
**HEYVAN YEMLƏRİNDƏ FOSFORLU ÜZVİ
PESTİSİDLƏRİN QALIQ MİQDARININ QAZ
XROMATOQRAFIYA ÜSULU İLƏ TƏYİN EDİLMƏSİ.**

**ANİMAL FEEDING STUFFS — DETERMINATION OF
RESIDUES OF ORGANOPHOSPHORUS PESTICIDES —
GAS CHROMATOGRAPHIC METHOD.**

LAYIHƏ



Bu standart Azərbaycan Standartlaşdırma İnstitutunun icazəsi olmadan tam və ya hissə-hissə yenidən çap oluna, çoxaldıla və yayıla bilməz

Elçin İsaqzadəküç., 7-ci köndələn

Qaynar xətt: +994125149308

Email: office@azstand.gov.az

MÜQƏDDİMƏ

1. Bu standart BM və TBETİ Abşeron Təcrübə Stansiyası tərəfindən işlənilib - hazırlanıb və “Pestisidlər, bioloji preparatlar və aqrokimyəvi maddələrin standartlaşdırılması” üzrə texniki komitə (TK 23) tərəfindən təqdim edilib.

2. “Azərbaycan Standartlaşdırma İnstitutu” publik hüquqi şəxsin _____ sayılı “___” _____ 2021-ci il tarixli əmri ilə TƏSDİQ EDİLMİŞDİR.

3. ISO 14182:1999 “Animal feeding stuffs — Determination of residues of organophosphorus pesticides — Gas chromatographic method” standartı əsasında hazırlanmışdır.

4. Tətbiq edilmə tarixi “___” _____ 2021-ci il

5. İlk dəfə tətbiq edilir.

6. Dövlət standartında müəyyən edilən tələblərin beynəlxalq standartlara, norma, qayda və tövsiyələrə və digər dövlətlərin müvafiq mütərəqqi milli standartlarına, elm, texnika və texnologiyanın müasir nailiyyətlərinə əsaslanmasını müəyyən etmək üçün standartın ilkin yoxlama müddəti 2022-ci il, dövrü yoxlama müddəti ildə 1 dəfədir.

MÜNDƏRİCAT

Ön söz.....	V
1.Tətbiq sahəsi.....	1
2.Normativ istinadlar.....	
3.Metodun mahiyyəti.....	2
4. Material və metod.....	2
5.Avadanlıqlar.....	5
6.Nümunə seçimi.....	7
7.Sınaq nümunəsinin hazırlanması.....	7
8.Analizin aparılması.....	8
9. Nəticələrin ifadəsi.....	10
10. Eyniliyin təsdiqlənməsi.....	10
11. Dəqiqlik.....	11
12. Test hesabatı.....	11
Əlavə A.....	12
Əlavə B.....	13
Bibliografiya.....	21

Ön söz

Beynəlxalq Standartlaşdırma Təşkilatı (ISO), Standartlaşdırma orqanlarının (ISO-ya üzv qurumlar) Ümumdünya Milli Federasiyasıdır. Beynəlxalq Standartların hazırlanması üzrə işlər, bir qayda olaraq, ISO-nun texniki komitələri vasitəsilə həyata keçirilir. Texniki komitənin yaradıldığı bir mövzu ilə maraqlanan hər bir üzv qurum bu komitədə təmsil olunmaq hüququna malikdir. Bu işdə ISO ilə qarşılıqlı əlaqədə olan Beynəlxalq təşkilatlar, hökumət və qeyri-hökumət təşkilatları da iştirak edə bilərlər. ISO Beynəlxalq Elektrotexnika Komissiyası (IEC) ilə bütün elektrotexniki standartlaşdırma məsələləri üzrə sıx əməkdaşlıq edir.

Beynəlxalq Standartlar, ISO/IEC Direktivləri, Bölmə 3-də verilmiş qaydalara uyğun olaraq hazırlanır.

Texniki komitələr tərəfindən qəbul edilmiş Beynəlxalq Standartların layihəsi səsvermə üçün üzv qurumlara paylanır. Beynəlxalq Standart kimi yayımlanmaq üçün səs verən üzv qurumların ən azı 75 %-i tərəfindən təsdiq tələb olunur.

Bu Beynəlxalq Standartın bəzi elementlərinin patent hüquqlarının mövzusu ola biləcəyi ehtimalına diqqət çəkilir. ISO bu və ya digər patent hüquqlarının müəyyənləşdirilməsində məsuliyyət daşımır.

Beynəlxalq Standart ISO 14182, Texniki Komitə ISO/ TC 34, *Kənd Təsərrüfatı qida məhsulları*, Alt Komitə SC 10, Heyvanlara yem maddələri tərəfindən hazırlanmışdır.

Bu Beynəlxalq Standartın A və B Əlavələri yalnız məlumat vermək üçündür.

HEYVAN YEMLƏRİNDƏ FOSFORLU ÜZVİ PESTİSİDLƏRİN QALIQ MİQDARININ QAZ XROMATOQRAFIYA ÜSULU İLƏ TƏYİN EDİLMƏSİ.

AZS XXX:2021

ANIMAL FEEDING STUFFS — DETERMINATION OF RESIDUES OF ORGANOPHOSPHORUS PESTICIDES — GAS CHROMATOGRAPHIC METHOD.

Tətbiq edilmə tarixi “ ____ ” _____ 2021-ci il

1 TƏTBİQ SAHƏSİ

Bu standart heyvan yemlərində fosforlu üzvi pestisidlərin qalıq miqdarlarını təyin etmək üçün qaz xromatoqrafiya metodunu müəyyən edir. Metod aşağıdakı fosforlu üzvi pestisidlərdən bir və ya bir neçəsinin qalıqlarını ehtiva edən heyvan yemlərinə tətbiq olunur: azifos-etil, azinfos-metil, bromofos, karbofenotion, xlorpirifos, xlorpirifos-metil, diazinon, dimetat, etion, fonofos, malation, metidation, paration, paration-metil, pirimifos-etil və pirifos-metil. Bu fosforlu üzvi pestisidlərin təyin edilməsinin minimum həddi 0,01 mkq/q-dır.

Qeyd: Bu metod metakrifos və fenitroton kimi digər fosforlu üzvi pestisidlərə də şamil edilir. Lakin bu pestisidlər üçün təsdiqlənməyib.

2 NORMATİV İSTİNADLAR

Aşağıda qeyd olunan normativ sənədlər bu mətndə istinad edilən Beynəlxalq Standartın müddəalarını əks etdirir. Tarixli istinadlar üçün bu nəşrlərin hər hansı birinə sonrakı düzəlişlər və ya dəyişikliklər tətbiq edilmir. Lakin bu Beynəlxalq Standarta əsaslanan müqavilələrin tərəflərinə aşağıda göstərilən normativ sənədlərin ən son nəşrlərinin tətbiq olunma ehtimalını araşdırmaları tövsiyə olunur. Tarixsiz istinadlar üçün istinad olunan normativ sənədlərin son nəşri tətbiq olunur. ISO və IEC üzvləri hazırda qüvvədə olan Beynəlxalq Standartların qeydlərini aparırlar.

ISO 3696, Water for analytical laboratory use - Specification and test methods.
(ISO 3696, Analitik laboratoriya istifadəsi üçün su - Texniki şərtlər və sınaq metodları.)

ISO 6498, Animal feeding stuffs - Preparation of test samples. (ISO 6498, Heyvan yemləri - Test nümunələrinin hazırlanması.)

3 MAHİYYƏTİ

Müayinə olunan nümunə aseton ilə ekstraksiya edilir. Süzülmüş ekstrakt su və natrium xloridin doymuş məhlulu ilə durulaşdırılır. Pestisidlər dixlormetanda paylanır. Konsentrasiya olunmuş ekstrakt 10% su ilə deaktivləşdirilmiş silikageldən ibarət xromatoqrafik kolonkada təmizlənir. Fosfor-seçici detektor və ya kütlə-seçici detektor ilə qaz xromatoqrafiya metodu təyini edilir.

4 MATERİALLAR VƏ METODLAR

Pestisid qalıqlarının analizi üçün yalnız müvafiq analitik dərəcəli reagentlərdən və reaktivlərdən istifadə edilir.

Metodda istifadə olunan şərtlər daxilində nəzarət müayinəsi keçirilərək reagentlərin təmizliyi yoxlanılır. Xromatoqram kontaminasiyanı göstərməməlidir.

XƏBƏRDARLIQ – Bəzi üzvi həlledicilər şübhəli kanserogenlərdir. Diqqətlə istifadə edin.

4.1 Su, ISO 3696 uyğun olaraq ən azı 3-cü dərəcəli.

4.2 Heksan

4.3 Aseton

4.4 Dixlormetan

4.5 Etil asetat

4.6 Silikagel, suyunkütlə payı 10 %.

Silikagel 60, hissəciklərin ölçüsü 63-200 mkm, gecə ərzində 130°C-də aktivləşdirilir və eksikatora soyudulur. Otaq temperaturuna qədər soyudulduqdan sonra silikagel hava keçirməyən şüşə qaba tökülərək, suyun son kütlə payı 10%-ə çatana qədər distillə suyu əlavə edilir. Konteyner 30 dəqiqə fasilə ilə 30 saniyə ərzində mexaniki

yolla çalxalanır. 30 dəqiqədən sonra silikagel istifadəyə hazır olur və silikagel 6 saatdan çox saxlanıla bilməz.

4.7 Eluent həlledici, heksanda dixlormetan (həcm payı 50%).

Dixlormetan (4.4) və heksan (4.2) bərabər miqdarda qarışdırılır.

4.8 İnert gaz, məs. azot.

4.9 Susuz natrium sulfat.

4.10 Doymuş natrium xlorid məhlulu

4.11 Pesticid istinad standartları aşağıdakılardır:

-azinfos-etil[S-(3,4-dihidro-4-oksobenzo[d][1,2,3]triazin-3-ilmetil)O,O-dietil fosforditioat];

-azinfos-metil[S-(3,4-dihidro-4-oksobenzo[d][1,2,3]triazin-3-ilmetil)O,O-dimetil fosforditioat];

-bromofos[O-4-brom-2,5-dixlorfenil O,O-dimetil fosforditioat];

-karbofenotion [S-4-xlorfeniltiometil O,O-dietil fosforditioat];

-xlorpirifos [O,O-dietil O-3,5,6-trixlor-2-piridil fosfortioat];

-xlorpirifos-metil [O,O-dimetil O-3,5,6-trixlor-2-piridil fosforditioat];

-diazinon[O,O-dietil O-2-izopropil-6-metilpirimidin-4-il fosfortioat];

-dimetoat [O,O-dimetil S-metilkarbamoilmetil fosforditioat];

-etion[O,O,O',O'-tetraetil S,S'-metilen di(fosforditioat)];

-fonofos[O-etil S-fenil etilfosfonditioat];

-malation[dietil(dimetoksitiofosforililtio) süksinat];

-metidation[S-2,3-dihidro-5-metoksi-2-okso-1,3,4-tiadiazol-3-ilmetil O,O-dimetilfosforditioat];

-paration[O,O-dietil O-4-nitrofenil fosfortiat];

-paration-metil[O,O-dietil-O-4 nitrofenil fosfortioat];

-pirimifos-etil[O-2-dietilamin-6-metilpirimidin-4-il O,O-dietil fosfortiat];

-pirimifos-metil[O-2-dietilamin-6-metilpirimidin-4-il O,O-dimetil fosfortioat].

Qeyd: IUPAC nomenklaturasına görə ümumi adlar və kimyəvi adlar (kvadrat mötərizələr arasında) ISO 1750 [1] ilə uyğundur.

4.12 Daxili standart: tributilfosfat.

4.13 Standart pestisid məhlulları

4.13.1 Əsas məhlullar, konsentrasiyası 1000 mkq/ml.

Hər bir istinad standartın (4.11) və daxili standartın (4.12) əsas məhlulu aşağıdakı kimi hazırlanır.

Pestisid istinad standartının (4.11) və ya daxili standartın (4.12) kütləsi 0,1 mq dəqiqliklə çəkilir, nəticədə tərkibində istinad standart və ya daxili standart olan 1000 mkq/ml məhlul əldə edilir. Standart materialı ölçülərkəntəmizliyinə riayət edilməlidir. Ölçülmüş kütlə kolbaya köçürülür, etilasetat məhlulunda (4.5) həll edilir və etilasetat ilə həcmə qədər durulaşdırılır.

Bu məhlullar qaranlıqda 4 ° C-də saxlanıldıqda 6 ay sabit qalır.

4.13.2 Aralıq məhlullar, konsentrasiyası 10 mkq/ml.

Pipetlə hər bir əsas məhluldan (4.13.1) 1 ml ayrı-ayrı 100 ml həcmli kolbalara əlavə edilir. Həcmə qədər etilasetat(4.5)ilə durulaşdırılır. Məhlullar qaranlıqda 4°C-də saxlanıldıqda 1 ay sabit qala bilər.

Qeyd:Düzgün saxlanılan pestisid standartlarının sabitliyi məlumdur. Tədqiqatlar göstərir ki, sınaqdan keçirilmiş bütün təmiz pestisid standartları 18°C-də saxlanıldıqda 15 il, 1 mq/kq toluoldakı pestisid standartlarının əsas məhlulları isə 18°C-də saxlanıldıqda ən azı 3 il sabit qala bilər.

Daha uzun müddətli saxlama üçün tövsiyə olunan tətbiq metodu aşağıdakı kimidir: Hazırlanmış standart məhlulların hissələri PTFE örtüklüvintlərlə kəhraba flokanlara köçürülür. Flakonlar çəkilir və -20°C-də saxlanılır. Lazım olduqda bir flakon dondurucudan çıxarılır, çəkilir və otaq temperaturunda saxlanılır. Əgər kütlədə yaranan itkilər (buxarlanma səbəbindən) əvvəlcədən dondurulmuş xalis kütlənin 10% -ni və ya daha çoxunu təşkil edərsə, flokan atılır. 1 aydan çox istifadə olunan əsas standartlar və işçi məhlullar çəkilir və yenidən dondurulur (adətən 25 ml flakonda). Əks təqdirdə, hazırlanmış standart məhlullar (adətən 2 ml flakonda) 4°C-də saxlanılmaqla və 1 aydan sonra atılmalıdır.

4.13.3 İşçi məhlullar, konsentrasiyası 0,5 mkq/ml.

Hər bir işçi məhluldan (4.13.2) 5 ml100 ml həcmli kolbayaəlavə olunur və etilasetat (4.5) ilə müəyyən həcmə qədər durulaşdırılır. Qaranlıqda mühitdə və 4 °C-də saxlanılan məhlullar 1 ay müddətində sabit qala bilər (bax 4.13.2).

4.14 Boş nümunə məhlulları, analiz olunan nümunələrlə eyni növdə, lakin əvvəlki təyinatlardan əldə edilən müsbət nəticələr olmadan.

5 AVADANLIQLAR

İstifadə etməzdən əvvəl bütün şüşə qablar yuyucu vasitə ilə hərtərəfli yuyulur, əvvəlcə su sonra isə asetonla yaxalanır və qurudulur.

Plastik qablardan istifadə etmək məsləhət deyil. Qapaq kranlarını yağlayıcı ilə yağlamaq olmaz, əks halda həlledicilərə qarışıqlar qarışa bilər.

Aşağıda qeyd olunan laboratoriya avadanlıqlarından istifadə olunur:

5.1 Ayırıcı qıflar, 500 ml və 1000 ml tutumlu, politetraflüoretilen (PTFE) ayırıcı qıflar və tıxaclar.

5.2 Filtirasiya kolbaları, tutumu 500 ml.

5.3 Büxner qığı, çini, daxili diametri 90 mm.

5.4 Dərəcəli borular, tutumu 10 ml, politetraflüoretilen (PTFE) tıxaclar.

5.5 Şüşə xromotografiya boru, təxminən 300 mm uzunluğunda, daxili diametri 8 mm-10 mm, məsaməlilik dərəcəsi P 100 (məsamə ölçüsü indeksi 40 mkm - 100 mkm [2]) olan qaba frit lövhə və ya pambıq tıxacı olan.

5.6 Rotorlu vakuum buxarlandırıcısı, 100 ml və 500 ml tutumlu konusşəkilli kolbalar və 40°C-də quraşdırılmış su hamamı ilə təchiz olunmuşdur.

5.7 Mexaniki çalxalayıcı və ya yüksək sürətli qarışdırıcı

5.8 Qaz xromotoqrafik sistem

5.8.1 Komponentlər

Sistem aşağıdakıları əhatə etməlidir:

- bölünmədən və ya kolonkada inyeksiya sistemi
- kolonka;
- fosfor-seçici detektor və ya kütlə-seçici detektor;
- elektrometr;

-mV yazıcı və ya integrator;

-məlumatların işlənməsi proqramı və kompüter sistemi.

Hər bir inyeksiya portu, kolonka sobası və detektoru 0,1 °C-yə qədər nəzarət edilə bilən müstəqil istilik cihazı ilə təmin edilməlidir.

Xromatoqrafik sistem tənzimlənməlidir və parametrlər istifadə olunan cihazın xüsusiyyətlərinə uyğun olaraq optimallaşdırılmalıdır.

5.8.2 Şərtlər

İnyeksiya portu və detektorun temperaturu, istehsalçının təlimatlarına uyğun olaraq müvafiq olaraq 220-240 ° C və 180-380 ° C olmalıdır.

Kapilyar kolonkanın köməyi ilə fosforlu üzvi birləşmələri ayırmaq üçün kolonka sobasına temperatur proqramı tətbiq etmək tövsiyə olunur.

5.8.3 İnyeksiya cihazı

Avtomatlaşdırılmış və ya hər hansı digər uyğun inyeksiya qurğusundan istifadə etmək olar.

Əllə inyeksiya etmək üçün, inyeksiya rejiminə (bölünməmiş və ya kolonkada) uyğun bir iynə uzunluğu ilə 1 ml - 5 ml-ə qədər tutumlu mikro şpris istifadə olunur.

Məhlulu qaz xromatoqrafiya cihazına daxil etməzdən əvvəl şprisi on dəfə təmiz həlledici ilə, sonra beş dəfə məhlulla yumaq, inyeksiyadan sonra isə beş dəfə təmiz həlledici ilə yaxalamaq lazımdır.

5.8.4 Kolonka

Qeyri-polyarlıqdan zəif-polyarlığa qədər stasionar fazalarla örtülü kapilyar kolonkalardan (məs. SE-30, SE-54, OV-17) və ya ekvivalentdən istifadə etmək tövsiyə olunur.

Standart şüşə kolonkalar, uzunluğu 2 m-dən 4 m-ə qədər, daxili diametri 2 mm-dən 4 mm-ə qədər, 10% DC-200 ilə 0,15 mm - 0,18 mm hissəcik ölçülü WHP Xromosorbda, və ya 2%QF1 və 1,5 % DC-200 qarışığı ilə 0,125 mm- 1,15 mm hissəcik ölçülü WHP Xromosorbda doldurulmuşdur və ya digər hər hansı stasionar fazalar və alternativ olaraq fosforlu üzvi qalıqların analizi üçün tövsiyə olunan inert daşıyıcılardan istifadə etmək olar.

Kolonka üçün temperatur proqramı 1-ci bənddə göstərilən pestisidlər qarışığını ayrı-ayrı komponentlərə ayırmaq üçün seçilməlidir (bax Əlavə A).

Yeni bir kolonka quraşdırıldıqdan sonra daşıyıcı qaz ən azı 48 saat ərzində ən yüksək tövsiyə olunan işləmə temperaturundan bir qədər yuxarı temperaturda axmalıdır.

5.8.5 Detektor

Fosfor-seçici detektor [alov fotometrik detektoru (FPD) və ya P rejimində azot-fosfor detektoru (NPD)] və ya kütlə-seçici detektor (KSD) istifadə edilir; minimum 50 pgP birləşmələri aşkarlama həddi var.

5.8.6 Daşıyıcı qaz

Təmiz azot, təmiz helium və ya təmiz hidrogen istifadə edilir.

Daşıyıcı qaz xəttinə quraşdırılmış, əvvəlcədən 4-8 saat ərzində 350°C-də aktivləşdirilmiş və 0,5 nm ölçülü molekulyar ələk toru dəşiklərindən keçirilərək daşıyıcı qazı qurudulur.

Molekulyar ölçülüləkləri yeni bir qaz silindiri quraşdırdıqda və ehtiyac olduqda yenidən aktivləşdirilir.

5.8.7 Köməkçi qazlar

Hidrogen və havadan istifadə edilir.

5.8.8 Sistemin xətliliyinin yoxlanılması

Sistemin xətliliyi 0,1 nq-dən 2 nq parationa qədər yoxlanılır.

Tərkibində 0,05 mkq/ml-dən 1,0 mkq/ml-ə qədər paration olan işçi məhlulları hazırlanır və 2 mkl əlavə edilir.

İnyeksiya edilmiş parationun pik ölçüsü (sahə və ya hündürlük) kütləyə qarşı nanoqramlarla çəkilir. Qrafik koordinat başlanğıcından keçən düz xətt olmalıdır. Əks təqdirdə detektor reaksiyasının xətti olduğu konsentrasiyalar aralığını təyin etmək lazımdır.

6 NÜMUNƏ SEÇİMİ

Nümunələrin seçilməsi bu Beynəlxalq standartda göstərilən metodun bir hissəsi deyil. Təvsiyə olunan seçmə metodu ISO 6497-də verilmişdir [3].

Laboratoriya üçün həqiqi mənada təmsil olunan və nəqliyyat və ya saxlama zamanı zədələnməmiş və ya dəyişdirilməmiş bir nümunə götürmək vacibdir.

7 SINAQ NÜMUNƏSİNİN HAZIRLANMASI

Sınaq nümunəsi ISO 6498 standartına uyğun hazırlanır.

Yaxşı qarışdırılmış laboratoriya nümunəsinin bir hissəsini (quru və ya az nəmli məhsullar, məsələn taxıl və dənli bitkilər, yağlı toxumlar və yağlı yemlər, qarışıq yemlər, ot və s.) 1 mm dəlikli ələkdən tamamilə keçməsi üçün üyüdülmür və diqqətlə qarışdırılır.

Yüksək nəmli məhsullar (məsələn, ot, silos və s.) kiçik parçalara ayrılır və homogen nümunələr əldə etmək üçün hərtərəfli qarışdırılır.

8 ANALİZİN APARILMASI

8.1 Ümumi

Referans kalibrlemə məhlulunu hazırlayarkən istifadə üçün hazırlanan test nümunəsində (maddə 7), həmçinin analiz edilən nümunə ilə eyni tipli matrisə sahib olan boş bir nümunədə (4.14) aşağıdakı mərhələlər yerinə yetirilir.

8.2 Sınaq hissəsi

Quru və ya az nəmli məhsullar üçün hazırlanmış test nümunəsi (maddə 7) 50 q, 0,1 q dəqiqliklə, yüksək nəmli məhsulların isə 100 q-ı 1000 ml-lik konik dibli kolbaya çəkilir.

8.3 Ekstraksiya

Sınaq hissəsinə kifayət qədər su (4.1) əlavə edilir ki, ümumi su miqdarı təxminən 100 q olsun. Nümunə təxminən 5 dəqiqə isladılır. 200 ml aseton (4,3) əlavə olunur. Kolba sıx bağlanır və 2 saat ərzində mexaniki çalxalayıcıda çalxalanır və ya yüksək sürətli qarışdırıcıda 2 dəqiqə homogenləşdirilir.

Süspenziya orta məsaməli filtr kağızı ilə təchiz edilmiş Büxner qığı (5.3) vasitəsilə 500 ml filtrlemə kolbasına (5.2) sovurmaqla süzülür. Konik dibli kolbanı və ya qarışdırıcı qabı və filtr kağızındaki qalıqları 25 ml-lik porsiyaya asetonla yuduqdan sonra eyni filtrlemə kolbasına yığılır (5.2).

Filtrat 1000 ml tutumlu ayırıcı qıfıya köçürülür. Filtrasiya kolbası (5.2) 100 ml dixlormetan (4.4) ilə yuyulur və ayırıcı qıfıya ötürülür. Ayırıcı qıfı 250 ml su (4.1) və təxminən 50 ml doymuş natrium xlorid (4.10) məhlulu əlavə edilir, ağzı bağlanır və 2 dəqiqə ərzində çalxalanır.

Fazaların ayrılmasına icazə verilir və alt faza (dixlormetan) 500 ml ayırıcı qıfı içərisinə çəkilir. 50 ml dixlormetanla (4.4) iki dəfə təkrarlanır və ekstraktları eyni 500 ml ayırıcı qıfıda birləşdirilir.

Dixlormetan ekstraktı iki dəfə 100 ml su ilə yuyulur, yuyulmalar atılır.

Dixlormetan ekstraktı filtr kağızı istifadə edilərək təxminən 20 q natrium sulfat (4.9) olan vakuum buxarlandırıcısının 500 ml-lik kolbasına süzülür. Ayırıcı qığı və natrium sulfatı iki dəfə 10 ml porsiyon dixlormetanla yaxalanır və kolbaya əlavə edilir.

40°C-dən çox olmayan bir temperaturda vakum şəraitdə təxminən 2 ml-ə qədər konsentrasiya edilir. 1ml-2ml heksan (4.2) istifadə edilərək məhlul 10 ml-lik dərəcəli boruya köçürülür və azot atmosferində təxminən 1ml-ə qədər konsentrasiya edilir.

Məhlulun qurumasına yol verilmir, əks halda pestisidlər dəyişkənlik və ya zəif həll olma səbəbindən xüsusiyyətlərini itirə bilər.

8.4 Kolonka təmizlənməsi

8.4.1 Kolonkanın hazırlanması

10% su ilə deaktiv edilmiş 5 qrsilikagel (4.6) şüşə xromatoqrafik boruya (5.5) köçürülür. Silikagelin üstünə 5 qr susuz natrium sulfat (4.9) əlavə edilir. Hazırlanan kolonka 20 ml heksan (4.2) ilə yuyulur.

Qeyd:Səmərəliliyi yoxladıqdan və maneələrin olmamasından əmin olduqdan sonra silikagel kolonka əvəzinə qablaşdırılmış kvarts və ya Florosil (məsələn, MİLLİPORE-SEP PAK) kartrijdən istifadə etmək olar.

8.4.2 Təmizləmə

1ml–2ml heksan (4.2)istifadə edilərək konsentrasiya olunmuş ekstrakt (8.3) hazırlanmış kolonkanın (8.4.1) yuxarı hissəsinə köçürülür.

50 ml yuyucu məhlulla(4.7) fosforlu üzvi pestisidlər yuyulur və yuyulmalar vakuum buxarlandırıcısının 100 ml kolbasına yığılır.

Eluat 8.3-də olduğu kimi, lakin heksan əvəzinə etilasetat (4.5) istifadə edilərək konsentrasiya edilir və xromatoqrafiya üçün son məhlul etilasetat ilə 10 ml-ə qədər durulaşdırılır.

Daxili standart metodundan istifadə edildikdə, etilasetatla 10ml-ə qədər durultmadan əvvəl son ekstrakta 0,5 ml tributilfosfatın (4.13.2) ara məhluluəlavə edilir.

Referans kalibrlemə məhlulu (8.5) hazırlamaq üçün boş ekstrakt saxlanılır.

8.5 Qaz xromatoqrafiyası

Qaz xromatoqrafiya sistemini tövsiyə olunan iş şəraitində balanslaşdırmaq lazımdır (5.8). 1 mkl- 2 mkl işçi standart məhlulu (4.13.3) və eyni həcmdə nümunə ekstraktı əlavə olunur. Lazım gələrsə nümunə ekstraktı durulaşdırılır.

Saxlanma müddətləri əsasında fərdi pestisid pikləri müəyyənləşdirilir.

İşçi standart məhlulunda müvafiq pestisid pikinin məlum miqdarı ilə nümunə piklərinin ölçüsü müqayisə edilərək pestisidlərin miqdarını təyin edilir.

Əgər nəticələr qalığın maksimal həddinə uyğundursa və ya onlardan (MRLs) çox olarsa, saf ekstrakta müvafiq miqdarda aralıq məhlulları (4.13.2) əlavə etməklə etalon kalibrasiya məhlulu hazırlanır. Bu etalon məhlulun piklərinin ölçüsü məhlul

nümunəsindəki piklərin ölçüsünün 25%-nitəşkil edir.10 ml-ə qədər etilasetatla durulaşdırılır (4,5). Qaz xromatoqrafına eyni həcmdə nümunə məhlulu əlavə olunur.

Etalon kalibrlemə məhlulunda müvafiq pestisid pikinin məlum miqdarı ilə nümunə piklərinin ölçüsünü müqayisə edərək pestisidlərin miqdarını təyin etmək olar.

9NƏTİCƏLƏRİN İFADƏSİ

9.1 Hesablama

Test nümunəsindəki hər bir pestisid qalığının tərkibi aşağıdakı tənliklə hesablanır:

$$w = \frac{A \cdot m_s \cdot V}{A_s \cdot m \cdot V_i}$$

Burada:

w - test nümunəsinin fərdi pestisid qalığı, mikroqram;

A - nümunə pikinin ölçüsü;

A_s - işçi standart məhlulunda və ya etalon kalibrlemə məhlulunda müvafiq standart pestisid pikinin ölçüsü;

m_s - nanogram şəklində, qaz xromatoqrafına vurulan standart pestisid kütləsi;

V - istənilən zəruri durultma nəzərə alınmaqla nümunə ekstraktının son həcmi (millilitr ilə);

V_i - qaz xromatoqrafına vurulan nümunə ekstraktının mikrolitrlə həcmi;

m - test hissəsinin qamlarla kütləsidir.

9.2 Bərpa

Metodun keyfiyyəti 0,1 mkq/q həcmli boş nümunələrdə təkrar təcrübələr aparılmaqla yaxşılaşdırılır .

Hər bir pestisid üçün bərpa əmsalı 70%-110% arasında olmalıdır.

Qeyd: Maksimum qalıq limitini (MRL) aşan qalıq təsdiqləndikdə, paralel bərpa səviyyəsi nümunə ilə təxminən oxşar olmalıdır.

10 EYNİLİYİN TƏSDİQLƏNMƏSİ

Nəticələr maksimum qalıq limitlərinə (MRL) uyğun gəldikdə və ya daha çox olduqda, əhəmiyyətli dərəcədə fərqli polyarlığa malik ikinci bir sütunda xromatoqrafiya metodu ilə və ya GC-MS cihazından istifadə etmək mümkün olduqda pestisidin miqdarı və eyniliyi təsdiqlənir.

11 DƏQİQLİK

11.1 Laboratoriyalararası testlər

Metodun dəqiqliyinə dair laboratoriyalararası testlərin təfərrüatları, o cümlədən dəqiq rəqəmlərin etibarlılığı barədə qeyd Əlavə B-də verilmişdir. Bu testlərdənəldə edilən nəticələrverilənlərdən başqa konsentrasiya aralıqlarına və matrislərə şamil edilə bilməz.

11.2 Təkrarlanma

Qısa müddət ərzində,eyni sınaq materialındaneyni üsulla eyni laboratoriyada eyni operator tərəfindən eyni avadanlıqla əldə edilən iki ayrı müstəqil testnəticəsi arasında mütləq fərq, B.1-dən B.15-ə qədər cədvəllərdə verilmişdir. r təkrarlanma limitini keçən halların sayı 5% -dən çox olmamalıdır.

11.3 Təkrar istehsal olunma

Qısa müddət ərzində, eyni sınaq materialından eyni üsulla fərqli laboratoriyada fərqli operator tərəfindən fərqli avadanlıqlardan istifadə edilməkləəldəedilən iki ayrı test nəticəsi arasında mütləq fərq, B.1-dən B.15-ə qədər cədvəllərdə verilmişdir. R təkrarlanma limitini keçən halların sayı isə 5% -dən çox olmamalıdır.

12TEST HESABATI

Test hesabatında göstərməlidir:

- nümunənin tam identifikasiyası üçün lazım olan bütün məlumatlar;
- məlum olduğu halda istifadə olunan seçmə metodu;
- bu Beynəlxalq Standarta istinad edilərək istifadə olunan sınaq metodu;
- bu Beynəlxalq Standartda qeyd olunan bütün iş detalları və ya məcburi hesab olunan,sınağinnəticəsinə təsir göstərə biləcək hər hansı hadisə haqqında məlumat;
- sınaq nəticəsi və ya təkrarlanma yoxlanıldıqda alınan iki test nəticəsi.

Əlavə A

(məlumat üçün)

Fosforlu üzvi pestisidlərin tərkibini təyin etmək üçün qaz xromatoqrafının (xromatoqram) iş şəraiti

Nümunə 1

Kolonka: kvars kapilyar OV-1, uzunluğu 25 m, daxili diametri 0,25 mm, film qalınlığı 0,25 mkm;

Soba temperaturu: 60 °C 2 dəqiqə ərzində, sonra 20 °C/dəq 130 0C-dək; 6 °C/dəq 240 °C-dək, sonra 240 °C 5 dəqiqə ərzində

İnjektor: mütəmadi 45 san gecikmə ilə, 250 °C və ya kolonkada, sobanın başlanğıc temperaturu ;

Dedektor: P rejimində NPD, 280 °C və ya MSD.

Nümunə 2

Kolonka: kvars kapilyar SE-54, uzunluğu 25 m, daxili diametri 0,25 mm, film qalınlığı 0,25 mkm;

Soba temperaturu: 60 °C 0,5 dəqiqə ərzində, sonra 30°C/dəq 130°C-dək; 8 °C/dəq 240°C-dək, sonra 240°C 2 dəqiqə ərzində

İnjektor: mütəmadi 45 san gecikmə ilə, 250°C və ya mühit temperaturu ilə kolonkaya;

Dedektor: P rejimində NPD, 280 °C və ya MSD.

Nümunə 3

Kolonka: kvars kapilyar OV-17, uzunluğu 30 m, daxili diametri 0,25 mm, film qalınlığı 0,25 mkm;

Soba temperaturu: 60 °C 0,5 dəqiqə ərzində, 30°C/dəq 160 °C-dək; 6 °C/dəq 280 °C-dək, 280 °C 4 dəqiqə ərzində;

İnjektor: mütəmadi, 250°C və ya kolonkada, sobanın başlanğıc temperaturu

Dedektor: P rejimində NPD, 280 °C və ya MSD.

Əlavə B

(məlumat üçün)

Laboratoriyalararası testlərin nəticələri

Metodun dəqiqliyi 1996-cı ildə Rumıniya Standartlaşdırma Assosiasiyası (ASRO) tərəfindən təşkil edilmiş və ISO 57251 standartına uyğun olaraq aparılmış laboriyalararası sınaq tüsti ilə müəyyən edilmişdir [4]. Bu sınaqda yeddi laboriya iştirak etmişdir. Aşağıdakı tərkibdə nümunələr araşdırıldı: 50 % qarğıdalı, 20 % arpa, 20 % soya unu, 3 % balıq unu, 3 % yağ, 1% premiks, 1,5 % dikalsium fosfat, 1,2 % kalsium karbonat və 0,3 % duz, tərkibində 0,05 mkq/q-dan 1,0 mkq / q-a qədər fosforlu üzvi pestisid olan.

Qeyd: Əldə edilən dəqiq məlumatlar göstərir ki, kənara çıxmalar aradan qaldırıldıqdan sonra saxlanılan laboriyaların sayı (7) IUPAC-AOAC-ISO protokolunun tələbinə tam uyğun gəlmir (kənara çıxmaların aradan qaldırılmasından sonra ən azı səkkiz laboriyanın nəticələri). Buna baxmayaraq, əldə olunan dəqiqlik rəqəmləri praktikada istifadə üçün məqbul sayılır, baxmayaraq ki, təkrarlanma səviyyəsi və təkrar istehsal olunma hədlərinin ehtimal səviyyəsi 95% -dən az olacaqdır. Bu nəticələr, beynəlxalq laboriyalararası testin təşkilində böyük problemlər yaradan nümunələrin qeyri-sabitliyi səbəbindən qəbul edilmişdir.

Cədvəl B.1 - Azinfos-etil üçün statistik nəticələr

Parametr	Nümunə ^a			
	1	2	3	4
Kənaraçıxmalar aradan qaldırıldıqdan sonra laboriyaların sayı	7	7	7	7
Qəbul edilmiş nəticələrin sayı	14	14	14	14
Fosforlu üzvi pestisidlərin tərkibinin ortamiqdarı, mkq/q	0,043	0,081	0,42	0,79
Təkrarlanmadan standart kənaraçıxma (s_r), mkq/q	0,003 9	0,005 3	0,03 4	0,06 1
Variasiyaların təkrarlanma əmsali%	9,0	6,5	8,2	7,6
Təkrarlanma həddi (r) [$r = 2,8 \times s_r$], mkq/q	0,011	0,015	0,10	0,17
Təkrar istehsal standart kənaraçıxma, (s_R) mkq/ q	0,005 4	0,013	0,05 8	0,10 2
Variasiyaların təkrar istehsal əmsali%	12,6	14,0	13,9	12,9
Təkrar istehsal həddi (R) [$R = 2,8 \times s_R$], mkq/q	0,015	0,032	0,16	0,29
1: azinfos-etil hədəflinümunə 0,05 mkq/q; tərkibi: 50% qarğıdalı, 20% arpa, 20% soya unu, 3% balıq unu, 3% yağ, 1% premiks, 1,5% dikalsiyeyfosfat, 1,2% kalsium karbonat və 0,3% duz; 2: 0,1 mkq/q azinfos-etil hədəflinümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində; 3: 0,5 mkq/q azinfos-etil hədəflinümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində; 4: 1,0 mkq/q azinfos-etil hədəflinümunə; tərkibi: nümunə olaraq.				

Cədvəl B.2 - Azinfos-metil üçün statistik nəticələr

Parametr	Nümunə ^a			
	1	2	3	4
Kənara çıxmalar aradan qaldırıldıqdan sonra laboratoriyaların sayı	7	7	7	7
Qəbul edilmiş nəticələrin sayı	14	14	14	14
Fosforlu üzvi pestisidlərin tərkibinin ortamiqdarı, mkq/q	0,042	0,085	0,43	0,82
Təkrarlanmadan standart kənara çıxma (s_r), mkq/q	0,0038	0,0052	0,037	0,052
Variasiyaların təkrarlanma əmsali %	9,0	6,1	8,6	6,3
Təkrarlanma həddi (r) [$r = 2,8 \times s_r$], mkq/q	0,011	0,015	0,104	0,15
Təkrar istehsal standart kənara çıxma, (s_R) mkq/ q	0,0052	0,0118	0,049	0,107
Variasiyaların təkrar istehsal əmsali %	12,4	13,9	11,3	13,0
Təkrar istehsal həddi (R) [$R = 2,8 \times s_R$], mkq/q	0,015	0,033	0,137	0,30
<p>1: azinfos-metil hədəflinümunə 0,05 mkq/q; tərkibi: 50% qarğıdalı, 20% arpa, 20% soyaunu, 3% balıqunu, 3% yağ, 1% premiks, 1,5% dikalsiyeyfosfat, 1,2% kalsiumkarbonat və 0,3% duz;</p> <p>2: 0,1 mkq/q azinfos-metil hədəflinümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;</p> <p>3: 0,5 mkq/q azinfos-metil hədəflinümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;</p> <p>4: 1,0 mkq/q azinfos-metil hədəflinümunə; tərkibi: nümunə olaraq.</p>				

Cədvəl B.3 - Bromofos üçün statistik nəticələr

Parametr	Nümunə ^a			
	1	2	3	4
Kənara çıxmalar aradan qaldırıldıqdan sonra laboratoriyaların sayı	7	7	7	7
Qəbul edilmiş nəticələrin sayı	14	14	14	14
Fosforlu üzvi pestisidlərin tərkibinin ortamiqdarı, mkq/q	0,045	0,082	0,44	0,84
Təkrarlanmadan standart kənara çıxma (s_r), mkq/q	0,0039	0,0057	0,028	0,055
Variasiyaların təkrarlanma əmsali %	8,6	7,0	6,3	6,6
Təkrarlanma həddi (r) [$r = 2,8 \times s_r$], mkq/q	0,011	0,016	0,0078	0,15
Təkrar istehsal standart kənara çıxma, (s_R) mkq/ q	0,0056	0,0103	0,052	0,097
Variasiyaların təkrar istehsal əmsali %	12,5	12,5	11,8	11,5
Təkrar istehsal həddi (R) [$R = 2,8 \times s_R$], mkq/q	0,016	0,029	0,146	0,27
<p>1: bromofos hədəflinümunə 0,05 mkq/q; tərkibi: 50% qarğıdalı, 20% arpa, 20% soyaunu, 3% balıqunu, 3% yağ, 1% premiks, 1,5% dikalsiyeyfosfat, 1,2% kalsiumkarbonat və 0,3% duz;</p> <p>2: 0,1 mkq/q bromofos hədəflinümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;</p> <p>3: 0,5 mkq/q bromofos hədəflinümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;</p> <p>4: 1,0 mkq/q bromofos hədəflinümunə; tərkibi: nümunə olaraq.</p>				

Cədvəl B.4 Karbofenotion - üçün statistik nəticələr

Parametr	Nümunə ^a			
	1	2	3	4
Kənarəxımlararadanqaldırıldıqdansonralaboratoriyalar insayı	7	7	7	7
Qəbuledilmişnəticələrinsayı	14	14	14	14
Fosforluüzvipestisidlərintərkibininortamiqdarı, mkq/q	0,044	0,077	0,43	0,85
Təkrarlanmadanstandartkənarəxıma (s_r), mkq/q	0,003 9	0,005 4	0,03 6	0,05 5
Variasiyalarintəkrarlanmaəmsalı%	8,9	7,0	8,5	6,4
Təkrarlanmahəddi(r)[$r = 2,8 \times s_r$], mkq/q	0,011	0,015	0,10	0,15
Təkraristehsaldastandartkənarəxıma, (s_R) mkq/ q	0,006 2	0,011 2	0,05 4	0,09 2
Variasiyalarintəkraristehsaləmsalı,%	14,0	14,6	12,5	10,9
Təkraristehsalhəddi (R)[$R = 2,8 \times s_R$], mkq/q	0,017	0,031	0,15	0,26
<p>1: karbofenotionhədəflinümunə 0,05 mkq/q; tərkibi: 50% qarğıdalı, 20% arpa, 20% soyaunu, 3% balıqunu, 3% yağ, 1% premiks, 1,5% dikalsiyeyfosfat, 1,2% kalsiumkarbonatvə 0,3% duz;</p> <p>2: 0,1 mkq/qkarbofenotionhədəflinümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;</p> <p>3: 0,5 mkq/qkarbofenotionhədəflinümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;</p> <p>4: 1,0 mkq/qkarbofenotionhədəflinümunə; tərkibi: nümunə olaraq.</p>				

Cədvəl B.5 - Xlorpirifos üçün statistik nəticələr

Parametr	Nümunə ^a			
	1	2	3	4
Kənarəxımlararadanqaldırıldıqdansonralaboratoriyalar insayı	7	7	7	7
Qəbuledilmişnəticələrinsayı	14	14	14	14
Fosforluüzvipestisidlərintərkibininortamiqdarı, mkq/q	0,044	0,089	0,46	0,86
Təkrarlanmadanstandartkənarəxıma (s_r), mkq/q	0,003 9	0,005 3	0,03 6	0,05 1
Variasiyalarintəkrarlanmaəmsalı%	8,9	6,0	7,8	5,9
Təkrarlanmahəddi(r)[$r = 2,8 \times s_r$], mkq/q	0,011	0,015	0,10	0,14
Təkraristehsaldastandartkənarəxıma, (s_R) mkq/q	0,005 6	0,009 7	0,04 4	0,10 2
Variasiyalarintəkraristehsaləmsalı%	12,7	10,9	9,6	11,8
Təkraristehsalhəddi (R)[$R = 2,8 \times s_R$], mkq/q	0,017	0,027	0,12 3	0,28
<p>1: xlorpirifoshədəflinümunə 0,05 mkq/q; tərkibi: 50% qarğıdalı, 20% arpa, 20% soyaunu, 3% balıqunu, 3% yağ, 1% premiks, 1,5% dikalsiyeyfosfat, 1,2% kalsiumkarbonatvə 0,3% duz;</p> <p>2: 0,1 mkq/qxlorpirifoshədəflinümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;</p> <p>3: 0,5 mkq/qxlorpirifoshədəflinümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;</p> <p>4: 1,0 mkq/qxlorpirifoshədəflinümunə; tərkibi: nümunə olaraq.</p>				

Cədvəl B.6 - Xlorpirifos-metil üçün statistik nəticələr

Parametr	Nümunə ^a			
	1	2	3	4
Kənarəixmalaradanqaldırıldıqdansonralaboratoriyalar insayı	7	7	7	7
Qəbuledilmişnəticələrinsayı	14	14	14	14
Fosforluüzvipestisidlərintərkibininortamiqdarı, mkq/q	0,044	0,090	0,47	0,91
Təkrarlanmadanstandartkənarəixma (s_r), mkq/q	0,003 8	0,005 8	0,02 7	0,06
Variasiyalarintəkrarlanmaəmsalı%	8,7	6,4	5,7	6,6
Təkrarlanmahəddi(r)[$r = 2,8 \times s_r$], mkq/q	0,011	0,016	0,07 6	0,16 8
Təkraristehsaldastandartkənarəixma, (s_R) mkq/ q	0,005 5	0,012 7	0,04 7	0,11 2
Variasiyalarintəkraristehsaləmsalı%	12,6	14,1	10,0	12,3
Təkraristehsalhəddi (R)[$R = 2,8 \times s_R$], mkq/q	0,015	0,036	0,13	0,31 4
<p>1: xlorpirifos-metilhədəflinümunə 0,05 mkq/q; tərkibi: 50% qarğıdalı, 20% arpa, 20% soyaunu, 3% balıqunu, 3% yağ, 1% premiks, 1,5% dikalsiyeyfosfat, 1,2% kalsiumkarbonatvə 0,3% duz;</p> <p>2: 0,1 mkq/qxlorpirifos-metilhədəflinümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;</p> <p>3: 0,5 mkq/qxlorpirifos-metilhədəflinümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;</p> <p>4: 1,0 mkq/qxlorpirifos-metilhədəflinümunə; tərkibi: nümunə olaraq.</p>				

Cədvəl B.7 - Diazinon üçün statistik nəticələr

Parametr	Nümunə ^a			
	1	2	3	4
Kənarəixmalaradanqaldırıldıqdansonralaboratoriyalar insayı	7	7	7	7
Qəbuledilmişnəticələrinsayı	14	14	14	14
Fosforluüzvipestisidlərintərkibininortamiqdarı, mkq / q	0,044	0,091	0,46	0,88
Təkrarlanmadanstandartkənarəixma (s_r), mkq / q	0,003 7	0,005 7	0,03 0	0,06 1
Variasiyalarintəkrarlanmaəmsalı%	8,4	6,2	6,5	6,9
Təkrarlanmahəddi(r)[$r = 2,8 \times s_r$], mkq/q	0,010	0,016	0,08 4	0,17
Təkraristehsaldastandartkənarəixma, (s_R) mkq/ q	0,006 7	0,010 7	0,04 3	0,12 5
Variasiyalarintəkraristehsaləmsalı%	15,2	11,7	9,3	14,2
Təkraristehsalhəddi (R)[$R = 2,8 \times s_R$], mkq/q	0,019	0,030	0,12	0,35

1: diazinonhədəflinümunə 0,05 mkq/q; tərkibi: 50% qarğıdalı, 20% arpa, 20% soyaunu, 3% balıqunu, 3% yağ, 1% premiks, 1,5% dikalsiyeyfosfat, 1,2% kalsiumkarbonatvə 0,3% duz;
 2: 0,1 mkq/qdiazinonhədəflinümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;
 3: 0,5 mkq/qdiazinonhədəflinümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;
 4: 1,0 mkq/qdiazinonhədəflinümunə; tərkibi: nümunə olaraq.

Cədvəl B.8 - Dimetoat üçün statistik nəticələr

Parametr	Nümunə ^a			
	1	2	3	4
Kənaraçıxmalar aradan qaldırıldıqdan sonra laboratoriyalar insayı	7	7	7	7
Qəbul edilmiş nəticələrin insayı	14	14	14	14
Fosforlu üzvi pestisidlərin tərkibinin ortamiqdarı, mkq/q	0,044	0,085	0,44	0,96
Təkrarlanmadan standart kənaraçıxma (s_r), mkq/q	0,004 2	0,006 8	0,03 8	0,06 7
Variasiyaların təkrarlanma əmsalı%	9,6	8,0	8,6	7,0
Təkrarlanma həddi (r) [$r = 2,8 \times s_r$], mkq/q	0,012	0,019	0,10 6	0,19
Təkrar istehsalda standart kənaraçıxma, (s_R) mkq/q	0,006 9	0,012 7	0,05 1	0,14 7
Variasiyaların təkrar istehsal əmsalı%	15,6	15,0	11,7	13,7
Təkrar istehsal həddi (R) [$R = 2,8 \times s_R$], mkq/q	0,019	0,036	0,14 3	0,41
1: dimetoat hədəflinümunə 0,05 mkq/q; tərkibi: 50% qarğıdalı, 20% arpa, 20% soyaunu, 3% balıqunu, 3% yağ, 1% premiks, 1,5% dikalsiyeyfosfat, 1,2% kalsiumkarbonatvə 0,3% duz; 2: 0,1 mkq/q dimetoat hədəflinümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində; 3: 0,5 mkq/q dimetoat hədəflinümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində; 4: 1,0 mkq/q dimetoat hədəflinümunə; tərkibi: nümunə olaraq.				

Cədvəl B.9 – Etion üçün statistik nəticələr

Parametr	Nümunə ^a			
	1	2	3	4
Kənaraçıxmalar aradan qaldırıldıqdan sonra laboratoriyalar insayı	7	7	7	7
Qəbul edilmiş nəticələrin insayı	14	14	14	14
Fosforlu üzvi pestisidlərin tərkibinin ortamiqdarı, mkq / q	0,044	0,088	0,44 6	0,87 6
Təkrarlanmadan standart kənaraçıxma (s_r), mkq / q	0,004 3	0,005 6	0,03 8	0,05 5
Variasiyaların təkrarlanma əmsalı%	9,8	6,4	8,5	6,2
Təkrarlanma həddi (r) [$r = 2,8 \times s_r$], mkq/q	0,012	0,016	0,10 6	0,15 4
Təkrar istehsalda standart kənaraçıxma, (s_R) mkq / q	0,005 9	0,009 8	0,05 7	0,08 6

Variasiyaların təkrar istehsal əmsalı%	13,5	11,1	12,7	9,9
Təkrar istehsal həddi (R) [$R = 2,8 \times s_R$], mkq/q	0,017	0,027	0,16	0,24
1: etion hədəflin ümumənə 0,05 mkq/q; tərkibi: 50% qarğıdalı, 20% arpa, 20% soyaunu, 3% balıqunu, 3% yağ, 1% premiks, 1,5% dikalsiyeyfosfat, 1,2% kalsiumkarbonat və 0,3% duz;				
2: 0,1 mkq/q etion hədəflin ümumənə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;				
3: 0,5 mkq/q etion hədəflin ümumənə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;				
4: 1,0 mkq/q etion hədəflin ümumənə; tərkibi: nümunə olaraq.				

Cədvəl B.10 - Fonofos üçün statistik nəticələr

Parametr	Nümunə ^a			
	1	2	3	4
Kənaraçıxmalar aradan qaldırıldıqdan sonra laboratoriyalar insayı	7	7	7	7
Qəbul edilmiş nəticələrin insayı	14	14	14	14
Fosforlu üzvi pestisidlərin tərkibinin ortamiqdarı, mkq / q	0,046	0,087	0,46	0,85
Təkrarlanmadan standart kənaraçıxma (s_r), mkq / q	0,0036	0,0058	0,028	0,056
Variasiyaların təkrarlanma əmsalı%	7,8	6,7	6,1	6,6
Təkrarlanma həddi (r) [$r = 2,8 \times s_r$], mkq/q	0,010	0,016	0,08	0,16
Təkrar istehsal standart kənaraçıxma, (s_R) mkq / q	0,0053	0,012	0,05	0,09
Variasiyaların təkrar istehsal əmsalı%	11,5	11,0	10,9	10,6
Təkrar istehsal həddi (R) [$R = 2,8 \times s_R$], mkq/q	0,015	0,034	0,14	0,25
1: fonofos hədəflin ümumənə 0,05 mkq/q; tərkibi: 50% qarğıdalı, 20% arpa, 20% soyaunu, 3% balıqunu, 3% yağ, 1% premiks, 1,5% dikalsiyeyfosfat, 1,2% kalsiumkarbonat və 0,3% duz;				
2: 0,1 mkq/q fonofos hədəflin ümumənə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;				
3: 0,5 mkq/q fonofos hədəflin ümumənə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;				
4: 1,0 mkq/q fonofos hədəflin ümumənə; tərkibi: nümunə olaraq.				

Cədvəl B.11 – Malation üçün statistik nəticələr

Parametr	Nümunə ^a			
	1	2	3	4
Kənaraçıxmalar aradan qaldırıldıqdan sonra laboratoriyalar insayı	7	7	7	7
Qəbul edilmiş nəticələrin insayı	14	14	14	14
Fosforlu üzvi pestisidlərin tərkibinin ortamiqdarı, mkq / q	0,046	0,090	0,47	0,93
Təkrarlanmadan standart kənaraçıxma (s_r), mkq / q	0,0046	0,0075	0,035	0,064
Variasiyaların təkrarlanma əmsalı, %	10,0	8,3	7,4	6,9
Təkrarlanma həddi (r) [$r = 2,8 \times s_r$], mkq/q	0,012	0,021	0,09	0,17

	9		8	9
Təkraristehsaldastandartkənaraçıxma, (s_R) mkq/ q	0,007 2	0,013 6	0,05 8	0,13 2
Variasiyaların təkraristehsaləmsalı, %	15,8	15,0	12,3	14,2
Təkraristehsalhəddi (R) [$R = 2,8 \times s_R$], mkq/q	0,020	0,038	0,16 2	0,37
<p>1: malation hədəflinümunə 0,05 mkq/q; tərkibi: 50% qarğıdalı, 20% arpa, 20% soyaunu, 3% balıqunu, 3% yağ, 1% premiks, 1,5% dikalsiyeyfosfat, 1,2% kalsiumkarbonat və 0,3% duz;</p> <p>2: 0,1 mkq/q malation hədəflinümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;</p> <p>3: 0,5 mkq/q malation hədəflinümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;</p> <p>4: 1,0 mkq/q malation hədəflinümunə; tərkibi: nümunə olaraq.</p>				

Cədvəl B.12 - Metidation üçün statistik nəticələr

Parametr	Nümunə ^a			
	1	2	3	4
Kənaraçıxmalar aradan qaldırıldıqdan sonra laboratoriyaların sayı	7	7	7	7
Qəbul edilmiş nəticələrin sayı	14	14	14	14
Fosforlu üzvi pestisidlərin tərkibinin ortamiqdarı, mkq/q	0,045	0,08 5	0,44	0,88
Təkrarlanmadan standart kənaraçıxma (s_r), mkq/q	0,003 9	0,00 6	0,04 2	0,05 8
Variasiyaların təkrarlanma əmsalı, %	8,7	7,0	9,5	6,6
Təkrarlanma həddi (r) [$r = 2,8 \times s_r$], mkq/q	0,011	0,01 7	0,12	0,16
Təkraristehsaldastandartkənaraçıxma, (s_R) mkq/ q	0,005 8	0,01 1	0,04 8	0,11 8
Variasiyaların təkraristehsaləmsalı, %	12,9	12,9	10,9	13,4
Təkraristehsalhəddi (R) [$R = 2,8 \times s_R$], mkq/q	0,016	0,03 1	0,13	0,33
<p>1: metidation hədəflinümunə 0,05 mkq/q; tərkibi: 50% qarğıdalı, 20% arpa, 20% soyaunu, 3% balıqunu, 3% yağ, 1% premiks, 1,5% dikalsiyeyfosfat, 1,2% kalsiumkarbonat və 0,3% duz;</p> <p>2: 0,1 mkq/q metidation hədəflinümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;</p> <p>3: 0,5 mkq/q metidation hədəflinümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;</p> <p>4: 1,0 mkq/q metidation hədəflinümunə; tərkibi: nümunə olaraq.</p>				

Cədvəl B.13 - Paration üçün statistik nəticələr

Parametr	Nümunə ^a			
	1	2	3	4
Kənaraçıxmalar aradan qaldırıldıqdan sonra laboratoriyaların sayı	7	7	7	7
Qəbul edilmiş nəticələrin sayı	14	14	14	14
Fosforlu üzvi pestisidlərin tərkibinin ortamiqdarı, mkq/q	0,044	0,089	0,47	0,86
Təkrarlanmadan standart kənaraçıxma (s_r), mkq/q	0,003	0,005	0,03	0,04

	6	1	7	9
Variasiyaların təkrarlanma əmsali, %	8,2	5,7	7,8	5,7
Təkrarlanma həddi (r) [$r = 2,8 \times s_r$], mkq/q	0,010	0,014	0,10	0,13 7
Təkraristehsal standart kənar çıxma, (s_R) mkq/ q	0,005 6	0,011	0,04 8	0,10 2
Variasiyaların təkraristehsal əmsali, %	12,8	12,4	10,3	11,9
Təkraristehsal həddi (R) [$R = 2,8 \times s_R$], mkq/q	0,016	0,031	0,13	0,28 6
<p>1: paration hədəflin ümumə 0,05 mkq/q; tərkibi: 50% qarğıdalı, 20% arpa, 20% soyaunu, 3% balıqunu, 3% yağ, 1% premiks, 1,5% dikalsiyeyfosfat, 1,2% kalsiumkarbonat və 0,3% duz;</p> <p>2: 0,1 mkq/q paration hədəflin ümumə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;</p> <p>3: 0,5 mkq/q paration hədəflin ümumə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;</p> <p>4: 1,0 mkq/q paration hədəflin ümumə; tərkibi: nümunə olaraq.</p>				

Cədvəl B.14 - Paration-metil üçün statistik nəticələr

Parametr	Nümunə ^a			
	1	2	3	4
Kənar çıxmalar aradan qaldırıldıqdan sonra laboratoriyalar insayı	7	7	7	7
Qəbul edilmiş nəticələrin insayı	14	14	14	14
Fosforlu üzvi pestisidlərin tərkibinin ortamiqdarı, mkq/q	0,044	0,091	0,47	0,89
Təkrarlanmadan standart kənar çıxma (s_r), mkq/q	0,003 8	0,005 7	0,03	0,05 1
Variasiyaların təkrarlanma əmsali, %	8,6	6,3	6,4	5,8
Təkrarlanma həddi (r) [$r = 2,8 \times s_r$], mkq/q	0,011	0,016	0,08 4	0,14 3
Təkraristehsal standart kənar çıxma, (s_R) mkq/ q	0,005 1	0,012	0,04 8	0,09 9
Variasiyaların təkraristehsal əmsali, %	11,6	13,2	10,3	11,1
Təkraristehsal həddi (R) [$R = 2,8 \times s_R$], mkq/q	0,014	0,034	0,13 4	0,27 7
<p>1: paration -metil hədəflin ümumə 0,05 mkq/q; tərkibi: 50% qarğıdalı, 20% arpa, 20% soyaunu, 3% balıqunu, 3% yağ, 1% premiks, 1,5% dikalsiyeyfosfat, 1,2% kalsiumkarbonat və 0,3% duz;</p> <p>2: 0,1 mkq/q paration -metil hədəflin ümumə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;</p> <p>3: 0,5 mkq/q paration -metil hədəflin ümumə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;</p> <p>4: 1,0 mkq/q paration -metil hədəflin ümumə; tərkibi: nümunə olaraq.</p>				

Cədvəl B.15 - Pirimifos üçün statistik nəticələr

Parametr	Nümunə ^a			
	1	2	3	4
Kənar çıxmalar aradan qaldırıldıqdan sonra laboratoriyaları insayı	7	7	7	7
Qəbul edilmiş nəticələrin insayı	14	14	14	14

Fosforluüzvipestisidlərintərkibininortamiqdarı, mkq/q	0,043 5	0,08 5	0,44 9	0,86 3
Təkrarlanmadanstandartkənaraçıxma (s_r), mkq/q	0,003 6	0,00 6	0,02 9	0,05 3
Variasiyalarıntəkrarlanmaəmsalı,%	8,2	7,1	6,6	6,1
Təkrarlanmahəddi(r)[$r = 2,8 \times s_r$], mkq/q	0,010	0,01 7	0,08 1	0,14 8
Təkraristehsaldastandartkənaraçıxma, (s_R) mkq/ q	0,005 3	0,01 2	0,04 6	0,11 1
Variasiyalarıntəkraristehsaləmsalı,%	12,2	14,1	10,5	12,9
Təkraristehsalhəddi (R)[$R = 2,8 \times s_R$], mkq/q	0,015	0,02 9	0,12 3	0,31
<p>1: pirimifoshədəflinümunə 0,05 mkq/q; tərkibi: 50% qarğıdalı, 20% arpa, 20% soyaunu, 3% balıqunu, 3% yağ, 1% premiks, 1,5% dikalsiyeyfosfat, 1,2% kalsiumkarbonatvə 0,3% duz;</p> <p>2: 0,1 mkq/qpirimifoshədəflinümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;</p> <p>3: 0,5 mkq/qpirimifoshədəflinümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;</p> <p>4: 1,0 mkq/qpirimifoshədəflinümunə; tərkibi: nümunə olaraq.</p>				

Biblioqrafiya

- [1] ISO 1750:1981 Pestisidlər və aqrokimyəvi maddələrin adlandırılması.
- [2] ISO 4793:1980 Laboratoriya sinterlənmiş (fritted) filtrlər - Məsamə dərəcəsi, təsnifatı və təyinatı.
- [3] ISO 5725: 1986 Heyvan yemləri - Nümunə seçimi
- [4] ISO 5725: 1986 Test üsullarının dəqiqliyi - Laboratoriyalararası sınaqlarla standart bir test üsulu üçün təkrarlanmanın və təkrar istehsalın təyini.
- [5] ISO 5725-1:1994 Ölçmə metodlarının və nəticələrinin dəqiqliyi (doğruluğu və dəqiqliyi) - Hissə 1: Ümumi prinsiplər və təriflər.
- [6] ISO 5725-2:1994 Ölçmə metodlarının və nəticələrinin dəqiqliyi (doğruluğu və dəqiqliyi) - Hissə 2: Standart bir ölçmə metodunun təkrarlanma və təkrar istehsalını təyin etmək üçün əsas metod.

MNT

MKC

SMST

Açarsözler:

LAYIHƏ

azstand | AZƏRBAYCAN
STANDARTLAŞDIRMA
İNSTITUTU

Rəsmi nəşr
“Azərbaycan Standartlaşdırma İnstitutu”
Publik hüquqi şəxs

AZS XXX:2021
HEYVAN YEMLƏRİNDƏ FOSFORLU ÜZVİ PESTİSİDLƏRİN
QALIQ MİQDARININ QAZ XROMATOQRAFIYA
ÜSULU İLƏ TƏYİN EDİLMƏSİ