

**AZƏRBAYCAN
RESPUBLİKASININ
DÖVLƏT
STANDARTI**

AZS ISO 10382

İlkin nəşr
2020

**Torpağın keyfiyyəti- Xlorüzvi pestisidlərin və
polixlorlaşmışdifenillərin təyin edilməsi**

ISO 10382:2002

**Soil quality — Determination of organochlorine
pesticides and polychlorinated biphenyls —
Gas-chromatographic method with electron
capture detection**

LAYIHƏ



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

Elçin İsaqzadəküç., 7-ci köndələn

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 _____ sayılı 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-ci ildir.

MÜNDƏRİCAT

| | |
|---|----|
| Ön söz..... | 1 |
| 1. Tətbiq sahəsi..... | 2 |
| 2. Normativ istinadlar..... | 2 |
| 3. Metodun mahiyyəti..... | 3 |
| 4. Reaktivlər..... | 3 |
| 5. Cihazlar..... | 6 |
| 6. PXB və XP-lərin standart məhlullarının hazırlanması..... | 9 |
| 7. Nümunənin götürülməsi və saxlanması..... | 9 |
| 8. Analizin aparılması..... | 10 |
| 9. Hesabat..... | 18 |
| Əlavə A..... | 19 |
| Əlavə B..... | 21 |
| Əlavə C..... | 22 |
| Əlavə D..... | 25 |
| 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 bilirlər. ISO Beynəlxalq Elektrotexnika Komissiyası (IEC) ilə bütün elektrotexniki standartlaşdırma məsələləri üzrə sıx əməkdaşlıq edir.

Beynəlxalq standartlar ISO/MEC direktivlərinin 3-cü hissəsində göstərilən qaydalara uyğun olaraq hazırlanır. Texniki komitələrin əsas vəzifəsi Beynəlxalq Standartların hazırlanmasıdır. Qəbul edilmiş beynəlxalq standartların layihəsi texniki komitələr üzvə səsvermə üçün göndərilir. Beynəlxalq olaraq nəşr Standart öz səsini verən orqan üzvünün ən azı 75% -nin təsdiqlənməsini tələb edir. Bu beynəlxalq standartın patent hüquqlarının bəzi elementlərinin predmet ola biləcəyinə diqqət yetirilir. ,ISO heç bir və ya bütün belə patent hüquqlarının identifikasiyasına görə məsuliyyət daşımır. ISO 10382 standartı ISO/TC 190 Texniki Komitəsi Torpağın keyfiyyəti, SK 3 alt komitəsi, torpağın kimyəvi üsulları və xüsusiyyətləri tərəfindən hazırlanmışdır. Bu Beynəlxalq standartın A, B, C və D tətbiqləri yalnız informasiya üçün nəzərdə tutulub.

Torpağın keyfiyyəti- Xlorüzvi pestisidlərin və polixlorlaşmışdifenillərin təyin edilməsi

1. Tətbiq sahəsi

Bu Beynəlxalq standart torpaqdakı yeddi polixlorlu bifenil və on yeddi xlorüzvi pestisidin kəmiyyətə müəyyənləşdirilməsi üçün bir metod təyin edir. Bu Beynəlxalq Standart bütün torpaq növləri üçün tətbiq olunur. Beynəlxalq Standartda göstərilən şərtlər daxilində 0,1 mq / kq-dan 4 mq / kq (quru maddə şəklində ifadə olunur) aşkarlanmasına nail olmaq mümkündür.

2. Normativ istinadlar

Aşağıdakı normativ sənədlər, bu məndə istinad edərək bu Beynəlxalq Standartın müddəalarını təşkil edən məlumatları əsk etdirir. Bu nəşrlərdən, sonrakı düzəlişlər və ya düzəlişlər tətbiq olunmur. Bununla birlikdə, bu Beynəlxalq Standarta əsaslanan müqavilələrin tərəfləri aşağıda göstərilən normativ sənədlərin ən son nəşrlərinin tətbiq olunma ehtimalını araşdırmaları tövsiyyə olunur. Tarixsiz istinadlar üçün istinad olunan normativ sənədin son nəşri tətbiq olunur. ISO və IEC üzvləri hazırda qüvvədə olan Beynəlxalq Standartların qeydlərini aparırlar.

ISO 10381-1 Torpaq keyfiyyəti - Nümunə götürmə - Hissə 1: Nümunə proqramlarının dizaynına dair rəhbərlik.

ISO 10381-2 Torpaq keyfiyyəti - Nümunə - Hissə 2: Nümunə alma üsullarına dair rəhbərlik.

ISO 11465: 1993 Torpağın keyfiyyəti—Quru maddənin və suyun miqdarının kütləvi şəkildə müəyyənləşdirilməsi—Qravimetrik metod.

ISO 14507 Torpaq keyfiyyəti—Üzvi çirkləndiricilərin təyin edilməsi üçün nümunələrin əvvəlcədən təmizlənməsi.

3 Metodun mahiyyəti

Nümunənin ilkin işlənməsindən sonra analiz olunan torpaq nümunəsi karbohidrogen həlledicisi ilə çıxarılır.

Çıxarış konsentrasiya olunur; qütb birləşmələri konsentrat ekstraktı alüminium oksid ilə dolu bir sütundan keçirərək çıxarılır. Alınan ekstrakt konsentrasiya olunur.

Elementar kükürd, lazım olduqda, tetrabutylamonyum sulfidə konsentrasiya edilmiş ekstraktından çıxarılır.

Çıxarış qaz xromatoqrafiyası ilə analiz edilir. Qarışıqlar aşağı qütblü stasionar fazalı kapilyar sütundan istifadə edilərək ayrılır. Qeydə alınma prosesi elektron tutma detektoru (ECD) ilə həyata keçirilir. Polixlorlu bifenillər (PXB) və xlor üzvi pestisidlər (XÜP) identifikasiya edilir və nisbi tutma müddətləri və nisbi pik hündürlüyünün (və ya pik sahələri) təyini ilə əlavə standartları xarici standart məhlulda müvafiq dəyərlərlə müqayisə etməklə müəyyənləşdirilir və kəmiyyət analizi verilir. Analizin effektivliyi tədqiq olunan torpaq nümunəsinin tərkibindən asılıdır. Təsvir edilmiş prosedur, sınaq nümunəsinin torpağının quruluşu və tərkibinin xüsusiyyətləri ilə əlaqəli ekstraksiya dərəcəsini nəzərə almır.

Aşkarlanma həddü təyin olunan maddənin təbiətindən, istifadə olunan avadanlıqdan və torpaq nümunəsinin ekstraksiyasında və ekstraktın təmizlənməsində istifadə edilən reaktivlərin təmizlənmə dərəcəsindən asılıdır.

Qeydlər

1. Aşkarlanan birləşmələrin və aşkar edilmiş konsentrasiyaların daha etibarlı müəyyənləşdirilməsi üçün əlavə tədqiqatlar aparılmalıdır. Əldə edilən məlumatların təsdiqi, fərqli bir qütblü kolonkodan istifadə edərək qaz xromatoqrafik analizinin yenidən aparılması və ya qaz xromatoqrafiyası / kütlə spektrometriyası (GC / MS) analizi ilə həyata keçirilə bilər.

2. Bu metod, digər uçucu olmayan xlor üzvi birləşmələrin, məsələn, bəzi xlorobenzenlərin müəyyənləşdirilməsinə və kəmiyyət təyin olunmasına imkan verir.

4 Reaktivlər

İstifadə olunan bütün reaktivlər ən azı kimyəvi cəhətdən təmiz olmalıdır.

İstifadə olunan reagentlərin təmizliyi 8.1-ə uyğun olaraq boş bir təyini apararaq yoxlanılmalıdır.

4.1 Normativ sənədə uyğun olaraq neft efiri, qaynama temperaturu 40 ° C - 60 ° C.

4.2 Aseton

4.3 n-heksan.

4.4 Dietil efiri.

Dietil efiri tərkibində bəzi təyin olunan maddələri oksidləşdirə bilən peroksidlər saxlaya bilər. . Peroksidlərin kənarlaşdırılması, yenidən hazırlanmış 10%-li kalium yodid məhlulu ilə silikələməklə əldə edilir.

4.5 Natrium sulfat

Ən azı 6 saat (550 ± 20) ° C temperaturda qurudulmuş , mufel sobasında təxminən 200 ° C-ə daha sonra eksikatora maqniyum perxlorat yaxud başqa quruducu maddə ilə ətraf mühitin temperaturuna qədər soyudulmuş susuz olmalıdır. Saxlama zamanı susuz sodyum sulfat nəmdən daim qorunmalıdır.

4.6 Alüminium oksid

Əsasi və ya neytral, sıxlığı 200 m²/qr, aktivliyi Brokmana görə 1 olan.

4.7 Alüminium oksid

10% su əlavə edilərək deaktivləşdirilir. 90 qr alüminium oksidə (4.6-a uyğun) 10 qr su əlavə edilir. Bircinsli kütlə alınana qədər qarışdırılır. Deaktivləşdirilmiş alüminium oksid istifadədən əvvəl ən azı 16 saat saxlanılır, havadan nəm düşməsinin qarşısı alınır.

4.8 Silikogel

Hissəcik ölçüsü 60-200 mkm olan silikogel, aşağıdakı qaydada 5 % su əlavə edilərək təsirsiz hala gətirildi. 95 q silikogel ən azı 24 saat 150 ° C-də bir sobada saxlanılır, bir eksikatora soyudulur və 5 q su əlavə edilir. Bircinsli qarışıqqa alınana qədər qarışdırılır. Deaktiv edilmiş silikogel istifadədən əvvəl ən azı 16 saat saxlanılır və havadan rütubət çəkməsinin qarşısı alınır. Hər bir yeni alüminium oksid və silikogel partiyasının elüsyon qabiliyyəti PXB (polixlorlaşmış bifenillər) və ya XÜP (xlorüzvi pestisidlər) standart məhlulları ilə yoxlanılmalıdır. Lazım gələrsə, sorbentin deaktivləşmə dərəcəsi eksperimental olaraq təyin edilir (bax 8.4).

4.9 Standart nümunələr.Aşağıda sadalanan komponentlərin n-heksan, n-heptan və ya izooktanda və ya əsas tərkib hissəsi məlum olan bir maddədə məhlulunun tərkibinin standart nümunələri göstərilir.

Cədvəl 1

| Adlandırma | CAS* kataloquna uyğun nömrəsi |
|---|-------------------------------|
| 4.9.1 Polixlorlaşmış bifenillər** | |
| PXB-28: 2,4,4'-trixlorbifenil | 7012-37-5 |
| PXB-52: 2,2',5,5'-tetraxlorbifenil | 35693-99-3 |
| PXB-101: 2,2',4,5,5'-pentaxlorbifenil | 37680-73-2 |
| PXB-118: 2,3',4,4',5-pentaxlorbifenil | 31508-00-6 |
| PXB-138: 2,2',3,4,4',5'-heksaxlorbifenil | 35065-28-2 |
| PXB-153: 2,2',4,4',5,5'-heksaxlorbifenil | 35065-27-1 |
| PXB-180: 2,2',3,4,4',5,5'-heptaxlorbifenil | 35065-29-3 |
| 4.9.2 Xlorüzvi pestisidlər | |
| Heksaxlorbenzol(HXB) | 118-74-1 |
| α -Heksaxloritsikloheksan (α -HXTH) | 319-84-6 |
| β -Heksaxloritsikloheksan (β -HXTH) | 319-85-7 |
| γ -Heksaxloritsikloheksan (γ -HXTH) | 58-89-9 |
| Aldrin | 309-00-2 |
| Dieldrin | 60-57-1 |
| Endrin | 72-20-8 |
| Heptaxlor | 76-44-8 |
| Heptaxlor epoksid (ekzo-, -sis- və ya α - izomer) | 28044-83-9 |
| Heptaxlor epoksid (endo-, trans- və ya β -izomer) | 1024-57-3 |
| α -Endosulfan | 959-98-7 |
| <i>p,p'</i> -DDE | 72-55-9 |
| <i>o,p'</i> –DDD | 53-19-0 |
| <i>o,p'</i> -DDT | 784-02-6 |
| <i>p,p'</i> –DDD | 72-54-8 |
| <i>o,p'</i> -DDE | 3424-82-6 |
| <i>p,p'</i> -DDT | 50-29-3 |
| 4.9.3 Daxili standartlar* | |
| PXB-155: 2,2',4,4',6,6'-heksaxlorbifenil | 33979-03-2 |
| PXB-143: 2,2',3,4,5,6'-heksaxlorbifenil*** | 68194-15-0 |
| PXB-207: 2,2',3,3',4,4',5,6,6'-nonaxlorbifenil*** | 52663-79-3 |
| Mireks*** | 2385-85-5 |
| * Qeydiyyat nömrələri, CAS (Chemical Abstract Service). | |
| ** Polixlorlu bifenillərin şərti nömrələri 28,52 və s. üzvi birləşmələrin nomenklaturası üçün IUPAC qaydalarına əsasən verilir. | |
| *** Müəyyən edilmiş birləşmələrdən təyin olunan komponentlərin qeydiyyatına mane olmayan 2-ci daxili standart seçilir. | |

4.10 Tetrabutylammonium məhlulu (tetrabutylammonium sulfid reagenti).

Tetrabutylammoniumhidrosulfatının $c [(C_4H_9)_4 NHSO_4] = 0.1 \text{ mol/dm}^3$ molyar qatılıqlı məhlulu hazırlanır, su qarışığı və 1:1 (həcmə görə) nisbətində həlledici kimi istifadə olunur. Hazırlanmış məhlula doymuş məhlul alınana natrium sulfid əlavə olunur.

Qeyd- Bir qayda olaraq, 100 sm³ məhlula 25 q natrium sulfid kifayətdir.

4.11 ГОСТ 25828-ə uyğun n-heptan.

4.12 Laborator analiz üçün ГОСТ 52501-ə uyğunsu.

4.13 ГОСТ-9293-ə uyğun azot qazı.

5 Cihazlar

5.1 Kimyəvi şüşə qablar. Bütün istifadə olunan şüşə qablar hərtərəfli yuyulur, bundan sonra ardıcıl olaraq aseton və sonra petroleum efiri və ya heksan ilə yuyulur.

5.2 Analiz olunan nümunələr üçün 1 dm³ həcmli fırlanan qapaqlı və teflon keçicili şüşə qablar.

5.3 Üfüqi vəziyyətdə çalxalama aparmaq üçün çalxalayıcı. (tezliyi 200-300 dəq⁻¹).

5.4 100 ° C-yə qədər qızdırıla bilən su hamamı.

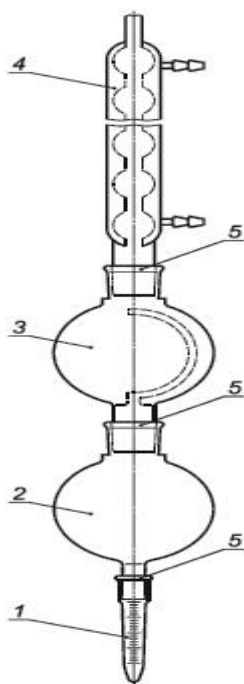
5.5 2 l həcmli ayırıcı qıflar.

5.6 500 ml həcmli konik kolbalar.

5.7 Kudern-Daniş buxarlandırıcısı (bax Şəkil 1). Rotorlu buxarlandırıcı da istifadə edilə bilər.

5.8 Petroleum efiri və ya heksanla yuyulmuş kvarts yaxud silanlaşmış şüşə lif

Qeyd. Silisium lifi ilə işləyərkən kiçik silisium hissəciklərinin tənəffüs yollarına düşmə riski var. Bunun qarşısını almaq üçün iş sovrucunu şəkaf altında aparılır və ya qoruyucu maskalardan istifadə olunur.



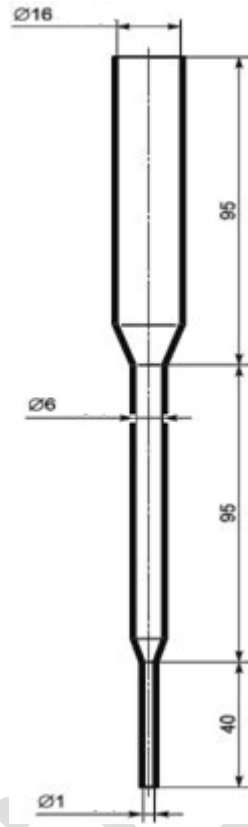
1- 15ml həcmli dərəcəli sınaq şüşəsi; 2- damcı kolbası; 3- qəbuledici; 4- əks soyuducu;
konik şifflər;

Şəkil 1. Petroleum efiri və ya heksanla yuyulmuş kvars yaxud silanlaşmış şüşə lif.

5.9 Petroleum efiri və ya heksan ilə yuyulmuş şüşə yaxud çini qazanlar.

5.10 15 ml tutumlu şüşə tıxaclı dərəcələnməmiş şüşə sınaq boruları.

5.11 Xromatoqrafiya kolonkalarının hazırlanması üçün borular (şəkil 2.).



Şəkil 2 - Xromatoqrafiya kolonkalarının hazırlanması üçün borular.

2-ci sinif dərəcələnməmiş damcıladicılar.

2ci sinif ölçü kolbaları.

5.12 Nümunənin daxil edilməsi üçün sistem, kapilyar sütun və nikel əsaslı elektron tutma detektoru (ECD) ilə təchiz olunmuş qaz xromatoqrafi.

Qeyd.

1. Elektron tutma detektoru (ECD) mənbəyi olan qapalı bir radioaktiv mənbə ilə iş mövcud tənzimləmə sənədlərinə uyğun olaraq müvafiq icazə ilə həyata keçirilir.

2. İki detektorla təchiz edilmiş və iki kapilyar borunu nümunə daxil edilən eyni sistemə qoşma qabiliyyətinə malik bir qaz xromatoqrafi bu tip analizlərin aparılması üçün uyğun gəlir, çünki eyni vaxtda əsas və təsdiqləyici analizləri həyata keçirməyə imkan verir.

5.13 50 m uzunluğunda və təxminən 0,25 mm daxili diametrdə birləşmiş polisiloksan filmi ilə örtülmüş əridilmiş silisiumun kapilyar sütunu. Digər sütunlardan istifadə etmək mümkündür, lakin bu vəziyyətdə komponentlərin zəif ayrılması müşahidə edilə bilər. Alınan nəticələri təsdiqləmək üçün orta dərəcədə qütb fazası ilə örtülmüş bir kolonkadan istifadə olunur, məsələn CP-Sil 19, OV 1701 və s.

Qeyd- Əlavə A -da CP-Sil 8 və CP-Sil 19 ilə kapilyar borularında əldə edilən polixlorlaşmış bifenillər (PXB) və xlorüzvi pestisidlər (XP) üçün saxlama müddətləri göstərilir.

6 P XB və X P-lərin standart məhlullarının hazırlanması

Müəyyən ediləcək komponentlərin fərdi standart məhlullarının və N heptanda 0,4 ml/sm³ qatılığında daxili standart məhlullarını hazırlayın. Bunun üçün 10 ml/q uyğun birləşməni (4.9) ± 0,1ml/q dəqiqliklə çəkin, ölçü kolbasını 25 sm³ qədər N heptanladoldurun və ya tərkibi N heptanla eyni olan nümunəni standart məhlul ilə doldurun. Standart məhlulların təmizliyini qaz xromatoqrafiyası ilə yoxlayırlar; hazırlanmışməhlulları inert detektor istifadə etməklə xromatoqrafiya edirlər, məsələn alov-ionlaşdırıcı detektor və ya istilik keçirici detektor. Əlavə B-yə əsasən fərdi birləşmələrin standart məhlullarından istifadə etməklə poli xlorlaşmış bifenillər (PXB) və xlorüzvi pestisitlərin (XP) həqiqi və işçi standart məhlları hazırlanır. Standart olan birləşmələr istifadə olunan qaz xromatoqrafiyası kolonkasında tamamilə parçalanmalıdır. Hazırlanmış ilkin və əlavə olunmuş standart məhlullar qaranlıq yerdə 4 °C- dən çox olmayan temperaturdan saxlanılır.

Qeyd- Məhlulların yararlılığı minimal buxarlanma şərti daxilində 1 ilə qədərdir.

7 Nümunənin götürülməsi və saxlanması

7.1 Nümunənin götürülməsi

ISO 10381-2 uyğun olaraq nümunə götürmə aparatından istifadə edərək, ISO 10381-1-ə uyğun olaraq təmsil olunan torpaq nümunələri alın.

7.2 Torpağın saxlanması və nümunənin ilkin işlənməsi.

Torpaq nümunəsinin işlənməsi götürüldükdən bacardıq qədər qısa müddətdə aparılmalıdır. Nümunəni qaranlıq yerdə 10⁰ C-dən çox olmayan temperaturda soyuducuda saxlayırlar. Xlorüzvipestisitləri (XP) təyin etmək üçün torpaq nümunəsinin saxlanma müddəti 7 gündən çox olmamalıdır. Torpaqdakı quru maddənin təyini ISO 11465-ə uyğun aparılır. Təyinat aparmaq üçün torpaq nümunəsi kifayət qədər bircins olmadıqda onu xırdalayırırlar. Xırdalanma prosesi kroyogen şərtlər daxilində susuz natrium sulfat ilə (bax 4.5) kimyəvi qurudulduqdan sonra aparılır ISO 14507. Qapslı şəraitdə saxlanılan quru nümunələr üçün otaq temperaturunda saxlanma müddəti 1 aya qədərdir.

8 Analizin aparılması

AZS ISO 10382:2020

8.1 Boş nümunənin analizi

Nümunələri analiz etməzdən əvvəl ekstraksiyada ekstraktın təmizlənməsində və analiz nümunəsində götürülən qədər reaktiv istifadə etməklə 8.2-8.5-ə uyğun boş nümunənin analizi aparılmalıdır. Torpaq nümunəsinin analizi üçün kriogen şərtlər daxilində 8 qr natrium sulfat (bax 4.5), 2 qr tolk və digər lazimi reagentləri əlavə etməklə boş təyinat aparılır. Əgər boş analizin nəticələri normadsan çox yüksəkdirsə, yəni faiz etibarlı ilə komponentlərin kütlə konsentrasiyasının aşağı sərhəddinin 10 %-dən çoxunu təşkil edirsə onda mərhələli analiz ilə aparılan təyinatın bütün mərhələlərinin çirklənmə mənbəyi müəyyənləşdirilir. Təyinatın imkanları daxilində aparılan ölçmələr zamanı hətta analiz üçün nəzərdə tutulan reaktivlər bu şərti ödəməyə bilər. Bu zaman analizə daxil olan nümunələrin hər seriyası üçün boş analiz aparılmalıdır. Boş nümunənin analizindən alınan konsentrasiyanın miqdarı tədqiq olunan maddələrin aşkarlanma həddindən aşağı olmalıdır.

8.2 Ekstraksiya və konsentrasiya

8.2.1 Quru nümunələr

20 qr quru nümunə konik kolbaya yerləşdirilir. Analiz olunan nümunənin üzərinə 50 sm³ aseton (bax 4.2) əlavə olunur və 15 dəqiqə müddətində çalxalayıcıda çalxalanır. Daha sonra 50 sm³ petroleyum efiri (bax 4.1) əlavə olunur. Və daha 15 dəqiqə çalxalanır. Ekstraksiya daha 50 sm³ petroleyum efiri (bax 4.1) ilə davam etdirilir. Ekstraktı 2 dm³ tutumlu ayırıcı qıfa yığırlar və qarışığı 2 dəfə 500 sm³ su ilə silkələyərək asetonu çıxarırlar. Ekstraktı rütubəti aradan qaldırmaq üçün susuz natrium sulfat təbəqəsindən keçirdirlər və buxarlandırıcıya köçürürlər. Natrium sulfatı 10 sm³ həcmli porsiyalarla 3 dəfə petroleyum efiri ilə yuyurlar və bu zaman yığılan petroleyum efini də buxarlandırıcıya köçürürlər.

8.2.2 Təbii nəm nümunələri

Rütubətliliyi 25%-dən çox olmayan 20 qr torpaq nümunəsini konik kolbaya yerləşdirirlər. Analiz olunan nümunəyə 50 sm³ aseton (bax 4.2) əlavə olunur və 15 dəqiqə müddətində çalxalayıcıda çalxalanır. Daha sonra 50 sm³ petroleyum efiri (bax 4.1) əlavə olunur. Və daha 15 dəqiqə çalxalanır. Ekstraksiya daha 50 sm³ petroleyum efiri (bax 4.1) ilə davam etdirilir. Əgər torpaq nümunəsinin rütubətliliyi 25%-dən çoxdursa istifadə olunan asetonun miqdarı artırılır. Ekstraksiyada istifadə olunan aseton və suyun həcm payı 9:1- dən az olmamalıdır. Aseton və petroleyum efinin həcm payı 1:2 olmalıdır. Ekstraktı 2 dm³ tutumlu ayırıcı qıfa yığırlar və qarışığı 2 dəfə 500 sm³ su ilə silkələyərək asetonu çıxarırlar. Ekstraktı rütubəti aradan qaldırmaq üçün susuz

natrium sulfat təbəqəsindən keçirdirlər və buxarlandırıcıya köçürürlər. Natrium sulfatı 10 sm³ həcmli porsiyalarla 3 dəfə petreleyum efiri ilə yuyurlar və bu zaman yığılan petreleyum efirini də buxarlandırıcıya köçürürlər. Ekstrasiyanın aparılmasında alternativ üsullardan istifadə etmək olar, məsələn ulturasəs və ya mikrodalğalı ekstrasiya, təzyiqlə ekstraksiya. Alternativ texnikada istifadə etməklə ekstraksiya aparılan zaman onun standartda qeyd olunan qaydalarla uyğunluğunu yoxlamaq lazımdır.

8.2.3 Konsentrasiya etmə

Ekstrakt buxarlandırıcıya yerləşdirilir və 10 dəqiqə müddətində konsentrasiya edilir. Konstre olunmuş ekstraktı dərəcələnməmiş sınaq şüşəsinə keçirdirlər və otaq temperaturunda zəif azotla 1 sm³-a qədər konsentre edirlər.

Qeyd-temperaturun yüksək olması və azot selinin güclü olması uçucu olan polixloşlaşmış bifenillər (PXB) və xlorüzvi pestisitlərin (XP) itkisinə səbəb ola bilər.

8.3 Ekstraktın təmizlənməsi

Xromatoqrafik kolonkaya az miqdarda kvars lifi yerləşdirilir və həlledici istifadə etmədən (2,0±0,1) qr alüminium oksid (bax 4.7) yerləşdirilməklə absorbsiya kolonkası hazırlanır. Yuyulma prosesindən əvvəl hər alüminium kolonkası yuyuculuq qabiliyyəti yoxlanılır, həmçinin polixloşlaşmış bifenillər (PXB) və xlorüzvi pestisitlərin (XP) standart məhlullarından istifadə etməklə yuyulma üçün lazımi həcm seçilir. Damcıladıcı vasitəsi ilə ekstraktı içərisində alüminium oksid olan quru absorbsiya kolonkasına keçirdirlər. 1sm³ həcmli porsiyalarla 2 dəfə sınaq şüşüsünü petreleyum efiri ilə yaxalayırırlar, alınan məhlulları həmin damcıladıcı vasitəsi ilə kolonkadaki mayenin səviyyəsi sınaq şüşüsünün yuxarı həddinə çatana qədər kolonkaya köçürürlər. Polixloşlaşmış bifenillər (PXB) və xlorüzvi pestisitləri (XP) təxminən 20 sm³ petreleyum efiri ilə yuyurlar.

Alınmış ekstraktı 2 bərabər hissəyə bölürlər. Bir hissəni əlavə olunmuş ekstraktın analizinin aparılması üçün saxlayırlar. İkinci hissəni zəif azot mühitində əlavə qızdırıcı vasitə olmadan təxminən 1 sm³ həcmində qədər konsentrasiya edirlər.

Qeyd-alternativ olaraq istifadəyə yararlı olan hazır sənaye kolonkalarını istifadə etmək olar. Polixloşlaşmış bifenil (PXB) məhlulunda kükürdün və yüklənmiş xlorüzvi pestisitlərin olması prosesin gedişinə və xromatoqramın alınmasına mane ola bilər. Əgər elementar kükürdün olması güman edilirsə onu aşağıdakı üsulla aradan qaldırırlar. 1 sm³ konsentrasiya olunmuş ekstraktı 2 sm³ tetrabutylammonyum sulfid (bax 4.10) əlavə olunur və 1 dəqiqə ərzində çalxalanır. 10 sm³ su əlavə olunur və daha 1 dəqiqə çalxalanma davam etdirilir. Üzvi fazanı su fazasından ayırırlar və qalan rütubəti aradan qaldırmaq üçün 1 qədər susuz natrium sulfat kristalları əlavə edirlər.

Qeyd-kükürdü qovmaq üçün alternativ üsullardan istifadə etmək olar, məsələn qızdırılmış mis vasitəsi ilə (bax əlavə D) .

Əgər prosesin sonrakı gedişində təmizlənməyə ehtiyac yoxdursa onda 10 ml³ daxili standart məhlul (bax 4.9.3) əlavə olunur; bu məhlulda daxili standartların kütlə konsentrasiyası işçi standart məhlulda (bax əlavə B) daxili standartın kütlə konsentrasiyasını 100 dəfə çox olmalıdır.

8.4 Polixlorlaşmış bifenillərin (PXB) və yüklənməmiş xlorüzvi pestisitlərin bəzi yüklənmiş xlorüzvi pestisitlərdən xromotoqrafik kolonka ilə ayrılması

Bəzi hallarda qaz xromotoqrafiya metodu ilə mürəkkəb quruluşlu birləşmələrin ayrılması ayrılmış tam nəticə verməyə bilər. Bu problemi bütün konsentrasiya edilmiş ekstraktı əlavə xromotoqrafiya aparmaqla aradan qaldırmaq olar.

Konsentrasiya edilmiş ekstraktı xromotoqrafik kolonkada silikogel ilə (bax 4.8) 2 hissəyə ayırırlar. Birinci fraksiya tərkibində polixlorlaşmış bifenillər və yüklənməmiş xlorüzvi pestisitlər (heksaxlorbenzol, P, P'-DDT, heptaxlor, aldrin, P, P'-DDE). İkinci fraksiya tərkibində daha polyar xlorüzvi pestisitlər (α -heksaxloran, β -heksaxloran, γ -heksaxloran, dieldrin, endrin, o, p'-DDD, α -endosulfan) saxlayır. Kolonkanın tutuculuq qabiliyyətini PXB və XP-lərin standart məhluldan istifadə edilərək yoxlanılır. Əgər birinci fraksiyada olan birləşmələr ikinci fraksiyada görünərsə və ya birinci fraksiyada yuxarıda sadalanan birləşmələr yoxdursa, lazım gələrsə suyun miqdarını artıraraq silikogelin (4.8-ə uyğun) fəaliyyətini tənzimləyirlər. Əks halda, yəni ikinci fraksiyada olan birləşmələrə birinci fraksiyada rast gəlinərsə əlavə olunan suyun miqdarını azaldırlar.

Ekstraktları aşağıdakı qaydada ayırırlar. Az miqdar kvarts lifini xromotoqrafiya trubkasına yerləşdirirlər. (1,5±0,1) qr. silikogel (bax. 4.8) yerləşdirirlər və 1 sm qalınlığında natrium sulfat (bax 4.5) əlavə edirlər. Pipet vasitəsi ilə ekstraktı içərisində silikogel olan quru adsorbsiya kolonkasına keçirirlər. Sınaq şüşəsini 1 sm³ porsiyalarla heksan ilə yaxalayırırlar və əmələ gələn məhlulları həmin pipetlə mayenin səviyyəsi qabın yuxarı sərhəddinə çatana qədər kolonkaya tökürlər.

Birinci fraksiyadan 25 sm³ heksan və 25 sm³ heksan qarışığı yuyulur: dietil efiri (75:25 həcm nisbəti, ikinci fraksiya).

Qeyd- İstifadəyə yarımlı sənaye kolonkalarını alternativ vasitə kimi istifadə etmək olar.

Alınmış hər iki ekstraktı iki yerə bölürlər və hər ekstraktın bir hissəsini təkrar analiz aparmaq üçün kənara qoyurlar. Hər iki fraksiyanın artıq qalan hissəsini 1 sm³ sınaq şüşələrində otaq temperaturunda zəif azot mühitində buxarlandırırlar.

Daxili standart məhlullardan (bax. 4.9.3) 10 mlm³ həcmində əlavə edirlər; bu məhluldakı daxili standart məhlulların kütlə konsentrasiyası işçi standart məhluldakı eyni standartların kütlə konsentrasiyasından 100 dəfə çox olmalıdır (bax əlavə B).

8.5 Qaz xromatoqrafik analiz

8.5.1 Ayrılma şərtlərinin optimallaşdırılması

Optimal ayrılma üçün qaz xromatoqrafını rejimləri optimallaşdırılır. PXB-138 üçün plitələrin sayı və tutum faktoru müvafiq olaraq ən azı $6 \cdot 10^4$ və temperatur 220°C olmalıdır. PXB-28 piki inteqrasiya edən zaman PXB-28 və PXB-31 xromatoqrafik piklərinin ayrılması (0,5-dən az olmayaraq) müşahidə olunmalıdır. Aşağıda qaz xromatoqrafının tənzimlənmiş rejimləri göstərilmişdi.

İnjektorun temperaturu 210°C

(bölünməz axın ilə injeksiya olunan zaman)

Kolonkanın temperaturu 80 °C ilk 4dəq.ərzində sonra

4°C/dəq sürətilə 300 °C -ə qədər

Detektorun temperaturu 300 °C

Qaz daşıyıcı helium

Qaz daşıyıcı axının xətti sürəti 20-30 sm/san

8.5.2 Kalibrləmə asılılıqlarının qurulması.

8.5.2.1 Ümumi vəziyyət.

İki növ kalibrləmə mövcuddur: ilkin kalibrləmə (bax 8.5.2.2) və ilkin kalibrlənmənin dayanıqlığının yoxlanılması ilə birgə aparılan gündəlik kalibrləmə (bax 8.5.2.3).

İlkin kalibrləmə kalibrləmə əyrisinin xətti iş aralığını tapmaq üçün istifadə olunur.

Metodun ilkin qiymətləndirilməsi zamanı və ya avadanlıq dəyişdirildikdən yaxud təmir edildikdən sonra aparılır. Gündəlik kalibrləmə ilkin kalibrləmə xarakteristikasının xətti iş aralığının tətbiq olunmasını yoxlamaq üçün istifadə olunur və hər analiz seriyasından əvvəl aparılır.

Qeyd - Qeyri-xətti kalibrləmə metodlarının etibarlı olduqları təqdirdə istifadə edilməsinə icazə verilir.

AZS ISO 10382:2020

8.5.2.2 İlk kalibrlemə.

Ən azı beş standart məhlulun xromatoqramlarını, solventin xromatoqramı da daxil olmaqla, əlavəyə uyğun təyin olunan maddələrin bərabər konsentrasiyaları ilə qeyd edin (bax: Əlavə B). Zəruri hallarda fərdi komponentlərin xromatoqramlarından istifadə edərək Əlavə A-ya uyğun olaraq pikləri müəyyənləşdirin. Hər bir qarışıq üçün kalibrlemə xüsusiyyətləri müəyyən edilir.

Hesablamalar üçün pik sahələri əvəzinə pik hündürlüklərindən istifadə etmək tövsiyə olunur.

Ən kiçik kvadratlar metodundan istifadə edərək kalibrlemə məhlullarında birləşmənin kütlə konsentrasiyasının bütün səviyyəsini təmin edən bir düz xətt tənliyinin parametrləri hesablanır. Əgər mənbə hesablanmış düz xətt aralığına düşsə, 95% ehtimalı varsa, düz xəttin başlanğıcdan keçməsi nəzərə alınaraq xətti reqresiya tənliyi yenidən hesablanır.

Mənşə düz xətt aralığına 95% ehtimalla düşmürsə, ən yüksək konsentrasiyalı məhlulu xaric edin və hesablamaları təkrarlayın.

Ölçülən dəyərlərin birinci kalibrlemə düz xəttindən yayınmasını təyin edin. Ən yüksək konsentrasiyalı məhlulun dəyərləri 5% -dən çox olmamaqla, bütün konsentrasiya aralığının xəttlik aralığına düşdüyü güman edilir. Sapma% 5-dən çoxdursa, ən yüksək konsentrasiyanın dəyərlərini çıxarmaqla aralığı daralın və ən yüksək konsentrasiyalı nöqtə nəzərə alınmadan işlənməni təkrarlayın.

Gündəlik kalibrlemə üçün iş standart həlli olaraq xətti aralığın ortasına ən yaxın konsentrasiyalı kalibrlemə həllini seçin (bax 8.5.2.3). Nümunələrdəki konsentrasiya diapazonu müəyyən edilmiş hesablanmış xətti diapazondan daha azdırsa, işləyən standart həll olaraq nümunələrdəki komponentlərin konsentrasiyası aralığının ortasına uyğun gələn daha az konsentrasiyalı bir kalibrlemə həllindən istifadə edilməsinə icazə verilir.

8.5.2.3 Gündəlik kalibrlemə

Hər bir analiz seriyasından əvvəl əsas kalibrlemə asılılığını aşağıdakı kimi yoxlayın.

Qurulan xətti diapazonun $(20 \pm 10)\%$ və $(80 \pm 10)\%$ səviyyəsində konsentrasiyası olan ən azı iki kalibrlemə standartının xromatoqramlarını qeyd edin və ölçmələrə əsasən düz xətt tənliyini hesablayın. Hesablanmış düz xətt ən azı 95% ehtimal ilə əsas kalibrlemə zamanı əldə edilmiş düz xətt ilə üst-üstə düşərsə, əsas kalibrlemə etibarlı sayılır. Əks təqdirdə, 8.5.2.2-ə uyğun olaraq yeni bir kalibrlemə əyrisi qurun.

Əsas kalibrlemə yoxlandıqdan sonra aşağıdakı kimi davam edin.

İşləyən standart məhlulun kromatoqramı qeyd olunur. Alınan xromatoqrama əsasən, bütün PCB və XP-lər üçün nisbi tutma müddətləri daxili standartla əlaqəli olaraq təyin olunur.

X birləşməsinin nisbi saxlama müddəti t_{RRX} PXB-155 daxili standartına uyğun olaraq aşağıdakı formulla hesablanır :

$$t_{RRX} = \frac{t_{ARX}}{t_{AR_{\text{PXB-155}}}} \quad (1)$$

t_{ARX} - **X** birləşməsinin mütləq tutma müddəti, dəq və ya san

$t_{AR_{\text{PXB-155}}}$ - daxili standart PXB-155-in mütləq tutma müddəti, dəq və ya san

Daha sonra bütün PXB və XP üçün daxili standart PXB-155-ə görə nisbi əmsal təyin edilir.

X birləşməsinin nisbi əmsalı r_{relX} PXB-155 daxili standartına uyğun olaraq aşağıdakı formulla hesablanır :

$$r_{relX} = \frac{r_X}{r_{\text{PXB-155}}} = \frac{c_{\text{PXB-155}}}{c_X} \quad (2)$$

r_X - **X** birləşməsinin nisbi əmsalı

$r_{\text{PXB-155}}$ - daxili standart PXB-155-in nisbi əmsalı

c_X - **X** birləşməsinin kütlə konsentrasiyasıdır

$c_{\text{PXB-155}}$ - daxili standart PXB-155-in kütlə konsentrasiyasıdır.

X birləşməsinin və daxili standartın kütlə konsentrasiyası eyni vahidlə ifadə olunmalıdır.

8.5.3 Ölçmələrin aparılması.

8.4-ə uyğun olaraq əldə edilən ekstraktların xromatoqramları işlənir. Mütləq tutma müddətlərindən istifadə edərək daxili standartların pikləri müəyyənləşdirilir. Xromatoqramlarda qalan piklər üçün nisbi tutma müddətləri hər iki daxili standarta uyğun müəyyən edilir. Əgər birləşmənin nisbi tutma müddəti 8.5.2-ə hesablanmış nəticədən 0.2%-dən çox fərqlənmirsə birləşməni identifikasiya edirlər.

Müəyyən edilmiş birləşmələrdən hər hansı birinin olması orta dərəcədə qütblü bir faza sütunu və ya QX / KS (qaz xromatoqrafiyası-kütlə spektroskopiyası) ilə 8.5.1-ə uyğun olaraq xromatoqramın yenidən qeyd edilməsi ilə təsdiqlənir.

AZS ISO 10382:2020

Bir və ya daha çox PXB və ya XP-nin hesablanmış kütlə konsentrasiyası verilmiş birləşmə üçün xətti diapazonun yuxarı səviyyəsini aşarsa, ekstrakt durulaşdırıldıqdan sonra yenidən xromatoqrafiya edilməlidir. Bunu etmək üçün 8.3-də əldə edilən ekstraktın ikinci hissəsini istifadə edilir. Ekstraktın bu hissəsi təyin olunan birləşmənin tərkibi xətti konsentrasiya aralığına düşəcək şəkildə durulaşdırılır. Sonra 8.4-ə uyğun olaraq 10 mm³ standart məhlullar əlavə edilir və 8.5-dən başlayaraq analiz prosesi təkrarlanır.

8.5.4 Hesablamaların aparılması.

8.5.4.1 Ümumi qaydalar.

PXB və XP konsentrasiyalarının kəmiyyət hesablamaları ekstrakta əlavə edilmiş daxili standartdan istifadə edilərək həyata keçirilir. Bununla birlikdə, burada saxlama müddəti daxili standartın saxlama vaxtı ilə üst-üstə düşən müdaxilə edən bir birləşmə piki olduqda səhvlər mümkündür. Buna görə ekstrakta müdaxilə edən komponentlərin olub olmadığını müəyyənləşdirmək üçün iki daxili standart əlavə olunur. Müvafiq daxili standartlar istifadə olunan kapilyar sütunların xüsusiyyətlərindən asılı olaraq seçilir. Yalnız hər iki sütundakı tutma müddəti analiz edilən komponentlərdən hər hansı birinin tutma vaxtı ilə üst-üstə düşməyən birləşmələr standart olaraq istifadə edilə bilər.

Müdaxilə edən birləşmələrin olması və ya olmaması daxili standartların ölçülmüş cavablarından müəyyən edilir. Ekstraktda müdaxilə edən birləşmələr yoxdursa, ekstraktın daxili standartların cavablarının nisbəti onların standart məhlullardakı nisbətinə bərabərdir. Bu iki əlaqənin nisbəti R_{relr} əmsallarının nisbi əlaqəsi adlanır. Müdaxilə edən birləşmələr olmadığı təqdirdə R_{relr} -in qiyməti 1.00 olur. Bu standartda görə $R_{relr} = 1,00 \pm 0,05$ olduqda ekstraktda müdaxilə edən birləşmələrin olmadığını qəbul edilir.

$R_{relr} 1.00 \pm 0.05$ -dən fərqlənirsə, daxili standartlardan birinin əmsalına ekstraktda olan bir birləşmə maneçilik törətdiyi düşünülür. Bu vəziyyətdə kəmiyyət hesablamaları müdaxilə edilməyən daxili bir standartla uyğun olaraq aparılır. Praktikada bu, bütün ekstraktların xromatoqramlarını eyni daxili standartla hesablamaq və bütün ekstraktlar üçün R_{relr} dəyərlərini hesablamaqla həyata keçirilir. Seçilmiş standartın cavabına yalnız $R_{relr} > 1.05$ olduqda müdaxilə olunur. Belə hallarda, kəmiyyət hesablamaları başqa bir standartla nisbətən hesablanan konsentrasiyaları hər nəzərdən keçirilmiş çıxarış üçün R_{relr} dəyərində vurmaqla (hasili ilə) edilə bilər.

Qeyd olunan yoxlama testi, yalnız nəzərdən keçirilən xromatoqramdakı daxili standart piklərin olduğu yerdə mümkün kənar təsirləri aşkar etmək üçündür. Təhlil olunan PXB və XP-lərin piklərində

müdaxilə edən birləşmələrin olmaması, müəyyən edilmiş komponentlərin mövcudluğunun təsdiqlənməsi ilə müəyyən edilir (8.4-ə uyğun olaraq). Test, orijinaldan 10% -dən çox olmayan nəticə verərsə, PXB və XP piklərində müdaxilə edən birləşmələrin olmadığı ehtimal olunur.

Test nəticələri əvvəlcə əldə ediləndən daha aşağı konsentrasiya nəticələri verirsə, ilkin hesablanan konsentrasiyaların həddindən artıq qiymətləndirildiyi və müdaxilə edən birləşmələrin təsiri səbəbindən qəbul edildiyi düşünülür. Bu vəziyyətdə əldə edilən dəyərlərin ən aşağı hissəsi təhlil nəticəsində daha inandırıcı olaraq alınır.

8.5.4.2 Hesablamaların aparılma prosesi

PXB və XP-lərin daxili standart nisbətən konsentrasiyaları aşağıdakı kimi hesablanır. Daxili standartın cavabının doğruluğu təsdiq olunur:

Aşağıdakı tənlikdən istifadə edərək daxili PXB və XP standartları üçün R_{relr} əmsallarının nisbi əlaqəsi hesablanır:

$$R_{relr} = \frac{r_{e,155}}{r_{e,2}} \cdot \frac{r_{s,2}}{r_{s,155}} \quad (3)$$

R_{relr} – əmsallarının nisbi əlaqəsi;

$r_{e,155}$ – ekstraktdakı PXB-155-in nəticəsi;

$r_{e,2}$ – ekstraktdakı ikinci seçilmiş standartın nəticəsi;

$r_{s,155}$ – işçi standart məhlulda PXB-155-in nəticəsi;

$r_{s,2}$ – işçi standart məhlulda ikinci seçilmiş standartın nəticəsi;

R_{relr} əmsallarının nisbi əlaqəsi əzəri olaraq 1-ə bərabərdir.

$R_{relr} = 1.00 \pm 0.05$ olarsa, daxili standartların konsentrasiyalarının düzgün hesablandığı düşünülür və (4) düsturu üçün $R_{relr} = 1.00$ götürülür. AA 0,95-dən az və ya 1,05-dən çoxdursa, hər iki daxili standart üçün xromatoqram hesablamaları yenidən yoxlanılmalıdır. Piklərin forma və eninə xüsusi diqqət yetirilir. Kəmiyyət hesablamaları düzgündürsə, 0.95-dən aşağı R_{relr} üçün son konsentrasiyaları hesablayarkən heç bir düzəliş edilmir, yəni $R_{relr} = 1.00$ götürülür, lakin R_{relr} üçün nəticə 1.05-dən çox olarsa o zaman cavab olaraq əldə olan nəticə götürülür.

Daxili PCB-155 standartına uyğun müəyyən edilmiş birləşmələrin kütlə payı aşağıdakı formula əsasən hesablanır:

$$P_{m,i} = \frac{r_{e,i}}{r_{e,155}} \cdot \frac{m_{e,155}}{r_{rel,i,155}} \cdot \frac{2f_t}{m_s \cdot Pd} \cdot R_{relr} \quad (4)$$

AZS ISO 10382:2020

$\rho_{m,i}$ – nümunədəki fərdi PXB və ya XP-lərin tərkibi, mkg / kg quru maddə;

$r_{e,i}$ – ekstraktdakı PXB və ya XP-lərin nəticəsi

$r_{e,155}$ – daxili standart PXB-155-in ekstraktdakı nəticəsi

$m_{e,155}$ – daxili standart PXB-155-in ekstraktdakı kütləsi ,nanoqram

$r_{rel,i,155}$ –PXB və ya XP-in PXB-155-ə nəzərən standart məhlulda nisbi əmsalı

f_t – [2]-ə uyğun əlavə faktor.

m_s – analiz olunan nümunənin kütləsi, qr.

ρ_d – yaş nümunədə quru maddənin kütlə payı, qurudulma qaydası 105 °C-də [1]-ə uyğun aparılmaqla təyin olunur.

R_{rel} – əmsallarının nisbi əlaqəsi (bax 8.5.4).

Alınan nəticələr Cədvəl 2-yə uyğun olaraq yuvarlaqlaşdırılır.

Cədvəl 2

| Nəticə, mkq/kq | Yuvarlaqlaşdırma aparılır, mkq/kq |
|------------------|-----------------------------------|
| 1- 100 | 1 |
| 100 -1000(daxil) | 10 |

9 Hesabat

Hesabata daxildir:

– analiz olunan nümunə haqqında məlumat;

–həqiqi standartta istinad;

–qaz xromotoqrafiyası analizinin şərtləri və istifadə olunan kolonkaların təsviri;

–quru maddədəki PXB və ya PX-lərin miqdarı mkq/kq, cədvəl 2-ə uyğun olaraq;

–bu standartda göstərilməyən, lakin əldə edilmiş nəticələrin adekvat təqdimatı üçün əlavə məlumat.

Əlavə A

(məlumatverici)

Polixlorlaşmışbifenillər və xlorüzvi birləşmələrin iki kapilyar kolonkadakı tutma müddətləri.

Cədvəl A.1

| Birləşmə | Tutmamüddəti, dəq. | |
|------------------------------------|--------------------|-------------|
| | Kolonka A* | Kolonka B** |
| 1,3,5-trixlorbenzol | 12,67 | 12,16 |
| 1,2,4-trixlorbenzol | 13,75 | 13,59 |
| 1,2,3-trixlorbenzol | 14,81 | 14,69 |
| 1,2,3,5-tetraxlorbenzol | 18,25 | 17,35 |
| 1,2,4,5- tetraxlorbenzol | 18,25 | 17,35 |
| 1,2,3,4- tetraxlorbenzol | 19,82 | 19,34 |
| Pentaxlorbenzol | 24,19 | 23,12 |
| Heksaxlorbenzol | 29,50 | 28,38 |
| α- HXTH(heksaxlorcikloheksan) | 29,01 | 30,36 |
| β- HXTH(heksaxlorcikloheksan) | 30,22 | 35,41 |
| γ- HXTH(heksaxlorcikloheksan) | 30,63 | 32,29 |
| Aldrin | 35,75 | 34,82 |
| Dieldrin | 40,40 | 40,76 |
| İzodrin | 37,00 | 36,53 |
| Endrin | 41,57 | 41,86 |
| Telodrin | 36,38 | 35,93 |
| Heptaxlor | 34,13 | 33,55 |
| Heptaxlorepoxid(<i>trans</i> -) | 37,60 | 37,90 |
| Heptaxlorepoxid (<i>sis</i> -) | | |
| α-Endosulfan | 39,12 | 39,01 |
| <i>o,p'</i> -DDD | 40,55 | 41,33 |
| <i>p,p'</i> -DDD | 42,27 | 43,92 |
| <i>o,p'</i> -DDE | 38,58 | 38,36 |
| <i>p,p'</i> -DDE | 40,05 | 39,87 |
| <i>o,p'</i> -DDT | 42,56 | 42,28 |
| <i>p,p'</i> -DDT | 44,64 | 45,19 |
| PXB-28 | 33,32 | 32,98 |
| PXB-52 | 34,85 | 34,54 |
| PXB-101 | 38,71 | 38,27 |
| PXB-118 | 41,89 | 41,61 |
| PXB-138 | 45,00 | 44,54 |
| PXB-153 | 43,18 | 42,49 |
| PXB-180 | 50,41 | 49,47 |
| * 50m CP-Sil 8; 0,22mm · 0,12 mkm. | | |

** 50 m CP-Sil 19; 0,22mm · 0,12mkm.

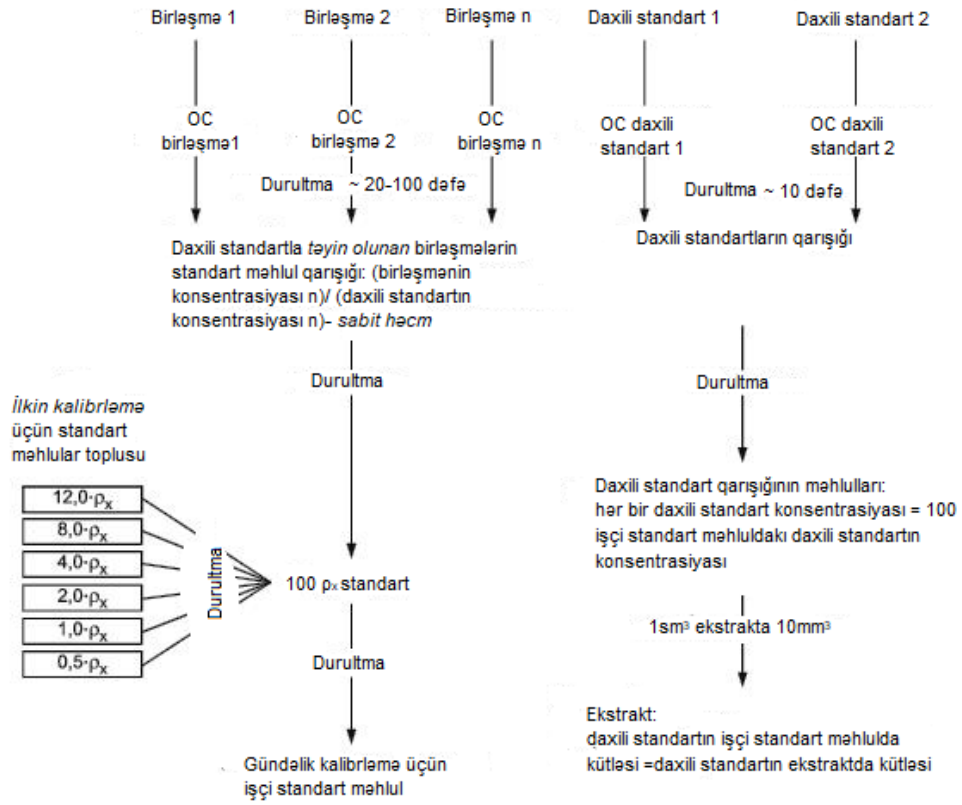
Qeyd - İstifadə olunan kolonkadan asılı olaraq, bu PXB-lərin digər kongenerlərlə birlikdə yuyulması mümkündür. Bu haqda məlumatı müvafiq kolonkanın spesifikasiyasından və ya test xromatoqramlarından əldə etmək olar.

LAYIHƏ

Əlavə B

(məlumatverici)

Daxili standartlar daxil olmaqla standart məhlulların hazırlanması sxemi.



ρ_x üçün ilk olaraq 10 mkq/dm³ istifadə olunur.

Birləşmə n - cədvəl 1-dəki standartlardan biri (4.9.1 və ya 4.9.2)

Daxilistandard m- cədvəl 1-dəki daxili standartlardan biri (4.9.3)

OC- əsas standart məhlulların fərdi konsentrasiyası (bax 6.)

Əlavə C

(məlumatverici)

Hollandiyada aparılan laboratoriyalararası təcrübənin nəticələri.

AZS ISO 10382:2020

Analiz üçün beş müxtəlif torpaq nümunəsi təklif edilmişdir. Təcrübədə 6-dan 10-a qədər laboratoriya iştirak etmişdir. Nəticə olaraq təkrarlanmanın nisbi standart xətası(rsd) və analiz nümunəsindəki təyin olunan maddələrin konsentrasiyalarının orta dəyəri təqdim olunmuşdur.

Cədvəl C.1

| Birləşmələr | Torpağın aşkarlanma həddi, (mq/kq) ρ_d | Dib çöküntülərinin aşkarlanma həddi, (mq/kq) ρ_d | Torpaq üçün təkrarlanma şəraitində dəqiqlik, r % | Dib çöküntüləri üçün təkrarlanma şəraitində dəqiqlik, r % |
|--------------------------------|---|---|--|---|
| PXB | | | | |
| PXB-28 | 1,0 | 1,5 | 10 | 10 |
| PXB-52 | 1,7 | 1,0 | 9 | 9 |
| PXB-101 | 0,5 | 0,4 | 8 | 7 |
| PXB-118 | 0,5 | 0,5 | 5 | 10 |
| PXB-138 | 3,1 | 0,3 | 6 | 4 |
| PXB-153 | 0,8 | 0,2 | 5 | 10 |
| PXB-180 | 0,4 | 0,3 | 5 | 5 |
| XP | | | | |
| Aldrin | 0,2 | 0,5 | 13 | 8 |
| Dieldrin | 0,3 | 0,2 | 9 | 9 |
| Endrin | 0,4 | 0,3 | 8 | 14 |
| 2,4'-DDT/4,4'-DDT | 0,4/4,4 | 0,3/0,2 | 7/9 | 34 |
| 2,4'-DDD/4,4'-DDD | 0,3/0,4 | 0,14/0,15 | 7/5 | 9/6 |
| 2,4'-DDE/4,4'-DDE | 0,3/0,8 | 0,13/0,10 | 10/5 | 11/12 |
| α -Endosulfan | 0,1 | 0,39 | 12 | 7 |
| α -HXTH | 0,1 | 0,23 | 14 | 12 |
| β -HXTH | 0,3 | 0,24 | 8 | 12 |
| γ -HXTH (lindan) | 0,2 | 0,24 | 13 | 11 |
| Heptaxlor | 0,3 | 0,51 | 12 | 13 |
| <i>trans</i> -heptaxlorepoksid | 0,2 | 0,3 | 9 | 7 |
| <i>trans/sis</i> -xlordan | 0,3/0,3 | 0,3/0,2 | 9/9 | 12/10 |
| Heksaxlorbutadien | 0,2 | 0,7 | 27 | 22 |
| Triaxlorbenzol | 1,6 | 0,6 | 7 | 27 |
| Tetraaxlorbenzol | 0,7 | 0,8 | 13 | 10 |
| Pentaaxlorbenzol | 0,3 | 0,5 | 12 | 10 |
| Heksaxlorbenzol | 0,4 | 0,5 | 11 | 7 |

Cədvəl C.2

| Birləşmələr | Nümunə növu | | | | | | | | | |
|---------------------------|-------------|-----|-------------|-----|------------|--------|------------------------|-----|------------------------|--------|
| | Gil SC 101 | | Torf SP 111 | | Qum SS 155 | | Dib çöküntüləri WC 102 | | Dib çöküntüləri WC 106 | |
| | CKO* | w** | CKO* | w** | CKO* | w** | CKO* | w** | CKO* | w** |
| PXB | | | | | | | | | | |
| PXB-28 | 29 | 3 | | | 89 | 490 | 59 | 62 | 130 | 64 |
| PXB-52 | 59 | 3 | | | 61 | 370 | 54 | 37 | 104 | 110 |
| PXB-101 | 27 | 5 | | | 103 | 700 | 52 | 47 | 52 | 29 |
| PXB-118 | 29 | 4 | | | 46 | 490 | 47 | 34 | | |
| PXB-138 | 40 | 7 | | | 23 | 610 | 66 | 41 | | |
| PXB-153 | 27 | 8 | | | 40 | 480 | 47 | 50 | 142 | 110 |
| PXB-180 | 20 | 5 | | | 79 | 260 | 57 | 24 | 93 | 30 |
| XP | | | | | | | | | | |
| Aldrin | | | 34 | 110 | 146 | 23000 | | | 58 | 3100 |
| Dieldrin | | | 49 | 67 | 64 | 12000 | | | 73 | 6100 |
| Endrin | | | 49 | 13 | 43 | 1800 | | | 65 | 550 |
| DDT | 49 | 53 | 78 | 690 | 106 | 130000 | 47 | 26 | 80 | 230000 |
| DDD | 49 | 13 | 81 | 110 | 72 | 12000 | 117 | 19 | 51 | 110000 |
| DDE | 29 | 120 | 42 | 81 | 84 | 12000 | 66 | 16 | 85 | 4400 |
| α-Endosulfan | | | 23 | | 56 | 3500 | | | 61 | 5500 |
| α-HXTH | | | 74 | 8 | 28 | 390 | | | 47 | 7 |
| β-HXTH | | | 49 | 14 | 66 | 2300 | | | 52 | 530 |
| γ-HXTH (lindan) | | | 43 | 7 | 29 | 860 | | | 66 | 32 |
| Heptaxlor | | | 76 | 2 | 125 | 580 | | | 71 | 130 |
| Heptaxlorepoksid | | | | | 77 | 620 | | | 67 | 35 |
| Xlordan | | | | | | | | | | |
| Heksaxlorbutadien | | | | | | | | | | |
| Xlorbenzol | | | | | | | | | | |
| Triaxlorbenzol | | | | | | | | | | |
| Tetraaxlorbenzol | | | | | | | | | | |
| Pentaaxlorbenzol | | | | | | | 65 | 7 | | |
| Heksaxlorbenzol | | | | | | | 60 | 14 | | |
| * Nisbi standart xəta, %. | | | | | | | | | | |

** *Tutmanın orta dəyəri [(mkq/kq) ρ_d].*

Cədvəl C.3

| Birləşmələr | Laboratoriya sayı | r^* , % | R^{**} , % |
|---|-------------------|-------------------|--------------------|
| Gil | | | |
| PXB | 10 | 4-dən 10-a qədər | 20-dən 60-a qədər |
| XP | 10 | 4-dən 13-ə qədər | 30-dən 50-ə qədər |
| Xlorbenzol | 10 | 10-dan 15-ə qədər | - |
| Torf | | | |
| PXB | 9 | - | - |
| XP | 9 | - | 25-dən 80-ə qədər |
| Xlorbenzol | 9 | - | - |
| Qum | | | |
| PXB | 10 | - | 25-dən 100-ə qədər |
| XP | 10 | - | 30-dan 150-ə qədər |
| Xlorbenzol | 10 | - | - |
| Dib çöküntüləri | | | |
| PXB | 10 | - | 50-dən 65-ə qədər |
| XP | 10 | - | 50-dən 120-ə qədər |
| Xlorbenzol | 10 | - | 60-dan 65-ə qədər |
| Dib çöküntüləri | | | |
| PXB | 10 | 4-ən 10-a qədər | 50-dən 140-a qədər |
| XP | 10 | 4-dən 15-ə qədər | 45-dən 85-ə qədər |
| Xlorbenzol | 10 | 5-dən 15-ə qədər | - |
| * Təkrarlanma şəraitində variasiya əmsalı. | | | |
| **Təkraristehsal şəraitində variasiya əmsalı. | | | |

Əlavə D

(məlumatverici)

Elementar kükürd və bəzi üzvi kükürd birləşmələrinin təmizlənməsinin aparılması.

D.1 Reaktivlər.

D.1.1 Mis(II) sulfat 5-kristallik, $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$.

D.1.2 Xlorid turşusu, HCl, $2 \text{mol}/\text{dm}^3$ molyar qatılıqlı.

D.1.3 Dənəvari sink, hissəciklərin ölçüsü 0,3-1,4 mm.

D.1.4 Anion SAM-ların (səthi aktiv maddələr) sulu məhlulu, məsələn, natrium duzu-n-dodekan-1-sulfon turşusu, $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{11}\text{SO}_3\text{Na}$, kütlə payı 35%.

Qeyd- Digər sənaye SAM-ların istifadəsinə icazə verilir.

D.1.5 Oksigendən təmizlənmiş su.

D.1.6 Aseton.

D.1.7 Heksan.

D.2 Pirogen misin hazırlanması.

Qeyd- Pirogenik mis alovlanmağa meyllidir. Müvafiq təhlükəsizlik qaydalarına riayət edin.

45 qr. mis(II) sulfat 5-kristallik (D.1.1) –ı 1000sm^3 həcmli qabda tərkibində 20sm^3 xlorid turşusu (D.1.2) saxlayan 480sm^3 suda həll edirlər.

1000sm^3 həcmli digər qabda 15 qr. dənəvari sinki (D.1.3), 25sm^3 suyu və 1 damcı anion SAM (D.1.4) məhlulunu qarışdırırlar.

Maqnit qarışdırıcısının köməyi ilə (yüksək sürətli) bu qarışığı bircinsli suspenziya alınana qədər qarışdırın. Daha sonra, yüksək sürətdə qarışdırmanı saxlamadan şüşə çubuq vasitəsilə ehtiyatla mis(II) sulfat məhlulu damcı şəklində əlavə olunur.

Bu vəziyyətdə sərbəst hidrogen və elementar pirogenik misin qırmızı rəngli suspenziyası ayrılır.

Hidrogen praktik olaraq tam ayrılana qədər qarışdırılma davam etdirilir. Alınmış kütlə soyudulur. Əmələ gələn su ehtiyatla süzülür və qalan kütlənin qalıq duzlardan təmizlənməsi üçün 3 dəfə oksigendən təmizlənmiş su (D.1.5) ilə yuyulur.

Qarışdırma prosesini ehtiyatla davam etdirərək su asetonla (D.1.6) əvəzlənir. Bu əməliyyat 3 dəfə təkrarlanır, suyu tam kənarlaşdırmaq üçün hər dəfə 250sm^3 asetondan istifadə edilir.

Yuxarıdakı əməliyyat asetonu heksanla (D.1.7) əvəzləməklə təkrarlanır. Eyni qayda ilə 250sm^3 heksandan istifadə olunur və 3 dəfə yuyulma aparılır.

AZS ISO 10382:2020

Ehtiyatla heksandakı mis Erlenmeyer kolbasına köçürülür və heksan təbəqəsi altında saxlanılır. Hava təması olmaması üçün kolbanın ağızı hermetik bağlanılır və 2 °C do 8 °C temperaturda partlamaya davamlı termostatda saxlanılır.

Pirogenik misin saxlama müddəti 2 aydan çox deyil. Bundan sonra ekstraktı təmizləmək üçün misin effektivliyi azalmağa başlayır. Bu vəziyyətdə hazırlanmış mis hazırlığının rəngi dəyişir.

D.3Pirogenik mis istifadə etməklə təmizlənmə.

Petroleum efirində olan ekstraktı 1-2 sm³ həcmli sınaq şüşəsinə qoyun. D.2-ə uyğun olaraq hazırlanmış 100 mq pirojenik mis tozu əlavə edin. Qarışıq ən az 5 dəqiqə müddətində təxminən 3500 d/dəq fırlanma sürətində qarışdırılır (məhlul bulanıq olmamalıdır). Ekstarkt ayrılır və zərurət yarandıqda kolonka xromatoqrafiyasından istifadə edərək daha da təmizlənir.

Bibliografiya

[1] İSO 11465:1993 Torpağın keyfiyyəti. Kütləyə görə quru və yaş maddələrin təyini. Qravimetrik metod.

[2] İSO 14507:2003 Torpağın keyfiyyəti. Çirkəndirici üzvi birləşmələrin təyini üçün nümunənin hazırlanması.

LAYIHƏ



AZS ISO 10382:2020

**Torpağın keyfiyyəti- Xlorüzvi pestisidlərin və polixlorlaşmış
difenillərin təyin edilməsi**