای ۹۵ درجه سلسیوس تا ۱۰۰ درجه سلسیوس برسانید. سپس آن را به ظرف آزمون (۴-۶) اضافه کنید.

یادآوری- برای اجتناب از هر تغییری در غلظت سولفوریک اسید در حالی که آن را به دمای ۹۵ درجه سلسیوس تا ۱۰۰ درجه سلسیوس می‌رسانید، احتیاط ضروری است. برای مثال استفاده از بالنی که به یک مبرد رفلاکس مناسب وصل شده، مناسب است.

مبرد را به طور مناسب به ظرف آزمون متصل کنید. محتوی ظرف آزمون را با استفاده از گرم کن الکتریکی (۵-۶) به سرعت (در حدود دو دقیقه) به جوش آورده و عمل جوشاندن را به آرامی به مدت (1 ± 30) دقیقه ادامه دهید.

۲-۲-۳-۸ بعد از سپری شدن زمان جوش مشخص شده، حدود ۵۰ میلی لیتر آب مقطر سرد اضافه کرده و به سرعت باقیمانده نامحلول را با استفاده از صافی مناسب (۶-۹) صاف کنید. ظرف آزمون را با حجم‌های ۵۰ میلی لیتری آب مقطر داغ (دمای ۹۵ درجه سلسیوس تا ۱۰۰ درجه سلسیوس) بشوئید و آن را روی باقیمانده نامحلول درون صافی خالی کنید.

شستشوی باقیمانده نامحلول را تکرار کرده تا مایع زیر صافی توسط کاغذ تورنسل حالت خنثی را نشان دهد. جداسازی و شستشوی باقیمانده نامحلول باید در کمتر از ۳۰ دقیقه کامل شود.

۳-۳-۸ هضم قلیائی

۱-۳-۳-۸ باقیمانده نامحلول شسته شده را به ظرف آزمون (۴-۶) برگردانید و در صورت لزوم، ضد کف (۵-۷) و ضد جوش (۴-۶) اضافه کنید.

۲۰۰ میلی لیتر محلول سدیم هیدروکسید (۵-۳) را در دمای اتاق برداشته و آن را به دمای ۹۵ درجه سلسیوس تا ۱۰۰ درجه سلسیوس برسانید. سپس آن را تدریجاً به ظرف آزمون (۴-۶) اضافه کنید.

یادآوری- برای اجتناب از هر تغییری در غلظت سدیم هیدروکسید در حالی که آن را به دمای ۹۵ درجه سلسیوس تا ۱۰۰ درجه سلسیوس می‌رسانی، احتیاط ضروری است. برای مثال استفاده از بالنی که به یک مبرد رفلاکس مناسب وصل شده، مناسب است.

مبرد را به طور مناسب به ظرف آزمون متصل کنید. محتوی ظرف آزمون را با استفاده از گرم کن الکتریکی (۵-۶) به سرعت (در حدود دو دقیقه) به جوش آورده و عمل جوشاندن را به آرامی به مدت (1 ± 30) دقیقه ادامه دهید.

بعد از سپری شدن زمان جوش مشخص شده، حدود ۵۰ میلی‌لیتر آب مقطر سرد اضافه کرده و به سرعت باقیمانده نامحلول را با استفاده از صافی مناسب (۶-۹) صاف کنید. ۲۵ میلی‌لیتر محلول سولفوریک اسید (۵-۲) را در دمای اتاق برداشته و دمای آن را به ۹۵ درجه سلسیوس تا ۱۰۰ درجه سلسیوس برسانید (به یادآوری فوق رجوع شود). باقیمانده را با این حجم سولفوریک اسید داغ شستشو دهید. ظرف آزمون را با حجم‌های ۵۰ میلی‌لیتری آب مقطر داغ (دمای ۹۵ درجه سلسیوس تا ۱۰۰ درجه سلسیوس) بشوئید و آن را روی باقیمانده نامحلول درون صافی خالی کنید.

شستشوی باقیمانده نامحلول را تکرار کرده تا مایع زیر صافی توسط کاغذ تورنسل حالت خنثی را نشان دهد. جداسازی و شستشوی باقیمانده نامحلول باید در کمتر از ۳۰ دقیقه کامل شود. باقیمانده را با یکی از واکنشگرهای بند ۵-۴ خشک کنید. آن را برای حذف ماده چرب غیر قابل صابونی شدن، با حلال بند ۵-۵ بشوئید.

مطابق با روش استخراج انتخابی (به پیوست ب مراجعه شود)، تمام باقیمانده را درون بوتله مناسب (۶-۶) یا بوتله صافی‌دار (۶-۶) جمع‌آوری کنید.

۴-۳-۸ خشک کردن

بوتله مناسب (۶-۶) یا بوتله صافی‌دار (۶-۶) را در آونی (۶-۳) با دمای (130 ± 2) درجه سلسیوس خشک کنید. بوتله را از آون بیرون آورده و تا رسیدن به دمای اتاق درون دسیکاتور (۶-۸) نگهداری کنید و سپس به سرعت آن را با دقت ۰/۵ میلی‌گرم وزن کنید.

عمل فوق (حرارت دادن و سرد نمودن در دسیکاتور) را تکرار کرده تا اختلاف بین دو توزین متوالی بیش از یک میلی‌گرم نباشد.

یادآوری- مدت زمان نگهداری درون آون به روش مورد استفاده برای جداسازی بستگی دارد. معمولاً مدت زمان دو ساعت کافی است.

۵-۳-۸ خاکستر کردن

باقیمانده خشک شده را درون کوره الکتریکی (۶-۷) با دمای (550 ± 25) درجه سلسیوس قرار داده تا به جرم ثابت برسد. بوتله را از کوره بیرون آورده و تا رسیدن به دمای اتاق درون دسیکاتور (۶-۸) نگهداری کنید. سپس آن را با صحت ۰/۵ میلی‌گرم وزن کنید.

۶-۳-۸ تعداد اندازه‌گیری‌ها

روی هر آزمایش، اندازه‌گیری را حداقل دو بار تکرار کنید.

۴-۸ آزمون شاهد

اگر پنبه‌نسوز به عنوان کمک صافی (به بند ب-۲ از پیوست ب مراجعه شود) استفاده شده است، آزمون شاهد را تحت شرایط یکسان مطابق بند ۸-۳ انجام دهید.

۹ بیان نتایج

۱-۹ روش محاسبه

۱-۱-۹ مقدار فیبر خام بر پایه محصول دریافتی

مقدار فیبر خام بر حسب درصد جرمی نسبت به محصول به همان صورت که دریافت شده، با استفاده از فرمول‌های زیر محاسبه می‌شود:

الف برای فراورده‌هایی که نیاز به آسیاب کردن ندارند:

$$[m_1 - (m_2 + m_3)] \times \frac{100}{m_o} \quad \text{شماره (۱)}$$

ب برای فراورده‌هایی که نیاز به آسیاب کردن دارند:

$$[m_1 - (m_2 + m_3)] \times \frac{100}{m_o} \times \frac{100}{M'_s} \times \frac{M_s}{100} \quad \text{شماره (۲)}$$

که در آن:

m_o جرم آزمونه (۲-۸) بر حسب گرم؛

m_1 جرم کل باقیمانده خشک و بوته بعد از خشک شدن (۴-۳-۸) بر حسب گرم؛

m_2 جرم کل باقیمانده خشک و بوته بعد از خاکستر شدن (۵-۳-۸) بر حسب گرم؛

m_3 اختلاف جرم مشاهده شده در طول فرایند خاکستر شدن برای آزمون شاهد (۴-۸)، ناشی از مقدار کمک صافی مورد استفاده، بر حسب گرم؛

M_s مقدار ماده خشک محصول به همان صورت که دریافت شده بر حسب درصد جرمی، که مطابق بند ۱-۳-۱-۸ اندازه‌گیری می‌شود؛

M'_s مقدار ماده خشک آزمایه بر حسب درصد جرمی، که مطابق بند ۲-۲-۱-۸ یا ۳-۳-۱-۸ اندازه‌گیری می‌شود.

۲-۱-۹ مقدار فیبر خام بر پایه ماده خشک محصول

مقدار فیبر خام بر حسب درصد جرمی بر پایه ماده خشک محصول با استفاده از فرمول زیر محاسبه می‌شود:

$$[m_1 - (m_2 + m_3)] \times \frac{100}{m_o} \times \frac{100}{M'_s} \quad \text{شماره (۳)}$$

که در آن:

m_1 ، m_2 ، m_3 و M'_s همان تعاریف بند ۱-۱-۹ را دارند.

یادآوری- اگر آزمون شاهد انجام نشده، m_3 را از فرمول حذف کنید.

۳-۱-۹ بررسی خشک کردن مقدماتی

اگر خشک کردن مقدماتی انجام شده باشد (به بند ۸-۱-۱ رجوع شود)، مقدار فیبر خام بر حسب درصد جرمی نسبت به محصول به همان صورت که دریافت شده با ضرب کردن نتایج حاصل از بند ۹-۱-۱ در نسبت زیر به دست می‌آید:

$$\frac{m_5}{m_4}$$

شماره (۳)

که در آن:

m_4 جرم نمونه مرطوب اولیه قبل از خشک کردن مقدماتی بر حسب گرم؛

m_5 جرم همان نمونه بعد از خشک کردن مقدماتی بر حسب گرم.

۴-۱-۹ نتایج

میانگین حسابی دو اندازه‌گیری (۸-۳-۶) را محاسبه کرده، مشروط به اینکه الزامات تکرارپذیری (به بند ۹-۲ رجوع شود) رعایت شده باشد.

۹-۲ تکرارپذیری

اختلاف بین نتایج دو اندازه‌گیری (۸-۳-۶) که به صورت همزمان یا در فاصله زمانی کوتاهی توسط همان آزمایشگر انجام شده، نباید بیش از:

۰/۴ (مقدار مطلق) برای مقدار فیبر خام کمتر از ۱۰ درصد (جرمی/جرمی)؛
چهار درصد (مقدار نسبی) برای مقدار فیبر خام بیش از ۱۰ درصد (جرمی/جرمی) باشد.

۱۰ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل اطلاعات زیر باشد:

- ۱-۱۰ شماره استاندارد ملی ایران که بر اساس آن آزمون انجام می‌گیرد؛
- ۲-۱۰ مشخصات کامل نمونه مورد آزمون؛
- ۳-۱۰ روش آماده سازی نمونه؛
- ۴-۱۰ روش آزمون مورد استفاده؛
- ۵-۱۰ وسایل مورد استفاده برای جداسازی؛
- ۶-۱۰ نتیجه آزمون همراه با واحد اندازه‌گیری (بر پایه محصول دریافتی یا بر پایه مقدار ماده خشک)؛
- ۷-۱۰ تاریخ و شماره ثبت نتیجه آزمون؛
- ۸-۱۰ کلیه مشخصات مشاهده شده در حین اندازه‌گیری و تمامی عملیاتی که در این استاندارد مشخص نشده و ممکن است تاثیری روی نتیجه داشته باشد؛
- ۹-۱۰ نام و آدرس آزمایشگاه؛
- ۱۰-۱۰ نام و نام خانوادگی و امضای آزمایش کننده.

پیوست الف
(الزامی)
روش‌های استخراج مواد چرب

۱۱ الف-۰ مقدمه

اگر استخراج مواد چرب ضروری باشد (به بند ۸-۳-۱ رجوع شود)، باقیمانده آزمون حاصل از اندازه‌گیری مستقیم مقدار ماده چرب محصول یا از آزمون‌های که مواد چرب آن با استفاده از حلال (۵-۵) استخراج شده، استفاده می‌شود. یکی از روش‌های زیر را برای این کار می‌توان استفاده کرد. در همه روش‌ها، استخراج مواد چرب باید در شرایطی انجام شود که موادی که توانائی انتقال فیبرهای سلولزی (کاغذ، پنبه جاذب) دارند، حضور نداشته یا هنگام سرریز کردن سبب هدر رفتن ذرات ریز نشوند.

۱۲ الف-۱ روش‌های استخراج

الف-۱-۱ چند بار عمل شستشوی آزمون را در ظرف آزمون انجام دهید. حلال را با سرریز کردن خارج کنید. دقت کنید آزمون هدر نرود. بعد از شستشو، برای خارج کردن باقیمانده حلال، ظرف آزمون حاوی مواد بدون چربی را خشک کنید.

الف-۱-۲ آزمون را به دستگاه استخراج مناسب، برای مثال، دستگاه استخراج پیوسته، منتقل کنید. عمل استخراج به مدت یک ساعت یا دو ساعت انجام شود.

الف-۱-۳ استخراج را روی مقدار مشخصی از آزمایش که اساساً بزرگتر از آزمون است، انجام دهید. بعد از استخراج، باقیمانده را خشک کرده و آن را به دو قسمت مساوی متناسب با جرم آزمون مورد نیاز برای اندازه‌گیری تقسیم کنید. در زمان گزارش نتیجه آزمون، درصد مواد چرب استخراج شده و رطوبت را در محاسبه در نظر بگیرید.

الف-۱-۴ در خصوص موارد بحث شده در بند ب-۲-۲ از پیوست ب به صورت زیر عمل کنید: روی صفحه قیف صافی (۶-۹) دو گرم پنبه‌نسوز قرار داده، به طوری که آن را کاملاً بپوشانید. آزمون را روی پنبه‌نسوز قرار داده و آن را با دقت یک میلی‌گرم وزن کنید. ۵۰ میلی‌لیتر حلال (۵-۵) را روی آنها بریزید به طوری که آنها را بپوشاند. سپس عمل مکش را با دقت انجام دهید. این عمل را سه بار تکرار کنید.

الف-۱-۵ فراورده‌های حاوی مواد چرب که مستقیماً قابل استخراج نیستند، می‌توان مطابق روش فوق فقط بعد از هیدرولیز اسیدی عمل نمود.

بعد از حذف سولفوریک اسید بوسیله شستشو (به بند ۸-۳-۲ رجوع شود)، باقیمانده را خشک کنید. این عمل را سه بار با حجم ۳۰ میلی‌لیتر از واکنشگرهای بند ۵-۴ انجام دهید. سپس مواد چرب را استخراج کنید. عمل استخراج را سه بار با حجم ۵۰ میلی‌لیتر از حلال بند ۵-۵ انجام دهید. در این حالت، روش جداسازی توصیف شده در بند ب-۱ از پیوست ب نمی‌تواند استفاده شود.

پیوست ب

(الزامی)

وسایل مختلفی برای جداسازی فیبر خام و اطلاعات تکمیلی در جهت کاربرد آنها

۱۳ ب-۰ مقدمه

هنگامی که روش‌های عمومی مورد بحث در این استاندارد ملی را به کار می‌برید، وسایل جداکننده (۶-۹) و روش‌های مربوطه مطابق با روش جداسازی با هم متفاوتند. سه روش ارائه شده شامل:

- جداسازی به وسیله سانتریفوژ کردن؛
- جداسازی به وسیله فیلتراسیون با یا بدون کمک صافی (پنبه‌سوز، شن دریا، پارچه صافی، کاغذ صافی).

هنگامی که یکی از این روش‌ها را به کار می‌برید، اصلاحات زیر را در متن اصلی روش انجام آزمون اعمال کنید.

۱۴ ب-۱ جداسازی به وسیله سانتریفوژ

بند ۵

اضافه کنید:

"۵-۱۱ برموتیمول آبی، محلول شناساگر ۰/۲ گرم بر لیتر."

بند ۶

متن زیر را جایگزین بند ۶-۶ کنید:

"بوته صافی‌دار، ساخته شده از مواد مقاوم به شرایط آزمون."

متن زیر را جایگزین بند ۶-۹ کنید:

"سانتریفوژ."

بند ۸

متن زیر را جایگزین بند ۸-۳-۲-۲ کنید:

"بعد از زمان جوش، مبرد را از ظرف آزمون جدا کرده و محتویات ظرف آزمون را به لوله سانتریفوژ (۶-۹) منتقل کنید. سعی کنید تا بیشترین مقدار باقیمانده نامحلول، در ظرف آزمون باقی بماند. لوله را در سانتریفوژ قرار دهید. فوراً آن را سانتریفوژ کرده تا مایع فوقانی کاملاً شفاف گردد. با سرریز کردن، قسمت زیادی از مایع فوقانی را حذف کنید. باقیمانده را با محلول سدیم هیدروکسید (۵-۳) در حضور پنج قطره محلول شناساگر برموتیمول آبی (۵-۱۱) تا تغییر رنگ از زرد به سبز خنثی کنید."

ظرف آزمون را با آب داغ (دمای بین ۹۵ درجه سلسیوس تا ۱۰۰ درجه سلسیوس) آبکشی کرده و آن را به صورت فوق خنثی کنید.

محلول خنثی را به لوله سانتیفریوژ منتقل کنید. در صورت لزوم، pH آن را به هفت برسانید. از کاغذ pH برای درستی آن استفاده کنید.

مجدداً آن را سانتیفریوژ کرده تا مایع کاملاً شفاف گردد.

متن زیر را جایگزین بند ۸-۳-۳-۱ کنید:

"در صورت لزوم، ضد کف (۵-۹) و ضد جوش (۵-۱۰) به ظرف آزمون (۴-۶) اضافه کنید. قسمت زیادی از مایع فوقانی درون لوله سانتیفریوژ را خالی کنید. باقیمانده را به طور کمی به ظرف آزمون منتقل کنید. برای این کار ۲۰۰ میلی لیتر محلول سدیم هیدروکسید (۵-۳) را در دمای اتاق برداشته و به دمای ۹۵ درجه سلسیوس تا ۱۰۰ درجه سلسیوس برسانید. حال از این محلول سدیم هیدروکسید در حجم های کوچک و به صورت پی در پی برای انتقال باقیمانده به ظرف آزمون استفاده کنید.

مبرد را به ظرف آزمون به نحوه مناسب متصل کرده و با استفاده از گرم کن الکتریکی (۶-۵)، سریع (در حدود دو دقیقه) به نقطه جوش برسانید. عمل جوش را به مدت (1 ± 30) دقیقه ادامه دهید.

متن زیر را جایگزین بند ۸-۳-۳-۲ کنید:

"بعد از زمان جوش، مبرد را از ظرف آزمون جدا کرده و محتویات ظرف آزمون را به لوله سانتیفریوژ (۶-۹) منتقل کنید. سعی کنید تا بیشترین مقدار باقیمانده نامحلول در ظرف آزمون باقی بماند.

لوله را در سانتیفریوژ قرار دهید و فوراً آن را سانتیفریوژ کرده تا مایع فوقانی شفاف گردد. با سرریز کردن قسمت زیادی از مایع فوقانی را حذف کنید. باقیمانده را با محلول سولفوریک اسید (۶-۲) در حضور پنج قطره محلول شناساگر برموتیمول آبی (۵-۱۱) تا تغییر رنگ از زرد به سبز خنثی کنید. در صورت لزوم، pH آن را به هفت برسانید. از کاغذ pH برای درستی آن استفاده کنید.

ظرف آزمون را با آب داغ (دمای بین ۹۵ درجه سلسیوس تا ۱۰۰ درجه سلسیوس) آبکشی کرده و آن را به صورت فوق خنثی کنید.

باقیمانده موجود در ظرف آزمون و درون لوله سانتیفریوژ را به طور کمی به بوته صافی داری (۶-۶) که روی قیف بوخنر قرار گرفته، منتقل کنید. برای این کار از آب داغ استفاده کنید.

باقیمانده را با آب جوش شسته و سپس آن را با استفاده از یکی از حلال های بند ۵-۴ خشک کنید.

۱۵ ب-۲ جداسازی به روش فیلتراسیون با استفاده از پنبه نسوز

هشدار- پنبه نسوز باید با احتیاط به کار برده شود، زیرا می تواند برای سلامتی مضر باشد.

ب-۲-۱ تغییرات متن اصلی

بند ۵

متن زیر را جایگزین بند ۵-۸ کنید:

"پنبه‌نسوز، مناسب برای استفاده در قیف کوچ که به صورت زیر آماده سازی شده است. محلول رقیق هیدروکلریک اسید [یک حجم هیدروکلریک اسید ($\rho_{20} = 1.19 \text{ g/ml}$) مخلوط شده با سه حجم آب] را به پنبه‌نسوز اضافه کرده و حدود ۴۵ دقیقه بجوشانید. با استفاده از قیف بوختر صاف کرده و تا عاری شدن از هیدروکلریک اسید با آب بشوئید. سپس آن را با استن بشوئید. پس از خشک کردن، آن را در کوره الکتریکی (۶-۷) در دمای (550 ± 25) درجه سلسیوس به مدت ۱۶ ساعت بسوزانید. اجازه دهید، سرد شود. سپس پنبه‌نسوز را در مقدار مناسبی محلول سولفوریک اسید (۵-۲) قرار داده و به مدت ۳۰ دقیقه بجوشانید. پنبه‌نسوز را به قیف بوختر منتقل کرده و با مقدار زیاد آب بشوئید و سپس خشک کنید. پنبه‌نسوز را به مدت ۳۰ دقیقه درون محلول سدیم هیدروکسید (۵-۳) بجوشانید. مجدداً صاف کرده و یک بار با محلول سولفوریک اسید (۵-۲) بشوئید. سپس با آب آبکشی کرده تا مایع زیر صافی خنثی شود. با یکی از حلال‌های بند ۴-۵ شسته تا خشک شود. سپس در آون با دمای (130 ± 2) درجه سلسیوس خشک کنید. در کوره الکتریکی (۶-۷) در دمای (550 ± 25) درجه سلسیوس تا جرم ثابت (حداقل دو ساعت) بسوزانید."

بند ۶

متن زیر را جایگزین بند ۶-۹ کنید:

"وسایل جداکننده، برای مثال قیف بوختر همراه با صفحه صافی فولادی ضد زنگ."

بند ۸

متن زیر را جایگزین جمله دوم بند ۸-۳-۲-۱ کنید:

"حدود یک گرم پنبه‌نسوز (به عنوان کمک صافی) (۵-۸) را با دقت یک میلی گرم وزن کرده و اضافه کنید."

متن زیر را جایگزین آخرین پاراگراف بند ۸-۳-۳-۲ کنید:

"تمام باقیمانده را در بوته (۶-۶) جمع‌آوری کنید."

ب-۲-۲ تغییرات بندهای اصلاح شده

بند ۵

متن بند ب-۲-۱ را جایگزین بند ۵-۸ کنید.

بند ۶

متن زیر را جایگزین بند ۶-۹ کنید.

"وسایل جداکننده، شامل:

۶-۱۰-۱ بالن صافی، با ظرفیت حدود دو لیتر.

۶-۱۰-۲ قیف شیشه‌ای

با قطر ۱۲۰ میلی‌متر همراه با چوب پنبه مناسب با بالن (۶-۹-۱) و صفحه صافی با لبه‌های مخروطی مناسب با زاویه قیف و از جنس چینی با قطر ۴۰ میلی‌متر و ضخامت چهار میلی‌متر که دارای ۱۶ عدد سوراخ با قطر چهار میلی‌متر باشد. صفحه صافی باید بوسیله توری سیمی با اندازه منافذ یک میلی‌متری از جنس مقاوم به شرایط آزمون پوشیده شده باشد."

بند ۸

بند ۸-۳-۱ را به صورت زیر تکمیل کنید:

"اگر آزمون چربی‌زدائی گردیده است، روش بند الف-۱-۴ در پیوست الف را به کار ببرید."

متن زیر را جایگزین اولین پاراگراف بند ۸-۳-۲-۱ کنید:

"الف اگر آزمون چربی‌زدائی شده است

آزمون و پنبه‌نسوز را به ظرف آزمون (۶-۴) منتقل کنید. سپس در صورت لزوم، ضد کف (۵-۹) و ضد جوش (۵-۱۰) اضافه کنید.

ب اگر آزمون چربی‌زدائی نشده است

آزمون را به ظرف آزمون منتقل و دو گرم پنبه‌نسوز با دقت یک میلی‌گرم وزن کرده و به آن اضافه کنید. سپس در صورت لزوم، ضد کف (۵-۹) و ضد جوش (۵-۱۰) اضافه کنید."

پاراگراف زیر را به انتهای بند ۸-۳-۲-۱ اضافه کنید:

"در این فاصله زمانی، صفحه صافی را درون قیف (۶-۹-۲) روی بالن صافی (۶-۹-۱) قرار دهید. دو گرم پنبه‌نسوز را با دقت یک میلی‌گرم وزن کرده و درون ۱۰۰ میلی لیتر آب پراکنده کنید. سپس روی صفحه صافی درون قیف خالی کنید. مجدداً صاف کرده تا هر پنبه‌نسوزی که ممکن است از صافی عبور کند، به دام بیفتد."

پاراگراف زیر را به انتهای بند ۸-۳-۳-۱ اضافه کنید:

"در این فاصله زمانی، صافی جدیدی با استفاده از دو گرم پنبه‌نسوز (۵-۸) را که با دقت یک میلی‌گرم توزین شده، تهیه کنید. مراحل را مطابق فیلتراسیون بعد از واکنش با اسید ادامه دهید."

پاراگراف زیر را جایگزین پاراگراف انتهای بند ۸-۳-۲-۱ کنید:

"تمام باقیمانده را در بوته (۶-۶) جمع‌آوری کنید."

متن زیر را جایگزین بند ۸-۴ کنید:

"آزمون شاهد را با شش گرم (سه قسمت دو گرمی) پنبه‌نسوز انجام دهید. کاهش جرم در اثر سوزاندن شش گرم پنبه‌نسوز نباید بیش از ۱۰ میلی گرم باشد."

۱۶ ب-۳ جداسازی به روش فیلتراسیون با استفاده از شن دریا

متن زیر را جایگزین بند ۵-۸ کنید:

"شن دریا، که به صورت زیر آماده شده است:

شن دریا را با استفاده از دو الک با اندازه منافذ ۱۶۰ میکرومتر و ۱۲۵ میکرومتر درجه‌بندی کنید. الک‌ها باید مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۱-۵۰۰۲ باشد.

بخشی از شن دریا که روی الک ۱۲۵ میکرومتر باقی مانده را به مدت ۳۰ دقیقه در محلول چهار مول بر لیتر هیدروکلریک اسید بجوشانید. شن را با آب مقطر آبکشی کرده تا محلول زیر صافی عاری از کلرید باشد. برای این کار از محلول نقره نترات برای تشخیص حضور کلرید استفاده کنید. شن دریا را در کوره الکتریکی (۷-۷) در دمای (550 ± 25) درجه سلسیوس تا وزن ثابت (حداقل شش ساعت لازم است) بسوزانید."

بند ۶

متن زیر را جایگزین بند ۶-۶ کنید:

"بوته صافی‌دار، برای مثال بوته‌صافی‌دار شیشه‌ای با صفحه شیشه‌ای زینتر شده، یا بوته صافی‌دار از جنس سیلیس با صفحه سیلیسی زینتر شده، با قطر ۴۰ میلی‌متر و شاخص اندازه حفرات در دامنه ۱۶ میکرومتر تا ۴۰ میکرومتر (درجه P_{40})

بوته به عنوان وسایل جداکننده (۶-۹) در موقع قرارگرفتن روی بالن صافی استفاده می‌شود."

متن زیر را به ابتدای بند ۸-۳-۳-۱ اضافه کنید:

"هشت گرم تا ۱۰ گرم شن دریا که با دقت یک میلی گرم توزین شده را روی صفحه صافی درون بوته پخش کنید."

متن زیر را جایگزین بند ۸-۳-۵ کنید:

بوته (۶-۶) به همراه محتویاتش را درون کوره الکتریکی سرد (۶-۷) قرار دهید. سپس دمای آن را به (550 ± 25) درجه سلسیوس برسانید. باقیمانده خشک را در این دما به مدت یک ساعت بسوزانید. سپس اجازه دهید، بوته درون کوره الکتریکی تا دمای ۲۰۰ درجه خنک شود. برای سرد شدن در کوره را باز کنید. بوته را روی صفحه نسوز قرار داده و درون دسیکاتور نگهداری کنید. اجازه دهید به مدت یک ساعت سرد شود. سپس با دقت ۰/۵ میلی گرم وزن کنید."

۱۷ ب-۴ جداسازی به روش فیلتراسیون با استفاده از پارچه صافی

بند ۶

متن زیر را به بند ۶-۹ اضافه کنید:

"۶-۹-۱ پارچه صافی با بافت ریز، (برای مثال ۱۸ عدد الیاف با ضخامت ۰/۴۲ میلی متر بر سانتیمتر) جهت استفاده درون قیف و در صورت لزوم،

بوته گوج، همراه با لایه ای نرم ولی فشرده از پنبه نسوز." ۶-۹-۲

بند ۸

متن زیر را به بند ۸-۳-۲-۲ اضافه کنید:

"از پارچه صافی با بافت ریز (۶-۹-۱) به عنوان وسیله جداکننده استفاده کنید."

به بند ۸-۳-۳-۲ اضافه کنید:

"از پارچه صافی با بافت ریز (۶-۹-۱) یا بوته گوج و پنبه نسوز به عنوان وسیله جداکننده استفاده کنید."

متن زیر را به انتهای بند ۸-۳-۳-۲ اضافه کنید:

"اگر از پارچه صافی با بافت ریز استفاده شده است، باقیمانده را از فیلتر (۶-۹-۱) جدا کرده و به طور کامل به بوته مناسب (۶-۶) منتقل کنید."

ب-۵ جداسازی به روش فیلتراسیون با استفاده از کاغذ صافی

بند ۶

متن زیر را جایگزین بند ۶-۹ کنید.

"وسایل جداکننده، شامل:

۶-۹-۱ بالن صافی، با ظرفیت حدود یک لیتر؛

۶-۹-۲ قیف بوختر، با قطر حدود ۱۰۰ میلی متر همراه با کاغذ صافی بدون خاکستر به صورتی که بتوان در شرایط اسیدی استفاده نمود و کیفیتی که الیاف کاغذ صافی در طی فیلتراسیون و شستشو مقاوم باشند."