

Boyalar və laklar — Uçucu üzvi birləşmələrin (UÜB) və/və ya yarı uçucu üzvi birləşmələrin (YUÜB) miqdarının təyini —

Hissə 2:

Qaz-xromatoqrafiya üsulu

Peintures et vernis — Détermination de la teneur en composés organiques volatils (COV) et/ou composés organiques semi-volatils (COSV) —

Partie 2: Méthode par chromatographie en phase gazeuse

**MÜƏLLİF HÜQUQU QORUNAN SƏNƏD**

Bütün hüquqlar qorunur. Əksi göstərilmədiyi və ya onun həyata keçirilməsi kontekstində tələb olunmadığı təqdirdə ilkin yazılı razılıq olmadan bu nəşrin heç bir hissəsi hər hansı formada və ya hər hansı üsulla, elektron və ya mexaniki vasitələrlə, o cümlədən surət çıxarmaq və ya internetdə və ya intranetdə yerləşdirməklə nüsxəsi çıxarıla və ya istifadə edilə bilməz. İcazə aşağıda qeyd olunan ünvanda olan ISO-dan və ya sorğu verən tərəfin ölkəsindəki ISO-nun üzv orqanından tələb oluna bilər.

ISO müəllif hüquqları ofisi
CP 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Geneva
Telefon: +41 22 749 01 11
Email: copyright@iso.org
Veb-sayt: www.iso.org
İsveçrədə nəşr edilmişdir

MÜNDƏRİCAT

Ön söz	V
Giriş	VI
1. Tətbiq sahəsi	1
2. Normativ istinadlar	1
3. Terminlər və anlayışlar	1
4. Sınağın aparılma prinsipi	5
5. Tələb olunan məlumat	2
6. Cihazlar	3
7. Reagentlər	5
8. Sınağın aparılma üsulu	5
8.1 Nümunə götürmə	5
8.2 Analiz	5
8.2.1 Nümunənin hazırlanması	6
8.2.2 Nümunənin ölçülməsi üçün verilənlərin toplanması	7
8.3 Kalibrlemə	9
8.3.1 Ümumi müddəalar	9
8.3.2 Kalibrlemə məhlullarının hazırlanması	9
8.3.3 Çox nöqtəli kalibrlemə analizi	9
8.4 Keyfiyyət təminatı	9
8.5 Qaz xromatoqrafiyanın şəraiti	10
8.6 Sıxlıq	10
8.7 Suyun miqdarı	10
9. Verilənlərin təhlili	10
9.1 Birləşmələrin inteqrasiyası və identifikasiyası	11
9.2 Birləşmələrin təsnifatı	11
10 Birləşmənin miqdarının miqdarı təyini	11
10.1 Ümumi müddəalar	11
10.2 Birləşmənin miqdarının miqdarı təyini	11
10.2.1 TXHƏ nəzərə alınmaqla miqdarı qiymətləndirmə	12
10.2.2 Əvəzləyici standart nəzərə alınmaqla miqdarı qiymətləndirmə	12
11 UÜB və YUÜB-nin miqdarının hesablanması	12
11.1 Ümumi müddəalar	12
Üsul-1 "İstifadəyə hazır" məhsulda UÜB-nin və/və ya YUÜB-nin kütlə faiz ilə ifadə olunan miqdarı	15
11.2 Üsul 2 — "İstifadəyə hazır" məhsulda UÜB-nin və/və ya YUÜB-nin q/l ilə ifadə olunan miqdarı	17
11.3 Üsul 3 — "İstifadəyə hazır" tərkibində su olmayan "istifadəyə hazır" məhsulda UÜB-nin və/və ya YUÜB-nin q/l ilə ifadə olunan miqdarı	18
11.4 Üsul 4 — Tərkibində su və fotokimyəvi qeyri-aktiv birləşmə olmayan "istifadəyə hazır" məhsulda UÜB-nin və/və ya YUÜB-nin q/l ilə ifadə olunan miqdarı	18
12 Verilənlərin qiymətləndirilməsi və yekun nəticələrin hesablanması	19
13. Dəqiqlik	19
13.1 Ümumi müddəalar	19
13.2 Təkrarlanma həddi, r	19
13.3 Nəticələrin oxşarlıq həddi, R	19
14 Sınaq hesabatı	22
Əlavə A (normativ) UÜB, YUÜB və QUÜB birləşmələrin natamam siyahısı	22
Əlavə B Termiki (informativ) qeyri-stabil məhsullar haqqında məlumat	23

Əlavə C (informativ) QX üsulunun şəraiti üçün nümunələr	24
Əlavə D (informativ) Dəqiqlik göstəricilərinin təyini üçün dairəvi laboratoriyalararası sınağın nəticələri	24
Bibliografiya	17

ƏLAVƏ

Ön söz

Beynəlxalq Standartlaşdırma Təşkilatı (ISO) milli standartlaşdırma orqanlarının (ISO-nun üzv orqanları) ümumdünya federasiyasıdır. Beynəlxalq standartların hazırlanması işi adətən ISO-nun texniki komitələri vasitəsilə həyata keçirilir. Texniki komitənin yaradılma məqsədini təşkil edən predmetdə maraqlı olan hər bir üzv orqan həmin komitədə təmsil olunmaq hüququna malikdir. Bu işdə ISO ilə əlaqələndirmə şəraitində, beynəlxalq təşkilatlar, həmçinin hökumət və qeyri-hökumət təşkilatları da iştirak edir. ISO bütün elektrotexniki standartlaşdırma məsələlərində Beynəlxalq Elektrotexnika Komissiyası (IEC) ilə yaxından əməkdaşlıq edir.

Bu sənədi hazırlamaq üçün istifadə olunan və onun sonrakı saxlanması üçün nəzərdə tutulan prosedurlar ISO/IEC Direktivlərinin 1-ci hissəsində təsvir edilir. Müxtəlif növ ISO sənədləri üçün tələb olunan fərqli təsdiq meyarları xüsusilə qeyd edilməlidir. Bu sənəd ISO/IEC Direktivlərinin 2-ci hissəsinin redaksiya qaydalarına uyğun olaraq tərtib olunub (bax: www.iso.org/directives).

Bu sənədin bəzi elementlərinin patent hüquqlarının predmeti ola biləcəyi ehtimalına diqqət yetirilir. ISO bu cür patent hüquqlarının hər hansı birinin və ya hamısının müəyyən edilməsinə görə məsuliyyət daşımır. Sənədin hazırlanması zamanı müəyyən edilmiş hər hansı patent hüquqlarının təfərrüatları "Giriş" bölməsində və/yaxud ISO-nun daxil olmuş patent bəyannamələrinin siyahısında təqdim olunacaq (bax: www.iso.org/patents).

Bu sənəddə istifadə edilən hər hansı ticarət adı istifadəçilərin rahatlığı üçün verilən informasiyadır və onun dəstəkləndiyini ehtiva etmir.

Standartların könüllü xarakter daşması, uyğunluğun qiymətləndirilməsi ilə bağlı ISO-nun xüsusi termin və ifadələrinin mənasına dair izahat, eləcə də Ümumdünya Ticarət Təşkilatının (ÜTT) Ticarətə Texniki Maneələr Sazişində əksini tapan prinsiplərə ISO-nun sadıqlıyı haqqında məlumat üçün aşağıdakı keçidə daxil ola bilərsiniz: www.iso.org/iso/foreword.html.

Bu sənəd ISO və CEN arasında texniki əməkdaşlıq haqqında Sazişə (Vyana sazişi) uyğun olaraq Avropa Standartlaşma Komitəsinin (CEN) CEN/TC 139 "*Boylar və laklar*" Texniki Komitəsi ilə əməkdaşlıq çərçivəsində ISO/TC 35 "*Boylar və laklar*" Texniki Komitəsi tərəfindən hazırlanmışdır.

Bu dördüncü nəşr texniki cəhətdən aşağıdakı dəyişikliklərin edildiyi üçüncü nəşri (ISO 11426:1997) ləğv və əvəz edir.

Əvvəlki nəşr ilə müqayisədə əsas dəyişikliklər aşağıdakılardan ibarətdir:

- tətbiq sahəsi yarı uçucu üzvi birləşmələrin (YUÜB) təyinin daxil edilməsilə genişləndirilmişdir;
- tətbiq sahəsi 0.01%-100% qatılıq diapazonun daxil edilməsilə genişləndirilmişdir;
- yarı uçucu üzvi birləşmələrin təyini üçün texniki şərtlər əlavə edilmişdir.

ISO 11890 standartı seriyasındakı bütün hissələrin siyahısını ISO-nun veb-səhifəsində tapa bilərsiniz.

Bu sənədlə bağlı istənilən rəy və ya suallar istifadəçinin milli standartlaşdırma qurumuna yönəldilməlidir. Bu qurumların tam siyahısını www.iso.org/members.html veb-səhifəsində tapa bilərsiniz.

GİRİŞ

Bu sənəd örtük materialları və onların xammallarından nümunələrin götürülməsi və onların sınaqdan keçirilməsinə dair standartlar seriyasından biridir. Burada örtük materiallarının və onların xammalının tərkibində uçucu üzvi birləşmələrin (UÜB) və yarı uçucu üzvi birləşmələrin (YUÜB) miqdarının təyini üsulu müəyyən olunur.

LAZIMLI Ə

Boyalar və laklar — Uçucu üzvi birləşmələrin (UÜB) və/və ya yarı uçucuüzvi birləşmələrin (YUÜB) miqdarının təyini

HİSSƏ 2 : Qaz-xromatoqrafiya üsulu

AZS XXXX

Peintures et vernis — Détermination de la teneur en composés organiques volatils (COV) et/ou composés organiques semi-volatils (COSV) —

Partie 2: Méthode par chromatographie en phase gazeuse

Tətbiq edilmə tarixi “ ___ ” “ _____ ” 2024

XƏBƏRDARLIQ — Bu sənədin istifadəsi təhlükəli materiallar, əməliyyatlar və avadanlıqlar ilə əlaqəli ola bilər. Bu sənəddə onun istifadəsi ilə bağlı bütün təhlükəsizlik problemlərinin həlli nəzərdə tutulmur. Bu sənədin istifadəçiləri sənədin tətbiqindən əvvəl işçi heyətin təhlükəsizliyinin və sağlamlığının təmin edilməsi üçün müvafiq tədbirlərin görülməsinə və bu məqsədlə hər hansı digər məhdudiyyətlərin tətbiqə yararlı olub-olmamasının müəyyənəndirilməsinə cavabdehdir.

1. TƏTBİQ SAHƏSİ

Bu sənəd UÜB və /və ya YUÜB-nin 0.01 kütlə%-dən 100 kütlə%-ə qədər gözlənilən miqdarında UÜB və YUÜB-nin təyini üçün tətbiq oluna bilər.

ISO 11890-1 standartında təqdim olunan üsul UÜB-nin miqdarı 15 kütlə%-dən çox olduqda istifadə olunur. Bu sənəd (ISO 11890-2 standartındakı üsul) sistemdə UÜB və YUÜB olduqda tətbiq edilir, çünki ISO 11890-1 standartındakı üsulla əsasən YUÜB təyin olunmuş UÜB-nin nəticəsinə təsir edə bilər. UÜB-nin miqdarı 0.1%-dən az olduqda ISO 17895 standartında təsvir olunan sərbəst boşluq üsulundan alternativ üsul kimi istifadə olunur. YUÜB-nin miqdarının təyini üçün ISO 11890-1 və ISO 17895 standartlarından istifadə oluna bilməz.

QEYD 1 Örtük materiallarının və onların xammallarının bəzi inqrediyentləri analiz zamanı parçalana və süni UÜB və/və ya YUÜB siqnallarına səbəb ola bilər. Örtük materiallarında və onların xammallarında UÜB-nin və/və ya YUÜB-nin təyini zamanı bu siqnallar üsulun yalançı siqnallarıdır və nəzərə alınmır (nümunələr [Əlavə B](#)-də verilmişdir).

Bu üsulda uçucu maddənin ya su, ya da üzvi maddə olduğu ehtimal edilir. Bununla belə, digər uçucu qeyri-üzvi birləşmələr də mövcud ola bilər ki, onların miqdarı başqa müvafiq üsulla müəyyən edilməli və hesablamalarda nəzərə alınmalıdır. Bu sənəddə müəyyən olunan üsul suyun miqdarının təyini üçün tətbiq edilə bilər.

QEYD 2 Örtük materialının və ya onun xammalının tərkibində üzvi turşular və ya əsaslar və onların müvafiq duzları olduğu təqdirdə turşu və ya əsas tarazlığının dəyişməsi səbəbindən bu üsulla müəyyən olunan miqdar dəqiq olmaya bilər.

2. NORMATİV İSTİNADLAR

Aşağıdakı sənədlərə mətndə elə istinad edilir ki, onların məzmununun bir hissəsi və ya hamısı bu sənədin tələblərinə cavab versin. Tarixi göstərilmiş istinadlar üçün yalnız sitat gətirilmiş nəşrdən istifadə edilir. Tarixi göstərilməmiş istinadlar üçün istinad edilən sənədin ən son nəşrindən (istənilən düzəlişlər daxil olmaqla) istifadə edilir.

ISO 760, *Suyun təyini — Karl Fişer üsulu (Ümumi üsul)*

ISO 1513, *Boylar və laklar — Sınaq nümunəsinin yoxlanılması və hazırlanması*

ISO 2811 (bütün hissələr), *Boylar və laklar — Sıxlığın təyini*

ISO 15528, *Boylar, laklar və boylar və laklar üçün xammal — Nümunə götürülməsi*

3. TERMİNLƏR VƏ ANLAYIŞLAR

Bu sənədin məqsədləri üçün aşağıdakı terminlərdən və anlayışlardan istifadə olunur.

ISO və IEC standartlaşdırmada istifadə edilən terminoloji məlumat bazalarını aşağıdakı ünvanlarda saxlayır:

- ISO-nun Onlayn axtarış platforması: <http://www.iso.org/obp> saytıdan əldə edə bilərsiniz
- IEC Elektropediya: <http://www.electropedia.org/> saytıdan əldə edə bilərsiniz

3.1

uçucu üzvibirləşmə UÜB

təmasda olduğu üstünlük təşkil edən temperatur və atmosfer təzyiqində öz-özünə buxarlanan hər hansı üzvi maye və/və ya bərk maddə

Tərifə dair qeyd 1: Örtük materialları sahəsində UÜB termininin cari istifadəsinə gəldikdə *uçucu üzvi birləşmələrin miqdarına (UÜB miqdarı)* (3.4) baxın.

Tərifə dair qeyd 2: ABŞ hökumətinin qanunvericiliyinə əsasən UÜB termini yalnız atmosfer şəraitində fotokimyəvi aktiv olan birləşmələr ilə məhdudlaşır (ASTM D3960 baxın). Hər hansı digər birləşmə bu halda *fotokimyəvi qeyri-aktiv birləşmə* (3.6) kimi müəyyən edilir.

[MƏNBƏ: ISO 4618:2014, 2.270]

Bu standartın rəsmi nüsxəsi "EKOLOGIYA" standartlaşdırılması üzrə Texniki Komitə (AZSTAND/TK-09)"-yə verilməsi üçün çap edilmişdir. Bu standart Azərbaycan Standartlaşdırma İnstitutunun icazəsi ilə çap edilmişdir.

3.2

yarı uçucu üzvi birləşmə YUÜB

təmasda olduğu üstünlük təşkil edən temperatur və atmosfer təzyiqində UÜB ilə müqayisədə daha yavaş öz-özünə buxarlanan üzvi maye və/və ya bərk maddə

Tərifə dair qeyd 1: Örtük materialları sahəsində YUÜB termininin cari istifadəsinə gəldikdə, *yarı uçucu üzvi birləşmələrin miqdarına (YUÜB miqdarı)* (3.5) baxın.

3.3

qeyri-uçucu üzvi birləşmə QUÜB

UÜB və ya YUÜB kimi təsnif edilməyən üzvi maye və/və ya bərk maddə

3.4

uçucu üzvi birləşmələrin

miqdarı UÜB miqdarı

UÜBM

örtük materialının tərkibində olan *uçucu üzvi birləşmələrin* (3.1) müəyyən şəraitdə müəyyən edilmiş kütləsi

Tərifə dair qeyd 1: Nəzərə alınan birləşmələrin xassələri və miqdarı örtük materialının tətbiq sahəsindən asılı olacaqdır. Hər bir tətbiq sahəsi üçün son hədd qiymətləri və təyin etmə və ya hesablama üsulları normativ aktlar və ya müqavilə ilə təshih edilir.

Tərifə dair qeyd 2: UÜB termini müəyyən edilmiş maksimum qaynama temperaturuna malik birləşmələrə aid edildiyi təqdirdə UÜB miqdarının bir hissəsi olduğu hesab edilən birləşmələr qaynama temperaturu bu həddən aşağı və bu hədd daxilində olan birləşmələrdir, daha yüksək qaynama temperaturu olan birləşmələr isə yarı uçucu və ya qeyri-uçucu üzvi birləşmələr hesab olunur.

[MƏNBƏ: ISO 4618:2014, 2.271, dəyişdirilmiş — Tərifə dair qeyd 2 əlavə edilmişdir.]

3.5

yarı uçucu üzvi birləşmələrin miqdarı

YUÜB miqdarı

YUÜBM

örtük materialının tərkibində olan *yarı uçucu üzvi birləşmələrin* (3.2) müəyyən şəraitdə müəyyən edilmiş kütləsi

Tərifə dair qeyd 1: Nəzərə alınan birləşmələrin xassələri və miqdarı örtük materialının tətbiq sahəsindən asılı olacaqdır. Hər bir tətbiq sahəsi üçün son hədd qiymətləri və təyin etmə və ya hesablama üsulları normativ aktlar və ya müqavilə ilə təshih edilir.

Tərifə dair qeyd 2: YUÜB termini müəyyən edilmiş maksimum qaynama temperaturuna və minimum qaynama temperaturuna malik birləşmələrə aid edildiyi təqdirdə YUÜB miqdarının bir hissəsi olduğu hesab edilən birləşmələr qaynama temperaturu aşağı və yuxarı və aşağı hədddən yuxarı olan birləşmələrdir, daha yüksək qaynama temperaturu olan birləşmələr isə qeyri-uçucu üzvi birləşmələr hesab olunur.

3.6 fotokimyəvi qeyri-aktiv birləşmə

atmosfer şəraitində gedən fotokimyəvi reaksiyalarda iştirak etməyən üzvi birləşmə

Tərifə dair qeyd 1: Bu ifadə yalnız bəzi ölkələrdə aktualdır.

3.7 istifadəyə hazır

məhsulun istehsalçının təlimatlarına uyğun olaraq düzgün nisbətlərdə qarışdırılaraq və lazım olduğu təqdirdə düzgün durulaşdırıcılardan istifadə olunmaqla durulaşdırılaraq təsdiq edilmiş üsulla tətbiqə hazır olduğu vəziyyəti

3.8 daxili standart

nümunənin tərkibində olmayan, xromatoqramda digər komponentlərdən tamamilə ayrılmış, nümunənin tərkib hissələrinə münasibətdə inert, tələb olunan temperatur diapazonunda stabil və məlum təmizlikli və durulaşdırmanı və analiz inyeksiya mərhələsini tənzimləmək üçün nümunəyə əlavə edilən birləşmə

3.9 əvəzləyici standart

müəyyən edilməmiş UÜB-lər və YUÜB-lərin miqdarı təyini üçün istifadə edilən məlum təmizlikli birləşmə

3.10 marker birləşmə

fərqləndirmə *saxlanma müddəti* (3.11) əsasında aparılmalı olduğu təqdirdə UÜB-nin və YUÜB-nin və ya YUÜB-nin və QUÜB-nin fərqləndirilməsi üçün istifadə olunan birləşmə

3.11 saxlanma müddəti

t_R
nümunə komponentinin daxil edilməsindən pikin maksimumunun qeydə alınmasına qədər keçən vaxt

3.12

ekstraksiya həlledicisi

tədqiq olunan matrisadan UÜB-lər və YUÜB-lərin xaric edilməsi üçün istifadə olunan maye

3.13

əsas pik

aşağıdakılardan birinə töhfə verən pik:

- UÜB-nin miqdarı, yəni mütləq UÜB-nin miqdarının $\geq 10\%$ -i (DEA ekvivalenti kimi) və ≥ 0.1 kütlə%-i (DEA ekvivalenti kimi) və ya
- YUÜB-nin miqdarı, yəni mütləq YUÜB-nin miqdarının $\geq 10\%$ -i (DEA ekvivalenti kimi) və ≥ 0.1 kütlə%-i (DEA ekvivalenti kimi)

3.14

ikincidərəcəli pik

aşağıdakılardan birinə yalnız cüzi töhfə verən pik:

- UÜB-nin miqdarı, yəni <0.1 kütlə%-i (DEA ekvivalenti kimi) və/və ya mütləq UÜB-nin miqdarının $<10\%$ -i (DEA ekvivalenti kimi) və ya
- YUÜB-nin miqdarı, yəni <0.1 kütlə%-i (DEA ekvivalenti kimi) və/və ya mütləq YUÜB-nin miqdarının $<10\%$ -i (DEA ekvivalenti kimi)

3.15

reagent

kimyəvi/biokimyəvi analizdə və ya digər reaksiyalarda

istifadə olunan maddə [MƏNBƏ: ISO 20391-1:2018, 3.19]

4. Sınağın aparılma prinsipi

Nümunə hazırlandıqdan sonra UÜB-lər, YUÜB-lər və QUÜB-lər qaz xromatoqrafiya üsulu ilə ayrılır. Nümunənin növündən asılı olaraq ya isti, ya da soyuq nümunə inyeksiya sistemindən istifadə olunur. İsti inyeksiya üstünlük verilən üsuldür. Birləşmələr, məsələn, QX-KS vasitəsilə identifikasiya olunduqdan sonra daxili standartın köməyi ilə QX-AİD vasitəsilə tam xüsusi nisbi həssaslıqları nəzərə alınmaqla pik sahələrinə əsasən miqdarı qiymətləndirilir. Müəyyən oluna bilməyən maddələrin miqdarı daxili standartla eyni ola bilən əvəzləyici standartla əsasən müəyyən edilir. Nümunədə UÜB-nin və/və ya YUÜB-nin miqdarının əldə olunması üçün hesablama aparılır.

5. Tələb olunan məlumat

İstənilən xüsusi tətbiq üçün tələb olunan məlumat imkan daxilində maraqlı tərəflər arasında razılaşdırılmalıdır və qismən və ya bütövlükdə beynəlxalq və ya milli standartdan və ya sınaqdan keçirilən məhsula dair digər sənəddən əldə edilə bilər.

Bu standartın rəsmi nüsxəsi "EKOLOGIYA" standartlaşdırılması üzrə Texniki Komitə (AZSTAND/TK-09)"-yə verilməsi üçün çap edilmişdir. Bu standart Azərbaycan Standartlaşdırma İnstitutunun icazəsi ilə hazırlanmışdır.

Tələb olunan məlumatla aşağıdakı bəndlər daxil ola bilər:

- a) müəyyən edilməli olan üzvi birləşmə(lər) ([Bənd 9](#)-a baxın);
- b) istifadə olunacaq təcrübə şəraiti ([8.5](#)-ə baxın);
- c) UÜB və/və ya YUÜB üçün təsnifat meyarları;
- d) a) bəndindəki üzvi birləşmələrdən hansının fotokimyəvi qeyri-aktiv birləşmə olması (əgər uyğundursa);
- e) istifadə olunacaq hesablama üsulu ([Bənd 10](#) və [Bənd 11](#)-ə baxın).

6. Cihazlar

6.1 Qaz xromatoqrafi

Sınaq nümunəsi ilə təmasda olan cihazın bütün hissələri nümunəyə qarşı davamlı olan və

onun kimyəvi dəyişikliyinə səbəb olmayacaq materialdan (məsələn, şüşə) hazırlanmalıdır.

6.1.1 [6.1.1](#) və [6.1.2](#)-də göstərilən iki növdən birini istifadə edin.

6.1.1 İsti inyeksiya sistemi (üstünlük verilən sistem)

Cihaz nümunə ayırıcısı olan, temperaturu tənzimlənən inyeksiya blokuna malik olmalıdır. İnyeksiya temperaturu 1°C dəqiqliklə quraşdırılmalıdır. Standart işçi temperatur 250-280°C diapazonunda olmalıdır.

QEYD Qeyri-uçucu komponentləri tutub saxlamaq üçün silanlaşdırılmış şüşə yunundan istifadə gərəklidir. Silanlaşdırılmış şüşə yununun aktiv tərəfləri üzvi birləşmələr üçün absorbent ola bilməsi və üsulun aşağı diapazonunda regenerasiya dərəcəsinə əhəmiyyətli təsir göstərməsidir. Adsorbsiyanın baş verməsi, xüsusilə, aşağı uçuculuğa və/və ya yüksək polyarlığa malik komponentlərin mövcud olması halında pik sahəsinin genişlənməsinə əsasən aşkar edilir.

6.1.2 Soyuq inyeksiya sistemi (proqramlaşdırılmış temperaturu buxarlandırıcı, PTB)

Soyuq inyeksiya sistemi nümunələrin ayrılması üçün nümunə ayırıcı daxil olmaqla, otaq temperaturundan 300 °C temperaturadək qızdırılma üçün temperaturun proqramlaşdırılması ilə təchiz olunmalıdır.

QEYD Qeyri-uçucu komponentləri tutub saxlamaq üçün silanlaşdırılmış şüşə yunundan istifadə gərəklidir. Silanlaşdırılmış şüşə yununun aktiv tərəfləri üzvi birləşmələr üçün absorbent ola bilməsi və üsulun aşağı diapazonunda regenerasiya dərəcəsinə əhəmiyyətli təsir göstərməsidir. Adsorbsiyanın baş verməsi, xüsusilə, aşağı uçuculuğa və/və ya yüksək polyarlığa malik komponentlərin mövcud olması halında pik sahəsinin genişlənməsinə əsasən aşkar edilir.

6.1.3 Nümunə inyeksiya sisteminin seçilməsi

İsti inyeksiya və soyuq inyeksiya arasında seçim sınaqdan keçirilən məhsulun növündən asılı olacaqdır. Yüksək temperaturda təyinatə mane olan maddələrin ayrıldığı məhsullar üçün soyuq inyeksiya sistemindən istifadə edilməsinə üstünlük verilir. Bağlayıcıların və ya əlavələrin kovalent rabitənin qırılması ilə gedən parçalanma reaksiyasının məhsulları soyuq inyeksiya sisteminin istifadəsi ilə azaldıla bilər.

Kovalent rabitənin qırılması ilə gedən parçalanma və ya birləşmənin daha sadə maddələrə parçalanması ilə gedən parçalanma reaksiyalarının göstəriciləri nümunə injektorunun müxtəlif temperaturlarında xromatoqramda baş verən dəyişikliklərin (məsələn, kənar piklərin meydana çıxması, yaxud piklərin ölçülərinin böyüməsi və ya kiçilməsi) nəzərdən keçirilməsi vasitəsilə əldə edilə bilər ([Əlavə B](#)-yə baxın).

6.2 Soba

Soba həm izotermiki, həm də proqramlaşdırılmış temperatur nəzarəti altında 40-300 °C intervalında qızdırıla bilməlidir. Sobanın temperaturunun 1 °C dəqiqliklə quraşdırıla bilməsi imkanı nəzərə alınmalıdır. Temperatur proqramının son temperaturu kapilyar kolonkanın maksimal işçi temperaturundan yüksək olmamalıdır ([6.4](#)-ə baxın).

1) DB-5, HP-5 və DB-1301 məhsulların ticari adlarıdır. Bu məlumat bu sənədin istifadəçilərinin rahatlığı üçün verilmişdir və adı çəkilən məhsula ISO tərəfindən üstünlük verildiyini göstərmir. Ekvivalent məhsullardan eyni nəticələrə gətirib çıxarması sübut olunduğu halda istifadə oluna bilər.

6.3 Detektor

Aşağıdakı iki detektordan istifadə edilməlidir.

6.3.1 Kütlə spektrometri və ya digər kütlə seçici detektor (KS və ya KSD), UÜB və YUÜB birləşmələrinin identifikasiyası üçün. Kondensləşmənin qarşısını almaq üçün detektorun temperaturu sobanın maksimal temperaturundan ən azı 10 °C yuxarı olmalıdır.

6.3.2 Alov ionlaşdırma detektoru (AİD), istismar temperaturu 230-300 °C intervalında olan UÜB və YUÜB birləşmələrinin miqdarı təyini üçün. Kondensləşmənin qarşısını almaq üçün detektorun temperaturu sobanın maksimal temperaturundan ən azı 10 °C yuxarı olmalıdır. Detektor qazının verilməsi, inyeksiya həcmi, bölünmə nisbəti və gücləndirilmənin tənzimlənməsi elə optimallaşdırılmalıdır ki, hesablama üçün istifadə olunan siqnallar (pik sahələri) maddənin miqdarına mütənasib olsun.

6.4 Kapilyar kolonka

Kolonka şüşədən və ya əridilmiş kvardan hazırlanmalıdır. Uçucu maddələri ayırmaq üçün kifayət qədər uzunluğa malik və maksimal daxili diametri 0.32 mm olan, uyğun qalınlıqlı 5 % fenil əvəzləyicili polidimetilsiloksan və ya 6 % (sianopropil-fenil)-metilpolisiloksan plyonkası ilə örtülmüş kolonkalardan istifadə edilməlidir.

QEYD: DB-5, HP-5 və ya DB-1301 kimi kolonkalar yararlıdır¹⁾. DB-5, HP-5 və ya DB-1301 Amerika Birləşmiş Ştatları Farmakopeya G27 və ya G43 fazasına ekvivalent kimi xarakterizə edilən QX kolonkalarıdır. Bu üsulun əvvəlcədən müəyyən edilmiş keyfiyyət meyarlarına cavab verən ABŞ Farmakopeya G27 və ya G43 fazasına ekvivalent olan digər kolonkalardan da istifadə edilə bilər.

6.5 Analitik sistemin keyfiyyət meyarları

Analitik sistemin keyfiyyət meyarları nümayiş etdirilməlidir. UÜB-nin miqdarı və YUÜB-nin miqdarı üçün miqdarı qiymətləndirmə həddi (MQH) müvafiq olaraq 0.01 kütlə% təşkil edir. Dietiladipat üçün həssaslıq əmsalından istifadə olunmaqla (yəni DEA ekvivalentlərində) ayrı-ayrı birləşmələr üçün MQH-nin 0.005 kütlə% olduğu təxmin edilir.

QEYD Ayrı-ayrı birləşmələr üçün miqdarı qiymətləndirmə həddi kənara çıxı bilər. Lazım olduğu təqdirdə miqdarı qiymətləndirmə həddi nəzərdən keçirilən ayrı-ayrı birləşmə(lər) üçün müəyyən edilə bilər.

Xromatoqrafik ayrılma DEA və tetradekan (C14), həmçinin dokozan (C22) və dibutitsebasinat (DBS) birləşmələrini ayırmaq üçün kifayət etməlidir. Ən azı 1 ayrılma əldə edilməlidir.

0.1 kütlə%-dən aşağı qatılıqlarda UÜB-nin miqdarının və/və ya YUÜB miqdarının miqdarı təyin edilməsi üçün trietilenqlikolun (TEQ) MQH-nin nümunənin kütləsi əsasında ən azı 0.005 kütlə% olduğu sübut edilməlidir.

Bu standartın rəsmi nüsxəsi "EKOLOGİYA" standartlaşdırılması üzrə Texniki Komitə (AZSTAND/TK-09)"-yə verilməsi üçün çap edilmişdir. Bu standart Azərbaycan Standartlaşdırma İnstitutunun icazəsi olmaqla.

6.6 Keyfiyyət analizi üçün avadanlıq

Ayrılan komponentlərin kütlə-seçici detektor vasitəsilə identifikasiya edilməsi gərəkli olduğu təqdirdə cihaz qaz xromatoqrafına birləşdirilməlidir.

6.7 İnyeksiya şprisi

İnyeksiya şprisinin tutumu qaz xromatoqrafına inyeksiya olunacaq nümunənin həcmindən ən azı iki dəfə böyük olmalıdır.

6.8 Verilənlərin emalı

İntegrasiya, kalibrlemə, miqdarı təyin və verilənlərin emalının digər prosesləri üçün müvafiq program təminatından istifadə olunmalıdır.

6.9 Nümunə flakonları

Ağzı rezin diafraqmalı kipləşdirici qapaqla [məs. poli(tetraflüoroetilen) ilə örtülmüş rezin membran] bağlana bilən kimyəvi cəhətdən inert materialdan (məsələn, şüşə) hazırlanmış flakonlardan istifadə edin.

6.10 Qaz filtrləri

Qazların tərkibindəki qalıq qatışıqları absorbsiya etmək üçün qaz xromatoqrafının birləşdirici borularında filtrlər quraşdırılmalıdır ([6.11](#)).

6.11 Qazlar

6.11. Daşıyıcı qaz, quru, oksigensiz helium, azot və ya hidrogen, ən azı 99.996 həcm% təmizliyə malik.

6.11.2 Detektor qazları, ən azı 99.999 həcm% təmizliyə malik hidrogen və tərkibində üzvi birləşmələr olmayan təmizlənmiş və ya sintetik hava.

6.11.3 Əlavə qaz, daşıyıcı qazla eyni keyfiyyətə malik azot və ya helium.

7. Reagentlər

7.1 Ümumi müddəalar

[Cədvəl 1](#)-də əvəzləyici standart, eləcə də daxili standartın, markerlərin, keyfiyyət meyarlarına malik birləşmələrin və ekstraksiya üçün həlledicilərin natamam siyahısı göstərilmişdir.

Cədvəl 1 — Reagentlərin siyahısı və onların funksiyası

Reagent	CAS – Nəsi	İxtisar	Funksiya
n-dokozan	CAS 629-97-0	C22	YUÜB marker birləşməsi
dibutilsebasinat	CAS 109-43-3	DBS	Keyfiyyət meyarlarına malik birləşmə
n-tetradekan	CAS 629-59-4	C14	
trietilenqlikol	CAS 112-27-6	TEQ	
dietiladipat	CAS 141-28-6	DEA	UÜB marker birləşməsi/ daxili standart/əvəzləyici standart
asetonitril	CAS 75-05-8	ASN	Ekstraksiya həlledicisi
metanol	CAS 67-56-1	MEOH	
tetrahidrofuran	CAS 109-99-9	THF	

7.2 Daxili standart

Daxili standart nümunənin tərkibində olmayan və xromatoqramdakı digər komponentlərdən tamamilə ayrılmış birləşmə olmalıdır. O, nümunənin tərkib hissələrinə qarşı inert, tələb olunan temperatur diapazonunda stabil və məlum təmizliyə malik olmalıdır. Üstünlük verilən daxili standart DEA-dir.

Həlledici kimi metanoldan istifadə olunduğu halda qələvi matrisalarda DEA-nın kimyəvi cəhətdən stabil olmadığı müşahidə edilmişdir. DEA-nın matrisa ilə reaksiyaya daxil olması

şübhəsi olduğu təqdirdə başqa uyğun həlledici və ya başqa daxili standart seçin.

QEYD 1 DEA-nın daxili standart kimi istifadəsinin üstünlüyü ondan ibarətdir ki, analiz zamanı əvəzləyici standart (7.3), marker birləşmə (7.4) və daxili standart funksiyasını yerinə yetirən yalnız bir birləşmə əlavə etmək lazımdır.

QEYD 2 Əgər DEA daxili standart kimi uyğun deyilsə, onda qlikol efirləri kimi daxili standartlardan istifadə oluna bilər.

7.3 Əvəzləyici standart

İstifadə ediləcək əvəzləyici standart DEA-dır.

7.4 Marker birləşmə

9.2-yə uyğun təsnifata ehtiyac olduğu halda identifikasiya olunmamış komponentlərin saxlanma müddətinə əsasən UÜB və ya YUÜB kimi təsnif edilməsi üçün marker birləşmələrdən istifadə oluna bilər. Peki identifikasiya etmək mümkün olmadığı təqdirdə onun qaynama temperaturu məlum olmayacaq. Bu halda podratçı tərəfindən, yeni istənilən qüvvədə olan qanunvericilikdə, etiketdə və ya təsnifatda əksi qeyd olunmadığı təqdirdə UÜB diapazonunun yuxarı həddini xarakterizə edən marker birləşmə DEA, YUÜB diapazonunun yuxarı həddini xarakterizə edən marker birləşmə isə C22-dir.

7.5 Keyfiyyət meyarlarına malik birləşmələr

Keyfiyyət meyarlarına malik birləşmələrdən saxlanma müddəti ərzində marker birləşmələrin müvafiq xromatoqrafik ayrılmasının sübutu üçün istifadə olunur. Onlardan həmçinin analitik sistemin lazımi həssaslığının təmin olunması üçün istifadə olunur.

7.6 Kalibrəmə birləşmələri

Kalibrəmə üçün istifadə edilən birləşmələr ən azı 99 kütlə% təmizliyə və ya məlum təmizliyə malik olmalıdır. Sonuncu halda, təmizliyə görə düzəliş tətbiq edilməlidir.

7.7 Ekstraksiya həlledicisi

Ekstraksiya həlledicisi tədqiq olunan nümunədən UÜB və YUÜB-lərin tamamilə xaric edilməsi üçün əlverişli olmalıdır. Metanol, asetonitril və THF-in əlverişli ekstraksiya həllediciləri olması təsdiqlənmişdir. Ekstraksiya həlledicisi məlum təmizliyə malik olmalı və onun tərkibində təyin etməyə mane olan, məsələn, xromatoqramda piklərin üst-üstə düşməsinə səbəb olan heç bir maddə olmamalıdır. Xüsusilə iz analizi zamanı qatışıqların və mümkün interferensiya piklərinin aşkar olunması üçün həmişə yalnız həlledicini daxil etməklə ayrıca analiz həyata keçirin.

Metanol, asetonitril və THF-dən başqa həlledici və ya həlledici qarışığının yararlılığı tədqiq olunan nümunədən analitlərin xaric olma sürətləri müəyyən edilməklə yoxlanılmalıdır.

Bu standartın təsmin nüsxəsi "EKOLOGIYA" standartlaşdırılması üzrə Texniki Komitə (AZSTAND/TK-09) -yə verilməsi üçün çap edilmişdir. Bu standart Azərbaycan Standartlaşdırma İnstitutunun icazəsi ilə yayımlanmışdır.

8. Sınağın aparılma üsulu

8.1 Nümunə götürmə

Nümunəni ISO 1513 standartında göstəriləyi kimi "istifadəyə hazır" vəziyyətdə sınaq üçün hazırlayın.

ISO 15528 standartında göstəriləyi kimi sınaqdan keçiriləcək məhsulun (yaxud çox örtüklü sistemdə hər bir məhsulun) tipik nümunəsinin ən azı dublikatını götürün və hər bir nümunəni sınaq üçün hazırlayın.

8.2 Analiz

8.2.1 Nümunənin hazırlanması

0.2 q-dan çox uyğun miqdarda nümunəni (ümumiyyətlə 1 q-dan 3 q-a qədər tövsiyə olunur) və müvafiq miqdarda daxili standartı nümunə flakonunun içərisində tərəzidə çəkin. Sınaq nümunəsini uyğun həcmdə ekstraksiya həlledicisi ilə durulaşdırın (məqsədli birləşmənin qatılığından asılı olaraq adətən 4-dən 50-yə qədər durulaşdırma əmsali tətbiq edilir, [7.7](#)-yə baxın), flakonun ağzını kip bağlayın və içərisindəkiləri homogenləşdirin. Zəruri olduğu halda ekstraksiyaya kömək etmək məqsədilə qarışdırma, çalxalama və ya ultrasəs vasitəsilə qarışdırma kimi üsullardan istifadə edin. Hissəciklər asanlıqla çökmədiyi halda faza təmizlənməsini sentrifuqa və ya filtrasiya yolu ilə həyata keçirmək olar.

Daxili standartın qatılığı ehtiva səviyyədə seçilməlidir ki, detektor signalının dəqiqliyi və əvvəlcədən emal olunmuş nümunədən çıxarılma dərəcəsi optimal olsun.

Proseduru təkrarlayın və ən azı dublikat analizi həyata keçirin.

8.2.2 Nümunənin ölçülməsi üçün verilənlərin toplanması

Cihazın parametrlərini kalibrəmə zamanı optimallaşdırıldığı kimi quraşdırın.

Marker birləşmələrinin saxlanma müddətlərini müəyyən edin ([9.2](#)-yə baxın). Digər təlimatlar verilmədiyi təqdirdə bu saxlanma müddətləri xromatoqramda identifikasiya olunmamış UÜB və/və ya YUÜB-in müəyyən olunması üçün inteqrasiyanın son nöqtəsini müəyyən edir.

Qaz xromatoqrafına 0.1 µl-dən 1 µl-ə qədər sınaq nümunəsi daxil edin və xromatoqramı qeydə alın. Hər bir birləşmə üçün pik sahələrini müəyyənləşdirin və hər piki [9.2](#)-də göstərilədiyi kimi UÜB diapazonuna və ya YUÜB diapazonuna ayırın.

8.3 Kalibrəmə

8.3.1 Ümumi müddəalar

Müvafiq kalibrəmə birləşmələri satışda mövcud olduğu təqdirdə nisbi həssaslıq əmsali çoxnöqtəli kalibrəmədən istifadə olunmaqla müəyyən edilməlidir.

8.3.2 Kalibrəmə məhlullarının hazırlanması

Tərəzidə 0.1 mq dəqiqliklə nümunə flakonunun ([6.9](#)) içərisində onların sınaqdan keçirilən məhsuldakı müvafiq miqdarına uyğun eyni kəmiyyət sırasına malik, [9.1](#)-də müəyyən olunmuş birləşmələrin uyğun miqdarını çəkin.

Tərəzidə nümunə flakonunun içərisində eyni miqdarda daxili standart ([7.2](#)) çəkin, qarışığı ekstraksiya həlledicisi ([7.7](#)-yə baxın) ilə durulaşdırın və onu sınaq nümunəsi üçün istifadə olunacaq eyni şəraitdə inyeksiya edin.

Sınaqdan keçirilən məhsulun müvafiq miqdarını əhatə edən müxtəlif miqdarlardakı kalibrəmə nöqtələrinin sayından asılı olaraq yuxarıdakı proseduru iki dəfədən yeddi dəfəyədək təkrarlayın.

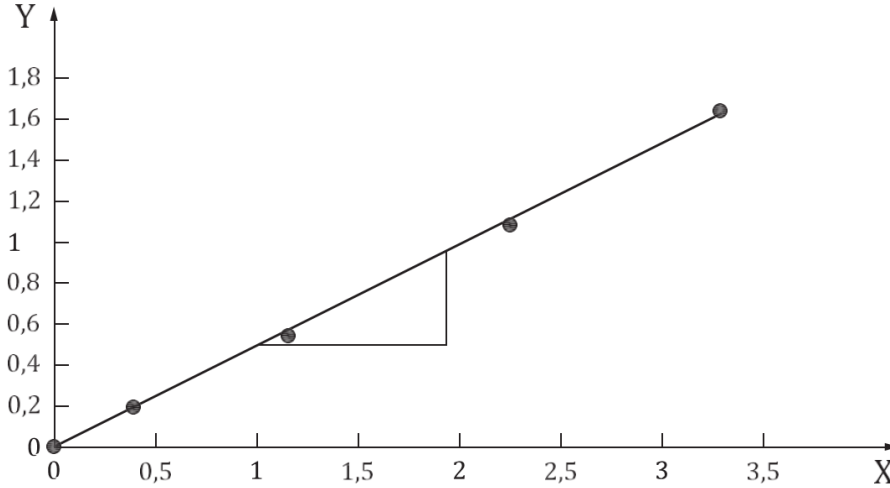
QEYD 1 Adətən üç və ya beş nöqtəli kalibrəmə uyğun gəlir.

QEYD 2 Bir nöqtəli kalibrəmə birləşmənin ilkin kalibrənməsi üçün uyğun deyil, çünki o, nisbi həssaslıq ilə nisbi kütlə arasında xətti əlaqəni təsdiqləməyə imkan vermir, [Şəkil 1](#)-ə baxın.

8.3.3 Çox nöqtəli kalibrəmə analizi

Qaz xromatoqrafına uyğun miqdarda kalibrəmə məhlullarını inyeksiya edin. Daxili standartın kütləsinə nəzərən tədqiq olunan birləşmənin kütləsinin daxili standartın pik sahəsinə bölünmüş

i birləşməsinin pik sahəsindən asılılıq qrafikini qurun.



İşarə

Y A_i/A_{ds}

X m_i/m_{ds}

Şəkil 1 — Çox nöqtəli kalibrlemə nümunəsi

Sonra əyrinin meyl bucağını s_i təyin etmək üçün xətti reqressiya həyata keçirin. O, tam xüsusi nisbi həssaslıq əmsalına (TXHƏ) r_i əks kəmiyyətdir. Xətti reqressiya funksiyası, əyrinin meyl bucağı və TXHƏ

$$\Delta\left(\frac{A_i}{A_{ds}}\right) = s_i \cdot \Delta\left(\frac{m_i}{m_{ds}}\right) \quad (1)$$

$$r_i = \frac{1}{s_i} \quad (2)$$

$$r_i = \frac{\Delta\left(\frac{m_i}{m_{ds}}\right)}{\Delta\left(\frac{A_i}{A_{ds}}\right)} \quad (3)$$

Burada

Bu standartın rəsmi nüsxəsi "EKOLOGIYA" standartlaşdırılması üzrə Texniki Komitə (AZSTAND/TK-09)"-yə verilməsi üçün çap edilmişdir. Bu standart Azərbaycan Standartlaşdırma İnstitutunun icazəsi ilə çap edilmişdir.

r_i TXHƏ (tam xüsusi nisbi həssaslıq əmsalı);

s_i əyrinin meyl bucağı;

A_i *i* birləşməsinin pik sahəsi;

A_{ds} daxili standartın pik sahəsi;

m_i kalibrlemə məhlulunda *i* birləşməsinin qram ilə ifadə olunan kütləsi;

m_{ds} kalibrlemə məhlulunda daxili standartın qram ilə ifadə olunan kütləsidir.

Statistik kənarçıxmalardan başqa heç bir yerdəyişmə müşahidə edilməməlidir. Əhəmiyyətli kənarçıxma qeydə alındığı təqdirdə nəticələr və avadanlıq yoxlanılmalı və zəruri hallarda analiz təkrarlanmalıdır.

8.4 Keyfiyyət təminatı

Keyfiyyət təminatı TXHƏ-nin dəyişib-dəyişmədiyini və yeni kalibrləmənin zəruri olub-olmadığını yoxlamaq üçün istifadə edilə bilər. Müvafiq, məsələn, orta səviyyəli kalibrləmə məhlulundan istifadə oluna bilər ([8.3.2](#)-yə baxın).

8.5 Qaz xromatoqrafiyanın şəraiti

İstifadə olunan qaz-xromatoqrafiya şəraiti analiz olunacaq məhsuldan asılıdır və hər dəfə məlum kalibrləmə qarışığından istifadə olunmaqla optimallaşdırılmalıdır.

İnyeksiyanın həcmi və bölünmə nisbəti elə müəyyənləşdirilməlidir ki, kolonkanın tutumunu aşmasın və detektorun xətti diapazon həddində qalsın. Asimmetrik piklər qaz-xromatoqrafiya sisteminin həddindən artıq yüklənməsini bildirəcəkdir.

Uyğun QX üsulu şəraitinin nümunələri [Əlavə C](#)-də verilmişdir.

8.6 Sıxlıq

Hesablama üçün tələb olunduğu təqdirdə ([11.3](#) - [11.5](#)-ə baxın) ISO 2811 standartının müvafiq nümunə növü üçün ən yaxşı dəqiqliyi təmin edəcək hissəsindən istifadə etməklə nümunənin sıxlığını təyin edin. Sıxlığı 23 °C temperaturda təyin edin.

8.7 Suyun miqdarı

Hesablama üçün tələb olunduğu təqdirdə ([11.4](#) və [11.5](#)-ə baxın) nümunənin tərkibindəki birləşmələrin təsir edə bilməyəcəyi reagentlər seçməklə ISO 760 standartında təqdim olunan üsula əsasən suyun miqdarını kütlə% ilə müəyyən edin. Birləşmələr məlum olmadığı təqdirdə onlar vəsfi təyin olunmalıdır ([9.1](#)-ə baxın).

QEYD 1 Təhrifə səbəb ola biləcək tipik birləşmələr ketonlar və aldehidlərdir. Reagent istehsalçıları tərəfindən adətən düzgün reagent seçiminə dair təlimatların olduğu ədəbiyyat dərc edilir.

QEYD 2 Sınaq olunacaq məhsul yaxşı səciyyələndirildiyi və tərkibində suyun olmaması məlum olduğu təqdirdə sifirə bərabər hesab edilən suyun miqdarının təyini gərəkli olmaya bilər.

9. Verilənlərin təhlili

9.1 Birləşmələrin inteqrasiyası və identifikasiyası

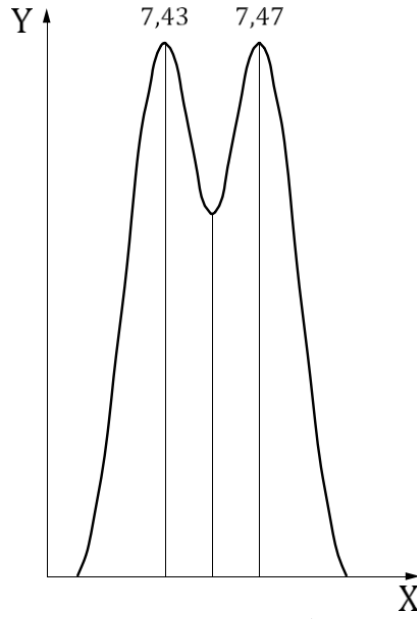
Məhsulun tərkibindəki üzvi birləşmələr göstərilmədiyi təqdirdə onları identifikasiya edin. [Bənd 6](#)-da göstərilədiyi kimi kütlə-seçici detektora qoşulmuş qaz xromatoqrafından istifadə edilməlidir.

Birləşmələr miqdarı təyin olunmalı olduğu halda əvəzləyici standartla uyğun olaraq müəyyən edilmiş kütlə payı 0.01%-dən çox olan birləşmələrin pikləri kütlə-seçici aşkarlama üsulu ilə müəyyən edilməlidir.

Miqdarı təyin üçün DEA ekvivalentlərinə nəzərən 0.005 kütlə%-dən çox olan bütün piklərin inteqrasiyası vasitəsilə AİD-dən alınan xromatoqramı qiymətləndirin.

Nümunənin tərkibində identifikasiya olunan hər bir birləşmə üçün pik sahəsi müvafiq kalibrləmə xəttinin sahə diapazonu həddində olmalıdır. İdentifikasiya olunan birləşmənin pik sahəsi kalibrləmə xəttindən kənara çıxdığı təqdirdə kalibrləmə xətti nümunənin tərkibindəki birləşmənin pik sahəsinin kalibrləmə xəttinin diapazonuna düşməsi üçün genişləndirilməli və ya nümunə durulaşdırılmalıdır. Birgə eluasiya pikləri aydınlaşdırılmamış qaldığı halda bütün əsas piklər identifikasiya olunmalı və əsas piklər arasındakı çökək hissələrdən baza xəttinə

perpendikulyarların endirilməsi yolu ilə təsirə məruz qalmış xromatoqrafik sahənin hamısı miqdarı təyin olunmalıdır ([Şəkil 2](#)-yə baxın).



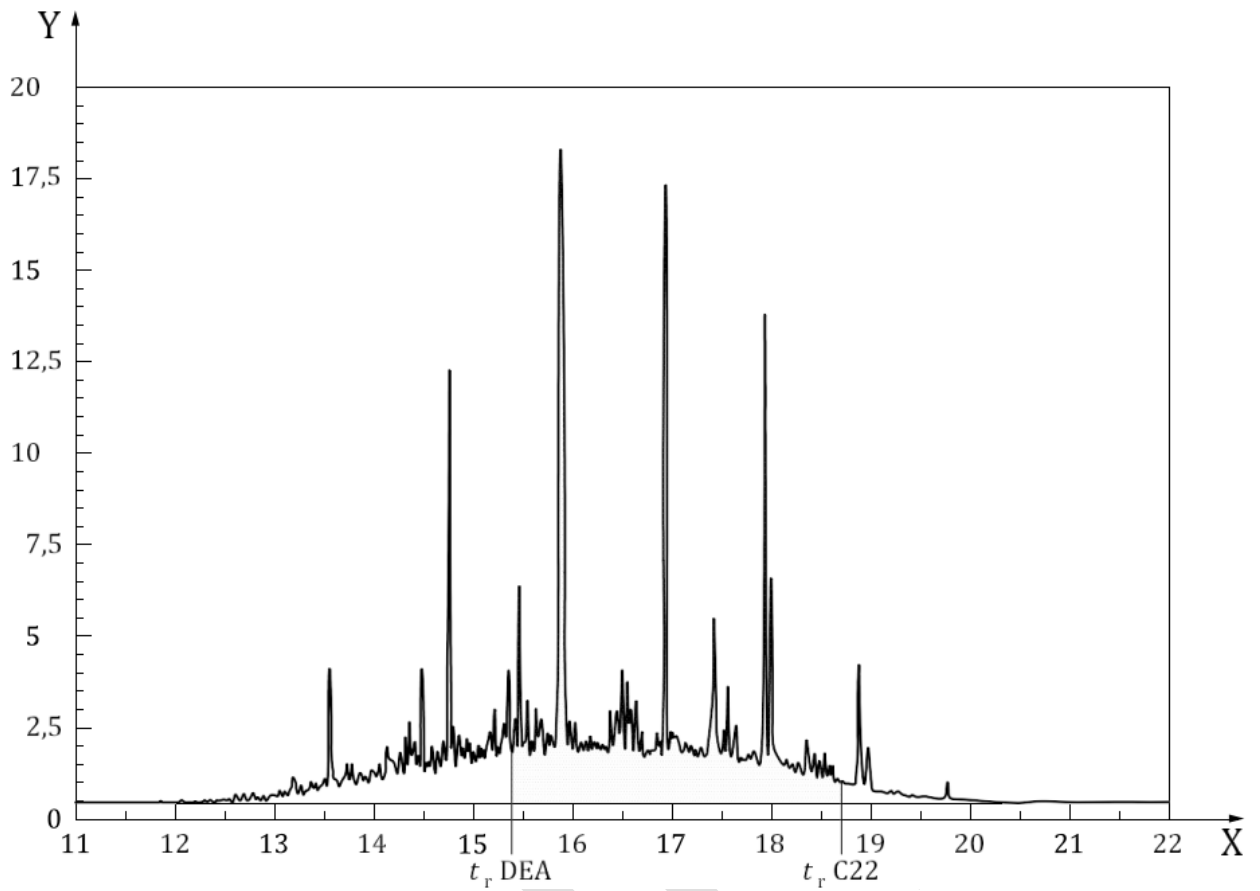
QEYD Mənbə: EN 16402:2019, Şəkil 1

Şəkil 2 — Aydınlaşdırıla bilməyən xromatoqrafiya komponentləri üçün uyğun inteqrasiya üsulunun təsviri

Aydınlaşdırıla bilməyən pik klasterlərini göstərən mürəkkəb xromatoqramlar üçün bu klasterlər ayrı-ayrı piklərə ayrılmamalıdır, lakin bütün aqlomeratın ümumi sahəsi ən uyğun nisbi həssaslıq əmsalından (məqsədli məhsullar qrupu üçün) istifadə olunmaqla hesablanmalı və miqdarı təyin olunmalıdır.

Bu cür uyğun həssaslıq əmsalı gözlənilməli kimi kimyəvi quruluşuna əsasən klasterin identifikasiya olunmuş komponentləri ilə eyni AİD həssaslığına malik birləşmədən istifadə olunmaqla kalibrlemə yolu ilə əldə oluna bilər.

Tipik klasterlər karbohidrogenlər və ya qlikollar kimi texniki qarışıqlardan yarana bilər ([Şəkil 3](#)-ə baxın). UÜB/YUÜB-sərhədində markeri əhatə edən klasterlər istifadə olunan markerin saxlanma müddətində baza xəttinə perpendikulyar olan UÜB və YUÜB hissəsinə bölünməlidir.



İşarə

- X dəqiqə ilə ifadə olunan saxlanma müddəti
 Y millivolt ilə ifadə olunan siqnal

Şəkil 3 — Aydınlaşdırıla bilməyən kimyəvi homoloqların mürəkkəb qarışıqları üçün uyğun inteqrasiya üsulunun təsviri

İzomer qarışıqlarında eyni birləşmənin müxtəlif izomerləri kolonka materialı ilə müxtəlif qarşılıqlı təsirlərə görə çox vaxt müxtəlif saxlanma müddətlərində eluasiya olunur. Buna görə izomer qarışıqlar xromatoqramda birdən çox pik kimi görünə bilər.

İzomerlər, məsələn, ksilolun izomerləri müxtəlif qaynama temperaturuna malik olduğu təqdirdə, onlar identifikasiya olunmalı, qaynama temperaturuna görə təsnif edilməli və müvafiq izomerin TXHƏ-dən istifadə olunmaqla ayrıca miqdarı qiymətləndirilməlidir.

Eyni qaynama temperaturuna malik olan, lakin birdən çox pik eluasiya edən izomerlər, məsələn, 2,2,4-trimetil-1,3-pentandiolmonoizobutirat üçün kalibrəmə zamanı piklərin nümunədəki piklərdə olduğu kimi eyni yolla inteqrasiya olunduğundan əmin olun. Miqdarı təyin iki yolla həyata keçirilə bilər.

- 1) İzomer qarışığının bütün piklərinin birlikdə inteqrasiyası.
- 2) İzomer piklərinin ayrı-ayrılıqda inteqrasiyası və miqdarı qiymətləndirilməsi. İzomer birləşmənin yekun nəticəsi üçün miqdarı təyinin nəticələrinin orta qiymətindən (cəmindən deyil) istifadə edilməsi.

9.2 Birləşmələrin təsnifatı

UÜB və/və ya YUÜB miqdarını müəyyən etmək üçün analiz olunan birləşmələr aşağıdakı ardıcılıq siyahısına uyğun olaraq UÜB və ya YUÜB kateqoriyasına aid edilməlidir (həmçinin

[Şəkil 4-ə](#) baxın).

— İdentifikasiya olunan birləşmələr podratçı tərəfindən, yeni istənilən qüvvədə olan qanunvericilikdə, etiketdə və ya təsnifatda müəyyən olunmuş tələblərə uyğun olaraq təsnif edilməlidir.

— Təsnifat identifikasiya olunan birləşmənin qaynama temperaturuna (QT) əsasən aparıldığı təqdirdə qaynama temperaturu [Əlavə A](#)-da təqdim olunan UÜB, YUÜB və QUÜB birləşmələrinin natatmam siyahısından götürülməlidir.

— İdentifikasiya olunan maddə bu siyahıda olmadığı təqdirdə qaynama temperaturuna istinad etmək üçün etibarlı mənbədən istifadə edilməlidir. Bu mənbəyə sınaq hesabatında istinad edilməlidir.

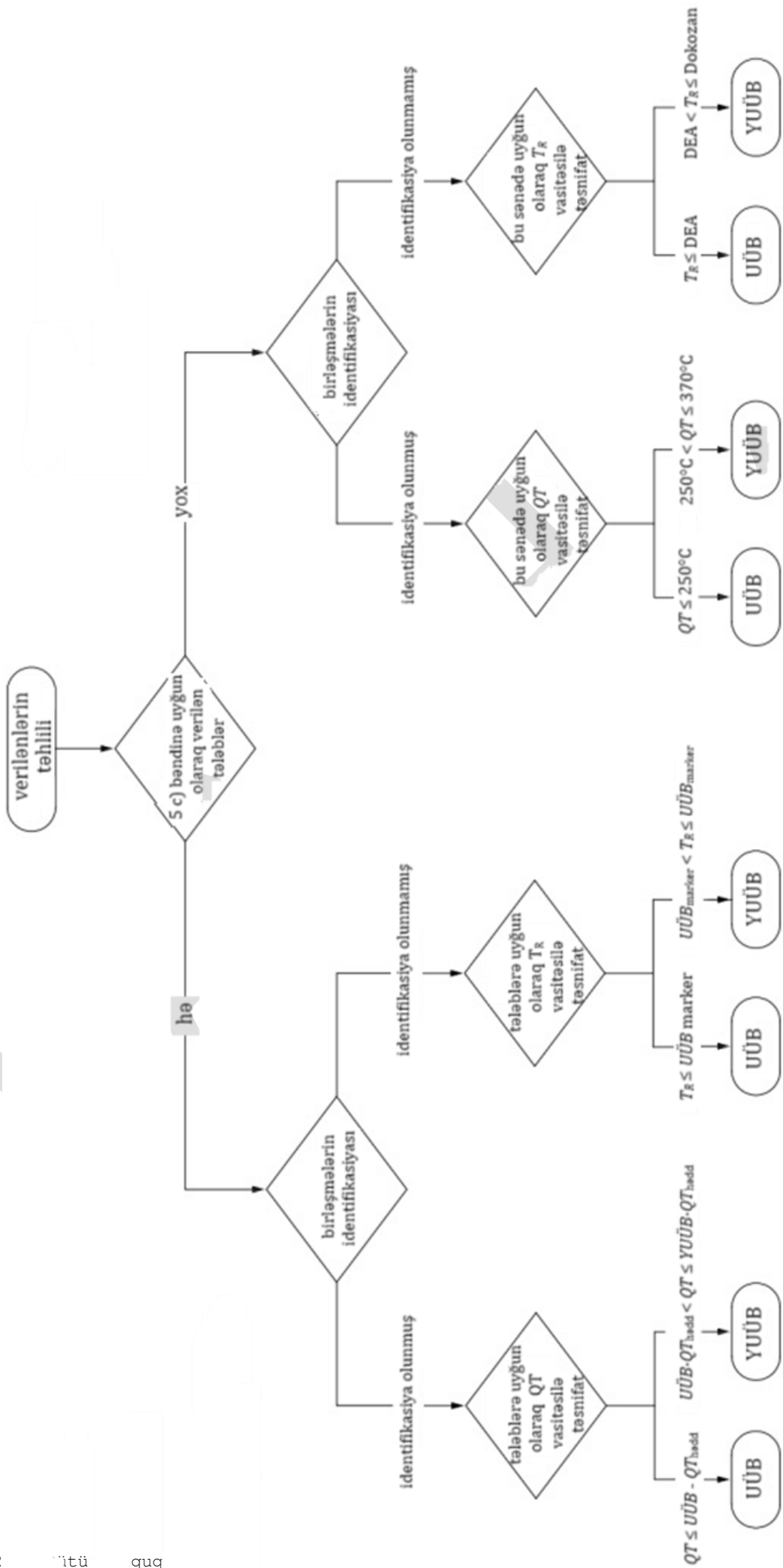
QEYD Etibarlı mənbələrə misal olaraq ECHA-nın www.echa.europa.eu veb-saytında və ya "Royal Society of Chemistry" elmi cəmiyyətinin www.chemspider.com veb-saytında REACH qeydiyyatının yayılmış məlumatları göstərilə bilər.

— İdentifikasiya olunan birləşmələr üçün UÜB və ya YUÜB anlayışı tələb olunmadığı təqdirdə identifikasiya olunan birləşmələr ayrıca siyahıya salınmalıdır.

— Birləşmələr kütlə spektrlərinə əsasən identifikasiya oluna bilmədiyi təqdirdə xüsusi markerlərdən istifadə olunmaqla təsnifat aparıla bilər (saxlanma müddətinə görə təsnifat).

— Birləşmələr kütlə spektrlərinə əsasən identifikasiya oluna bilmədiyi və qaynama temperaturuna dair tələb göstərilmədiyi təqdirdə DEA-dan əvvəl və ya ona bərabər saxlanma müddəti ilə eluasiya olunan bütün birləşmələr UÜB kimi nəzərdən keçirilməli, DEA-dan sonra və C22-dən əvvəl və ya ona bərabər eluasiya olunan bütün birləşmələr isə YUÜB-ə aid edilməlidir. C22-dən sonra eluasiya olunan bütün birləşmələr QUÜB kimi nəzərdən keçirilməlidir.

Maddələrin nisbi saxlanma müddətinin sırası qaynama temperaturu sırası ilə mütləq korrelyasiya olunmur. Buna görə də, marker birləşmələrinin istifadəsi ilə birləşmələrin UÜB və ya YUÜB kimi təsnif edilməsi səhv təsnifata meyillidir. Marker birləşmələrinə əsasən təsnifat ilə müqayisədə qaynama temperaturu və ya əvvəlcədən verilmiş digər tələblər üzrə təsnifata üstünlük verilir.



10 Birləşmənin miqdarının miqdarı təyini

10.1 Ümumi müddəalar

Bütün piklər AİD detektoru ilə miqdarı təyin olunmalıdır.

Birləşmələr satışda mövcud olduğu təqdirdə əsas piklər TXHƏ-dən istifadə olunmaqla miqdarı təyin edilməlidir.

Əhəmiyyətsiz kimi təsnif edilən DEA ekvivalentlərində <0.1 % olan bütün piklər və DEA ekvivalentlərində ≥ 0.1 % olan bütün piklər aşağıdakıların nisbi həssaslıq əmsalına nəzərən kalibrləmədən istifadə olunmaqla miqdarı təyin olunmalıdır:

- [7.3](#)-də göstərilədiyi kimi əvəzləyici standart (DEA), yaxud
- [9.1](#)-də göstərilədiyi kimi tipik birləşmə, yəni quruluş izomeri və ya homoloq və ya
- [10.2.1](#)-ə uyğun olaraq birləşmə identifikasiya olunduqda və kalibrləmə məlumatları mövcud olduqda birləşmənin özü (TXHƏ).

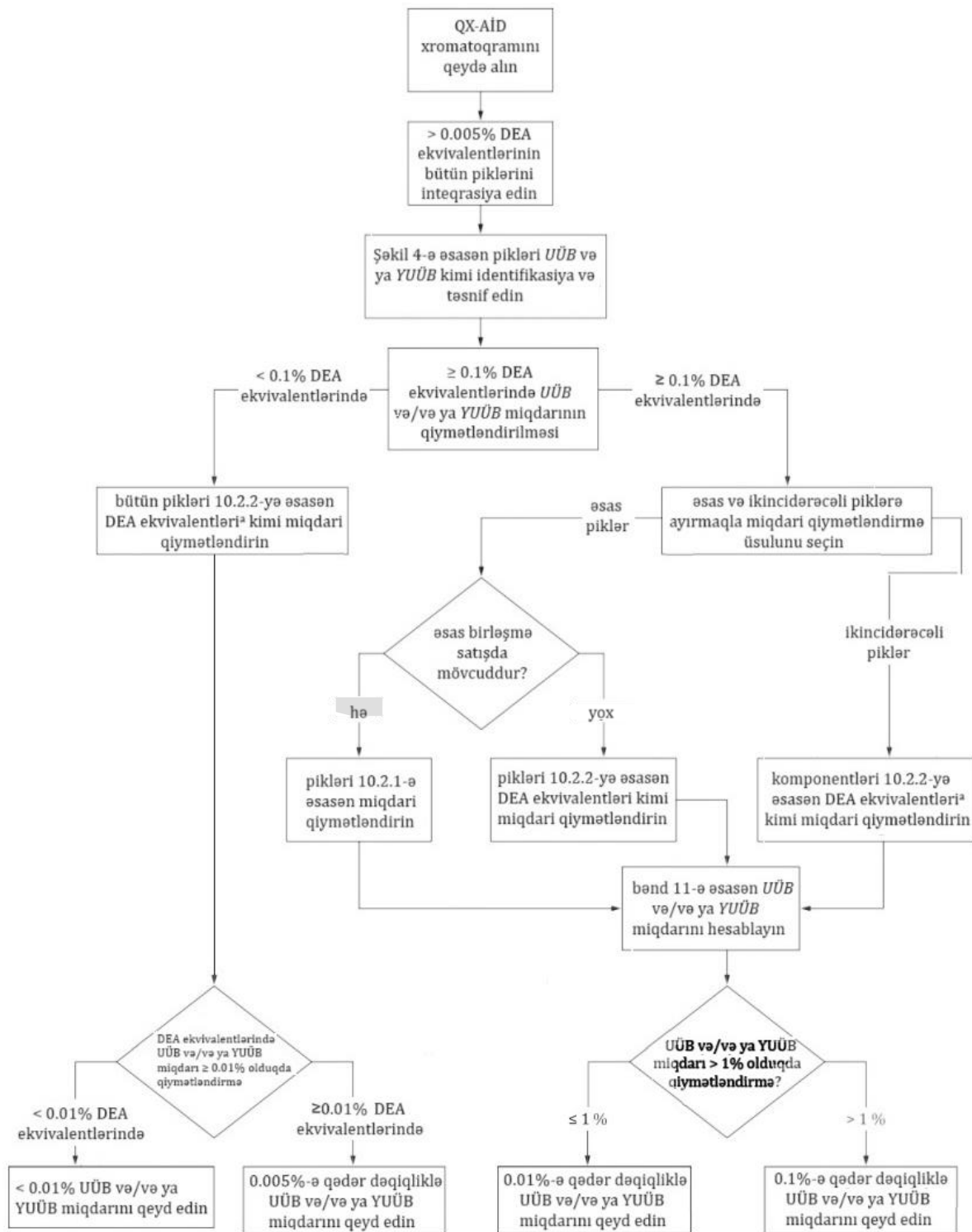
İdentifikasiya olunmamış piklər miqdarı olaraq DEA ekvivalentləri ilə ifadə olunur.

Əgər (gözlənilən) UÜB və/və ya YUÜB miqdarı <0.1 % olarsa, [Şəkil 5](#)-də təsvir olunduğu kimi sadələşdirilmiş miqdarı təyin üsulu tətbiq oluna bilər. UÜB və/və ya YUÜB-nin miqdarının miqdarı təyini əvəzləyici standartta görə $0.01-0.1$ kütlə% diapazonunda həyata keçirilə bilər.

QEYD TXHƏ vasitəsilə miqdarı qiymətləndirmə hələ də istifadə edilə bilər.

UÜB və/və ya YUÜB miqdarının hesablanması zamanı qatılıqları DEA ekvivalentlərinə nisbətde 0.005 kütlə%-ə bərabər və ya ondan çox olan ayrı-ayrı hər bir birləşmə nəzərə alınmalıdır. UÜB və/və ya YUÜB-nin miqdarı 0.01 kütlə%-dən az olduğu təqdirdə UÜB və/və ya YUÜB-nin miqdarını " <0.01 kütlə%" qeyd edin.

[Şəkil 5](#)-də göstərilədiyi kimi miqdarı təyin üçün sxemə əməl edin.



^a TXHƏ (10.2.1-ə uyğun olaraq) və ya digər tipik birləşmə (9.1-də təsvir olunduğu kimi) nəzərə alınmaqla miqdarı qiymətləndirmə mümkündür.

10.2 Birləşmənin miqdarının miqdarı təyini

10.2.1 TXHƏ nəzərə alınmaqla miqdarı qiymətləndirmə

[Formula \(4\)](#)-dən istifadə etməklə məhsulun bu cür birləşmələrinin hamısının kütlə payını müəyyən edin:

$$f_i = \frac{r_i \times A_i \times m_{ds}}{m_s \times A_{ds}} \times 100\% \quad (4)$$

Burada

- f_i məhsulun %-i ilə ifadə olunan i birləşməsinin kütlə payı;
- r_i i birləşməsi üçün TXHƏ ([8.3.3](#)-ə baxın);
- A_i i birləşməsinin pik sahəsi;
- A_D daxili standartın pik sahəsi;
- s
- m_D sınaq nümunəsindəki daxili standartın qram ilə ifadə olunan s kütləsi ([8.2.1](#)-ə baxın);
- m_S sınaq nümunəsinin qram ilə ifadə olunan kütləsi ([8.2.1](#)-ə baxın).

10.2.2 Əvəzləyici standart nəzərə alınmaqla miqdarı qiymətləndirmə

[Formula \(5\)](#)-dən istifadə etməklə məhsulun bu cür birləşmələrinin hamısının kütlə payını müəyyən edin:

$$f_i = \frac{A_i \times m_{DEA}}{m_s \times A_{DEA}} \times 100\%$$

Burada

Bu standartın rəsmi nüsxəsi "EKOLOGIYA" standartlaşdırılması üzrə Texniki Komitə (AZSTAND/TK-09)-yə verilməsi üçün çap edilmişdir. Bu standart Azərbaycan Standartlaşdırma İnstitutunun icazəsi olma

- f_i məhsulun %-i ilə ifadə olunan i birləşməsinin kütlə payı;
- A_i i birləşməsinin pik sahəsi;
- A_{DEA} əvəzləyici standartın pik sahəsi;
- m_{DEA} sınaq nümunəsindəki əvəzləyici standartın qram ilə ifadə olunan kütləsi ([8.2.1](#)-ə baxın);
- m_s sınaq nümunəsinin qram ilə ifadə olunan kütləsi ([8.2.1](#)-ə baxın).

11. UÜB və YUÜB-nin miqdarının hesablanması

11.1 Ümumi müddəalar

UÜB-nin və YUÜB-nin miqdarını müvafiq təlimatda göstərilən üsulla hesablayın. Xüsusi üsul göstərilmədiyi təqdirdə UÜB-nin və YUÜB-nin miqdarını 1-ci üsul vasitəsilə hesablayın, [11.2](#)-yə baxın.

Dəqiqlik daha yüksək olduğuna görə 1-ci üsul üstünlük verilən hesablama üsuludur, çünki bu üsulda sıxlığın təyini (əlavə xətalara gətirib çıxaran) nəzərdə tutulmur.

11.2 Üsul 1 — "İstifadəyə hazır" məhsulda UÜB-nin və/və ya YUÜB-nin kütlə faiz ilə ifadə olunan miqdarı

12 [Formula \(6\)](#)-dan UÜB-nin miqdarını təyin etmək və [Formula \(7\)](#)-dən YUÜB-nin miqdarını təyin etmək üçün istifadə edin.

$$13 \quad UÜB_{M1} = \sum_{i=1}^{i=n} f_{i,UÜB} \quad (6)$$

burada

$UÜB_{M1}$ "istifadəyə hazır" məhsulda UÜB-nin kütlə faiz ilə ifadə olunan miqdarı;

$f_{i,UÜB}$ sınaq nümunəsinin %-i ilə ifadə olunan i birləşməsinin kütlə payı ([10.2](#)-yə baxın);

$$YUÜB_{M1} = \sum_{i=1}^{i=n} f_{i,YUÜB} \quad (7)$$

burada

$YUÜB_{M1}$ "istifadəyə hazır" məhsulda YUÜB-nin kütlə faiz ilə ifadə olunan miqdarı;

$f_{i,YUÜB}$ sınaq nümunəsinin %-i ilə ifadə olunan i birləşməsinin kütlə payı ([10.2](#)-yə baxın);

11.3 Üsul 2 — "İstifadəyə hazır" məhsulda UÜB-nin və/və ya YUÜB-nin q/l ilə ifadə olunan miqdarı

[Formula \(8\)](#)-dən UÜB-nin miqdarını təyin etmək və [Formula \(9\)](#)-dan YUÜB-nin miqdarını təyin etmək üçün istifadə edin.

$$UÜB_{M2} = \sum_{i=1}^{i=n} f_{i,YUÜB} \times \rho_s \times 10 \quad (8)$$

Burada

$UÜB_{M2}$ "istifadəyə hazır" məhsulda UÜB-nin q/l ilə ifadə olunan miqdarı;

$f_{i,UÜB}$ sınaq nümunəsinin %-i ilə ifadə olunan i birləşməsinin kütlə payı ([10.2](#)-yə baxın);

ρ_s sınaq nümunəsinin 23°C-də q/ml ilə ifadə olunan sıxlığı ([8.6](#)-ya baxın);

10 q/ml-in q/l-ə çevrilmə əmsalıdır.

$$YU\ddot{U}B_{M2} = \sum_{i=1}^{i=n} f_{i,YU\ddot{U}B} \times \rho_s \times 10$$

burada

- $YU\ddot{U}B_{M2}$ "istifadəyə hazır" məhsulda YUÜB-nin q/l ilə ifadə olunan miqdarı;
- $f_{i,YU\ddot{U}B}$ sınaq nümunəsinin %-i ilə ifadə olunan i birləşməsinin kütlə payı ([10.2](#)-yə baxın);
- ρ_s sınaq nümunəsinin 23°C-də q/ml ilə ifadə olunan sıxlığı ([8.6](#)-ya baxın);
- 10 q/ml-in q/l-ə çevrilmə əmsəlidir.

11.4 Üsul 3 — Tərkibində su olmayan "istifadəyə hazır" məhsulda UÜB-nin və/və ya YUÜB-nin q/l ilə ifadə olunan miqdarı

[Formula \(10\)](#)-dan UÜB-nin miqdarını təyin etmək üçün istifadə edin.

$$U\ddot{U}B_{M3,lw} = \left(\frac{\sum_{i=1}^{i=n} f_{i,U\ddot{U}B}}{100 - \rho_s \times \frac{f_w}{\rho_w}} \right) \times \rho_s \times 1000 \quad (10)$$

Burada

- $U\ddot{U}B_{M3,lw}$ tərkibində su olmayan "istifadəyə hazır" məhsulda UÜB-nin q/l ilə ifadə olunan miqdarı;
- $f_{i,U\ddot{U}B}$ sınaq nümunəsinin %-i ilə ifadə olunan i birləşməsinin kütlə payı ([10.2](#)-yə baxın);
- f_w sınaq nümunəsinin %-i ilə ifadə olunan suyun kütlə payı ([8.7](#)-yə baxın);
- ρ_s sınaq nümunəsinin 23°C-də q/ml ilə ifadə olunan sıxlığı ([8.6](#)-ya baxın);
- ρ_w suyun 23°C-də q/ml ilə ifadə olunan sıxlığı (= 0.997537 q/ml);

Bu standartın rəsmi nüsxəsi "EKOLOGİYA" standartlaşdırılması üzrə Texniki Komitə (AZSTAND/TK-09)-yə verilməsi üçün çap edilmişdir. Bu standart Azərbaycan Standartlaşdırma İnstitutunun icazəsi olmadan çap edilməz.

1000 q/ml-in q/l-ə çevrilmə əmsəlidir.

[Formula \(11\)](#)-dən YUÜB-nin miqdarını təyin etmək üçün istifadə edin.

$$YU\ddot{U}B_{M3,lw} = \left(\frac{\sum_{i=1}^{i=n} f_{i,YU\ddot{U}B}}{100 - \rho_s \times \frac{f_w}{\rho_w}} \right) \times \rho_s \times 1000 \quad (11)$$

burada

- $YU\ddot{U}B_{M3,lw}$ tərkibində su olmayan "istifadəyə hazır" məhsulda YUÜB-nin q/l ilə ifadə olunan miqdarı;

w

$f_{i,YUÜB}$	sınaq nümunəsinin %-i ilə ifadə olunan i birləşməsinin kütlə payı (10.2 -yə baxın);
f_w	sınaq nümunəsinin %-i ilə ifadə olunan suyun kütlə payı (8.7 -yə baxın);
ρ_s	sınaq nümunəsinin 23°C-də q/ml ilə ifadə olunan sıxlığı (8.6 -ya baxın);
ρ_w	suyun 23°C-də q/ml ilə ifadə olunan sıxlığı (= 0.997537 q/ml);
1 000	q/ml-in q/l-ə çevrilmə əmsəlidir.

11.5 Üsul 4 — Tərkibində su və fotokimyəvi qeyri-aktiv birləşmə olmayan "istifadəyə hazır" məhsulda UÜB-nin və/və ya YUÜB-nin q/l ilə ifadə olunan miqdarı

Bu, yalnız milli qanunvericilik tətbiq edildiyi təqdirdə tələb olunur.
[Formula \(12\)](#)-dən UÜB-nin miqdarını təyin etmək və [Formula \(13\)](#)-dən YUÜB-nin miqdarını təyin etmək üçün istifadə edin

$$UÜB_{M4,lwe} = \left(\frac{\sum_{i=1}^{i=n} f_{i,UÜB}}{100 - \rho_s \times \frac{f_w}{\rho_w} - \rho_s \times \sum_{eci=1}^{eci=n} \frac{f_{eci}}{\rho_{eci}}} \right) \times \rho_s \times 1000$$

Burada

$UÜB_{M4,lwe}$	tərkibində su və fotokimyəvi qeyri-aktiv birləşmə olmayan "istifadəyə hazır" məhsulda UÜB-nin q/l ilə ifadə olunan miqdarı;
$f_{i,UÜB}$	sınaq nümunəsinin %-i ilə ifadə olunan i birləşməsinin kütlə payı (10.2 -yə baxın);
f_{eci}	sınaq nümunəsinin %-i ilə ifadə olunan i fotokimyəvi qeyri-aktiv birləşmənin kütlə payı (10.2 -yə baxın);
f_w	sınaq nümunəsinin %-i ilə ifadə olunan suyun kütlə payı (8.7 -yə baxın);
ρ_s	sınaq nümunəsinin 23°C-də q/ml ilə ifadə olunan sıxlığı (8.6 -ya baxın);
ρ_w	suyun 23°C-də q/ml ilə ifadə olunan sıxlığı (= 0.997537 q/ml);
ρ_{eci}	i fotokimyəvi qeyri-aktiv birləşmənin q/ml ilə ifadə olunan sıxlığı;
1 000	q/ml-in q/l-ə çevrilmə əmsəlidir.

$$YUÜB_{M4,lwe} = \left(\frac{\sum_{i=1}^{i=n} f_{i,YUÜB}}{100 - \rho_s \times \frac{f_w}{\rho_w} - \rho_s \times \sum_{eci=1}^{eci=n} \frac{f_{eci}}{\rho_{eci}}} \right) \times \rho_s \times 1000 \quad (13)$$

burada

$YU\ddot{U}B_{M4,lw}$	tərkibində su və fotokimyəvi qeyri-aktiv birləşmə olmayan "istifadəyə hazır" məhsulda YUÜB-nin q/l ilə ifadə olunan miqdarı;
$f_{i,YU\ddot{U}B}$	sınaq nümunəsinin %-i ilə ifadə olunan i birləşməsinin kütlə payı (10.2 -yə baxın);
f_{eci}	sınaq nümunəsinin %-i ilə ifadə olunan i fotokimyəvi qeyri-aktiv birləşmənin kütlə payı (10.2 -yə baxın);
f_w	sınaq nümunəsinin %-i ilə ifadə olunan suyun kütlə payı (8.7 -yə baxın);
ρ_s	sınaq nümunəsinin 23°C-də q/ml ilə ifadə olunan sıxlığı (8.6 -ya baxın);
ρ_w	suyun 23°C-də q/ml ilə ifadə olunan sıxlığı (= 0.997537 q/ml);
ρ_{eci}	i fotokimyəvi qeyri-aktiv birləşmənin q/ml ilə ifadə olunan sıxlığı;
1 000	q/ml-in q/l-ə çevrilmə əmsalıdır.

12. Verilənlərin qiymətləndirilməsi və yekun nəticələrin hesablanması

Təkrar təyin etmələrin iki nəticəsi bir-birindən təkrarlanma həddindən r çox fərqləndiyi təqdirdə proseduru təkrarlayın.

İki etibarlı nəticənin (təkrarların) orta qiymətini hesablayın. 1 kütlə%-dən böyük qiymətlər üçün hesabı 0.1% dəqiqliklə, 1 kütlə%-dən kiçik və ya bərabər və 0.1 kütlə%-dən böyük və ya bərabər qiymətlər üçün hesabı 0.01% dəqiqliklə təqdim edin. <0.1 kütlə% qiymətlər üçün hesabı 0.005 kütlə% dəqiqliklə təqdim edin.

13. Dəqiqlik

13.1 Ümumi müddəalar

Sınaq üsulunun dəqiqliyi ISO 5725-1 və ISO 5725-2 standartlarına uyğun olaraq laboratoriyalararası sınaqla müəyyən edilmişdir. İki müxtəlif material 11 laboratoriya tərəfindən sınaqdan keçirilmişdir.

13.2 Təkrarlanma həddi, r

Təkrarlanma həddi r qısa zaman intervalında bir laboratoriyada bir operator tərəfindən eyni materialda əldə edilən hər biri təkrar təyin etmələrin orta qiyməti olan iki ayrı sınaq nəticəsi arasındakı mütləq fərqin 95% ehtimal ilə olacağı gözlənilən qiymətdən aşağı olan qiymətdir.

UÜB-nin miqdarının və YUÜB-nin miqdarının təyini zamanı təkrarlanma həddi r iki örtük matrisasında UÜB-nin miqdarının və YUÜB miqdarının altı dəfə təkrar təyini əsasında əldə edildiyi kimi 12% (nisbi faiz) təşkil edir ([Əlavə D](#)-yə baxın).

QEYD Dairəvi laboratoriyalararası sınaqda müəyyən edilmiş təkrarlanma həddinin r ən yüksək qiyməti üsulun dəqiqlik məlumatlarının müəyyən olunması üçün istifadə olunur.

13.3 Nəticələrin oxşarlıq həddi, R

Nəticələrin oxşarlıq həddi R müxtəlif laboratoriyalardakı operatorlar tərəfindən eyni materialda əldə edilən hər biri təkrar təyin etmələrin orta qiyməti olan iki sınaq nəticəsi arasındakı mütləq fərqin 95% ehtimal ilə olacağı gözlənilən qiymətdən aşağı olan qiymətdir.

Bu sınaq üsulu üçün UÜB-nin miqdarının və YUÜB-nin miqdarının təyini zamanı nəticələrin oxşarlıq həddi R dairəvi laboratoriyalararası sınaq nəticələrindən əldə edildiyi kimi 18% (nisbi faiz) təşkil edir ([Əlavə D](#)-yə baxın).

QEYD Dairəvi laboratoriyalararası sınaqda müəyyən edilmiş nəticələrin oxşarlıq həddinin R ən yüksək qiyməti üsulun dəqiqlik məlumatlarının müəyyən olunması üçün istifadə

olunur.

14 Sınaq hesabatı

Sınaq hesabatında ən azı aşağıdakı məlumatlar olmalıdır:

- a) bu sənədə, yəni ISO 11890-2:2020 standartına istinad;
- b) sınaqdan keçirilən məhsulun tam identifikasiyası üçün tələb olunan bütün təfərrüatlar (istehsalçı, ticarət adı, seriyanın nömrəsi və s.);
- c) [Bənd 5](#)-ə əsasən tələb olunan məlumatlar;
- d) [Bənd 10](#)-da göstəriləni kimi UÜB və YUÜB miqdarının təyininin sınaq nəticələri və istifadə olunan hesablaşma üsulu ([11.2](#), [11.3](#), [11.4](#) və ya [11.5](#));
- e) müştəri tərəfindən tələb olunduğu təqdirdə təkrarlanma və ya nəticələrin oxşarlığı göstəriciləri və ya uyğunluğun qiymətləndirilməsi həyata keçirilir;
- f) tərəflərin razılığına əsasən [Bənd 5](#)-ə uyğun olaraq istənilən əlavə məlumat;
- g) ekstraksiya üçün istifadə olunan həlledici;
- h) qeyd olunan sınaq üsulundan istənilən kənar çıxma;
- i) sınağın tarixi;
- j) istifadə olunan miqdari təyin üsulu (TXHƏ və ya əvəzləyici standart və ya hər ikisinin birləşməsi).

Əlavə A (normativ)

UÜB, YUÜB və QUÜB birləşmələrin natamam siyahısı

Cədvəl A.1 — UÜB, YUÜB və QUÜB birləşmələrin natamam siyahısı

No	Maddə	CAS-Nəsi	Qaynama diapazonu [°C]
1	3,5,5-Trimetilheksan turşusu	3302-10-1	236
2	1,4-Diizopropilbenzol	100-18-5	210.1
3	Etilbenzol	100-41-4	136
4	Stirol	100-42-5	145
5	Benzil spirti	100-51-6	205.3
6	Benzaldehid	100-52-7	179
7	1-Metil-3-vinilbenzol	100-80-1	170- 171
8	difenil oksid	101-84-8	258
9	Trietanolamin	102-71-6	336.1
10	2-Etilheksil asetat	103-09-3	199
11	2-Etilheksil akrilat	103-11-7	215
12	Di(2-etilheksil)adipat	103-23-1	377.9
13	2-Fenoksietilzobutirat	103-60-6	275.3
14	n-Propilbenzol	103-65-1	159
15	Dietilenqlikol monofenilefiri	104-68-7	296
16	1-Fenildekan	104-72-3	293
33	Metilzobutylketon	108-10-1	116-118
34	İzopropil asetat	108-21-4	87
35	Malein anhidridi	108-31-6	200
36	Propilen karbonat	108-32-7	242-243
37	m-Ksilol	108-38-3	139,1
38	1-metoksi-2-propil asetat	108-65-6	146
39	Mezitilen	108-67-8	164.7
40	Metilsikloheksan	108-87-2	101
41	Toluol	108-88-3	111
42	Tsikloheksanol	108-93-0	160-161
43	Tsikloheksanon	108-94-1	154

No	Maddə	CAS-Nösi	Qaynama diapazonu [°C]
17	2-Etil-1-heksanol	104-76-7	184-186
18	Tsikloheksandimetanol	105-08-8	285.5
19	Kaprolaktam	105-60-2	271
20	Dibutylfumarat	105-75-9	281
21	Dibutylmaleat	105-76-0	280
22	Qeraniol	106-24-1	229-230
23	p-ksilol	106-42-3	138.4
24	1,4-Dixlorbenzol	106-46-7	174
25	Dimetilsuksinat	106-65-0	196
26	Etilenqlikol	107-21-1	197
27	Metilformiat	107-31-3	30- 32
28	Heksilenqlikol	107-41-5	197
29	1-Metil-3-propilbenzol	1074-43-7	182
30	Butir turşusu	107-92-6	164
31	3-Merkaptopropion turşusu	107-96-0	210- 214
32	Propilenqlikolun metil efiri	107-98-2	120
51	n-Heksan	110-54-3	69
52	Valeraldehid	110-62-3	104
53	1,4-Butandiol	110-63-4	230
54	1,2-Dimetoksietan	110-71-4	85
55	Etilenqlikolun monoetil efiri	110-80-5	136
56	Tsikloheksan	110-82-7	81
57	Diizopropanolamin	110-97-4	248.8 – 254.5
58	n-Heptan turşusu	111-14-8	223
59	2-Etoksietil asetat	111-15-9	156
60	1 - Heksanol	111-27-3	155
61	Qlutaraldehid	111-30-8	101-102

№	Maddə	CAS-Nəsi	Qaynama diapazonu [°C]
44	Fenol	108-95-2	182
45	Valerian turşusu	109-52-4	184
46	Etilenqlikol izopropilefiri	109-59-1	145-147
47	Etilenqlikol monoetil efiri	109-86-4	124
48	Tetrahidrofuran	109-99-9	65
49	İzobutil asetat	110-19-0	117
50	2- Metoksietil asetat	110-49-6	145
69	Dietilenqlikolun dimetil efiri	111-96-6	163
70	2-Butoksietil asetat	112-07-2	192
71	2-Metiltsiklopentanon	1120-72-5	139
72	Etilenqlikolun n-heksil efiri	112-25-4	208
73	Trietenqlikol	112-27-6	286.5
74	1-Dekanol	112-30-1	229
75	Dekanal	112-31-2	216
76	Dietilenqlikolun butil efiri	112-34-5	231
77	1-Dodesen	112-41-4	213.8
78	Trietenqlikolun dimetil efiri	112-49-2	216
79	Lauril spirti	112-53-8	229
80	n-Dodesil merkaptan	112-55-0	266-285
81	Dietilenqlikolun n-heksil efiri	112-59-4	262
82	1-Bromheksadekan	112-82-3	336
83	Linalil asetat	115-95-7	220
84	1-Hidroksiaseton	116-09-6	145
85	Tsiklopentanon	120-92-3	131
86	Etilvanilin	121-32-4	285-294
87	Trietilamin	121-44-8	88-90
88	Triizopropanolamin	122-20-3	301

№	Maddə	CAS-№si	Qaynama diapazonu [°C]
62	Dietanolamin	111-42-2	269.9
63	Dietilenqlikol	111-46-6	245
64	Heptanal	111-71-7	156-160
65	Etilenqlikolun monobutil efiri	111-76-2	171-174
66	1-Oktanol	111-87-5	194
67	Dietilenqlikolun monoetil efiri	111-90-0	196
68	Dimetil qlutarat	1119-40-0	216
90	2-Fenoksietanol	122-99-6	244-246
91	2-Etilheksanal	123-05-7	160
92	2,6,8-Trimetil-4-nonanol	123-17-1	225
93	Propanal	123-38-6	48
94	Diaseton spirti	123-42-2	168
95	İzopentanol	123-51-3	130.7
96	Butanal	123-72-8	75
97	n-Butil asetat	123-86-4	125-126
98	1,4-Dioksan	123-91-1	101-102
99	Oktan turşusu	124-07-2	237
100	Oktanal	124-13-0	175
101	Butildiqlikol asetat	124-17-4	244.9
102	Nonanal	124-19-6	195
103	İzobornil asetat	125-12-2	225.9
104	Neopentilqlikol	126-30-7	209.4
105	Tributil fosfat	126-73-8	289
106	Tetraxloretilen	127-18-4	121
107	Fosfat turşusu, monobutil efiri	12788-93-1	214-218
108	β-Pinen	127-91-3	166-179
109	Butilləşdirilmiş hidrokstoluol	128-37-0	265

No	Maddə	CAS-Nəsi	Qaynama diapazonu [°C]
62	Dietanolamin	111-42-2	269.9
63	Dietilenqlikol	111-46-6	245
64	Heptanal	111-71-7	156-160
65	Etilenqlikolun monobutil efiri	111-76-2	171-174
66	1-Oktanol	111-87-5	194
67	Dietilenqlikolun monoetil efiri	111-90-0	196
68	Dimetil qlutarat	1119-40-0	216
90	2-Fenoksietanol	122-99-6	244-246
91	2-Etilheksanal	123-05-7	160
92	2,6,8-Trimetil-4-nonanol	123-17-1	225
93	Propanal	123-38-6	48
94	Diaseton spirti	123-42-2	168
95	İzopentanol	123-51-3	130.7
96	Butanal	123-72-8	75
97	n-Butil asetat	123-86-4	125-126
98	1,4-Dioksan	123-91-1	101-102
99	Oktan turşusu	124-07-2	237
100	Oktanal	124-13-0	175
101	Butildiqlikol asetat	124-17-4	244.9
102	Nonanal	124-19-6	195
103	İzobornil asetat	125-12-2	225.9
104	Neopentilqlikol	126-30-7	209.4
105	Tributil fosfat	126-73-8	289
106	Tetraxloretilen	127-18-4	121
107	Fosfat turşusu, monobutil efiri	12788-93-1	214-218
108	β-Pinen	127-91-3	166-179
109	Butilləşdirilmiş hidroksitoluol	128-37-0	265

Nö	Maddə	CAS-Nösi	Qaynama diapazonu [°C]
89	alfa-Amilsinnamik aldehidi	122-40-7	287,2
111	β-Naftol	135-19-3	285
112	2-Metilbutanol	137-32-6	128
113	Benzil asetat	140-11-4	213,5
114	Etil akrilat	140-88-5	99,8
115	Diizobutil adipat	141-04-8	293
116	n-Butil akrilat	141-32-2	147
117	n-Heksan turşusu	142-62-1	203
118	n-Heptan	142-82-5	98
119	1-Bromdodekan	143-15-7	276
120	Trietenqlikolun monobutil efiri	143-22-6	278
121	2,2,4-Trimetil-1,3-pentandiol	144-19-4	228
122	2-Etilheksan turşusu	149-57-5	226 - 229
123	4- Metoksifenol	150-76-5	242,8
124	Sitronelilasetat	150-84-5	239,8
125	1-Propoksipropan-2-ol	1569-01-3	149,4
126	Trans-2-Pental	1576-87-0	Benzil asetat
143	2-Etil-2,5-dimetilheksan turşusu	26896-20-8	243 - 253
144	İzotridesil spirti	27458-92-0	260,8
145	2-Propen turşusu, 2-metil-, 1,2-propandiol ilə monoefir	27813-02-1	209
146	Etilenqlikolun monopropil efiri	2807-30-9	147
147	Etilenqlikolun monoizopropil efiri	109-59-1	145
148	Diasetonakrilamid	2873-97-4	310

No	Maddə	CAS-Nəsi	Qaynama diapazonu [°C]
110	Propilenqlikol monooleat	1330-80-9	176
127	1-Propilenqlikolun 2-metil efiri	1589-47-5	130
128	Heksadesiltrimetoksisilan	16415-12-6	350
129	N-[3-(Trimetoksisil)propil] etilendiamin	1760-24-3	240
130	Asetoasetoksietil metakrilat	21282-97-3	266
131	DL-Kamfora	21368-68-3	204
132	Feniloktan	2189-60-8	261 - 263
133	Vinil toluol	25013-15-4	170
134	üçlü-Dodesil merkaptan	25103-58-6	237,9
135	3-Metoksi-1-butanol	2517-43-3	157
136	Dipropilenqlikol	25265-71-8	227
137	2,2,4-Trimetil-1,3-pentandiol monoizobutirat	25265-77-4	255 - 261,5
138	[3-(2,3-epoksipropoksi)propil]-trimetoksisilan	2530-83-8	233,3
139	Tripropilen qlikol monometil efiri	25498-49-1	242,8
140	5-Xlor-2-metil-2H-izotiazol-3-on (CMIT)	26172-55-4	200
141	2-Metil-4-izotiazolin-3-on (MIT)	2682-20-4	182,8
142	N-Etil-2-pirrolidon	2687-91-4	212,5
163	Sitral	5392-40-5	230
164	Dodekameltilsikloheksasiloksan (D6)	540-97-6	245
165	Dekameltilsiklopentasiloksan (D5)	541-02-6	210
166	Oktameltilsiklotetrasiloksan (D4)	556-67-2	175
167	Tripropilenqlikolun n-butil efiri	55934-93-5	275
168	Tetraxlormetan	56-23-5	76,8

Nº	Maddə	CAS-Nºsi	Qaynama diapazonu [°C]
149	Alkiltrietoksisilan	2943-75-1	259,6
150	Dipropilenqlikolun n-propil efiri	29911-27-1	212
151	Dipropilenqlikolun butil efiri	29911-28-2	230
152	Diizononiladipat	33703-08-1	232 - 233
153	2-(Hidroksimetilamino)etanol	34375-28-5	110
154	Dipropilenqlikolun monometil efiri	34590-94-8	189,6
155	1-heksadekanol	36653-82-4	319
156	Krotonaldehid	4170-30-3	102,2
157	4-Fenilsikloheksen	4994-16-5	243
158	Formaldehid	50-00-0	99,4
159	Vinil neodekanoat	51000-52-3	212
160	Propilenqlikolun n-butil efiri	5131-66-8	171
161	1,2,3-Trimetilbenzol	526-73-8	175 - 176
162	Fenilasetilen	536-74-3	142 - 144
183	Dimetil adipat	627-93-0	230,9
184	1,2-Dietoksietan	629-14-1	119,4
185	1-Heksadesen [Seten]	629-73-2	284,9
186	β-Metilstirol	637-50-3	172 - 173
187	Sirkə turşusu	64-19-7	117,9
188	Benzoy turşusu	65-85-0	249,2
189	Aseton	67-64-1	56,1
190	Dimetilformamid	68-12-2	152 - 153
191	(3-Aminopropil)silanetriol	68400-07-7	297,6
192	2,2,4-Trimetil-1,3-pentandioldiizo-butirat	6846-50-0	281
193	1-Butanol	71-36-3	119
194	1-Pentanol	71-41-0	138
195	Butil qlikolat	7397-62-8	180

Nö	Maddə	CAS-Nösi	Qaynama diapazonu [°C]
169	3-Metil-2-butanon	563-80-4	94,2
170	Qliserin	56-81-5	290
171	Stearin turşusu	57-11-4	361
172	Propilenqlikol	57-55-6	184
173	2-Metilsikloheksanon	583-60-8	162 - 163
174	3-Pentanol	584-02-1	114 - 115
175	Butil formiat	592-84-7	106 - 107
176	2-Metil-3-butanol	598-75-4	112
177	L-limonen	5989-54-8	176
178	2-Pentanol	6032-29-7	118 - 119
179	2-Etiltoluol	611-14-3	164 - 165
180	1-Metil-2-vinilbenzol	611-15-4	170 - 172
181	Propilenqlikol diasetat	623-84-7	191,5
182	Heksilsalisilat	6259-76-3	297,6
201	Kamfora	76-22-2	204
202	1,2-Propilenqlikolun dimetil efiri	7778-85-0	96
203	Trimetilolpropan	77-99-6	304,2
204	Trietil fosfat	78-40-0	216
205	İzobutanol	78-83-1	108
206	2-Butanon [MEK]	78-93-3	79,6
207	Propion turşusu	79-09-4	140,7 - 141,4
208	İzoyağ turşu	79-31-2	156
209	Metakrilamid	79-39-0	225
210	Sitronellal	8000-29-1	206 - 208
211	α-Pinen	80-56-8	təqribi 154,3
212	Metilmetakrilat	80-62-6	100,4
213	Ftal anhidridi	85-44-9	284,5

Bu standartın rəsmi nüsxəsi "EKOLOGİYA" standartlaşdırılması üzrə Texniki Komitə (AZSTAND/TK-09)"-ye verilməsi üçün çap edilmişdir. Bu standart Azərbaycan Standartlaşdırma İnstitutunun icazəsi olma

No	Maddə	CAS-Nəsi	Qaynama diapazonu [°C]
196	Asetaldehid	75-07-0	20,2
197	üçlü-Butanol	75-65-0	82,4
198	2,2-Dimetil-1-propanol	75-84-3	113 - 114
199	2-Metil-2-butanol	75-85-4	102,4
200	Pival turşusu	75-98-9	160 - 162
219	Kumarin	91-64-5	301,7
220	(3-aminopropil)trietoksisilan	919-30-2	217
221	Diizobutil suksinat	925-06-4	252
222	İnden	95-13-6	181 - 182
223	o-Ksilol	95-47-6	144,5
224	1,2,4-Trimetilbenzol	95-63-6	169
225	1,2,4,5-Tetrametilbenzol	95-93-2	191 - 193
226	2-Butanonoksim	96-29-7	152
227	Metilakrilat	96-33-3	80,1
228	Butirolakton	96-48-0	204,6
229	Etilen karbonat	96-49-1	247
230	Furfural	98-01-1	162
231	İzopropilbenzol	98-82-8	152,4

No	Maddə	CAS-Nəsi	Qaynama diapazonu [°C]
214	2-Hidroksietil metakrilat	868-77-9	213
215	N-Metil-2-pirrolidon	872-50-4	204
216	Kamfora	76-22-2	204
217	o-Fenilfenol	90-43-7	287
218	Naftalin	91-20-3	218,1
232	α-Metilstirol	98-83-9	165,4
233	Asetofenon	98-86-2	202,1
234	1,3-Diizopropilbenzol	99-62-7	203
235	Kamfora	76-22-2	204
236	n-Dokozan	629-97-0	365
237	Dibutilsebakat	109-43-3	344,5
238	n-Tetradekan	629-59-4	252 - 266
239	Trietilenqlikol	112-27-6	286,5
240	Dietiladipat	141-28-6	246,7 - 252
241	Asetonitril	75-05-8	81,6
242	Metanol	67-56-1	64,7
243	Tetrahidrofuran	109-99-9	65

Əlavə B (informativ)

Termiki qeyri-stabil məhsullar haqqında məlumat

B.1 [Bənd 8](#) -dəki analitik üsullar vasitəsilə matrisaların termiki parçalanmasının baş verməsi

Bu əlavənin məqsədi məlumatın və tövsiyələrin təqdim olunmasından ibarətdir.

Polimer dispersiyalarının müxtəlif sinifləri ilə aparılan sınaqlar göstərdi ki, verilmiş 250°C inyeksiya temperaturundan istifadə olunan zaman sınaqdan keçirilən materialda termiki qeyri-stabil məhsullar və ya maddələr olduqda xromatoqramlarda gözlənilməz piklər meydana çıxı bilər. Termiki qeyri-stabil polimerlərin və komponentlərin nümunələri aşağıdakılardır:

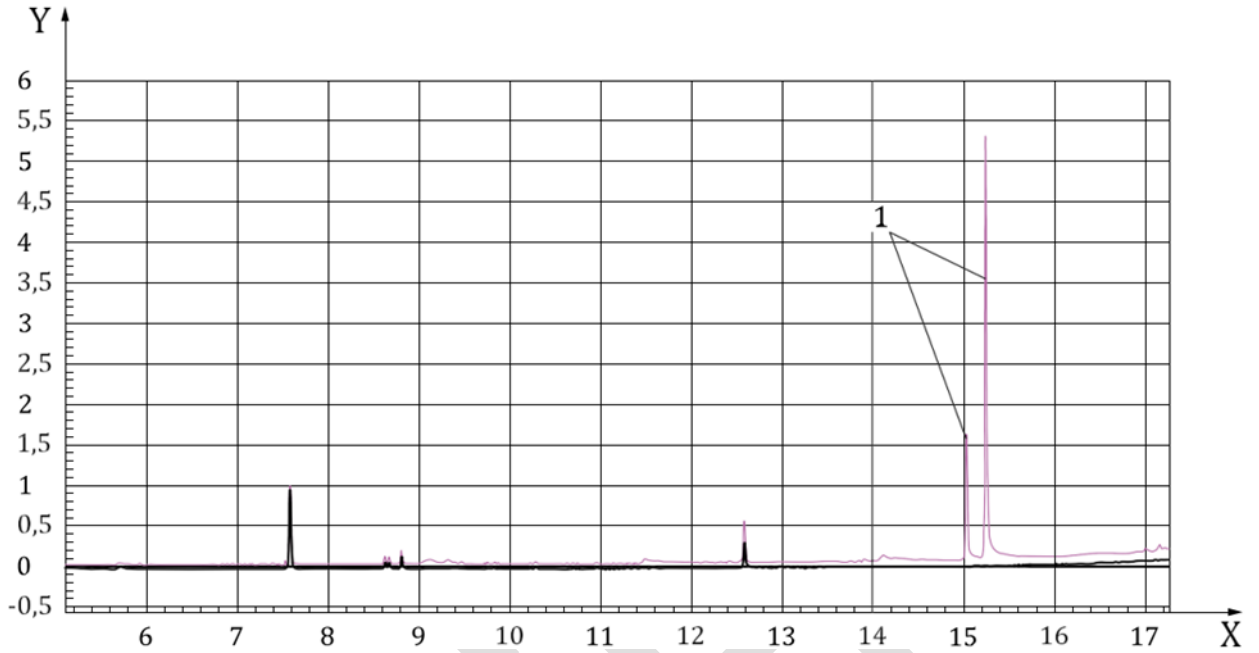
- 150°C-ə qədər aşağı temperaturda termiki parçalanan poliuretanlar;
- təxminən 200°C temperaturda termiki parçalanan poliakrilatlar/polimetakrilatlar;
- polidimetilsiloksanlar;
- emulqatorlar, məsələn, dodekanolun ayrıldığı natrium dodesil sulfat.

Bu cür polimerlərin analizi zamanı xromatoqramda parçalanma siqnallarının meydana çıxı biləcəyini nəzərə alın. Bunu injektorun müxtəlif temperaturlarında nümunənin inyeksiyası zamanı xromatoqramda baş verən dəyişiklikləri nəzərdən keçirməklə yoxlamaq olar. Aşkar edilmiş parçalanma pikləri UÜB və/və ya YUÜB-nin miqdarının hesablanmasına daxil edilməməlidir.

[B.2](#)-dən [B.5](#)-ə qədər olan nümunələrdə injektor temperaturunun parçalanma məhsullarının əmələ gəlməsinə təsiri göstərilmişdir. Bir qayda olaraq, inyeksiya temperaturu nə qədər yüksək olarsa, parçalanma məhsulları bir o qədər çox əmələ gəlir.

B.2 Nümunə 1 — Poliuretan dispersiyası

Bu nümunədəki poliuretan dispersiyasının tərkibində sərbəst izosianatlar (NCO) yoxdur. [Şəkil B.1](#)-dən görüldüyü kimi temperaturun yüksəlməsi ilə xromatoqramda NCO siqnalları meydana çıxır. Beləliklə, 250°C-də inyeksiya olunan poliuretan dispersiyasının xromatoqramında NCO siqnallarının mövcud olması termiki parçalanmanın baş verdiyinin güclü göstəricisidir.



İşarə

- X dəqiqə ilə ifadə olunan saxlanma müddəti
 Y millivolt ilə ifadə olunan siqnal
 1 NCO

Şəkil B.1 — 160 °C (qara) və 250 °C (çəhrayı) temperaturda inyeksiya olunmuş poliuretan dispersiyasının üst-üstə təsvir edilən xromatoqramı

Nümunə 1-də istifadə olunan xromatoqrafiya şəraiti

İstifadə olunan injektor temperaturları:	160 və 250 °C
Bölünmə nisbəti:	1:50
İnyeksiya həcmi:	1.0 µl, avtomatik inyeksiya
Sobanın temperatur proqramı:	ilkin temperatur: 40 °C izotermiki saxlanma müddəti: 1 dəq qızdırılma sürəti: 15 °C/dəq son temperatur: 300 °C izotermiki saxlanma müddəti: 12 dəq
Detektorun temperaturu:	320 °C

Daşıyıcı qaz:

Helium

kolonkanın girişindəki təzyiq: 222.4 kPa

kolonkadan keçən axının xətti sürəti: 38.7 sm/s

Kolonka:

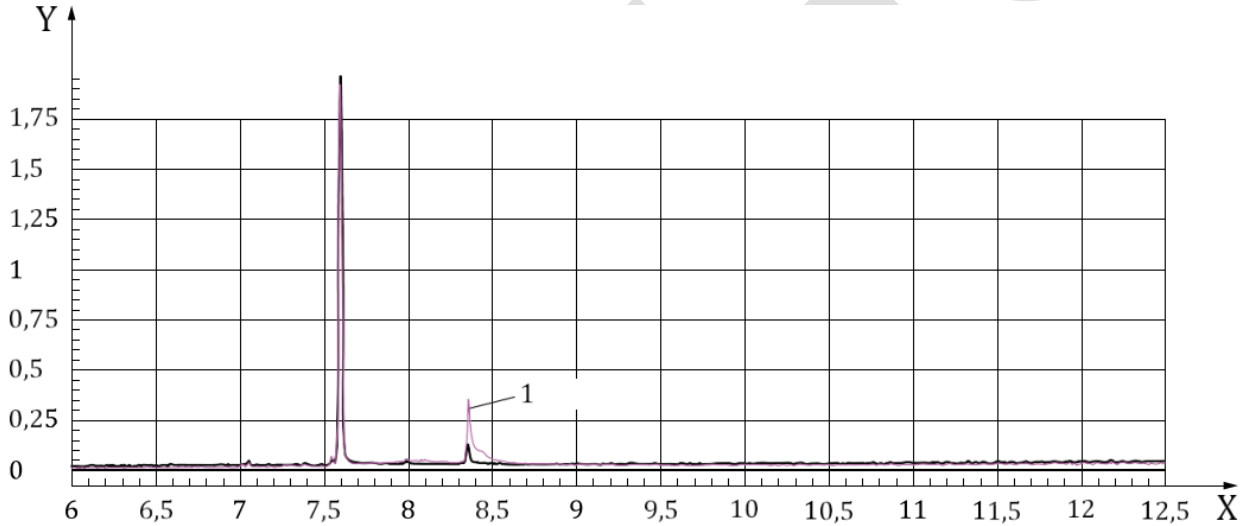
uzunluğu: 60 m

(HP-5 MS UI)

daxili diametri: 0,25 mm

B.3 Nümunə 2 — Polimetakrilat

Bu nümunədəki polimetakrilatın əsas zənciri digərləri içərisində bütül metakrilatdan (BMA) ibarət olmuşdur. [Şəkil B.2](#)-dən görüldüyü kimi inyeksiya temperaturunun yüksəlməsi ilə BMA signalının intensivliyi artır ki, bu da polimerin əsas zəncirinin parçalanması nəticəsində baş verir.



Bu standartın rəsmi nüsxəsi "EKOLOGIYA" standartlaşdırılması üzrə Texniki Komitə (AZSTAND/TK-09)"- ye verilməsi üçün çap edilmişdir. Bu standart Azərbaycan Standartlaşdırma İnstitutunun icazəsi olma

İşarə

- X dəqiqə ilə ifadə olunan saxlanma müddəti
- Y millivolt ilə ifadə olunan signal
- 1 BMA

Şəkil B.2 — 175 °C (qara) və 250 °C (çəhrayı) temperaturda inyeksiya olunmuş polimetakrilatın üst-üstə təsvir edilən xromatoqramı

Nümunə 2-də istifadə olunan xromatoqrafiya şəraiti

İstifadə olunan injektor temperaturları:	170 və 250 °C
Bölünmə nisbəti:	1:50
İnyeksiya həcmi:	1.0 µl, avtomatik inyeksiya
Sobanın temperatur proqramı:	ilkin temperatur: 40 °C izotermiki saxlanma müddəti: 1 dəq qızdırılma sürəti: 15 °C/dəq son temperatur: 300 °C izotermiki saxlanma müddəti: 12 dəq
Detektorun temperaturu:	320 °C
Daşıyıcı qaz:	Helium kolonkanın girişindəki təzyiq: 222.4 kPa kolonkadan keçən axının xətti sürəti: 38.7 sm/s
Kolonka: (HP-5 MS UI)	uzunluğu: 60 mm daxili diametri: 0.25 mm plyonkanın qalınlığı: 0.25 µm

B.4 Nümunə 3 — Siloksanlar

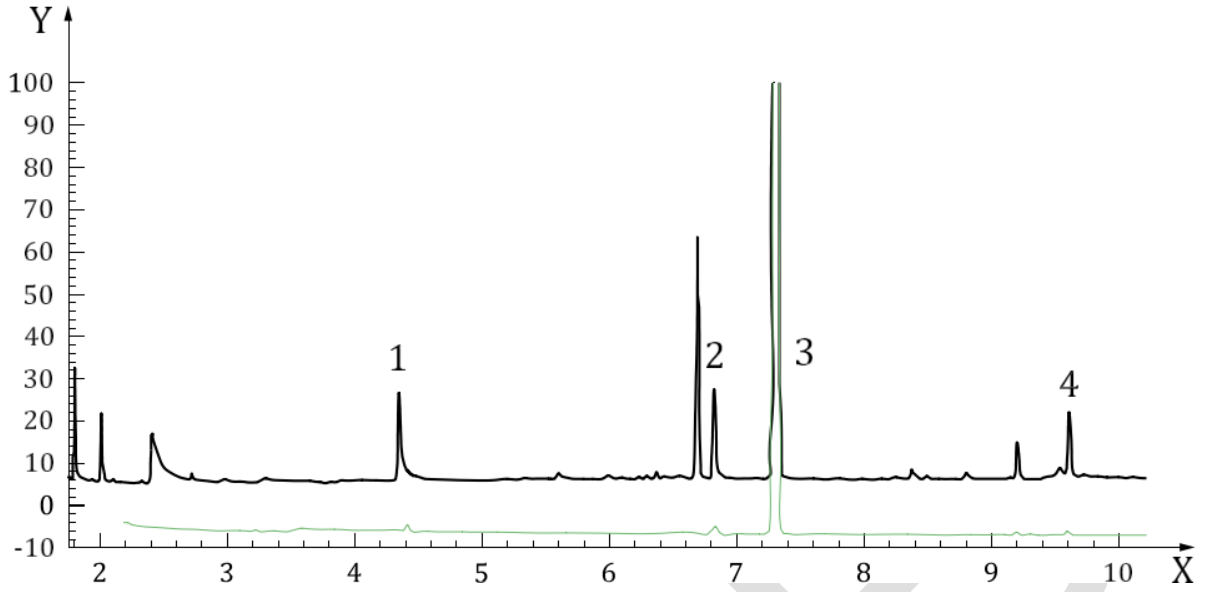
Məlumdur ki, siloksan polimerləri oktametilsiklotetrasiloksan (D4), dekametilsiklopentasiloksan (D5) və dodekametilsikloheksasiloksan (D6) kimi tsiklik uçucu metil siloksanların (tUMS) əmələ gəlməsinə gətirib çıxaran sərbəst radikalların iştirakı ilə yenidən qruplaşma kimi tanınan termiki parçalanma mexanizmi vasitəsilə parçalana bilər ([Şəkil B.3](#)-ə baxın).

Hərəkətsiz faza kimi polidimetilsiloksanın (PDMS) istifadə olunduğu qaz xromatoqrafiya kolonkalarında hərəkətsiz fazanın kolonkadan aparılmasının ümumi səbəbi siloksanın sərbəst radikalların iştirakı ilə yenidən qruplaşmasıdır.

Bununla yanaşı, tsiklik siloksanlar nümunələrdə (nəmləndiricilər, köpüklənmə əleyhinə vasitələr və ya sürüşməni artıran əlavələr kimi) mövcud olan daha yüksək molekulyar kütləli silikon polimerlərinin termiki parçalanması nəticəsində əmələ gələ bilər.

Bu proseslər emulsiyalar kimi məhlullarda, qarışıqlarda və tərkiblərdə mövcud ola bilən su, ion maddələri, duzlar və ya katalizatorlar kimi maddələr ilə yüksək səviyyədə dəstəklənir.

Beləliklə, xüsusilə aşağı qatılıqlarda QX-dan istifadə olunmaqla tUMS analitlərinin analizi zamanı qaz xromatoqrafiyanın qızdırılan inyeksiya portunda potensial yan reaksiyalara nəzarət etmək vacibdir.



İşarə

- 1 oktametil tsiklotetrasiloksan
- 2 dekametil tsiklopentasiloksan
- 3 əvəzləyici standart
- 4 dodekametil tsikloheksasiloksan
- X dəqiqə ilə ifadə olunan saxlanma müddəti
- Y millivolt ilə ifadə olunan signal

Qara məhlul kimi 40 mq/ml qatılıqlı THF-da QX/AİD analizi (tUMS 0.15% səviyyəsində aşkar edilmiş tUMS)

Yaşıl Maye-maye ekstraksiya üsulu ilə matrisanın xaric edilməsindən sonra etalon analizi
Nümunənin hazırlanması: Nümunə 50 mq/ml qatılıqlı n-heksanda həll edilmişdir; polyar matrisanın komponentləri (duzlar və su kimi) asetonitril ilə (ekstraksiya nisbəti n-heksan:asetonitril 4:1) maye-maye ekstraksiya üsulu vasitəsilə xaric edilmişdir. Eyni xromatografiya şəraitində təmizlənmiş heksan fazasının QX/AİD analizi (< 0.02 % səviyyəsində aşkar edilmiş tUMS).

Şəkil B.3 — Siloksanlar üçün xromatoqram

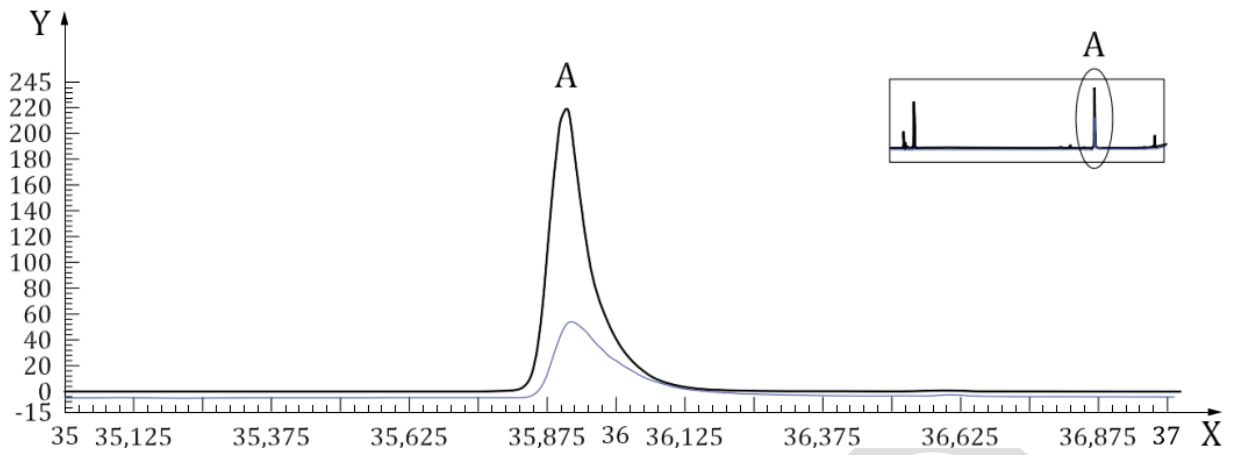
Nümunə 3-də istifadə olunan xromatoqrafiya şəraiti:

İstifadə olunan injektor temperaturları:	290 °C
Bölünmə nisbəti:	1:20
İnyeksiya həcmi:	1.0 µl, avtomatik inyeksiya
Sobanın temperatur proqramı:	ilkin temperatur: 60 °C izotermiki saxlanma müddəti: 0 dəq qızdırılma sürəti: 8 °C/dəq son temperatur: 300 °C izotermiki saxlanma müddəti: 10 dəq
Detektorun temperaturu:	300 °C
Daşıyıcı qaz:	Hidrogen kolonkanın girişindəki təzyiq: 35.9 kPa kolonkadan keçən axının xətti sürəti: 39 sm/s
Köməkçi qaz (əlavə qaz):	12 ml/dəq
Hava:	400ml/dəq
Hidrogen	30 ml/dəq
Kolonka:	uzunluğu: 30 m
(HP-5 MS UI)	daxili diametri: 0.32 mm plyonkanın qalınlığı: 0.25 µm

B.5 Nümunə 4 — 1-Dodekanol

Sulu polimer dispersiyalarının istehsalı üçün emulqator kimi natrium dodesil sulfatdan (natrium lauril sulfat) istifadə oluna bilər.

Natrium dodesil sulfat xromatoqrafiya şəraitində termiki cəhətdən qeyri-stabildir. [Şəkil B.4](#)-də görmək olar ki, daha yüksək inyeksiya temperaturunda 1-dodekanolun pikinin intensivliyi artır. 1-dodekanol matrisanın termiki parçalanmasının **yalançı siqnalı** kimi aşkar edildiyi təqdirdə və ya analiz olunan nümunədə 1-dodekanolun faktiki mövcud olması nəticəsində o, tədqiq edilən matrisa üçün fərdi olaraq qiymətləndirilməli və sınaqdan keçirilməlidir. Məsələn, **yalançı siqnalın** identifikasiyası [Şəkil B.4](#)-dəki nümunədə göstərilirdiyi kimi mürəkkəb siqnalın intensivliyinin inyeksiya temperaturunun dəyişməsindən asılılığı vasitəsilə həyata keçirilə bilər.



1-dodekanol üçün istifadə olunan xromatografiya şəraiti:

İstifadə olunan injektor temperaturları:	160 °C və 250 °C
Bölünmə nisbəti:	1:20
İnyeksiya həcmi:	1.0 µl, avtomatik inyeksiya
Sobanın temperatur proqramı:	ilkin temperatur: 50 °C izotermiki saxlanma müddəti: 5 dəq qızdırılma sürəti: 5 °C/dəq və 20 °C/dəq son temperatur: 200 °C və 320 °C izotermiki saxlanma müddəti: 7 dəq və 0 dəq
Detektorun temperaturu:	200 °C və 270 °C
Daşıyıcı qaz:	Azot kolonkanın girişindəki təzyiq: 200 kPa kolonkadan keçən axının xətti sürəti: 27.1 sm/s
Köməkçi qaz (əlavə qaz):	25 ml/dəq
Hava:	250 ml/dəq – 300 ml/dəq
Hidrogen:	25 ml/dəq – 35 ml/dəq
Kolonka: (HP-5 MS UI)	uzunluğu: 30 m daxili diametri: 0.25 mm plyonkanın qalınlığı: 1 µm

Bu standartın rəsmi nüsxəsi "EKOLOGIYA" standartlaşdırılması üzrə Texniki Komitə (AZSTAND/TK-09)"-yə verilməsi üçün çap edilmişdir. Bu standart Azərbaycan Standartlaşdırma İnstitutunun icazəsi ilə çap edilmişdir.

C.2 Qaz xromatoqrafiya şəraiti üçün 2-ci nümunə

İnjektorun temperaturu:	280 °C
Bölünmə nisbəti:	1:25 (qeyd: uyğun aşkarlanma həssaslığını təmin etmək üçün bölünmə nisbəti dəyişdirilə bilər)
İnyeksiya həcmi:	1.0 µl
Sobanın temperatur proqramı:	ilkin temperatur: 40 °C izotermiki saxlanma müddəti: 2 dəq qızdırılma sürəti: 20 °C/dəq son temperatur: 280 °C izotermiki saxlanma müddəti: 30 dəq
Detektorun temperaturu:	290 °C
Daşıyıcı qaz:	helium kolonkadan keçən axının xətti sürəti: sobanın temperaturu 40 °C olduqda 26.0 sm/s
Kolonka:	uzunluğu: 60 m daxili diametri: 0.25 mm 5 % fenil/95 % metilpolisiloksan ilə örtülmüş plyonkanın qalınlığı: 1 µm

Əlavə D
(informativ)

Dəqiqlik göstəricilərinin təyini üçün dairəvi laboratoriyalararası sınağın nəticələri

Sınaq üsulunun dəqiqliyi ISO 5725-1 və ISO 5725-2 standartlarına uyğun olaraq laboratoriyalararası sınaq vasitəsilə müəyyən edilmişdir.

İki müxtəlif material (su əsaslı boya, su əsaslı lak) 11 laboratoriya tərəfindən sınaqdan keçirilmişdir, hər bir nümunənin tərkibində üç UÜB və üç YUÜB vardır ([Cədvəl D.2](#)-yə baxın). Təkrarlanmanın təyini üçün hər bir laboratoriyada materialın altı dəfə ekstraksiyası həyata keçirilmişdir.

Birləşmələr qaynama temperaturuna əsasən müəyyən edilmiş və UÜB və ya YUÜB kimi təsnif edilmişdir. Baxmayaraq ki, UÜB və YUÜB üçün təsnifat meyarlarının müəyyən edilməsi milli orqanların vəzifəsidir və bu sənədin tətbiq sahəsinə daxil deyil, meyar UÜB-lərin və YUÜB-lərin cəminin əldə olunması üçün gərəkli olmuşdur. Buna görə də, UÜB/YUÜB ayrılması üçün qaynama temperaturu həddi kimi 250°C və YUÜB/QUÜB ayrılması üçün qaynama temperaturu həddi kimi 370°C qiymətindən dairəvi laboratoriyalararası sınaq üçün istifadə edilmişdir.

Cədvəl D.1 — Laboratoriyalararası sınaqların nəticələri (UÜB və YUÜB-nin miqdarı)

Parametr	Su əsaslı boya	Su əsaslı lak	Su əsaslı boya	Su əsaslı lak
	UÜB miqdarı	UÜB miqdarı	YUÜB miqdarı	YUÜB miqdarı
Laboratoriyaların sayı	9	9	11	11
Təkrar təyin etmələrin sayı	6	6	6	6
Orta qiymət, kütlə%	1.231	5.542	2.981	1.558
Nəticələrin oxşarlığının nisbi orta kvadratik kənar çıxması	5 %	6 %	3 %	7 %
Nəticələrin oxşarlığının nisbi həddi R	15 %	16 %	9 %	18 %
Təkrarlanmanın nisbi orta kvadratik kənar çıxması	2 %	3 %	3 %	4 %
Nisbi təkrarlanma həddi r	5 %	8 %	8 %	12 %

Cədvəl D.2 — Laboratoriyalararası sınaqların nəticələri (ayrı-ayrı birləşmələrin miqdarı)

Birləşmənin adı		CAS No.	Təkrarlanma		Nəticələrin oxşarlığı	
			Nisbi orta kvadratik kənarçı xma [%]	Nisbi hədd [%]	Nisbi orta kvadratik kənarçı xma[%]	Nisbi hədd [%]
Su əsaslı boya						
UÜB	n-Butanol	71-36-3	4	12	21	60
	2-Etil-1-heksanol	104-76-7	3	10	9	26
	Butildiolikol asetat	124-17-4	2	5	9	24
	Butildiolikol	112-34-5	3	9	16	44
YÜB	Trietilenqlikol	112-27-6	3	8	12	34
	2,2,4-Trimetil-1,3-pentadiol-monoizobutirat	25265-77-4	2	6	3	8
	2,2,4-Trimetil-1,3-pentadiol-diizobutirat	6846-50-0	2	6	4	12
Su əsaslı lak						
UÜB	2-Metil-1-propanol	78-83-1	5	13	16	46
	Etilenqlikolun monobutil efiri	111-76-2	3	8	4	11
	Butildiolikol	112-34-5	2	6	9	24
YÜB	2,2,4-Trimetil-1,3-pentadiol-monoizobutirat	25265-77-4	3	9	9	25
	2,2,4-Trimetil-1,3-pentadiol-diizobutirat	6846-50-0	3	8	6	17
	1-Dodekanol	112-53-8	4	12	6	16

Bibliografiya

- [1] ISO 4618:2014, Boyalar və laklar — Terminlər və anlayışlar
 - [2] ISO 5725-1, Ölçmə üsullarının və nəticələrinin düzgünlüyü (həqiqiliyi və dəqiqliyi) — Hissə 1: Ümumi prinsiplər və anlayışlar
 - [3] ISO 5725-2, Ölçmə üsullarının və nəticələrinin düzgünlüyü (həqiqiliyi və dəqiqliyi) — Hissə 2: Standart ölçmə üsulunun təkrarlanmasının və nəticələrin oxşarlığının təyini üçün əsas üsul
 - [4] ISO 11890-1, Boyalar və laklar — Uçucu üzvi birləşmənin (UÜB) miqdarının təyini — Hissə 1: Fərq üsulu
 - [5] ISO 20391-1:2018, Biotexnologiya — Hüceyrələrin sayılması — Hüceyrələrin sayılması üsullarına dair ümumi təlimat
 - [6] ASTM D3960, Boyalarda və müvafiq örtüklərində uçucu üzvi birləşmələrin (UÜB) miqdarının təyini üçün standart metodika
 - [7] Avropa Direktivi 2004/42/EC
 - [8] Komissiya Qərarı (Aİ), 2015/886
- Grob R.L., Barry E.F., Qaz xromatografiyasının müasir təcrübəsi, Wiley, 2004

Əsas sözlər:

ƏLƏYİNİZ



Rəsmi nəşr
“Azərbaycan Standartlaşdırma İnstitutu”
Publik hüquqi şəxs
**Boylar və laklar — Uçucu üzvi birləşmələrin (UÜB) və/və
ya yarı uçucu üzvi birləşmələrin (YUÜB) miqdarının təyini —Hissə 2:
Qaz-xromatoqrafiya üsulu**