

**AZƏRBAYCAN
RESPUBLİKASININ
DÖVLƏT
STANDARTI**

**AZS ISO 14182
(ISO 14182:1999)**

İlkin nəşr
2020

**Heyvan yemləri — Fosforüzvi tərkibli
pestisidlərin qalıq miqdarının təyin edilməsi-
Qaz xromatoqrafiya metodu**

ISO 14182:1999

**Animal feeding stuffs — Determination of
residues of organophosphorus pesticides —
Gas chromatographic method**



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

Elçin İsaqzadəküç., 7-ci köndələn

Telefon: +994125149308

Email: office@azstand.gov.az

MÜQƏDDİMƏ

1. BM və TBETİ Abşeron Təcrübə Stansiyası tərəfindən işlənilib hazırlanmışdır.
2. “Pestisidlər, bioloji preparatlar və aqrokimyəvi maddələrin standartlaşdırılması” üzrə texniki komitə (TK) tərəfindən **TƏQDİM EDİLİB**.
3. Azərbaycan Standartlaşdırma İnstitutunun _____ 2020-ci il tarixli _____saylı ƏMRİ ilə **TƏSDİQ EDİLİB və QÜVVƏYƏ MİNİB**.
4. **İLK DƏFƏ TƏTBİQ EDİLİR**.
5. 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 2025 ildir.

MÜNDƏRİCAT

Ön söz.....	1
1. Əhatə dairəsi.....	2
2. Normativ istinadlar.....	2
3. Metodun mahiyyəti.....	2
4. Material və metod.....	3
5. Avadanlıqlar.....	5
6. Nümunə seçimi.....	8
7. Sınaq nümunəsinin hazırlanması.....	8
8. Analizin aparılması.....	9
9. Nəticələrin ifadəsi.....	11
10. Eyniliyin təsdiqlənməsi.....	12
11. Dəqiqlik.....	12
12. Test hesabatı.....	12
Əlavə A.....	14
Əlavə B.....	15
Bibliografiya.....	27

Ön söz

ISO (Beynəlxalq Standartlaşdırma Təşkilatı), Standartlaşdırma orqanlarının (ISO-ya üzv orqanlar) 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 yemləri – Fosforüzvi tərkibli pestisidlərin qalıq miqdarının təyin edilməsi- Qaz xromatoqrafiya metodu

1. Əhatə dairəsi

Bu Beynəlxalq Standart, heyvan yemlərində fosforüzvi pestisidlərin qalıq miqdarlarını təyin etmək üçün bir qaz xromatoqrafiya metodu müəyyənləşdirir.

Metod aşağıdakı fosforüzvi 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 fosforüzvi pestisidlərin təyin edilməsinin aşağı həddi 0,01 mkq/q-dır.

QEYD Metod ehtimal ki, metakrifos və fenitroton kimi digər fosforüzvi pestisidlərə də eyni dərəcədə aiddir, lakin bu pestisidlər üçün təsdiqlənməyib.

2. Normativ istinadlar

Aşağıdakı normativ sənədlər, bu mətnə istinad edərək bu Beynəlxalq Standartın müddəalarını təşkil edən müddəaları əsk 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, *Analitik laboratoriya istifadəsi üçün su - Texniki şərtlər və sınaq metodları.*

ISO 6498, *Heyvan yemləri - Test nümunələrinin hazırlanması.*

3. Mahiyyəti

Test olunan hissəni aseton ilə ekstraksiya edin. Süzülmüş ekstrakt su və natrium xloridin doymuş məhlulu ilə seyrəldilir. Pestisidlər dixlormetanda paylanır. Konsentrasiya olunmuş ekstrakt, 10% su ilə deaktivləşdirilmiş silikageldən ibarət bir xromatoqrafik kalonkada təmizlənir. Fosfor-seçici detektor və ya kütlə-seçici detektor ilə qaz xromatoqrafik təyini aparılır.

4. Materiallar və metodlar

Pestisid qalıqlarının analizi üçün yalnız məlum analitik dərəcəli reagentlərdən və uyğun təmizliyə malik reaktivlərdən istifadə edin.

Metodda istifadə olunan şərtlər daxilində boş bir sınaq keçirərək reagentlərin təmizliyini yoxlayın. Xromatoqram hər hansı müdaxilə edən kirliliyi 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, su kütlə payı 10 % .

Silikagel 60, hissəciklərin ölçüsü 63-200 mkm, gecə ərzində 130 ° C-də aktivləşdirilir və eksikatora soyudulur. Otaq temperaturuna qədər soyuduqdan sonra, silikageli hava keçirməyən bir şüşə qaba tökün və suyun son kütlə payını 10% -ə çatdırmaq üçün kifayət qədər distillə edilmiş su əlavə edin. Konteyneri mexaniki və ya əllə 30 saniyə ərzində güclü bir şəkildə çalxalayın və arabir çalxalamaqla 30 dəqiqə gözləyin. 30 dəqiqədən sonra silikagel istifadəyə hazırdır. 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 Pestisid 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- dimetil fosforditioat];
- 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 standartının (4.11) və daxili standartın (4.12) əsas məhlulunu aşağıdakı kimi hazırlayın.

Pestisid istinad standartının (4.11) və ya daxili standartın (4.12) kütləsini 0,1 mq dəqiqliklə çəkin, nəticədə tərkibində istinad standart və ya daxili standart olan 1000 mkq/ml məhlul əldə edin. Standart materialını ölçərkən təmizliyinə əməl edin. Ölçülmüş kütləni həcmli kolbaya köçürün, etilasetatda (4.5) həll edin və etilasetat ilə həcmə qədər seyrelidin.

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

4.13.2 Aralıq məhlullar, konsentrasiyası 10 mq/ml.

Pipetlə hər bir əsas məhluldan (4.13.1) 1 ml-i ayrı-ayrı 100 ml həcmli kolbalara əlavə edin. Həcmə qədər etilasetatla (4,5) seyrəldilir. Məhlullar qaranlıqda 4°C-də saxlanıldıqda 1 ay sabitdir.

QEYD Düzgün saxlanılan pestisid standartlarının sabitliyi çox geniş bilinir. Tədqiqatlar göstərir ki, sınaqdan keçirilmiş bütün təmiz pestisid standartlarının 18°C-də saxlanıldıqda 15 il və 1 mq/kq toluoldakı pestisid standartlarının əsas məhlullarının 18°C-də saxlanıldıqda ən azı 3 il sabit olduğunu göstərdi.

Daha uzun saxlama üçün tövsiyə olunan bir tətbiq aşağıdakı kimidir. Hazırlanmış standart məhlulların hissələrini PTFE örtüklü vintlərlə kəhraba flokanlara köçürün. Flakonları çəkin və -20°C-də saxlayın. Lazım olduqda bir flakonu dondurucudan çıxarın, otaq temperaturuna gətirin və çəkin. Əgər kütlədə yığılan itkilər (buxarlanma səbəbindən) əvvəlcədən dondurulmuş xalis kütləsinin 10% -ni və ya daha çoxunu təşkil edərsə, flokanı atın. 1 aydan çox istifadə olunan əsas standartları və aralıq məhlulları çəkin və yenidən dondurun (adətən 25 ml flakonda). Əks təqdirdə, hazırlanmış standart məhlullar (adətən 2 ml flakonda) 4°C-də saxlanıla bilər və 1 aydan sonra atılmalıdır.

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

Hər bir ara məhlulun (4.13.2) 5 ml-sini 100 ml həcmli kolbaya əlavə edin və etilasetat (4.5) ilə həcmə qədər seyrəldin. Məhlullar qaranlıqda 4 °C-də saxlanıldıqda 1 ay sabitdir (bax 4.13.2).

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

5. Avadanlıqlar

İstifadə etməzdən əvvəl bütün şüşə qabları manea törədən maddələr olmayan yuyucu vasitə ilə hərtərəfli yuyun, su ilə sonra asetona yaxalayın və qurudun.

Plastik qablardan istifadə etməkdən çəkinin və qapaq kranlarını yağlayıcı ilə yağlamayın, əks halda həlledicilərə qarışıqlar daxil ola bilər.

Adi laboratoriya avadanlıqları və xüsusilə aşağıdakılar.

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

5.2 Filtirasiya kolbaları, tutumu 500 ml.

5.3 Büxhner qıfı, çini, daxili diametri 90 mm.

5.4 Dərəcəli borular, tutumu 10 ml, politetraflüoretillen (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 vakuüm buxarlandırıcısı, 100 ml və 500 ml tutumlu yumru dibli 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 inteqrator;
- məlumatların işlənməsi proqramı və kompüter sistemi.

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

Xromatoqrafik sistem tənzimlənəməlidir 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 fosforüzvi birləşmələri ayırmaq üçün kolonka sobasına temperatur proqramı tövsiyə olunur.

5.8.3 İnyeksiya cihazı

Avtomatlaşdırıcı və ya hər hansı digər uyğun bir inyeksiya qurğusundan istifadə edə bilərsiniz.

Əllə inyeksiya etmək üçün, inyeksiya rejiminə (bölünməmiş və ya kalonkada) uyğun bir iynə uzunluğu ilə 1 mkl - 5 mkl-ə qədər tutumlu bir mikro şpris istifadə olunur. Məhlulu qaz xromatoqrafına daxil etmədən əvvəl şprisi on dəfə təmiz həlledici ilə, sonra da beş dəfə məhlulla yuyun. İnyeksiyadan sonra şprisi beş dəfə təmiz həlledici ilə yaxalayın.

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 bir stasionar fazalar və alternativ olaraq fosforüzvi qalıqların analizi üçün tövsiyə olunan inert daşıyıcılardan istifadə etmək olar.

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

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

5.8.5 Detektor

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

5.8.6 Daşıyıcı qaz

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

Daşıyıcı qaz xəttinə quraşdırılmış əvvəlcədən 4-8 saat ərzində 350°C-də aktivləşdirilmiş 0,5 nm molekulyar ələk tələlərindən keçirərək daşıyıcı qazı qurudun.

Molekulyar ələkləri yeni bir qaz silindiri quraşdırdıqda və ehtiyac olduqda yenidən aktivləşdirin.

5.8.7 Köməkçi qazlar

Hidrogen və havadan istifadə edin.

5.8.8 Sistemin xətliliyinin yoxlanılması

Sistemin xətliliyini 0,1 nq-dən 2 nq parationa qədər yoxlayın.

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

İnyeksiya edilmiş parationun pik ölçüsünü (sahə və ya hündürlük) kütləyə qarşı nanoqramlarla çəkin. Qrafik koordinat başlanğıcından keçən düz xətt olmalıdır. Əks təqdirdə, detektor reaksiyasının xətti olduğu konsentrasiyalar aralığını təyin edin.

6. Nümunə seçimi

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. Sınaq nümunəsinin hazırlanması

Sınaq nümunəsi ISO 6498 standartına uyğun hazırlansın.

Yaxşı qarışdırılmış laboratoriya nümunəsinin bir hissəsini (quru və ya az nəmli məhsullar, məsələn taxıl və dənli məhsullar, yağlı toxumlar və yağlı yemlər, qarışıq yemlər, ot və s.) 1 mm delikli bir ələkdən tamamilə keçməsi üçün üyüdün. Diqqətlə qarışdırın.

Yüksək nəmli məhsulları (məsələn, otlar, siloslar və s.) kiçik parçalara ayırın və homogen nümunələr əldə etmək üçün hərtərəfli qarışdırın.

8. Analizin aparılması

8.1 Ümumi

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

8.2 Sınaq hissəsi

Quru və ya az nəmli məhsullar üçün hazırlanmış test nümunəsini (maddə 7) 50 qr, 0,1 qr -a qədər dəqiqliklə və ya yüksək nəmli məhsullar üçün 100 qr-ı 1000 ml-lik konik bir kolbaya çəkin.

8.3 Ekstraksiya

Sınaq hissəsinə kifayət qədər su (4.1) əlavə edin ki, ümumi su miqdarı təxminən 100 qr olsun. Nümunəni təxminən 5 dəqiqə isladın. 200 ml aseton (4,3) əlavə edin. Kolbanı sıx bağlayın və 2 saat ərzində mexaniki çalxalayıcıda çalxalayın və ya yüksək sürətli qarışdırıcıda 2 dəqiqə homogenləşdirin

Süspenziyanı, orta məsaməli filtr kağızı ilə təchiz edilmiş Büxhner qığı (5.3) vasitəsilə 500 ml filtrləmə kolbasına (5.2) sovurmaqla süzün. Konik kolbanı və ya qarışdırıcı qabını və filtr kağızındaki qalıqları 25 ml-lik iki porsiya asetonla yuyun, yuyulmaları eyni filtrləmə kolbasına yığın (5.2).

Filtratı 1000 ml tutumlu ayırıcı qıfa köçürün. Filtrasiya kolbasını (5.2) 100 ml dixlormetan (4.4) ilə yuyun və ayırıcı qıfa ötürün. Ayırıcı qıfa 250 ml su (4.1) və təxminən 50 ml doymuş natrium xlorid (4.10) məhlulu əlavə edin. Bağlayın və 2 dəqiqə ərzində çalxalayın.

Fazaların ayrılmasına icazə verin və alt fazanı (dixlormetan) 500 ml ayırıcı qıf içərisinə çəkin. 50 ml dixlormetanla (4.4) iki dəfə təkrarlayın və ekstraktları eyni 500 ml ayırıcı qıfda birləşdirin.

Dixlormetan ekstraktını iki 100 ml su ilə yuyun, yuyulmaları atın.

Dixlormetan ekstraktını filtr kağızı istifadə edərək təxminən 20 qr natrium sulfat (4.9) olan vakuum buxarlandırıcısının 500 ml-lik kolbasına süzün. Ayırıcı qığı və natrium sulfatı iki 10 ml porsiyon dixlormetanla yaxalayın və kolbaya əlavə edin.

40°C-dən çox olmayan bir temperaturda vakum altında təxminən 2 ml-ə qədər konsentrasiya edin. 1ml-2ml heksan (4.2) istifadə edərək məhlulu 10 ml-lik bir dərəcəli boruya köçürün və azot atmosferində təxminən 1ml-ə qədər konsentrasiya edin.

Məhlulun qurumasına icazə verməyin 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 qr silikageli (4.6) şüşə xromatoqrafik boruya (5.5) köçürün. Silikagelin üstünə 5 qr susuz natrium sulfat (4.9) əlavə edin. Hazırlanan kolonkanı 20 ml heksan (4.2) ilə yuyun

QEYD Səmərəliliyi yoxladıqdan və maneələrin olmamasından 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 edərək konsentrasiya olunmuş ekstraktı (8.3) hazırlanmış kolonkanın (8.4.1) yuxarı hissəsinə köçürün.

50 ml yuyucu məhlulla (4.7) fosforüzvi tərkibli pestisidləri yuyun və yuyulmaları vakuum buxarlandırıcısının 100 ml kolbasına yığın.

Eluatı 8.3-də olduğu kimi, lakin heksan əvəzinə etilasetat (4.5) istifadə edərək konsentrasiya edin və xromatoqrafiya üçün son məhlulu etilasetat ilə 10 ml-ə qədər seyrəldin.

Daxili standart metodundan istifadə edildikdə, etilasetatla 10 ml-ə qədər seyrəldilmədən əvvəl son ekstrakta 0,5 ml tributilfosfatın (4.13.2) ara məhlulunu əlavə edin.

Referans kalibrəmə məhlulunu (8.5) hazırlamaq üçün boş ekstrakt saxlayın.

8.5 Qaz xromatoqrafiyası

Qaz xromatoqrafiya sistemini tövsiyə olunan iş şəraitində balanslaşdırın (5.8). 1 mkl- 2 mkl işçi standart məhlulu (4.13.3), sonra eyni həcmdə nümunə ekstraktı daxil edin. Lazım gələrsə nümunə ekstarktını seyrəldin.

Saxlanma müddətləri əsasında fərdi pestisid piklərini müəyyənləşdirin.

İşçi standart məhlulunda müvafiq pestisid pikinin bilinən miqdarı ilə nümunə piklərinin ölçüsünü müqayisə edərək pestisidlərin miqdarını təyin edin.

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 məhlulunu hazırlayın. Bu etalon məhlulun piklərinin ölçüsü məhlul

nümunəsindəki piklərin ölçüsünün 25%-ni təşkil edir. 10 ml-ə qədər etilasetatla seyreltilir (4,5). Qaz xromatoqrafına eyni həcmdə nümunə məhlulu daxil edin.

Etalon kalibrləmə məhlulunda müvafiq pestisid pikinin bilinən miqdarı ilə nümunə piklərinin ölçüsünü müqayisə edərək pestisidlərin miqdarını təyin edin.

9. Nəticələrin ifadəsi

9.1 Hesablama

Test nümunəsindəki hər bir pestisid qalığının tərkibini aşağıdakı tənliklə hesablayın:

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

burada

w test nümunəsinin fərdi pestisid qalığı tərkibi, mikroqram;

A nümunə pikinin ölçüsüdür;

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

m_s nanogram şəklində, qaz xromatoqrafına vurulan standart pestisid kütləsidir;

V istənilən zəruri seyreltmə 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 keyfiyyətini 0,1 mkq/q səviyyəsində boş nümunələrdə aparılan təkrar təcrübələr ilə yoxlayaraq möhkəmləndirin.

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

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

10. Eyniliyin təsdiqlənməsi

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

11. Dəqiqlik

11.1 Laboratoriyalararası testlər

Metodun dəqiqliyinə dair laboratoriyalararası testlərin təfərrüatları, o cümlədən dəqiq rəqəmlərin etibarlılığı barədə qeyd B əlavəsində verilmişdir. Bu testlərdən əldə edilən nəticələr, verilənlərdən başqa konsentrasiya aralıqlarına və matrislərə şamil edilə bilməz.

11.2 Təkrarlanma

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

12. Test hesabatı

Test hesabatında göstərməlidir:

- nümunənin tam identifikasiyası üçün lazım olan bütün məlumatlar;
- məlumdursa istifadə olunan seçmə metodu;
- bu Beynəlxalq Standarta istinad edərək istifadə olunan sınaq metodu;

- bu Beynəlxalq Standartda qeyd olunan bütün iş detalları və ya məcburi hesab olunan, testin nəticəsinə təsir göstərə biləcək hər hansı bir hadisə haqqında məlumat;

- sınaq nəticəsi və ya təkrarlanma yoxlanıldıqda alınan iki test nəticəsi.

Əlavə A
(məlumatverici)
Fosforüzvi pestisidlərinin tərkibini təyin etmək üçün qaz xromatoqrafının
(xromotoqram) 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 kalonkada, 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 kalonkaya;
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;
Enjektor:	mütəmadi, 250°C və ya kalonkada, sobanın başlanğıc temperaturu
Dedektor:	P rejimində NPD, 280 °C və ya MSD.

Əlavə B

(istinad)

Laboratoriyalararası testlərin nəticələri

Metodun dəqiqliyi 1996-cı ildə Rumıniya Standartlaşdırma Assosiasiyası (ASRO) tərəfindən təşkil edilmiş və ISO 57251 standartına uyğun olaraq aparılmış laboratoriyalararası sınaq ilə müəyyən edilmişdir [4]. Bu sınaqda yeddi laboratoriya iştirak etdi. 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 fosforüzvi pestisid olan.

QEYD Əldə edilən dəqiq məlumatlar göstərir ki, kənara çıxmalar aradan qaldırıldıqdan sonra saxlanılan laboratoriyaların sayı (7) IUPAC-AOAC-ISO protokolunun tələbinə tam uyğun gəlmir (kənara çıxmaların aradan qaldırılmasından sonra ən azı səkkiz laboratoriyanın 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 laboratoriyalararası 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
Kənara çıxmalar aradan qaldırıldıqdan sonra laboratoriyaların sayı	7	7	7	7
Qəbul edilmiş nəticələrin sayı	14	14	14	14
Fosforüzvi pestisidlərin tərkibinin orta miqdarı, mkq / q	0,043	0,081	0,42	0,79
Təkrarlanmadan standart kənara çıxma (s_r), mkq / q	0,0039	0,0053	0,034	0,061
Variasiyaların təkrarlanma əmsalı, %	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 kənara çıxma, (s_R) mkq/ q	0,0054	0,013	0,058	0,102
Variasiyaların təkrar istehsal əmsalı, %	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 hədəfli nümunə 0,05 mkq/q; tərkibi: 50% qarğıdalı, 20% arpa, 20% soya un, 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 hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;
 3: 0,5 mkq/q azinfos-etil hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;
 4: 1,0 mkq/q azinfos-etil hədəfli nümunə; 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
Fosforüzvi pestisidlərin tərkibinin orta miqdarı, 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 əmsalı,%	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 əmsalı,%	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
1: azinfos-metil hədəfli nümunə 0,05 mkq/q; tərkibi: 50% qarğıdalı, 20% arpa, 20% soya un, 3% balıq unu, 3% yağ, 1% premiks, 1,5% dikalsiyeyfosfat, 1,2% kalsium karbonat və 0,3% duz; 2: 0,1 mkq/q azinfos-metil hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində; 3: 0,5 mkq/q azinfos-metil hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində; 4: 1,0 mkq/q azinfos-metil hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə olaraq.				

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
Fosforüzvi pestisidlərin tərkibinin orta miqdarı, 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 əmsalı, %	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 əmsalı, %	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 hədəfli nümunə 0,05 mkq/q; tərkibi: 50% qarğıdalı, 20% arpa, 20% soya un, 3% balıq unu, 3% yağ, 1% premiks, 1,5% dikalsiyeyfosfat, 1,2% kalsium karbonat və 0,3% duz;</p> <p>2: 0,1 mkq/q bromofos hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;</p> <p>3: 0,5 mkq/q bromofos hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;</p> <p>4: 1,0 mkq/q bromofos hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə olaraq.</p>				

Cədvəl B.4 Karbofenotion - 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
Fosforüzvi pestisidlərin tərkibinin orta miqdarı, mkq / q	0,044	0,077	0,43	0,85

Təkrarlanmadan standart kənara çıxma (s_r), mkq /q	0,0039	0,0054	0,036	0,055
Variasiyaların təkrarlanma əmsalı,%	8,9	7,0	8,5	6,4
Təkrarlanma həddi (r)[$r = 2,8 \times s_r$], mkq/q	0,011	0,015	0,10	0,15
Təkrar istehsal standart kənara çıxma, (s_R) mkq/ q	0,0062	0,0112	0,054	0,092
Variasiyaların təkrar istehsal əmsalı,%	14,0	14,6	12,5	10,9
Təkrar istehsal həddi (R)[$R = 2,8 \times s_R$], mkq/q	0,017	0,031	0,15	0,26
<p>1: karbofenotion hədəfli nümunə 0,05 mkq/q; tərkibi: 50% qarğıdalı, 20% arpa, 20% soya un, 3% balıq unu, 3% yağ, 1% premiks, 1,5% dikalsiyeyfosfat, 1,2% kalsium karbonat və 0,3% duz;</p> <p>2: 0,1 mkq/q karbofenotion hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;</p> <p>3: 0,5 mkq/q karbofenotion hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;</p> <p>4: 1,0 mkq/q karbofenotion hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə olaraq.</p>				

Cədvəl B.5 - Xlorpirifos 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
Fosforüzvi pestisidlərin tərkibinin orta miqdarı, mkq / q	0,044	0,089	0,46	0,86
Təkrarlanmadan standart kənara çıxma (s_r), mkq /q	0,0039	0,0053	0,036	0,051
Variasiyaların təkrarlanma əmsalı,%	8,9	6,0	7,8	5,9
Təkrarlanma həddi (r)[$r = 2,8 \times s_r$], mkq/q	0,011	0,015	0,10	0,14
Təkrar istehsal standart kənara çıxma, (s_R) mkq/ q	0,0056	0,0097	0,044	0,102
Variasiyaların təkrar istehsal əmsalı,%	12,7	10,9	9,6	11,8
Təkrar istehsal həddi (R)[$R = 2,8 \times s_R$], mkq/q	0,017	0,027	0,123	0,28

1: xlorpirifos hədəfli nümunə 0,05 mkq/q; tərkibi: 50% qarğıdalı, 20% arpa, 20% soya un, 3% balıq unu, 3% yağ, 1% premiks, 1,5% dikalsiyeyfosfat, 1,2% kalsium karbonat və 0,3% duz;
 2: 0,1 mkq/q xlorpirifos hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;
 3: 0,5 mkq/q xlorpirifos hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;
 4: 1,0 mkq/q xlorpirifos hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə olaraq.

Cədvəl B.6 - Xlorpirifos-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
Fosforüzvi pestisidlərin tərkibinin orta miqdarı, mkq / q	0,044	0,090	0,47	0,91
Təkrarlanmadan standart kənara çıxma (s_r), mkq /q	0,0038	0,0058	0,027	0,06
Variasiyaların təkrarlanma əmsalı,%	8,7	6,4	5,7	6,6
Təkrarlanma həddi (r)[$r = 2,8 \times s_r$], mkq/q	0,011	0,016	0,076	0,168
Təkrar istehsal standart kənara çıxma, (s_R) mkq/ q	0,0055	0,0127	0,047	0,112
Variasiyaların təkrar istehsal əmsalı,%	12,6	14,1	10,0	12,3
Təkrar istehsal həddi (R)[$R = 2,8 \times s_R$], mkq/q	0,015	0,036	0,13	0,314
1: xlorpirifos-metil hədəfli nümunə 0,05 mkq/q; tərkibi: 50% qarğıdalı, 20% arpa, 20% soya un, 3% balıq unu, 3% yağ, 1% premiks, 1,5% dikalsiyeyfosfat, 1,2% kalsium karbonat və 0,3% duz; 2: 0,1 mkq/q xlorpirifos-metil hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində; 3: 0,5 mkq/q xlorpirifos-metil hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində; 4: 1,0 mkq/q xlorpirifos-metil hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə olaraq.				

Cədvəl B.7 - Diazinon 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
Fosforüzvi pestisidlərin tərkibinin orta miqdarı, mkq / q	0,044	0,091	0,46	0,88
Təkrarlanmadan standart kənara çıxma (s_r), mkq / q	0,0037	0,0057	0,030	0,061
Variasiyaların təkrarlanma əmsalı, %	8,4	6,2	6,5	6,9
Təkrarlanma həddi (r) [$r = 2,8 \times s_r$], mkq/q	0,010	0,016	0,084	0,17
Təkrar istehsal standart kənara çıxma, (s_R) mkq / q	0,0067	0,0107	0,043	0,125
Variasiyaların təkrar istehsal əmsalı, %	15,2	11,7	9,3	14,2
Təkrar istehsal həddi (R) [$R = 2,8 \times s_R$], mkq/q	0,019	0,030	0,12	0,35
<p>1: diazinon hədəfli nümunə 0,05 mkq/q; tərkibi: 50% qarğıdalı, 20% arpa, 20% soya un, 3% balıq unu, 3% yağ, 1% premiks, 1,5% dikalsiyeyfosfat, 1,2% kalsium karbonat və 0,3% duz;</p> <p>2: 0,1 mkq/q diazinon hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;</p> <p>3: 0,5 mkq/q diazinon hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;</p> <p>4: 1,0 mkq/q diazinon hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə olaraq.</p>				

Cədvəl B.8 - Dimetoat 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
Fosforüzvi pestisidlərin tərkibinin orta miqdarı, mkq / q	0,044	0,085	0,44	0,96

Təkrarlanmadan standart kənara çıxma (s_r), mkq /q	0,0042	0,0068	0,038	0,067
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	0,106	0,19
Təkrar istehsal standart kənara çıxma, (s_R) mkq/ q	0,0069	0,0127	0,051	0,147
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	0,143	0,41
<p>1: dimetoat hədəfli nümunə 0,05 mkq/q; tərkibi: 50% qarğıdalı, 20% arpa, 20% soya un, 3% balıq unu, 3% yağ, 1% premiks, 1,5% dikalsiyeyfosfat, 1,2% kalsium karbonat və 0,3% duz;</p> <p>2: 0,1 mkq/q dimetoat hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;</p> <p>3: 0,5 mkq/q dimetoat hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;</p> <p>4: 1,0 mkq/q dimetoat hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə olaraq.</p>				

Cədvəl B.9 – Etion 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
Fosforüzvi pestisidlərin tərkibinin orta miqdarı, mkq / q	0,044	0,088	0,446	0,876
Təkrarlanmadan standart kənara çıxma (s_r), mkq /q	0,0043	0,0056	0,038	0,055
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	0,106	0,154
Təkrar istehsal standart kənara çıxma, (s_R) mkq/ q	0,0059	0,0098	0,057	0,086
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 hədəfli nümunə 0,05 mkq/q; tərkibi: 50% qarğıdalı, 20% arpa, 20% soya un, 3% balıq unu, 3% yağ, 1% premiks, 1,5% dikalsiyeyfosfat, 1,2% kalsium karbonat və 0,3% duz;
 2: 0,1 mkq/q etion hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;
 3: 0,5 mkq/q etion hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;
 4: 1,0 mkq/q etion hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə olaraq.

Cədvəl B.10 - Fonofos 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
Fosforüzvi pestisidlərin tərkibinin orta miqdarı, mkq / q	0,046	0,087	0,46	0,85
Təkrarlanmadan standart kənara çıxma (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 kənara çıxma, (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 hədəfli nümunə 0,05 mkq/q; tərkibi: 50% qarğıdalı, 20% arpa, 20% soya un, 3% balıq unu, 3% yağ, 1% premiks, 1,5% dikalsiyeyfosfat, 1,2% kalsium karbonat və 0,3% duz; 2: 0,1 mkq/q fonofos hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində; 3: 0,5 mkq/q fonofos hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində; 4: 1,0 mkq/q fonofos hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə olaraq.				

Cədvəl B.11 – Malation 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
Fosforüzvi pestisidlərin tərkibinin orta miqdarı, mkq / q	0,046	0,090	0,47	0,93
Təkrarlanmadan standart kənara çıxma (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	0,0129	0,021	0,098	0,179
Təkrar istehsal standart kənara çıxma, (s_R) mkq/ q	0,0072	0,0136	0,058	0,132
Variasiyaların təkrar istehsal əmsalı,%	15,8	15,0	12,3	14,2
Təkrar istehsal həddi (R) [$R = 2,8 \times s_R$], mkq/q	0,020	0,038	0,162	0,37
<p>1: malation hədəfli nümunə 0,05 mkq/q; tərkibi: 50% qarğıdalı, 20% arpa, 20% soya un, 3% balıq unu, 3% yağ, 1% premiks, 1,5% dikalsiyeyfosfat, 1,2% kalsium karbonat və 0,3% duz;</p> <p>2: 0,1 mkq/q malation hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;</p> <p>3: 0,5 mkq/q malation hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;</p> <p>4: 1,0 mkq/q malation hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə olaraq.</p>				

Cədvəl B.12 - Metidation 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
Fosforüzvi pestisidlərin tərkibinin orta miqdarı, mkq / q	0,045	0,085	0,44	0,88

Təkrarlanmadan standart kənara çıxma (s_r), mkq /q	0,0039	0,006	0,042	0,058
Variasiyaların təkrarlanma əmsalı,%	8,7	7,0	9,5	6,6
Təkrarlanma həddi (r)[$r = 2,8 \times s_r$], mkq/q	0,011	0,017	0,12	0,16
Təkrar istehsal standart kənara çıxma, (s_R) mkq/ q	0,0058	0,011	0,048	0,118
Variasiyaların təkrar istehsal əmsalı,%	12,9	12,9	10,9	13,4
Təkrar istehsal həddi (R)[$R = 2,8 \times s_R$], mkq/q	0,016	0,031	0,13	0,33
<p>1: metidation hədəfli nümunə 0,05 mkq/q; tərkibi: 50% qarğıdalı, 20% arpa, 20% soya un, 3% balıq unu, 3% yağ, 1% premiks, 1,5% dikalsiyeyfosfat, 1,2% kalsium karbonat və 0,3% duz;</p> <p>2: 0,1 mkq/q metidation hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;</p> <p>3: 0,5 mkq/q metidation hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;</p> <p>4: 1,0 mkq/q metidation hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə olaraq.</p>				

Cədvəl B.13 - Paration 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
Fosforüzvi pestisidlərin tərkibinin orta miqdarı, mkq / q	0,044	0,089	0,47	0,86
Təkrarlanmadan standart kənara çıxma (s_r), mkq /q	0,0036	0,0051	0,037	0,049
Variasiyaların təkrarlanma əmsalı,%	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	0,137
Təkrar istehsal standart kənara çıxma, (s_R) mkq/ q	0,0056	0,011	0,048	0,102
Variasiyaların təkrar istehsal əmsalı,%	12,8	12,4	10,3	11,9
Təkrar istehsal həddi (R)[$R = 2,8 \times s_R$], mkq/q	0,016	0,031	0,13	0,286

1: paration hədəfli nümunə 0,05 mkq/q; tərkibi: 50% qarğıdalı, 20% arpa, 20% soya un, 3% balıq unu, 3% yağ, 1% premiks, 1,5% dikalsiyeyfosfat, 1,2% kalsium karbonat və 0,3% duz;
 2: 0,1 mkq/q paration hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;
 3: 0,5 mkq/q paration hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;
 4: 1,0 mkq/q paration hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə olaraq.

Cədvəl B.14 - Paration-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
Fosforüzvi pestisidlərin tərkibinin orta miqdarı, mkq / q	0,044	0,091	0,47	0,89
Təkrarlanmadan standart kənara çıxma (s_r), mkq / q	0,0038	0,0057	0,03	0,051
Variasiyaların təkrarlanma əmsalı,%	8,6	6,3	6,4	5,8
Təkrarlanma həddi (r)[$r = 2,8 \times s_r$], mkq/q	0,011	0,016	0,084	0,143
Təkrar istehsal standart kənara çıxma, (s_R) mkq/ q	0,0051	0,012	0,048	0,099
Variasiyaların təkrar istehsal əmsalı,%	11,6	13,2	10,3	11,1
Təkrar istehsal həddi (R)[$R = 2,8 \times s_R$], mkq/q	0,014	0,034	0,134	0,277
1: paration -metil hədəfli nümunə 0,05 mkq/q; tərkibi: 50% qarğıdalı, 20% arpa, 20% soya un, 3% balıq unu, 3% yağ, 1% premiks, 1,5% dikalsiyeyfosfat, 1,2% kalsium karbonat və 0,3% duz; 2: 0,1 mkq/q paration -metil hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində; 3: 0,5 mkq/q paration -metil hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində; 4: 1,0 mkq/q paration -metil hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə olaraq.				

Cədvəl B.15 - Pirimifos 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
Fosforüzvi pestisidlərin tərkibinin orta miqdarı, mkq / q	0,0435	0,085	0,44	0,86
Təkrarlanmadan standart kənara çıxma (s_r), mkq / q	0,0036	0,006	0,029	0,053
Variasiyaların təkrarlanma əmsalı, %	8,2	7,1	6,6	6,1
Təkrarlanma həddi (r) [$r = 2,8 \times s_r$], mkq/q	0,010	0,017	0,081	0,148
Təkrar istehsal standart kənara çıxma, (s_R) mkq/ q	0,0053	0,012	0,046	0,111
Variasiyaların təkrar istehsal əmsalı, %	12,2	14,1	10,5	12,9
Təkrar istehsal həddi (R) [$R = 2,8 \times s_R$], mkq/q	0,015	0,029	0,123	0,31
<p>1: pirimifos hədəfli nümunə 0,05 mkq/q; tərkibi: 50% qarğıdalı, 20% arpa, 20% soya un, 3% balıq unu, 3% yağ, 1% premiks, 1,5% dikalsiyeyfosfat, 1,2% kalsium karbonat və 0,3% duz;</p> <p>2: 0,1 mkq/q pirimifos hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;</p> <p>3: 0,5 mkq/q pirimifos hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə 1 şəklində;</p> <p>4: 1,0 mkq/q pirimifos hədəfli nümunə; tərkibi: nümunə olaraq.</p>				

Biblioqrafiya

- [1] ISO 1750:1981 Pesticidlər və aqrokimyəvi maddələrin adlandırılması.
- [2] ISO 4793:1980 Laboratoriya sinterlənmiş (fritted) filtrlər - Məsəmə 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.

