



TÜRK STANDARDI TASARISI

DRAFT TURKISH STANDARD

tst 10353

Revizyon

ICS 65.120

**YEM KATKI MADDELERİ – KORUYUCULAR – PROPAN –
1,2 DİOL TAYİNİ – GAZ KROMATOĞRAFİK YÖNTEM**

Feed additives - Preservatives - Determination of propane –
1,2 diol - Gas chromatographic method

I. MÜTALAA
2015/104993

TÜRK STANDARDLARI ENSTİTÜSÜ
Necatibey Caddesi No.112 Bakanlıklar/ANKARA

Ön söz

- Bu tasarı, Türk Standardları Enstitüsü'nün Gıda, Tarım ve Hayvancılık İhtisas Kurulu'na bağlı TK25 Ziraat Teknik Komitesi tarafından TS 10353 (1992)'in revizyonu olarak hazırlanmış ve TSE Teknik Kurulu'nun2016 tarihli toplantısında kabul edilerek yayımına karar verilmiştir.

İçindekiler

1	Kapsam.....	1
2	Atıf yapılan standard ve/veya dokümanlar.....	1
3	Uygulama alanı	1
4	Propan 1,2 diol tayini – Gaz kromatografik yöntem.....	1
4.1	Genel kurallar.....	1
4.2	Prensip	1
4.3	Cihaz ve malzemeler.....	1
4.4	Reaktifler	2
4.5	Deney numunesi	2
4.6	İşlem.....	2
4.7	Hesaplama ve sonuçların gösterimi.....	3
5	Deney raporu.....	3

Yem katkı maddeleri – Koruyucular – Propan – 1,2 diol tayini - Gaz kromatografik yöntem

1 Kapsam

Bu standard, yem katkı maddesi olan koruyuculardan propan 1,2 diol tayininde uygulanan gaz kromatografik yöntemini kapsar.

2 Atıf yapılan standard ve/veya dokümanlar

Bu standard da diğer standard ve/veya dokümanlara atıf yapılmaktadır. Bu atıflar metin içerisinde uygun yerlerde belirtilmiş ve aşağıda liste halinde verilmiştir.

TS No	Türkçe Adı	İngilizce Adı
TS 545	Ayarlı çözeltilerin hazırlanması	Preparation of standard solutions for volumetric analysis
TS 546	Standard çözeltilerin hazırlanması	Preparation of standard solutions for colorimetric analysis
TS EN ISO 3696	Su - Analitik laboratuvarında kullanılan - Özellikler ve deney metotları	Water for analytical laboratory use - Specification and test methods
TS 5526 EN ISO 6497	Hayvan yemleri - Numune alma	Animal feeding stuffs - Sampling
TS EN ISO 6498	Hayvan yemleri - Numune hazırlama rehberi	Animal feeding stuffs - Guidelines for sample preparation

3 Uygulama alanı

Bu standardda verilen gaz kromatografik yöntem ön karışımlara uygulanır.

4 Propan 1,2 diol tayini – Gaz kromatografik yöntem

4.1 Genel kurallar

- Deneylede ve çözeltilerin hazırlanmasında TS EN ISO 3696'ya uygun damıtık su veya buna eşdeğer safılıkta su kullanılmalıdır.
- Kullanılan reaktifler analitik safılıkta olmalıdır.
- Tayinler en az iki numune ile ve paralel olarak yapılmalıdır.
- Deneysel hata sınırları içinde birbiriyle uyumlu değerler veren iki paralel tayinin aritmetik ortalaması sonuç olarak verilmelidir.
- Ayarlı çözeltiler TS 545'e, standard çözeltiler TS 546'ya göre hazırlanmalıdır.

4.2 Prensip

Numune, su ve izoaktanla damıtılır. Sulu özüt yaklaşık eşit hacimde trimetilen glikol standard çözeltisi ile karıştırıldıktan sonra kromatografi cihazına verilir. Numune ve standart pik yükseklikleri oranlarından numunedeki propan 1,2 diol miktarı tespit edilir.

4.3 Cihaz ve malzemeler

- 4.3.1 Damıtma tertibatı; bağlantıları traşlı olan, 250 mL'lik damıtma balonu, damla yoğunlaştırıcısı, 20 mL'lik toplayıcısı ve elektrikli ısıtıcısı bulunan,
- 4.3.2 Gaz kromatografi cihazı, H alev dedektörü,
- 4.3.3 Kolon, uzunluğu 1,8 m, dış çapı 0,64 cm olan bakır veya alüminyum boru,
- 4.3.4 Ölçülü balonlar, 25 mL'lik,
- 4.3.5 Kromozorb (Chromosorb 101), 0,15 mm – 0,180 mm'lik.

4.4 Reaktifler

4.4.1 Propan 1,2 diol ($C_3H_8O_2$), 168,1°C'da kaynayan,

4.4.2 Trimetilen glikol, propan 1,2 diol'dan arı,

4.4.3 İzooktan (2,2-4 trimetilpentan), 99°C - 100°C'da kaynayan,

4.4.4 Propan 1,2 diol standard çözeltisi, 10 mg/mL,

Tam 1 g propan 1,2 diol tartılarak suda çözünür, 100 mL'lik ölçülü balona aktarılır ve ölçü çizgisine kadar su ile tamamlanır.

4.4.5 Trimetilen glikol standard çözeltisi, 10 mg/mL,

Tam 1 g trimetilen glikol tartılarak suda çözünür, 100 mL'lik ölçülü balona aktarılır ve ölçü çizgisine kadar su ile tamamlanır.

4.5 Deney numunesi

Numune TS 5526 EN ISO 6497'ye göre alınır ve deney numunesi TS EN ISO 6498'e göre hazırlanır.

4.6 İşlem

4.6.1 Deney çözeltisinin hazırlanması

4.6.1.1 Katı numunelerde deney çözeltisinin hazırlanması

Yaklaşık 2 mg - 40 mg propan 1,2 diol bulunacak kadar deney numunesinden 0,1 mg hassasiyetle belirli bir miktar tartılarak, tabanı yuvarlak 250 mL'lik balona aktarılır, 8 mL - 10 mL su ilave edilir ve birkaç adet kaynama taşı katılır. Balon damıtma cihazına monte edilir, yoğunlaştırıcıdan su tuzağını dolduracak ve damıtma cihazına 25 mL - 40 mL taşacak kadar izooktan ilave edilir. Elektrikli ısıtıcının sıcaklığı, izooktanla damıtma işlemi min'de 5 mL - 10 mL hızla olacak şekilde ayarlanır. Suyun hepsi su tuzağında tutulduktan sonra işleme 30 min daha devam edilir. Su tuzağında yaklaşık 0,25 mL su kalacak şekilde sulu özüt 25 mL'lik ölçülü balona aktarılır. Isıtıcı alınır, kaynama durunca balon cihazdan ayrılır ve 5 mL su ilave edilir. Cihaz tekrar monte edilir ve elde edilen damıtma ürünü tekrar ilk damıtma ürününün bulunduğu 25 mL'lik ölçülü balona aktarılır. Damıtma işlemi ikinci 5 mL'lik su-ilavesi ile tekrarlanır ve damıtma ürünü aynı ölçüde balona alınır. Damıtma ürününün toplandığı ölçülü balon karıştırılır.

4.6.1.2 Sıvı mamullerden deney çözeltisinin hazırlanması

Deney numunesinden 40 g analiz numunesi 0,1 g hassasiyetle tartılır, su ile karıştırılır ve uygun bir ölçülü balonda su ile seyreltilir.

4.6.2 Kromatografi kolonunun hazırlanması

Madde 4.3.3'de özelliği verilen kolon 0,150 mm - 0,180 mm'lik kromosorb ile doldurulur. Sarsıcı veya başka bir sıkıştırıcı ile 170 kPa - 200 kPa basınç uygulanarak sıkıştırılır. Kolon 240°C sıcaklıkta ve 100 mL/min akış hızındaki helyum gazı altında bir gece kondisyonlanır. Madde 4.4.4 ve Madde 4.4.5'de verilen propan 1,2 diol ve trimetilen glikol çözeltilerinin eşit hacimde karışımından Madde 4.6.3'de belirtilen miktarda kondisyonlanmış kolona enjekte edildiğinde ½ ölçü cevap vermelidir.

4.6.3 Kromatografi cihazının hazırlanması

Madde 4.6.2'de belirtildiği şekilde hazırlanan kromatografi kolonunda, kolon sıcaklığı yaklaşık 180°C, injeksiyon ve dedektör sıcaklığı yaklaşık 300°C ve helyum akış hızı 70 mL/min'a ayarlanır. Gerektiğinde kolon sıcaklığı 0,5 µL propan 1,2 diol 5 min'de elue edebilecek sıcaklığa bir gün önceden ayarlanır.

Millilitresinde yaklaşık 1 mg propan 1,2 diol bulunan deney çözeltisinden 5 µL enjekte edilir, sinyal şiddeti en büyük olacak şekilde helyum ve hava akış hızı cihaz talimatına göre ayarlanır.

4.6.4 Deney çözeltisinin tayine hazırlanması

Deney çözeltisine (Madde 4.6.1) tahminen propan 1,2 diol muhtevası kadar trimetil glikol standard çözeltisinden (Madde 4.4.5) ilave edilir ve çözelti belirli hacme su ile tamamlanır.

4.6.5 Standard çözeltilerin tayıne hazırlanması

Propan 1,2 diol (Madde 4.4.4) ve trimetilen glikol (Madde 4.4.5) standard çözeltilerinden eşit hacimde ve yaklaşık Madde 4.6.4.1'de verilen konsantrasyonda alınır ve aynı hacme su ile seyreltilir.

4.6.6 Tayin

İlk enjeksiyonlarla propan 1,2 diol için en yüksek cevabın yaklaşık 3/4'ünü verecek standard ve deney çözeltileri hacmi tespit edilir. Belirlenen hacimde deney ve standard çözeltilerin her birinden en az iki enjeksiyon yapılarak tayin edilir.

4.7 Hesaplama ve sonuçların gösterimi

Numunede propan 1,2 diol, (P), mg/kg olarak, aşağıdaki bağıntıya göre hesaplanır.

$$P = \frac{N_r}{S_r * m} C * F * 1000$$

Burada;

- m : Deney numunesi kütlesi, g
Nr : Deney çözeltilerinin kromatogramında propan 1,2 diol pik yüksekliği/trimetilen glikol pik yüksekliği,
Sr : Standard çözeltilerinin kromatogramında propan 1,2 diol pik yüksekliği/trimetilen glikol pik yüksekliği,
C : Standard çözeltilerde propan 1,2 diol kütlesi, mg
F : Deney çözeltilerinde trimetilen glikol kütlesi, mg
dır.

5 Deney raporu

Deney raporunda en az aşağıdaki bilgiler bulunmalıdır:

- Firmanın adı ve adresi,
- Deneyin yapıldığı yerin ve laboratuvarın adı,
- Deneyi yapanın ve/veya raporu imzalayan yetkililerin adları, görev ve meslekleri,
- Numunenin alındığı tarih ile muayene ve deney tarihi,
- Numunenin tanıtılması,
- Deneylerde uygulanan standartların numaraları,
- Sonuçların gösterilmesi,
- Rapor tarih ve numarası,
- Deney sonuçlarını değiştirebilecek faktörlerin mahsurlarını gidermek üzere alınan tedbirler,
- Uygulanan deney yöntemlerinde belirtilmeyen veya mecburi görülmeyen, fakat deneyde yer almış olan işlemler,
- Numunenin standarda uygun olup olmadığı,
- Rapora ait seri numarası ve tarih, her sayfanın numarası ve toplam sayfa sayısı.