

ԾԱՆՈՒՑՈՒՄ

ԱԶԳԱՅԻՆ ՄՏԱՆԴԱՐՏԻ ՆԱԽԱԳԾԻ ՄՇԱԿՄԱՆ ՄԱՍԻՆ

67

ՄՆՆԴԱՄԹԵՐՔԻ ՏԵԽՆՈԼՈԳԻԱ

67.100.01

1. Մշակող

Ստանդարտների ազգային ինստիտուտ ՓԲԸ,
ք. Երևան, Կոմիտասի պող. 49/2

2. Ստանդարտացման օբյեկտը ստանդարտների դասակարգչի (ՄԴ) կողմից նշումով

Կաթի և կաթնամթերքի մեջ քլորօրգանական պեստիցիդների և պոլիքլորացված բիֆենիլների պարունակությունների որոշման մեթոդ, ՄԴ 67.100.01:

3. Ազգային ստանդարտի նախագծի անվանումը

ՀՍ ԻՍՕ 8260/ԻԴՖ 130 «Կաթ և կաթնամթերք. Քլորօրգանական պեստիցիդների և պոլիքլորբիֆենիլների որոշում. Մեթոդ էլեկտրոնային զավթման դետեկտորով մազանոթային գազահեղուկային քրոմատագրիչի օգտագործմամբ»:

4. Համապատասխան միջազգային ստանդարտի դրույթներից տարբերվող դրույթները

Ազգային ստանդարտի նախագիծը համապատասխանում է ԻՍՕ 8260:2008/ԻԴՖ 130-2008 միջազգային ստանդարտին և չի պարունակում նրանից տարբերվող դրույթներ:

5. Հրապարակորեն քննարկման ժամկետը

Երկու ամիս:

6. Դիտողությունների ընդունումը իրականացվում է հետևյալ հասցեով

0051, ք. Երևան, Կոմիտասի պող., 49/2

Հեռ./ֆաքս: (37410) 28-56-20;

E-mail: sarm@sarm.am

7. Ազգային ստանդարտի նախագիծը կարելի է ձեռք բերել

0051, ք. Երևան, Կոմիտասի պող., 49/2

Հեռ. (37410) 23-58-51

ֆաքս (37410) 28-56-20

E-mail: press@sarm.am

կայք www.sarm.am

ՀԱՅԱՍՏԱՆԻ ՀԱՆՐԱՊԵՏՈՒԹՅԱՆ ՍՏԱՆԴԱՐՏ

Կաթ և կաթնամթերք

ՔԼՈՐՕՐԳԱՆԱԿԱՆ ՊԵՍՏԻՑԻԴՆԵՐԻ և ՊՈԼԻՔԼՈՐԲԻՖԵՆԻԼՆԵՐԻ ՈՐՈՇՈՒՄ

Մեթոդ էլեկտրոնային զավթման դետեկտորով մազանոթային գազահեղուկային քրոմատագրիչի օգտագործմամբ

(ISO 8260:2008/IDF130-2008, IDT)

ՀՀ ԷԿՈՆՈՄԻԿԱՅԻ ՆԱԽԱՐԱՐՈՒԹՅՈՒՆ

Սույն ստանդարտի նախագիծը ենթակա չէ կիրառման մինչև դրա ընդունումը ԵՐԵՎԱՆ

Նախաբան

Հայաստանի Հանրապետությունում ստանդարտացման ազգային համակարգի հիմնական սկզբունքները և ստանդարտացման աշխատանքների կատարման կարգը սահմանված են Հայաստանի Հանրապետության օրենսդրությամբ, ՀԱՏ 1.0-2001 «Ստանդարտացման ազգային համակարգ. Հիմնական դրույթներ» ստանդարտով:

Տեղեկություններ ստանդարտի մասին

1 ՆԱԽԱՊԱՏՐԱՍՏՎԵԼ ԵՎ ՆԵՐԿԱՅԱՑՎԵԼ Է Ստանդարտների ազգային ինստիտուտ ՓԲԸ-ի կողմից

2 ԸՆԴՈՒՆՎԵԼ Է Ստանդարտների ազգային ինստիտուտ ՓԲԸ-ի կողմից

3 ՀԱՍՏԱՏՎԵԼ և ԳՈՐԾՈՂՈՒԹՅԱՆ ՄԵՋ Է ԴՐՎԵԼ ՀՀ էկոնոմիկայի նախարարի (ստանդարտացման ազգային մարմնի ղեկավարի) 200 թվականի -ի N հրամանով

4 ԳՐԱՆՑՎԵԼ Է Հայաստանի Հանրապետության ստանդարտացման նորմատիվ փաստաթղթերի գրանցամատյանում, հմ.

5 Սույն ստանդարտը նույնական է ԻՍՕ 8260:2008/ԻԴՖ130-2008 «Կաթ և կաթնամթերք. Քլորօրգանական պեստիցիդների և պոլիքլորբիֆենիլների որոշում. Մեթոդ էլեկտրոնային զավթման դետեկտորով մազանոթային զազահեղուկային քրոմատագրիչի օգտագործմամբ» (ISO 8260-2008/IDF 130-2008 Milk and milk products. Determination of organochlorine pesticides and polychlorobiphenyls. Method using capillary gas-liquid chromatography with electron-capture detection) միջազգային ստանդարտին: ԻՍՕ 8260:2008/ԻԴՖ130-2008 միջազգային ստանդարտը մշակվել է ԻՍՕ/ՏԿ 34 «Սննդամթերք» (ISO/TC 34 Food products) տեխնիկական հանձնաժողովի ՍԿ 5 (SC 5 Milk and milk products) ենթահանձնաժողովի և Կաթի միջազգային կազմակերպության (IDF) կողմից: Թարգմանությունը կատարվել է անգլերենից (en): Միջազգային ստանդարտի պաշտոնական օրինակը գտնվում է Ստանդարտների ազգային ինստիտուտ ՓԲԸ-ում: Համապատասխանության աստիճանը՝ նույնական (IDT):

6 ԳՈՐԾԱՐԿՎՈՒՄ Է ԱՌԱՋԻՆ ԱՆԳԱՄ

Սույն ստանդարտի ուղղումների և փոփոխությունների վերաբերյալ տեղեկատվությունը, ինչպես նաև ուղղումների և փոփոխությունների տեքստերը հրատարակվում են «Ստանդարտներ և տեխնիկական պայմաններ» տեղեկատուի մեջ: Սույն ստանդարտի վերանայման կամ չեղյալ հայտարարման դեպքում համապատասխան տեղեկատվությունը կհրատարակվի նշված տեղեկատուի մեջ: Ուղղումների, փոփոխությունների, վերանայման կամ չեղյալ հայտարարման վերաբերյալ համապատասխան տեղեկատվությունը, ինչպես նաև ուղղումների և փոփոխությունների նախագծերի տեքստերը տեղադրվում են նաև ընդհանուր օգտագործման տեղեկատվական համակարգում՝ Ստանդարտների ազգային ինստիտուտ ՓԲԸ-ի ինտերնետային կայքում (www.sarm.am):

Սույն ստանդարտը չի կարելի լրիվ կամ մասնակիորեն վերարտադրել, բազմացնել և տարածել որպես պաշտոնական հրատարակություն առանց ՀՀ էկոնոմիկայի նախարարության Ստանդարտների ազգային ինստիտուտ ՓԲԸ-ի թույլտվության

Բովանդակությունը

1 Կիրառման ոլորտը	1
2 Նորմատիվ վկայակոչումները	2
3 Տերմինները և սահմանումները.....	2
4 Սկզբունքը.....	3
5 Ռեակտիվները և նյութերը	3
6 Սարքավորումները	7
7 Նմուշառումը	7
8 Նմուշի նախապատրաստումը.....	7
8.1 Կաթ	7
8.2 Խտացրած կաթ	8
8.3 Քաղցրացված խտացրած կաթ.....	8
8.4 Չոր կաթ	8
8.5 Կարագ և կաթնային յուղ.....	8
8.6 Պանիր.....	9
8.7 Այլ կաթնամթերք	9
9 Փորձանմուշի նախապատրաստումը	9
9.1 Կաթի լուծամզում	9
9.2 Քաղցրացված խտացրած կաթի, չոր կաթի, կարագի և կաթնային յուղի, պանրի լուծահանում	9
10 Ընթացակարգը	9
10.1 Ընդհանուր դրույթները.....	9
10.2 “Դատարկ” փորձարկումը	10
10.3 Սառը լուծահանումը.....	10
10.4 Մաքրումը.....	10
10.5 Գազային քրոմատագրիչ.....	11
10.6 “Դատարկ” փորձարկման արդյունքը	13
11 Հաշվարկումը և արդյունքների մշակումը.....	13
11.1 Ուղղման գործակցի հաշվարկումը	13
11.2 Ուղղման գործակցի արտահայտումը	13
11.3 Քլորոօրգանական միացության պարունակության հաշվարկումը	14
11.4 Արդյունքների արտահայտումը	14
11.5 Հարաբերական պահման ժամանակը	14
11.6 Պահման ժամանակի արտահայտումը	15
12 ճշգրտությունը.....	15
12.1 Ընդհանուր դրույթները.....	15
12.2 Կրկնելիությունը	15
12.3 Վերարտադրելիությունը.....	15
13 Փորձարկման արձանագրությունը	15
Հավելված Ա (A) (տեղեկատու) Միջլաբորատոր փորձարկումները	15
Հավելված Բ (B) (տեղեկատու) Քրոմատագրի օրինակը	17
Մատենագիտությունը.....	22

Ներածությունը

Սույն ստանդարտը նախատեսված է կաթում և կաթնամթերքում մնացորդային քլորօրգանական միացությունների՝ դրանց անջատումից հետո, ուսումնասիրության, մոնիթորինգի և հսկողության համար:

Նախկինում, պոլիքլորացված բիֆենիլները (ՊՔԲ) որոշում էին «փորձառական» մեթոդներով, հինականում օգտագործելով «առավելագույն պիկերի համեմատությունը»՝ կիրառելով էլեկտրոնային զավթումով մազանոթային գազահեղուկային քրոմատագրիչ և գլխադիրով աշտարակ: Ստուգիչ պատրաստուկների համար օգտագործվել են պերքլորացվածներից մինչև դեկաքլորբիֆենիլների խառնուրդներ կամ պերքլորիդից մինչև բիֆենիլ: Որոշումը կատարվել է բարձրորակ հեղուկային քրոմատագրիչի ուլտրամանուշակագույն դետեկտորով կամ հեղուկային գազաքրոմատագրիչի իոնացված բոցի դետեկտորով:

Վերը նշված մեթոդներն ունեն 3 կարևոր թերություն.

1. ՊՔԲ մասին տեղեկատվությունը նվազեցնելով մինչև մեկ թիվը (ՊՔԲ պարունակություն), իզոմերների բաշխման մասին տեղեկատվությունն անհետանում է: Այս տեղեկատվությունը, այնուամենայնիվ, չափազանց օգտակար է՝ վարակի աղբյուրները որոշելու և դրանց կարևորն ու անկարևորը տարբերելու համար:

2. Վերը նշված մեթոդներով որոշված «ՊՔԲ պարունակություններ»-ը, կարող են ստացվել այլ ճանապարհներով, ինչպես շատ ՊՔԲ տվյալների համար, որը նշանակում է, որ «ՊՔԲ պարունակությունը» որոշված չէ:

3. Քլորբիֆենիլներն առանձնահատուկ քիմիական միացություններ են, որոնք ունեն տարբեր հատկություններ (օրինակ՝ կենսաբանական քայքայման ունակություն, թունաբանական ազդեցություն, կուտակվելու հակվածություն): Հետևաբար, ցանկալի կլինի այդ միացությունները որոշել առանձին:

Որպես ընդհանուր հայեցակարգ անհրաժեշտ է, որ տարբեր երկրներում կաթի և կաթնամթերքի մեջ ՊՔԲ վերլուծությունները միմյանց համապատասխանեն: Դրան հասնելու համար կիրառվում են հետևյալ հիմնական նկատառումները.

ա) տարբեր լաբորատորիաներում, տարբեր իրավիճակները, օրինակ՝ մատչելի սարքավորանքը, լաբորատորիայի անձնակազմի պատրաստվածության աստիճանը, մատչելի բյուջեն և լաբորատորիայի հատուկ առաջադրանքներն ուսումնասիրելու անհրաժեշտությունը,

բ) վերլուծության նպատակը (օրինակ՝ փորձարկում, մոնիթորինգ և հսկողություն՝ օրենսդրությամբ սահմանված դեպքերում, կամ հետազոտություն) որոշելու անհրաժեշտությունը,

զ) ՊԲԲ և քլորօրգանական պեստիցիդների (ՔՕՊ) պարունակությունը միաժամանակ որոշելու անհրաժեշտությունը,

դ) հնարավորության դեպքում ՊԲԲ իզոմերների տարածվածության վերաբերյալ տեղեկատվությունը ներառելու անհրաժեշտությունը,

ե) արձանագրության ենթակա բաղադրամասերը հստակ որոշելու անհրաժեշտությունը,

զ) ՔՕՊ-ից ՊԲԲ-ի անջատման մանրակրկիտ հսկողության անհրաժեշտությունը:

ՀԱՅԱՍՏԱՆԻ ՀԱՆՐԱՊԵՏՈՒԹՅԱՆ ԱՏԱՆԴԱՐՏ

Կաթ և կաթնամթերք

ՔՆՈՐՕՐԳԱՆԱԿԱՆ ՊԵՍՏԻՑԻԴՆԵՐԻ ԵՎ ՊՈԼԻՔՆՈՐԲԻՖԵՆԻԼՆԵՐԻ ՈՐՈՇՈՒՄ

Մեթոդ էլեկտրոնային զավթման դետեկտորով մազանոթային գազահեղուկային քրոմատագրիչի օգտագործմամբ

Молоко и молочные продукты

Определение хлорорганических пестицидов и полихлорбифенилов
Метод с использованием капиллярного
газо жидкостного хроматографа с детектором электронного захвата

Milk and milk products

Determination of organochlorine pesticides and polychlorobiphenyls.
Method using capillary gas-liquid chromatography with electron-capture
detection

Գործարկման թվականը

Ն ա խ ա զ գ ու շ ա ց ու մ: Սույն ստանդարտը կիրառողները պետք է ծանոթ լինեն նորմալ լաբորատոր պայմաններին: Սույն ստանդարտի նպատակը չէ անդրադառնալ դրա կիրառման հետ կապված անվտանգության ապահովման բոլոր խնդիրներին: Սույն ստանդարտի կիրառման հետ կապված անվտանգության պահանջները և դրանց համաձայնեցումը ցանկացած կանոնակարգի պահանջների հետ պետք է սահմանվեն ստանդարտը կիրառողների կողմից:

1 Կիրառման ոլորտը

Սույն ստանդարտով սահմանվում է կաթի, խտացրած կաթի, քաղցրացված խտացրած կաթի, չոր կաթի, կարագի և կաթնային յուղի, պանրի և այլ կաթնամթերքի մեջ քնոթօրգանական պեստիցիդների (ՔՕՊ) և պոլիքլորացված բիֆենիլների (ՊԲԲ) պարունակությունների որոշման մեթոդը:

Էլեկտրոնային զավթման դետեկտորով մազանոթային գազահեղուկային քրոմատագրիչի օգտագործմամբ սույն մեթոդով որոշվում է նմուշում ՔՕՊ-ների ցածր մակարդակները՝ մինչև 5 մկգ/ կգ և հատուկ ՊԲԲ-ները՝ մինչև 2,5 մկգ/կգ պարունակության դեպքում:

Պաշտոնական հրատարակություն

2 Նորմատիվ վկայակոչումները

Սույն ստանդարտում վկայակոչված է հետևյալ նորմատիվ փաստաթուղթը: Տարեթվով վկայակոչված փաստաթուղթը կիրառելի է միայն այդ հրատարակությամբ: Առանց տարեթվի վկայակոչված փաստաթուղթը կիրառելի է միայն վերջին հրատարակությամբ (ներառյալ բոլոր ուղղումները):

ԻՍՕ 14156/ ԻԴՖ 172 Կաթ և կաթնամթերք. Լիպիդների և ճարպերում լուծվող միացությունների լուծահանման մեթոդ

3 Տերմինները և սահմանումները

Սույն ստանդարտում կիրառված են հետևյալ տերմիններն իրենց սահմանումներով:

3.1 ՊՔԲ և ՔՕՊ պարունակություններ` քլորոֆանական պեստիցիդների և պոլիքլորացված բիֆենիլների զանգվածային մասերը, որոնք որոշում են սույն ստանդարտով սահմանված ընթացակարգով:

Ծ ա ն ո թ ու թ յ ու ն ն ե ռ :

1. 2%-ից ավելի յուղի պարունակությամբ մթերքներում քլորոֆանական միացության պարունակությունն արտահայտում են միկրոգրամներով կամ միլիգրամներով` 1կգ յուղի համար:

2. Ցածր յուղայնությամբ` 2% կամ պակաս յուղայնությամբ մթերքներում քլորոֆանական միացության պարունակությունն արտահայտում են միկրոգրամներով կամ միլիգրամներով` 1կգ մթերքի համար:

4 Սկզբունքը

Փորձանմուշից լուծահանում են ճարպը և քլորորգանական միացությունները: Քլորորգանական միացություններն առանձնացնում են սառը լուծահանմամբ և մաքրում են 2 հաջորդական գործողություններով՝ օգտագործելով C18 և Ֆլորիսիլ LՊՖ (լուծահանման պինդ ֆազա):

Լուծանզուրը խտացնում և լուծում են համապատասխան ծավալով *n*-հեքսանի մեջ: Քլորորգանական միացությունները նույնականացնում են և մազանոթային գազահեղուկային քրոմատագրիչով որոշում են դրանց քանակությունները՝ օգտագործելով տրանս-նոնաքլոր որպես ներքին ստանդարտ:

5 Ռեակտիվները և նյութերը

Օգտագործում են պեստիցիդների մնացորդային քանակությունների որոշման համար անհրաժեշտ և քիմիական վերլուծությունների համար ճանաչված որակի ռեակտիվներ և թարմ թորած կամ համարժեք մաքրության ջուր:

Ն ա խ ա գ գ ու շ ա ց ու մ: Սույն ստանդարտում նշված որոշ լուծիչներ շուտ ցնդող, թունավոր և/կամ շատ պայթունավտանգ են: Ուստի անհրաժեշտ է հետևել անվտանգության ապահովման նախազգուշացումներին՝ մշակման, օգտագործման և մաքրման ժամանակ:

5.1 Ացետոնիտրիլ (CH_3CN):

5.2 Մեթիլենքլորիդ (CH_2Cl_2):

5.3 Նավթային եթերներ՝ 40 °C-ից մինչև 60 °C եռման կետերով, որոնք անհրաժեշտության դեպքում թորված են, օգտագործելով Ռաշիգի աշտարակ՝ 500 մմ-ից ոչ պակաս երկարության:

5.4 Դիէթիլ եթեր [$(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{O}$]:

5.5 *n*-հեքսան (C_6H_{14})՝ անհրաժեշտության դեպքում թորած, օգտագործելով Ռաշիգի աշտարակ՝ 500 մմ-ից ոչ պակաս երկարության կամ այլընտրանքային, **իզոկտան** (C_8H_{18}):

5.6 Նատրիումի սուլֆատ (Na_2SO_4):

5.7 Նատրիումի օքսալատ ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$):

5.8 Ացետոն (CH_3COCH_3):

5.9 Մեթանոլ (CH_3OH):

5.10 Դոդեկան ($\text{C}_{12}\text{H}_{26}$):

5.11 Լուծահանման լուծույթները

5.11.1 Ացետոնհիտրիլ/մեթիլեն քլորիդի խառնուրդ, 3:1 հարաբերությամբ:

3 ծավալ ացետոնհիտրիլը (5.1) խառնում են 1 ծավալ մեթիլեն քլորիդի (5.2) հետ:

5.11.2 Նավթային եթեր /դիէթիլ եթեր խառնուրդ (I), 1:1 հարաբերությամբ:

50 ծավալ նավթային եթերը (5.3) խառնում են 50 ծավալ դիէթիլ եթերի (5.4) հետ:

5.11.3 Նավթային եթեր /դիէթիլ եթեր խառնուրդ (II), 98:2 հարաբերությամբ:

98 ծավալ նավթային եթերը (5.3) խառնում են 2 ծավալ դիէթիլ եթերի (5.4) հետ:

5.11.4 Նավթային եթեր /դիէթիլ եթեր խառնուրդ (III), 85:15 հարաբերությամբ:

85 ծավալ նավթային եթերը (5.3) խառնում են 15 ծավալ դիէթիլ եթերի (5.4) հետ:

5.12 C 18 LՊՖ-ով սրվակ, 6 սմ³ տարողությամբ, որը պարունակում է 1 գ պինդ լուծահանիչ՝ 45 մկմ չափերով մասնիկներ, 60 A (անգստրեն) ծակոտիների չափերով (օրինակ Սեգա Բոնո էլյուտ¹⁾):

5.13 Ֆլորիսիլ¹⁾ LՊՖ-ով սրվակ, 6 սմ³ տարողությամբ, որը պարունակում է 1 գ պինդ լուծահանիչ՝ 150 մկմ-ից մինչև 250 մկմ չափերով մասնիկներ:

5.14 Սկզբնական ստանդարտ լուծույթներ

5.14.1 Տրանս-նոնաքլորի հիմնական սկզբնական ստանդարտ լուծույթ,

$c(C_{10}H_5Cl_9) = 10$ մկգ/ սմ³:

5.14.2 Աշխատանքային սկզբնական ստանդարտ լուծույթ, որը պարունակում է 1000 մկգ/սմ³ տրանս-նոնաքլոր:

50 սմ³ տարողությամբ մեկ միջով չափիչ կոլբայի մեջ կաթոցիկով լցնում են 5 սմ³ տրանս-նոնաքլորի ներքին ստանդարտ լուծույթը (5.14.1): n-հեքսանով (կամ իզոօկտանով) (5.5) նոսրացնում են՝ հասցնելով մինչև միջը և խառնում:

Տրված խտությունը կարող է ծառայել որպես ուղեցույց և ենթակա է կարգավորման՝ ըստ տարբեր պահանջների:

Եթե լուծույթի խտությունը և լուծիչը հայտնի են, ապա լուծույթները կարելի է պատրաստել նաև ծանրաչափական մեթոդով:

5.15 ՔՕՊ և ՊՔԲ ստանդարտ լուծույթները

5.15.1 Հիմնական ստանդարտ լուծույթներ, որոնցում յուրաքանչյուր բաղադրամասի պարունակությունը կազմում է 10 մկգ/ սմ³:

Ստորև նշված յուրաքանչյուր բաղադրամասի համար պատրաստում են առանձին հիմնական ստանդարտ լուծույթ՝ լուծելով 100 մկգ յուրաքանչյուրից 10սմ³ տարողությամբ

¹⁾ Սեգա Բոնո էլյուտը և Ֆլորիսիլը առևտրային անվանումներն են: Տվյալ տեղեկատվությունը տրված է միջազգային ստանդարտը օգտագործողներին օգնելու նպատակով:

մեկ նիշով չափիչ կոլբաների մեջ *n*-հեքսանոլ (կամ իզոկտանոլ) (5.5) և ավելացնելով *n*-հեքսան (կամ իզոկտան) (5.5)՝ մինչև նիշը:

ՀՔԲ (C_6Cl_6); Էնդրին ($C_{12}H_8Cl_6O$); α -ՀՔՅՀ ($C_6H_6Cl_6$); *pp*'-ՏԴԷ ($C_{14}H_{10}Cl_4$); β - ՀՔՅՀ ($C_6H_6Cl_6$); *op*'-ԴԴՏ ($C_{14}H_9Cl_5$); γ - ՀՔՅՀ ($C_6H_6Cl_6$); *pp*'-ԴԴՏ ($C_{14}H_9Cl_5$); Հեպտաքլոր ($C_{10}H_5Cl_7$); *op*'-դիկոֆոլ ($C_{14}H_9Cl_5O$); Ալդրին ($C_{12}H_8Cl_6$); Դիկոֆոլ ($C_{14}H_9Cl_5O$); Հեպտաքլոր էպօքսիդ ($C_{10}H_5Cl_7O$); Օքսիքլորդան ($C_{10}H_4Cl_8O$); γ -քլորդան ($C_{10}H_6Cl_6$); *op*'-ԴԴԷ ($C_{14}H_8Cl_4$); α -էնդոսիլֆան ($C_9H_6Cl_6O_3S$); α -քլորդան ($C_{10}H_6Cl_6$); *pp*'-ԴԴԷ ($C_{14}H_8Cl_4$); Դիելդրին ($C_{12}H_8Cl_6O$); *op*'-ՏԴԷ ($C_{14}H_{10}Cl_4$); 2,4,4'-տրիքլորոբիֆենիլ ($C_{12}H_7Cl_3$, IUPAC No. 28); 2,5,2',5'-տետրաքլորոբիֆենիլ ($C_{12}H_6Cl_4$, IUPAC No. 52); 2,4,5,2',5'-պենտաքլորոբիֆենիլ ($C_{12}H_5Cl_5$, IUPAC No. 101); 2,3',4,4',5- պենտաքլորոբիֆենիլ ($C_{12}H_5Cl_5$, IUPAC No. 118); 2,4,5,2',4',5'-հեքսաքլորոբիֆենիլ ($C_{12}H_4Cl_6$, IUPAC No. 153); 2,3,4,2',4',5'- հեքսաքլորոբիֆենիլ ($C_{12}H_4Cl_6$, IUPAC No. 138); 2,3,4,5,2',4',5'-հեպտաքլորոբիֆենիլ ($C_{12}H_3Cl_7$, IUPAC No. 180).

Ծ ա ն ո թ ու թ յ ու ն: Նշված խտությունը կարող է ծառայել միայն որպես ուղեցույց:

Եթե լուծույթի խտությունը և լուծիչը հայտնի են, ապա լուծույթները կարելի է պատրաստել ծանրաչափական մեթոդով:

5.15.2 Աշխատանքային ստանդարտ լուծույթներ (I) (1 մկգ/ սմ³):

50 սմ³ տարողությամբ մեկ նիշով չափիչ կոլբաների մեջ կաթոցիկով լցնում են յուրաքանչյուր հիմնական ստանդարտ լուծույթից (5.15.1) 5 սմ³: *n*-հեքսանոլ (կամ իզոկտանոլ) (5.5) նոսրացնում են հասցնելով մինչև նիշը և խառնում:

5.15.3 Աշխատանքային ստանդարտ լուծույթներ (II) (10 նգ/ սմ³):

100 սմ³ տարողությամբ մեկ նիշով չափիչ կոլբաների մեջ կաթոցիկով լցնում են յուրաքանչյուր աշխատանքային ստանդարտ լուծույթից (5.15.2) 1 սմ³: *n*-հեքսանոլ (կամ իզոկտանոլ) (5.5) նոսրացնում են հասցնելով մինչև նիշը և խառնում:

Ծ ա ն ո թ ու թ յ ու ն: Նշված աշխատանքային լուծույթներն օգտագործում են միայն նույնականացման նպատակով:

Եթե լուծույթի խտությունը և լուծիչը հայտնի են, ապա լուծույթները կարելի է պատրաստել նաև ծանրաչափական մեթոդով:

5.15.4 Աշխատանքային ստանդարտ լուծույթներ (III) (10 նգ/ սմ³ յուրաքանչյուր բաղադրամասի համար):

Պատրաստում են աշխատանքային ստանդարտ լուծույթ (III)՝ խառնելով բոլոր (I) աշխատանքային ստանդարտ լուծույթները (5.15.2) և տրանս-նոնաքլոր աշխատանքային ներքին ստանդարտ լուծույթը (5.14.2), հետևյալ ձևով՝

100 սմ³ տարողությամբ մեկ նիշով չափիչ կոլբայի մեջ կաթոցիկով լցնում են յուրաքանչյուր (I) աշխատանքային ստանդարտ լուծույթից (5.15.2) 1սմ³: Ավելացնում են 1սմ³ տրանս նոնաքլոր աշխատանքային ներքին ստանդարտ լուծույթ (5.14.2) և խառնում: *n*-

հեքսանոլ (կամ իզոկտանոլ) (5.5) նոսրացնում են հասցնելով մինչև միշը և կրկին խառնում են ամբողջ լուծույթը:

Ծ ա ն ո թ ու թ յ ու ն: Աշխատանքային լուծույթն (III) օգտագործում են բաժնավորման նպատակով:

Եթե լուծույթի խտությունը և լուծիչը հայտնի են, ապա լուծույթները կարելի է պատրաստել նաև ծանրաչափական մեթոդով:

6 Սարքավորումները

Օգտագործում են անհրաժեշտ լաբորատոր սարքավորումները, ինչպես նաև հետևյալ սարքերը.

6.1 Անալիտիկ կշեռք` 1մգ ճշտությամբ և 0,1մգ սանդղակի բաժանքով:

6.2 Ջրային բաղնիք, որն ապահովում է 35 °C-ից մինչև 40 °C ջերմաստիճան:

6.3 Ջրային բաղնիք, որն ապահովում է 40 °C-ից մինչև 60 °C ջերմաստիճան:

6.4 Տարաներ` տարբեր չափերի, հերմետիկ կափարիչներով, նմուշների համասեռացման համար (տե՛ս 8.2 մինչև 8.4):

6.5 Սառեցնող կենտրոնախուսակ (ցենտրիֆուգ), որը կարող է ապահովել 1200 ց ճառագայթային (կենտրոնախուս) արագացում` մինուս 15 °C-ում և սարքավորված է 5 սմ³ տարողությամբ կենտրոնախուսման փորձանոթներով:

6.6 Ռոտորային գոլորշարար` կարող է աշխատել 35°C-ից մինչև 40°C ջերմաստիճանում, սարքավորված է վակուումային պոմպով, խտարարի և գոլորշիացման անոթներով:

6.7 Կաթոցիկներ` տարբեր չափերի:

6.8 Գազային քրոմատագրիչ, որը սարքավորված էլեկտրոնային զավթման դետեկտորով, որը հարմար է ԲՕՊ և ՊԲԲ որոշման համար :

7 Նմուշառումը

Լաբորատորիան պետք է կարողանա ստանալ տեղափոխման կամ պահման ժամանակ չվնասված կամ փոփոխության չենթարկված նմուշ:

Սույն ստանդարտով չի սահմանվում նմուշառման մեթոդը: Նմուշառման հանձնարարելի մեթոդը սահմանված է ԻՍՕ 707/ԻԴՖ 50 միջազգային ստանդարտով:

8 Նմուշի նախապատրաստումը

8.1 Կաթ

Կարգավորում են նմուշառման ջերմաստիճանը 35°C-ից մինչև 40°C` օգտագործելով ջրային բաղնիք (6.2): Անընդհատ, բայց զգուշությամբ թափահարելով նմուշի տարան մանրակրկիտ խառնում են նմուշը` առանց փրփրացնելու կամ հարելու: Այնուհետև նմուշն արագ սառեցնում են մինչև 20°C:

8.2 Խտացրած կաթ

Նմուշով տարան շրջելով թափահարում են: Բացում են տարան: Նմուշը դանդաղ լցնում են հերմետիկ կափարիչով (6.4) երկրորդ տարայի մեջ՝ անընդհատ խառնելով, որպեսզի առաջին տարայի մեջ առանձնացած և պատերին կամ հատակին կպած յուղը կամ մասնիկները նույնպես տեղափոխվեն: Այնուհետև նմուշն ամբողջությամբ տեղափոխում են երկրորդ տարայի մեջ և այն փակում են:

Անհրաժեշտության դեպքում, փակ տարաները, օրինակ՝ փակ թիթեղյա բանկաները, պահում են ջրային բաղնիքում (6.3) 40 °C-ից մինչև 60°C ջերմաստիճանային պայմաններում: Թիթեղյա բանկան յուրաքանչյուր 15 րոպե մեկ անգամ հանում և թափահարում են: Թիթեղյա բանկան 2 ժամ հետո հանում են և թողնում սառչելու սենյակային ջերմաստիճանում: Բացում են հերմետիկ կափարիչը և պարունակությունը խառնում են գդալով կամ թիակով:

8.3 Քաղցրացված խտացրած կաթ

Բացում են տարան և նմուշը մանրակրկիտ խառնում են գդալով կամ թիակով՝ ներքևից վերև, որպեսզի տարայի վերևի և ներքևի մասերը խառնվեն: Պետք է հետևել նաև, որպեսզի նմուշին խառնվի նաև տարայի պատերին կամ հատակին մնացած կաթը: Այնուհետև նմուշն ամբողջությամբ տեղափոխում են երկրորդ տարայի մեջ և այն փակում են:

Անհրաժեշտության դեպքում, փակ տարաները, օրինակ՝ փակ թիթեղյա բանկաները, պահում են ջրային բաղնիքում (6.3)՝ 30 °C-ից մինչև 40°C ջերմաստիճանային պայմաններում: Բացում են թիթեղյա բանկան, տեղափոխում են պարունակությունն ավելի մեծ տարայի մեջ, որպեսզի հնարավոր լինի մանրակրկիտ խառնել, մինչև ամբողջ զանգվածը համասեռ դառնա:

Այն դեպքում, եթե նմուշը ճկուն տարայում է՝ բացում են տարան և պարունակությունը տեղափոխում բանկայի մեջ: Հետո կտրելով տարան, հանում են պատերին կպած ամբողջ նյութը և ավելացնում են բանկայի պարունակությանը:

8.4 Չոր կաթ

Տարան անընդհատ պտտելով և շրջելով՝ նմուշը մանրամասն խառնում են և ամբողջությամբ տեղափոխում հերմետիկ կափարիչով և բավականաչափ տարողությամբ տարայի մեջ:

8.5 Կարագ և կաթնային յուղ

Խառնում են փորձանմուշը գդալով կամ թիակով:

8.6 Պանիր

Քերում կամ տրորում են պանիրը՝ կախված կառուցվածքից:

8.7 Այլ կաթնամթերք

Համոզվում են, որ նմուշը համասեռ է:

9 Փորձանմուշի նախապատրաստումը

9.1 Կաթի լուծամզում

250 սմ³ տարողությամբ բաժանիչ ձագարի մեջ լցնում են 50 սմ³

նախապատրաստված նմուշից (տե՛ս 8.1), 50 սմ³ մեթանոլ (5.9) և 0.5 գ նատրիումի օքսալատ (5.7): Ձագարն իր պարունակությամբ թափահարում են մոտ 1 րոպե: Ավելացնում են 25 սմ³ դիէթիլ եթեր (5.4) և կրկին թափահարում են մոտ 1 րոպե: Ավելացնում են 25 սմ³ նավթային եթեր (5.3) և կրկին թափահարում են մոտ 1 րոպե: Թողնում են ձագարը հանգիստ, որպեսզի ֆազերն առանձնանան: Ֆազերի ոչ բավարար բաժանման դեպքում, դրանք բաժանում են կենտրոնախուսուձով՝ 5 րոպեում 1500 պտույտ արագությամբ::

Տեղափոխում են օրգանական ֆազը բավարար տարողությամբ կոնաձև կոլբայի մեջ, իսկ ջրային ֆազը՝ մեկ այլ բաժանիչ ձագարի մեջ: Ջրային ֆազը լուծահանում են երկու անգամ՝ 50 սմ³ նավթային եթեր/ դիէթիլ եթեր (I) լուծույթով (5.11.2): Երկու լուծամզուքներն ավելացնում են օրգանական ֆազով կոնաձև կոլբայի պարունակությամբ: Հավաքված լուծամզուքները ջրազրկում են՝ կոնաձև անոթի մեջ ավելացնելով մոտ 10գ նատրիումի սուլֆատ և խառնում: Օրգանական ֆազը զտում են ռոտորային գոլորշարարում (տե՛ս 6.6): Լուծիչները գոլորշիացնում են 35°C-ից մինչև 40°C ջերմաստիճանում:

9.2 Քաղցրացված խտացրած կաթի, չոր կաթի, կարագի և կաթնային յուղի, պանիրի լուծահանում

Նմուշից յուղն առանձնացնում են ԻՍՕ 14156/ԻԴՖ 172 միջազգային ստանդարտում նկարագրված մեթոդով:

10 Ընթացակարգը

10.1 Ընդհանուր դրույթները

Անհրաժեշտ է, որպեսզի կիրառողները փորձ ունենան մազանոթային գազային քրոմատագրիչի օգտագործման ոլորտում: Հատուկ պետք է ուսումնասիրել տանող գազի

աղտոտմանը, միջնապատերին և մազանոթային աշտարակներին, ներարկիչներին, ինչպես նաև աշտարակների ոչ բավարար իներտությամբ՝ ցածր պիկոգրամային շարժում:

10.2 “Դատարկ” փորձարկումը

Կաթի, քաղցրացված խտացրած կաթի, կաթի փոշու և պանրի դեպքում փորձարկումը նախապատրաստում են ըստ 9.1 կամ 9.2 կետերում տրված ընթացակարգերի: Կաթի դեպքում նմուշը փոխում են նույն քանակությամբ ջրով: Քաղցրացված խտացրած կաթի, չոր կաթի և պանրի դեպքում փորձարկումները կատարում են ըստ 9.2 ընթացակարգի՝ առանց նմուշի: Մնացորդը լուծում են 3 սմ³ ացետոնիտրիլ/մեթիլեն քլորիդի խառնուրդի մեջ (5.11.1) և լուծույթը տեղափոխում են կենտրոնախուսակի փորձանոթի մեջ: Ավելացնում են 100 մկլ աշխատանքային ներքին ստանդարտ լուծույթ (5.14.2) և խառնում: Շարունակում են ինչպես տրված է 10.3 կետում, փորձանոթը կենտրոնախուսման ենթարկելով, սակայն թույլ չտալով կենտրոնախուսակի փորձանոթի տաքացումը:

10.3 Սառը լուծահանումը

Կենտրոնախուսակի փորձանոթի մեջ (6.5) կշռում են ըստ 9.1-ի ստացված կաթի յուղ՝ 0,5 գ: Ավելացնում են 100 մկլ աշխատանքային ներքին ստանդարտ լուծույթ (5.14.2) և 3 սմ³ ացետոնիտրիլ/մեթիլեն քլորիդի խառնուրդ (5.11.1): Լավ խառնում են: Փորձանոթը և դրա պարունակությունը մինուս 15 °C ջերմաստիճանում 20 րոպե կենտրոնախուսում են 1200 ց ճառագայթային արագացմամբ: Վերին շերտը տեղափոխում են առանձին փորձանոթի մեջ:

Այնուհետև, կենտրոնախուսակի փորձանոթի ստորին մասը 40°C ջրային բաղնիքում (6.2) դանդաղորեն տաքացնում են, որպեսզի յուղը հալվի: Կրկնում են լուծահանումը ևս 3 սմ³ ացետոնիտրիլ/մեթիլեն քլորիդի խառնուրդով (5.11.1) և կենտրոնախուսում: Վերին շերտն ավելացնում են առանձին փորձանոթում արդեն տեղափոխվածին: Օրգանական ֆազն ազոտի միջավայրում գոլորշիացնում են 35°C ջերմաստիճանում՝ ծավալը հասցնելով 2–ից մինչև 3 սմ³: Այս ձևով ստանում են Ա լուծույթը:

10.4 Մաքրումը

10.4.1 C 18 LՊՖ-ով սրվակի մաքրումը

Նախապատրաստում են C 18 LՊՖ-ով սրվակը (5.12)՝ երկու անգամ ողողելով 5 սմ³ նավթային եթերով (5.3), այնուհետև 5 սմ³ ացետոնով (5.8) և վերջում՝ 5 սմ³ մեթանոլով (5.9), ամեն անգամ հետևելով, որ հեղուկի մեծիսկը ծածկի պինդ ֆազի վերին մակերևույթը: Լուծույթները թափում են:

Սրվակին ավելացնում են Ա լուծույթը (տե՛ս 10.3) այնպես, որ հեղուկը ծածկի պինդ ֆազի վերին մակերևույթը և թողնում են 3 րոպե: Այնուհետև, յուրաքանչյուր 3 վ-ում՝ 1 կաթիլ արագությամբ, լուծույթին ավելացնում են 10 սմ³ ացետոնիտրիլ (5.1): Հավաքում են

ողողման լուծույթները հարմար տարայի մեջ և գոլորշիացնում են 30 °C ջերմաստիճանում՝ ազոտի միջավայրում: Գոլորշիացումը կատարում են շատ զգուշությամբ. քանի որ չափազանց չորանալու դեպքում այն կարող է կորցնել փորձաքննության համար կարևոր բաղադրամասերը: Մնացորդը լուծում են 2-ից մինչև 3 սմ³ n-հեքսանի (5.5) մեջ և խառնում, որպեսզի ստանան Բ լուծույթը:

10.4.2 Ֆլորիսիլ ԼՊՖ-ով սրվակի մաքրումը

Նախապատրաստում են Ֆլորիսիլ ԼՊՖ-ով սրվակը (5.13)՝ ողողելով 10 սմ³ n-հեքսանով՝ (5.5), հետևելով, որ հեղուկի մենիսկը ծածկի պինդ ֆազի վերին մակերևույթը:

Ավելացնում են Բ լուծույթ (10.4.1) և թողնում 3 րոպե: Ապա Բ լուծույթին ավելացնում են 10 սմ³ նավթային եթեր/դիէթիլ եթեր (II) խառնուրդը (5.11.3)՝ 1 կաթիլ/վ արագությամբ: Ողողման լուծույթը հավաքում են գոլորշիացման անոթի (տե՛ս 6.6) մեջ:

Ապա ողողում են 12 սմ³ նավթային եթեր/դիէթիլ եթերի (III) խառնուրդով (5.11.4)՝ 3 վ-ում 1 կաթիլ արագությամբ: Հավաքում են ողողման լուծույթը գոլորշիացման անոթի (տե՛ս 6.6) մեջ:

Անոթի մեջ ավելացնում են 100 մլ դողեկան (5.10) և խառնում: Անոթի պարունակությունը գոլորշիացնում են ռոտորային գոլորշարարում (6.6): Ստացված վերջնական լուծամզուքը լուծում են 5 սմ³ կամ ավելի պակաս ծավալով n-հեքսանի (կամ իզոկտանի) (5.5) մեջ, որպեսզի ստանան Գ լուծույթը գազաքրոմատագրման (ԳՔ) վերլուծությունների նպատակով:

Կարևոր է որպեսզի ստանդարտ լուծույթների պատրաստման և փորձանմուշի փորձարկման համար օգտագործվեն նույն լուծիչները:

10.5 Գազային քրոմատագրիչ

10.5.1 Պայմանները

Գազային քրոմատագրիչը ենթարկում են լավորկման՝ լուծված բաղադրամասերի որոշման ճիշտ արդյունքների ապահովման նպատակով: Ստորև նշված պայմանները տրված են որպես օրինակ: Օգտագործվող յուրաքանչյուր գործիքի և աշտարակի համար պետք է որոշվեն հատուկ պայմանները:

Օրինակ՝

- CPSil5 աշտարակի համար որպես տանող գազ օգտագործել հելիումը՝ 16 կՊա (23պսի) ճնշման տակ,

- վառարանի սկզբնական ջերմաստիճանը՝ 100 °C, որը պահպանում են 2 րոպե, այնուհետև րոպեում 7 °C-ով բարձրացնում են մինչև 220 °C, այս ջերմաստիճանը

պահպանում են 10 րոպե և վերջնականապես թոպեում 3 °C-ով բարձրացնում են մինչև վերջնական ջերմաստիճանը՝ 285 °C,

- բոցամղիչ, որի սկզբնական ջերմաստիճանը 50 °C է, կարող է բարձրացնել այդ ջերմաստիճանը թոպեում 150 °C-ով մինչև վերջնական 250 °C ջերմաստիճանը և պահպանել այն 52 րոպե,

- դետեկտորը, կարող է պահել ջերմաստիճանը 320°C, օգտագործելով թոպեում 25 սմ³ ազոտ՝ որպես բաղադրիչ գազ,

- բոցամղիչի ծավալը՝ 1մկլ:

Ծ ա ն ո թ ու թ յ ու ն : Բ (B) հավելվածում ներկայացված է քրոմատագրի օրինակը: Ցանկալի է յուրաքանչյուր շարքի համար որոշումները կատարել սկսելով ներքին ստանդարտ լուծույթից՝ ստուգաճշտման համար, այնուհետև “դատարկ” փորձարկումը և վերջնական փորձարկումը:

Կարևոր արդյունքները կարող են հաստատվել կատարելով լրացուցիչ չափումներ՝ օգտագործելով տարբեր բևեռայնությամբ (ցանկալի է զուգահեռ) երկրորդ աշտարակ կամ զանգվածասպեկտրաչափական դետեկտոր: Այս գործընթացները նշված են որպես լավ գործելակերպ ԳԶ-ԷԶԴ (GC-ECD) չափումների համար:

10.5.2 Նույնականացումը և քանակական որոշումը

Եթե լուծամզում քլորօրգանական միացությունների բաղադրությունը պարզ չէ, սկզբում ներարկում են (II) աշխատանքային ստանդարտ լուծույթը (5.15.3) և չափում են յուրաքանչյուր միացության պահման ժամանակը:

Այնուհետև ներարկում են (III) աշխատանքային ստանդարտ լուծույթը (5.15.4):

Չափում են պիկի բարձրությունը և համապատասխան ԶՕՊ և ՊՔԲ պահման ժամանակները: Հաշվարկում են ուղղման գործակիցը (տե՛ս 11.1) և յուրաքանչյուր միացության հարաբերական պահման ժամանակը (տե՛ս 11.5):

Ներարկում են փորձարկվող լուծույթը՝ Գ լուծույթը (տե՛ս 10.4.2): Չափում են պիկի բարձրությունը և համապատասխան ԶՕՊ և ՊՔԲ պահման ժամանակները: Հաշվում են հարաբերական պահման ժամանակը (տե՛ս 11.5) և ԶՕՊ կամ ՊՔԲ պարունակությունները (տե՛ս 11.3):

Նույնականացում են ԶՕՊ և ՊՔԲ՝ համեմատելով (III) աշխատանքային ստանդարտ լուծույթի (5.15.4) հարաբերական պահման ժամանակները (ԶՕՊ-ՊՔԲ) փորձարկվող լուծույթի չափումների հետ:

Եթե փորձառու փորձարկողի կամ նրա կողմից օգտագործված չափանիշների հիման վրա պարզվում է, որ փորձանմուշը պարունակում է ԶՕՊ և ՊՔԲ էական քանակություն,

յուրաքանչյուրի նույնականությունը հաստատում են՝ օգտագործելով զանգվածասպեկտրագրչի դետեկտոր կամ տարբեր բևեռայնությամբ երկրորդ աշտարակ:

10.6 “Ղատարկ” փորձարկման արդյունքը

Ձուգահեռաբար կատարվող “ղատարկ” փորձարկումների (տե՛ս 10.2) արդյունքների արժեքների տարբերությունը չպետք է գերազանցի 2 մկգ/կգ-ից: Եթե այդ տարբերությունն ստացվել է ավելի մեծ, ապա ստուգում են ընթացակարգը և քիմիական նյութերի մաքրությունը:

11 Հաշվարկումը և արդյունքների մշակումը

11.1 Ուղղման գործակցի հաշվարկումը

Յուրաքանչյուր քլորօրգանական միացության համար, հաշվարկում են ուղղման գործակիցը, r_f , հետևյալ բանաձևով.

$$r_f = \frac{c_a \times h_i}{c_i \times h_a}$$

որտեղ՝

c_a – (III) աշխատանքային ստանդարտ լուծույթում (5.15.4) քլորօրգանական միացության խտությունն է, մգ/սմ³,

c_i – տրանս-նոնաքլոր աշխատանքային ներքին ստանդարտ լուծույթի (5.14.2) խտությունն է, մգ/սմ³,

h_i - (III) աշխատանքային ստանդարտ լուծույթում տրանս-նոնաքլոր ներքին ստանդարտ լուծույթի (տե՛ս 10.5.2) պիկի բարձրությունն է,

h_a - (III) աշխատանքային ստանդարտ լուծույթում քլորօրգանական միացության (տե՛ս 10.5.2) պիկի բարձրությունն է:

11.2 Ուղղման գործակցի արտահայտումը

Ուղղման գործակիցն արտահայտում են կլորացնելով ստորակետից հետո մինչև երկրորդ նիշը:

11.3 Քլորորգանական միացության պարունակության հաշվարկումը

Հաշվարկում են յուրաքանչյուր քլորորգանական միացության պարունակությունը, w_p , արտահայտված միկրոգրամներով՝ յուրի կամ արտադրանքի մեկ կիլոգրամում (տե՛ս 3.1), հետևյալ բանաձևով:

$$w_p = \frac{h_s \times c_{s,i}}{h_{s,i} \times m} \times V \times r_f$$

որտեղ՝

h_s - փորձարկվող լուծույթում (տե՛ս 10.5.2) քլորորգանական միացության պիկի բարձրությունն է,

$h_{s,i}$ - փորձարկվող լուծույթում (տե՛ս 10.5.2) ներքին ստանդարտի պիկի բարձրությունն է,

$c_{s,i}$ – յուղային փորձանմուշին (տե՛ս 10.3) ավելացված աշխատանքային ստանդարտ լուծույթի (5.14.2) խտությունն է, նգ/սմ³,

m – յուղային փորձանմուշի զանգվածն է, գրամներով,

V - յուղային փորձանմուշին (տե՛ս 10.3) ավելացված աշխատանքային ստանդարտ լուծույթի (5.14.2) ծավալն է, սմ³,

r_f – քլորորգանական միացության ուղղման գործակիցն է:

11.4 Արդյունքների արտահայտումը

Փորձարկման արդյունքներն արտահայտում են միկրոգրամներով՝ մեկ կիլոգրամում՝ կլորացնելով մինչև ամբողջ թիվը, իսկ եթե արդյունքներն արտահայտում են միլիգրամներով՝ մեկ կիլոգրամում՝ կլորացնում են ստորակետից հետո մինչև երկրորդ նիշը:

11.5 Հարաբերական պահման ժամանակը

Յուրաքանչյուր քլորորգանական միացության համար, հաշվարկում են պահման ժամանակը, r_{ri} , հետևյալ բանաձևով.

$$r_{ri} = \frac{r_i}{r_{ii}}$$

որտեղ՝

r_i – քլորորգանական միացության (տե՛ս 10.5.2) պահման ժամանակն է,

r_{ii} – ներքին ստանդարտի (տե՛ս 10.5.2) պահման ժամանակն է:

11.6 Պահման ժամանակի արտահայտումը

Պահման ժամանակն արտահայտում են կլորացնելով ստորակետից հետո մինչև երրորդ նիշը:

12 Ճշգրտությունը

12.1 Ընդհանուր դրույթները

Կրկնելիության և վերարտադրելիության սահմանների արժեքներն արտահայտում են մոտավորապես 95% հավանականությամբ և կարող են կիրառվել միայն խտության միջակայքերում և մատրիցներում:

Միջլաբորատոր փորձարկումների մանրամասները՝ համաձայն ԻՍՕ 5725-2 ճշգրտության մեթոդի, ներկայացված են Ա (A) հավելվածում:

12.2 Կրկնելիությունը

Նույն լաբորատորիայում, նույն փորձարկողի կողմից ժամանակի կարճ միջակայքում նույն մեթոդով և սարքավորումներով, նույնական փորձարկման նյութի երկու փորձարկումների արդյունքների միջև բացարձակ տարբերությունը Ա (A) հավելվածում տրված յուրաքանչյուր միացության համար կարող է գերազանցել 5 %-ից ոչ ավելի դեպքերում:

12.3 Վերարտադրելիությունը

Տարբեր լաբորատորիաներում, տարբեր փորձարկողների կողմից նույն մեթոդով և տարբեր սարքավորումներով նույնական փորձարկման նյութի երկու փորձարկումների արդյունքների միջև բացարձակ տարբերությունը Ա (A) հավելվածում տրված յուրաքանչյուր միացության համար կարող է գերազանցել 5 %-ից ոչ ավելի դեպքերում:

13 Փորձարկման արձանագրությունը

Փորձարկման արձանագրությունը պետք է պարունակի.

ա) փորձանմուշի լրիվ նույնականացման համար անհրաժեշտ ամբողջ տեղեկատվությունը,

բ) կիրառված նմուշառման մեթոդը, եթե հայտնի է,

գ) կիրառված փորձարկման մեթոդը՝ վկայակոչելով սույն ստանդարտը,

դ) բոլոր այն գործույթների մանրամասները, որոնք սահմանված չեն սույն ստանդարտով կամ դիտարկվում են որպես ընտրողական՝ նշելով փորձարկման արդյունքի (արդյունքների) վրա ազդող ցանկացած հանգամանքի մանրամասները:

ե) փորձարկման արդյունքը (արդյունքները) կամ, կրկնելիության ստուգման դեպքում, վերջնական արդյունքը:

Հավելված Ա (A)

(տեղեկատու)

Միջլաբորատոր փորձարկումները

Միջազգային 15 լաբորատորիաներում իրականացվել են կաթի փորձանմուշների համատեղ փորձարկումներ՝ ԱՖՍԱ Ֆրանսիական կազմակերպության կողմից մշակված մեթոդով [4]: Ստացված արդյունքները ենթարկվել են վիճակագրական վերլուծության ԻՍՕ 5725-2 ստանդարտին համապատասխան՝ Ա.1 (A.1) աղյուսակում ճշգրիտ տվյալները ներկայացնելու նպատակով:

Փակագծերում նշված են այն լաբորատորիաները, որոնց փորձարկման արդյունքները հաշվի չեն առնված: Բացառումն արվել է ներքին-դիսպերսիոն փորձարկման հիման վրա: Օրինակներում ՔՕՊ 118 չի ներկայացված: Փորձարկումները կատարվում են առավելագույնը 40 մկգ/կգ մակարդակում:

Ա ղ յ ու ս ա կ Ա.1 (A.1)-Միջլաբորատոր փորձարկումների արդյունքները

Միացություն	Գրանցված արժեքը ^w մկգ/կգ յուղ	Միջին վերականգնելիությունը %	Լաբորատորիաների քանակը ^p	Ս _կ (s _r)	ԿՍՇ _կ (RSD _r) %	Ս _ս (s _R)	ԿՍՇ _ս (RSD _R) %
α- ՀՔՑՀ (α-HCH)	39	98	15 (3)	3,4	8,7	17,6	45
β- ՀՔՑՀ (β-HCH)	33	83	14 (2)	3,1	9,4	10,7	33
ՀՔԲ (HCB)	27	68	14 (0)	5,2	19,2	12,7	46
γ-ՀՔՑՀ (γ-HCH)	40	100	15 (2)	3,4	8,5	17,4	43
Հեպտաքլոր	36	90	15 (2)	4,1	11,4	12,5	35
Ալդրին	31	78	15 (1)	2,7	8,7	11,8	38
ՀեՓ (HEP) Էպօքսիդ	45	113	15 (1)	3,9	8,7	18,6	42
Օքսիքլորդան	38	95	13 (0)	3,4	12,9	19,9	50
γ-Քլորդան	37	93	15 (1)	5,1	13,8	14,8	39
օք'-ԴԴԷ (օք'-DDE)	34	85	14 (1)	5,1	15,0	14,1	41
α-Էնդոսուլֆան	38	95	15 (0)	5,2	13,7	16,5	43
α-Քլորդան	39	98	15 (0)	1,5	3,8	16,6	43
pp'- ԴԴԷ (pp'-DDE)	36	90	15 (0)	5,7	15,8	15,8	44
Դիելդրին	41	103	15 (0)	5,7	13,9	16,4	40
օք'-ՏԴԷ (օք'-TDE)	41	103	14 (0)	4,9	12,0	16,8	39

Էնդրին	42	105	15 (0)	6,0	14,3	16,0	39
--------	----	-----	--------	-----	------	------	----

Ա.1 (A.1) ա դ յ ու ս ա կ ի վ ե ռ ջ ը

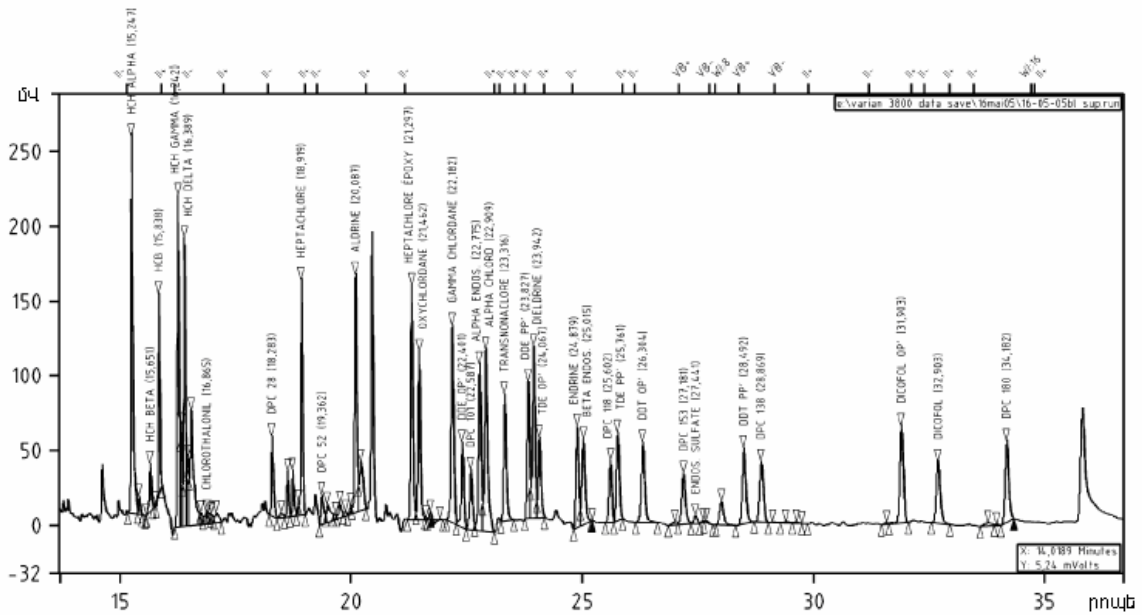
pp'-ՏԴԷ (pp'-TDE)	41	103	15 (1)	5,2	12,7	19,4	43
op'-ԴԴՏ (op'-DDT)	36	90	13 (2)	4,1	11,4	11,9	33
pp'-ԴԴՏ (pp'-DDT)	39	98	14 (1)	5,5	14,1	14,6	42
op'-Դիկոֆոլ	45	113	7 (1)	9,1	20,2	30,4	67
Դիկոֆոլ	45	113	9 (0)	5,5	12,2	11,5	67
ՊՔԲ 28 (PCB 28)	45	113	15 (0)	6,8	15,1	20,8	46
ՊՔԲ 52 (PCB 52)	38	95	14 (0)	6,3	16,6	17,2	46
ՊՔԲ 101 (PCB 101)	32	80	15 (1)	3,1	17,5	11,2	35
ՊՔԲ 153 (PCB 153)	30	75	15 (1)	4,3	14,3	11,0	37
ՊՔԲ 138 (PCB 138)	26	65	15 (0)	3,7	14,2	12,8	42
ՊՔԲ 180 (PCB 180)	26	65	14 (1)	6,2	23,8	11,1	43
Միջինը	37	98		4,7 ^գ		15,6 ^գ	

ա Յուղի առավելագույն արժեքը 40 մկգ/կգ:

բ Մասնակից լաբորատորիաների քանակը 15-ն էին: Կրճատված լաբորատորիաների քանակը նշված է փակագծերում:

գ s_R/s_f հարաբերությունը > 3-ից, փորձարկման մեթոդի բարդության և ընթացքի տարբերությունների պատճառով:

Հավելված Բ (B)
 (տեղեկատու)
 Քրոմատագրի օրինակը



Նկար Բ.1 (B.1) – Բլորոթգանական պեստիցիդների և ՊՔԲ-ների տիպիկ քրոմատագիր:

Աղյուսակ Բ.1 (B.1) – Յուրաքանչյուր միացության պահման ժամանակը
 (Պահման երկար ժամանակ ունեցող միացությունները քրոմատագրում չեն ներկայացված)

Միացությունը	Պահման ժամանակը րոպե
α- ՀՔՑՀ (α-HCH)	15,200
β- ՀՔՑՀ (β-HCH)	15,651
ՀՔԲ (HCB)	16,838
γ-ՀՔՑՀ (γ-HCH)	16,242
Հեպտաքլոր	18,919
Ալդրին	20,087
Հեպտաքլոր էպօքսիդ	21,297
Օքսիքլորդան	21,462
γ-Բլորդան	22,182
օք'-ԴԴԷ (օք'-DDE)	22,401
α-Էնդոսուլֆան	22,775
α-Բլորդան	22,909
օք'-ԴԴԷ (օք'-DDE)	23,827

Դիելդրին	24,942
օք'-ՏԴԷ (օք'-TDE)	24,067
Էնդրին	24,879
փփ'-ՏԴԷ (փփ'-TDE)	25,761
օք'- ԴԴՏ (օք'- DDT)	26,304
փփ'- ԴԴՏ (փփ'- DDT)	28,492
օք'- Դիկոֆոլ	31,903
Դիկոֆոլ	32,693
ՊՔԲ 28 (PCB 28)	18,283
ՊՔԲ 52 (PCB 52)	19,362
ՊՔԲ 101 (PCB 101)	22,587
ՊՔԲ 118 (PCB 118)	25,602
ՊՔԲ 153 (PCB 153)	27,181
ՊՔԲ 138 (PCB 138)	28,869
ՊՔԲ 180 (PCB 180)	34,182
λ-Ցիհալոսոլին	37,169

Բ.1 (B.1) ա ղ յ ու ս ա կ ի վ ե ռ ջ ը

Պերմետրին	40,277
Ցիֆլուտրին (պիկերը 1-ից մինչև 4) ^ա	42,118-ից մինչև 42,988
Ցիպերմետրին (պիկերը 1-ից մինչև 4) ^ա	43,227-ից մինչև 44,060
Ֆենվալերատ (պիկերը 1և 2) ^բ	46,544-ից մինչև 47,320
Դելտամետրին	49,120
<p>ա 4 պիկ: Նշված են նվազագույն և առավելագույն պահման ժամանակները:</p> <p>բ 2 պիկ: Նշված են նվազագույն և առավելագույն պահման ժամանակները:</p>	

Մատենագիտությունը

- [1] ԻՍՕ 707 / ԻԴՖ 50, Կաթ և կաթնամթերք. Նմուշառման ուղեցույց
Հայաստանի Հանրապետությունում գործում է ՀԱՏ ԻՍՕ 707/ԻԴՖ 50-2008 «Կաթ և
կաթնամթերք. Նմուշառման ուղեցույց» ազգային ստանդարտը
- [2] ԻՍՕ 3890-2, Կաթ և կաթնամթերք. Քլորոֆորմանական միացությունների
(պեստիցիդների) մնացորդների որոշումը. Մաս 2. Լուծամզուլքի չոր մաքրման և
հաստատման փորձարկման մեթոդներ (համարժեք ԻԴՖ 753)
- [3] ԻՍՕ 5725-2 Չափման մեթոդների և արդյունքների ճշգրտություն (ճշտություն և
ճշգրտություն). Մաս 2. Չափման ստանդարտ մեթոդի կրկնելիության և
վերարտադրելիության որոշման հիմնական մեթոդ
- Հայաստանի Հանրապետությունում գործում է ԳՕՍ Ռ ԻՍՕ 5725-2 - 2002 «Չափման
մեթոդների և արդյունքների ճշգրտություն (ճշտություն և ճշգրտություն). Մաս 2.
Չափման ստանդարտ մեթոդի կրկնելիության և վերարտադրելիության որոշման
հիմնական մեթոդ» ազգային ստանդարտը
- [4] BORDET, F., INTHAVONG, D. and FREMY, J-M.: Կաթի, ձկան, ձվի և կենդանական յուղի
մեջ քլորոֆորմանական, պիրետրոին պեստիցիդների և պոլիքլորբիֆենիլների որոշման
բազմամշերտ գազային քրոմատագրման մեթոդով միջլաբորատոր փորձարկում, J of
AOAC Intl., Vol. 85, 2002, 6, pp 1398-1409

ՍԴ 67.100.01

IDT

Հանգուցային բառեր. կաթ և կաթնամթերք, քլորօրգանական պեստիցիդներ,
պոլիքլորբիֆենիլներ, որոշում, փորձարկում, քրոմատագրում

Ստանդարտների ազգային
ինստիտուտ ՓԲԸ տնօրեն

Ե. Ազարյան

Ազգային և միջազգային ստանդարտների
հետազոտման և կիրառման կանխատեսումների
բաժնի պետ

Ս. Խաչատրյան

Ազգային և միջազգային ստանդարտների
հետազոտման և կիրառման կանխատեսումների
բաժնի գլխավոր մասնագետ

Ս. Խաչատրյան

Ազգային և միջազգային ստանդարտների
հետազոտման և կիրառման կանխատեսումների
բաժնի առաջին կարգի մասնագետ

Լ. Եղիազարյան

Պարզաբանում

ՀՍ ԻՍՕ 8260/ԻԴՖ 130 «Կաթ և կաթնամթերք. Քլորոօրգանական պեստիցիդների և պոլիքլորբիֆենիլների որոշում. Մեթոդ էլեկտրոնային զավթման դետեկտորով մազանոթային գազահեղուկային քրոմատագրիչի օգտագործմամբ» ստանդարտի նախագծի մշակման վերաբերյալ

1 Ստանդարտի մշակման հիմքը

Ստանդարտը մշակվել է Հայաստանի Հանրապետության կառավարության 2009 թվականի N որոշմամբ հաստատված 2009 թ. ՀՀ ստանդարտացման ծրագրի կետի համաձայն:

2 Ստանդարտացման օբյեկտի բնութագիրը

Սույն ստանդարտով սահմանվում է կաթի, խտացրած կաթի, քաղցրացված խտացրած կաթի, չոր կաթի, կարագի և կաթնային յուղի, պանրի և այլ կաթնամթերքի մեջ քլորօրգանական պեստիցիդների (ՔՕՊ) և պոլիքլորացված բիֆենիլների (ՊԲԲ) պարունակությունների որոշման մեթոդը:

Ստանդարտի մշակման նպատակն է ԻՍՕ 8260:2008 «Կաթ և կաթնամթերք. Քլորօրգանական պեստիցիդների և պոլիքլորբիֆենիլների որոշում. Մեթոդ էլեկտրոնային զավթման դետեկտորով մազանոթային գազահեղուկային քրոմատագրիչի օգտագործմամբ» (ISO 8260:2008 Milk and milk products. Determination of organochlorine pesticides and polychlorobiphenyls. Method using capillary gas-liquid chromatography with electron-capture detection) միջազգային ստանդարտով սահմանված կանոնների կիրառումը Հայաստանի Հանրապետության տարածքում՝ «Սննդամթերքի անվտանգության մասին» ՀՀ օրենքով և ՀՀ կառավարության 2006թ. դեկտեմբերի 21-ի «Կաթին, կաթնամթերքին և դրանց արտադրությանը ներկայացվող պահանջների տեխնիկական կանոնակարգը հաստատելու մասին» N 1925-Ն որոշմամբ սահմանված պահանջների կատարումն ապահովելու համար:

3 Ստանդարտի գործարկման թվականը

Ստանդարտի գործարկման թվականը նախատեսվում է 2009 թ. III եռամսյակում:

4 Փոխադարձ կապը ստանդարտացման այլ նորմատիվ փաստաթղթերի հետ

Ստանդարտը փոխկապակցված է ԻՍՕ 14156-2001/ԻԴՖ 172-2001 ստանդարտի հետ:

5 Ստանդարտը գործողության մեջ դնելու համար միաժամանակ անհրաժեշտ է Հայաստանի Հանրապետությունում կիրառել ԻՍՕ 14156-2001/ԻԴՖ 172-2001 ստանդարտը:

6 Տեղեկություններ ստանդարտի նախագծի վերաբերյալ

Ստանդարտի նախագիծը տեղադրված է Ստանդարտների ազգային ինստիտուտ ՓԲԸ-ի www.sarm.am կայքի «Նորություններ» բաժնում:

Ազգային և միջազգային ստանդարտների հետազոտման

և կիրառման կանխատեսումների բաժնի պետ

Մ. Խաչատրյան

Գլխավոր մասնագետ

Ս. Խաչատրյան

Առաջին կարգի մասնագետ

Լ. Եղիազարյան