



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۹۸۰۶

چاپ اول

۱۳۹۲

INSO

19806

1st.Edition

2014

هضم مایکروویو پسماند و خوراک ورودی
کوره صنعتی برای تجزیه عناصر با مقدار
ناچیز - آیین کار

**Microwave Digestion of Industrial
Furnace Feedstreams and Waste for Trace
Element Analysis- Practice**

ICS:13.030

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاها صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است

1- International Organization for Standardization

2 - International Electrotechnical Commission

3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«هضم مایکروویو پسماند و خوراک ورودی کوره صنعتی برای تجزیه عناصر با مقدار ناچیز - آیین کار»

رئیس:

علوی بختیاروند، سید نادعلی
(دکترای مهندسی بهداشت محیط)

سمت و / یا نمایندگی

هیئت علمی دانشگاه علوم پزشکی جندی
شاپور اهواز

دبیر:

حاتمی، امیر
(فوق لیسانس شیمی)

مدیر عامل شرکت پرشیا پژوهش شریف

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

احمدپور، الهام
(لیسانس بهداشت محیط)

کارشناس بهداشت محیط معاونت بهداشت
خوزستان

بابایی، علی اکبر
(دکترای مهندسی بهداشت محیط)

هیئت علمی دانشگاه علوم پزشکی جندی
شاپور اهواز

تاجی، مرضیه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

خدابخش نژاد، فرزانه
(فوق لیسانس مهندسی محیط زیست)

کارشناس شرکت گروه ملی صنعتی فولاد
ایران

دایی، مینا
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد خوزستان

فتاحی نیا، مهناز
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

گیلاسی، فهیمه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

محمودی، اکرم
(لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت پتروفناوری آسه

کارشناس شرکت خوزستان پژوهش گستر
بردیا

مکوندی، علی
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد خوزستان

مهرمولایی، فاطمه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت پرشیا پژوهش شریف

نجفی، زینب
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

نقدی، تینا
(فوق لیسانس شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصول آزمون
۲	۴ وسایل
۳	۵ مواد و/یا واکنشگرها
۳	۶ نمونه‌برداری
۴	۷ کالیبراسیون و استانداردسازی
۵	۸ روش انجام آزمون
۷	۹ دقت و انحراف
۸	۱۰ گزارش آزمون
۹	پیوست الف (اطلاعاتی) برنامه هضم برای زغال، کک، خوراک خام و خاکستر بادی
۱۰	پیوست ب (اطلاعاتی) برنامه هضم برای نمونه‌های حاوی مقدار مواد آلی بالا
۱۱	پیوست پ (اطلاعاتی) نتایج تجزیه‌ای استانداردهای برپایه روغن پارافینی NIST

پیش گفتار

استاندارد " هضم مایکروویو پسماند و خوراک ورودی کوره صنعتی برای تجزیه عناصر با مقدار ناچیز- آیین کار" که پیش نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت پرشیاپژوهش شریف تهیه و تدوین شده است و در بیست و یکمین اجلاس کمیته ملی استاندارد محیط زیست مورخ ۱۳۹۲/۱۲/۰۴ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدید نظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

منبع و ماخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ASTM D 5513: 2009, Standard Practice for Microwave Digestion of Industrial Furnace Feedstreams and Waste for Trace Element Analysis

هضم مایکروویو پسماند و خوراک ورودی کوره صنعتی برای تجزیه عناصر با مقدار ناچیز - آیین کار

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای هضم مایکروویو چند مرحله‌ای مواد متداول خوراک ورودی کوره‌های صنعتی با استفاده از نیتریک اسید، هیدروفلوئوریک اسید، هیدروکلریک اسید و بوریک اسید برای اندازه‌گیری بعدی فلزات با مقدار ناچیز است.

این استاندارد برای آماده‌سازی نمونه‌های زغال، کک، مواد خوراک خام سیمان و سوخت‌های مشتق شده از پسماند که اصولاً از مواد مربوط به پسماندهای رنگی تشکیل شده‌اند، به منظور آماده‌سازی اندازه‌گیری عناصر با مقدار ناچیز شامل نقره، آرسنیک، باریوم، بریلیم، کادمیم، کروم، جیوه، سرب، آنتیموان و تلور کاربرد دارد.

این استاندارد ممکن است برای عناصری غیر از موارد ذکر شده کاربرد داشته باشد.

این استاندارد همچنین برای سایر مواد پسماند (برای مثال خاکستر بادی، ماسه ریخته‌گری، باقی‌مانده فرایند آلوم (زاج سفید)، گرد و غبار کوره سیمان‌پزی) کاربرد دارد.

طبق مقررات آژانس حفاظت از محیط زیست (EPA)^۱ باید دیگ‌های بخار، کوره‌های سیمان پزی و سایر کوره‌های صنعتی که از سوخت‌های حاصل از پسماند استفاده می‌کنند باید دستورالعمل‌های ویژه در زمینه ارزیابی نشر احتمالی فلزات را رعایت کنند. شیوه معمول برای تخمین نشر احتمالی، تجزیه کل فلزات روی همه مواد خوراک ورودی است.

این استاندارد برای هضم مایکروویو چند مرحله‌ای که عناصر با مقدار ناچیز را برای تجزیه اسپکتروسکوپی آماده می‌کند، کاربرد دارد.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می‌شود.

در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸، آب-مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه-ویژگی‌ها و روش‌های آزمون

۳ اصول آزمون

یک قسمت توزین شده از مواد خوراک ورودی در یک ظرف هضم با پوشش پلی تترافلورواتیلن، با نیتریک اسید غلیظ ترکیب می‌شود و در یک دستگاه هضم میکروویو حرارت داده می‌شود. بعد از انجام یک چرخه گرمایش برنامه‌ریزی شده، دریچه تخلیه ظرف باز شده، مقادیر مشخصی هیدروفلوئوریک اسید و هیدروکلریک اسید به آن اضافه می‌شود و مخلوط تحت گرمایش میکروویو بعدی قرار می‌گیرد. بعد از این چرخه گرمایش، دریچه تخلیه ظرف باز شده و مقادیر مشخصی محلول بوریک اسید به آن اضافه می‌شود و مخلوط تحت گرمایش نهایی میکروویو قرار می‌گیرد. بعد از این چرخه گرمایش نهایی، دریچه تخلیه ظرف باز شده، محتویات ظرف به‌طور کمی به یک بالن حجم‌سنجی منتقل شده و به حجم رسانده می‌شود. معمولاً تنها ماده حل نشده، ذرات کربن می‌باشند. در صورت مشاهده مواد ذره‌ای ممکن است صاف کردن یا سانتیفریوژ نیاز باشد. نمونه هضم شده برای تجزیه آماده است.

۴ وسایل

هشدار- بعضی نمونه‌های تحت هضم میکروویو می‌توانند افزایش سریع فشار در ظرف هضم نشان دهند. برای این نوع نمونه این امکان وجود دارد که غشای قطع فشار جدا شده و گازهای خورنده آزاد شوند. به این دلیل باید دستگاه میکروویو به‌منظور تخلیه مناسب بخارات در زیر هود استفاده شود.

۴-۱ دستگاه هضم میکروویو، مجهز به یک صفحه گردان خودکار، کنترل کننده فشار و/یا دما و ظروف هضم دربسته آستردار شده با پرفلوئوروالکوکسی (PFA) مجهز به اتصالات غشایی کاهش / قطع فشار یا وسیله کاهش فشار معادل آن. توصیه می‌شود دستگاه برای نشت میکروویو در توافق با استانداردهای مربوطه باشد. کاربر باید برای نصب سیستم، دستورکارهای خاص سازنده را انجام دهد.

یادآوری- دستگاه هضم استفاده شده در این روش مجهز به یک کنترل کننده فشار، صفحه گردان خودکار، پنکه تخلیه و ظرفیت برنامه‌ریزی است. دستگاه، توان ۱۰۰۰ W را در خروجی ۱۰۰٪ انتقال می‌دهد. ظروف هضم پوشش‌دار شده شامل یک بدنه پلیمری با استحکام بالا و درپوش، پوشش PFA داخلی و محفظه غشای قطع و پایه دریچه PFA هستند. این ظروف دارای فشار عملیاتی حداکثر ۱۳۷۹ kPa هستند. تعدادی سیستم میکروویو مناسب با درجه آزمایشگاهی در دسترس کاربر است که حداقل این مشخصات را برآورده می‌کند. کاربر باید دستورکارهای خاص سازنده را برای استفاده از ظروف هضم انجام دهد.

۴-۲ ترازوی تجزیه‌ای، با قابلیت توزین تا ۰٫۰۰۱ g

۳-۴ وسایل آزمایشگاهی، ظروف نمونه و/ یا بالن‌های حجم‌سنجی پلی پروپیلن یا پلی اتیلن با چگالی بالا برای این روش توصیه می‌شوند. بهتر است کاربر از محدودیت‌های کیفی مربوط به ظروف آزمایشگاهی حجم‌سنجی غیر شیشه‌ای آگاه باشد.

۵ مواد و / یا واکنشگرها

در طول آزمون به‌غیر از موارد ذکر شده، فقط از واکنشگرها با درجه خلوص مشخص استفاده کنید. درجات دیگر می‌توانند مشروط بر دارا بودن خلوص به اندازه کافی بالا و بدون کاهش درستی اندازه‌گیری استفاده شوند. هشدار- توصیه می‌شود کل عملیات مربوط به اسیدهای غلیظ در زیر هود آزمایشگاهی انجام شود.

۱-۵ آب، به‌غیر از موارد مشخص شده، باید فقط از آب درجه ۲ مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ استفاده کنید.

۲-۵ محلول بوریک اسید (۲۰ g/l)، ۲۰ g بوریک اسید (H_3BO_3) را در آب حل کرده و تا حجم ۱ l رقیق کنید. ممکن است لازم باشد که محلول را روی یک هم‌زن مغناطیسی مجهز به صفحه داغ قرار داده و محلول با کمک میله هم‌زن تحت گرمایش ملایم مخلوط شود تا بوریک اسید کاملاً حل شود.

۳-۵ هیدروکلریک اسید (HCl)، ۳۷٪ با وزن مخصوص ۱٫۲۰۰

هشدار- هیدروکلریک اسید یک ماده شیمیایی بسیار خورنده است که با فلزات و اغلب مواد شیمیایی قلبی‌ای واکنش می‌دهد. دستکش‌های غیر قابل نفوذ و عینک‌های مخصوص برای کار لازم است. برای اطلاعات بیشتر برگه‌های داده‌های ایمنی مواد (MSDS)^۱ را ببینید.

۴-۵ هیدروفلوئوریک اسید (HF)، ۴۸٪ با وزن مخصوص ۱٫۱۵۰

هشدار- هیدروفلوئوریک اسید یک ماده شیمیایی بسیار خورنده است که با فلزات و آب یا بخار واکنش می‌دهد. علاوه بر این، HF به‌ویژه با شیشه سیلیکاتی محفظه هود در معرض آسیب واکنش می‌دهد. دستکش‌های غیر قابل نفوذ و عینک‌های مخصوص برای کار لازم است. برای اطلاعات بیشتر برگه‌های داده‌های ایمنی مواد (MSDS) را ببینید.

۵-۵ نیتریک اسید (HNO_3)، ۷۰٪ با وزن مخصوص ۱٫۴۰۰

هشدار- نیتریک اسید یک ماده شیمیایی بسیار خورنده است که با فلزات و اغلب مواد آلی واکنش می‌دهد. دستکش‌های غیر قابل نفوذ و عینک‌های مخصوص برای کار لازم است. برای اطلاعات بیشتر برگه‌های داده‌های ایمنی مواد (MSDS) را ببینید.

۶ نمونه‌برداری

۱-۶ اگرچه مواد خوراک ورودی معمولاً پودرهای نرم یا مایعات هستند، همگنی بعضی از مواد خوراک ورودی می‌تواند نامعلوم باشد. توصیه می‌شود نمونه آزمایشگاهی را قبل از برداشتن قسمتی از آن برای تجزیه کاملاً

1- Material safety data sheet

مخلوط یا همگن کنید. در این روش فرض بر این است که خوراک ورودی غیر مایع در زمان آماده‌سازی نمونه به صورت پودر ساییده شده است.

بادآوری - در صورتی که مواد خوراک ورودی غیر مایع به شکل پودر نرم نباشند، ممکن است لازم باشد اندازه ذرات برای عبور از الک شماره ۱۰۰ کاهش یابد.

۷ کالبراسیون و استانداردسازی

۷-۱ اگرچه سازندگان تجهیزات، نرخ‌های خروجی توان کلی را برای دستگاه‌های هضم میکروویو مشخص کرده‌اند، لازم است که خروجی توان واقعی دستگاه تصدیق شود. پیشنهاد می‌شود که این روش بررسی توان میکروویو را ماهی یکبار انجام دهید.

۷-۱-۱ روش بررسی توان در ۱۰۰٪ توان دستگاه

۷-۱-۱-۱ صفحه گردان، دسته گردان و کل ظروف را از حفره دستگاه خارج کنید.

۷-۱-۱-۲ خروجی حفره دستگاه را به‌گونه‌ای تنظیم کنید که جریان هوا به حداقل برسد (به دستورکارهای سازنده مراجعه کنید).

۷-۱-۱-۳ دستگاه را برای توان ۱۰۰٪ و زمان چهار دقیقه برنامه ریزی کنید.

۷-۱-۱-۴ ml (۲۰۰۰ ± ۲) آب با دمای اتاق (۱۹ °C تا ۲۵ °C) را به یک بشر پلی پروپیلنی ۲۱ منتقل کنید.

۷-۱-۱-۵ دمای اولیه آب (T_i) را با تقریب ۰٫۱ °C اندازه‌گیری و ثبت کنید.

۷-۱-۱-۶ بشر را در گوشه جلویی سمت راست حفره دستگاه (هنگامی که شما جلوی دستگاه ایستاده‌اید) قرار دهید. این موقعیت دقیقاً موقعیت یک ظرف هضم را در حین پردازش، تخمین می‌زند.

۷-۱-۱-۷ آب را برای مدت زمان برنامه‌ریزی شده گرم کنید.

۷-۱-۱-۸ هنگامی که چرخه گرمایش کامل شد، بلافاصله بشر را از حفره خارج کرده، آب را برای اطمینان از توزیع یکنواخت گرما کاملاً هم بزنید و دمای نهایی (T_f) آب را با تقریب ۰٫۱ °C اندازه‌گیری کنید.

۷-۱-۱-۹ توان انتقالی را برحسب وات از رابطه ۱ محاسبه کنید:

$$\text{توان} = \Delta T \times \frac{K \times C_p \times M}{t} = \Delta T \times (35W / ^\circ C) \quad (1)$$

که در آن:

ΔT اختلاف دما (T_f-T_i) برحسب درجه سلسیوس؛

K ضریب تبدیل حرارتی-شیمیایی کالری بر ثانیه به ژول و به وات معادل ۴٫۲؛

C_p ظرفیت گرمایی آب برحسب کالری بر گرم بر درجه سلسیوس معادل ۱٫۰؛

M جرم آب برحسب گرم (یک میلی‌لیتر آب معادل یک گرم است)؛

t زمان برحسب ثانیه.

۷-۱-۱-۱۰ در صورتی که توان محاسبه شده در محدوده مشخصات دستگاه نیست، قبل از تماس با سازنده، برای تایید با شروع از بند ۷-۱-۱-۱، آزمون مجدد انجام دهید.

۸ روش انجام آزمون

یادآوری - بسیاری از دستگاه‌های هضم میکروویو قابلیت استفاده هم‌زمان از حداکثر ۱۲ ظرف هضم را دارند. تعداد ظروف پردازش شده بر تنظیمات برنامه موردنیاز تاثیر دارد. مثال‌های برنامه میکروویو ارائه شده در پیوست‌های الف و ب برای تعبیه ۱۰ ظرف فشار موثر در آزمون میدانی ایجاد شده‌اند. فشار حداکثر ۹۶۵/۳ kPa برای زمان حداقل در فشار ۱۰ دقیقه معمولاً برای هضم نمونه مناسب است. هضم کامل می‌تواند توسط کاربر از طریق پردازش مواد مرجع و محاسبه بازیابی‌های آنالیت تصدیق شود.

۸-۱ زغال، کک، خوراک خام سیمان و سایر مواد معدنی/ژئولوژی را به‌صورت زیر آماده کنید:

۸-۱-۱ ۰/۵ g از مواد خوراک ورودی را مستقیماً در آستر PFA ظرف هضم وزن کرده و جرم آن را با تقریب ۰/۰۱ g ثبت کنید.

۸-۱-۲ آستر حاوی نمونه را در ظرف هضم قرار داده و ۸ ml نیتریک اسید را با یک پی‌پت یا وسیله‌ای معادل آن به آستر PFA اضافه کنید. در صورت مشاهده واکنش شیمیایی، قبل از انجام بند ۸-۱-۳ بگذارید واکنش فروکش کند.

۸-۱-۳ مجموعه سرپوش کنترل کننده فشار را روی بدنه ظرف قرار داده و تا اندازه ثابتی با دست محکم کنید. خیلی محکم نکنید زیرا این امر می‌تواند به رزوه‌ها و سطح درزبندی آسیب برساند.

۸-۱-۴ اطمینان حاصل کنید که یک غشای قطع جدید در اتصال پیچی غشای کاهش/قطع فشار جاگذاری و با انگشت محکم شده است. خیلی محکم نکنید زیرا این امر می‌تواند شکل غشای قطع را تغییر داده و به رزوه‌ها آسیب برساند. در صورت ترکیدن غشای قطع در حین هضم، هضم را متوقف و ظرف را با غشای پاره شده از صفحه گردان خارج کرده و هضم را دوباره انجام دهید. نمونه موجود در ظرف خارج شده را دور بریزید.

۸-۱-۵ ظرف را در صفحه گردان میکروویو قرار دهید. لوله حسگر فشار را از کنترل کننده فشار درون مجموعه سرپوش کنترل کننده فشار گذاشته و با انگشت محکم کنید. قبل از این امر اطمینان حاصل کنید که لوله حسگر فشار کاملاً با آب پر شده است (از دستگاه کنترل کننده فشار تا ظرف کنترل فشار).

۸-۱-۶ بندهای ۸-۱-۱ و ۸-۱-۲ را برای سه یا پنج ظرف دیگر تکرار کنید. این ظروف را با مجموعه سرپوش‌های استاندارد ظرف ببندید. اطمینان حاصل کنید که مجموعه سرپوش هر ظرف به‌خوبی محکم شده است. به‌منظور اطمینان از گرمایش یکنواخت همه ظروف، ظروف هضم را به‌طور یکنواخت در صفحه گردان توزیع کنید.

۷-۱-۸ پیشنهاد می‌شود که یک شاهد و یک استاندارد مرجع تایید شده یا یک بافت اسپایک شده با هر مجموعه از نمونه‌های دارای ترکیب مشابه آماده شود. به‌طور کلی، یک مجموعه شامل نمونه‌هایی است که هم‌زمان با یک روش، واکنشگرها و نحوه کار یکسان آماده می‌شوند. لازم است کاربر تعداد نمونه‌های دربرگیرنده یک مجموعه را براساس الزامات تضمین کیفیت کاربر تعیین کند.

۸-۱-۸ نمونه‌ها برای پردازش با مایکروویو آماده هستند. نمونه‌ها را مطابق مرحله ۱ برنامه مایکروویو شرح داده شده در پیوست الف آماده کنید. اطمینان حاصل کنید که خروجی حفره دستگاه برای حداکثر جریان هوا تنظیم شده است.

۹-۱-۸ مرحله خنک‌سازی (توان صفر) در مرحله ۱ را انجام دهید، توصیه می‌شود ظروف را با دست بررسی کنید که خنک باشند. در صورت داغ بودن ظروف، ممکن است زمان خنک‌سازی بیشتری لازم باشد. ظروف را در زیر یک هود آزمایشگاهی یا گرم‌خانه مایکروویو با شل کردن اتصال غشایی کاهش/قطع فشار تخلیه کنید. ظرف کنترل فشار را به‌منظور خارج کردن لوله حسگر فشار در مایکروویو تخلیه کنید. مجموعه سرپوش ظرف را بردارید.

۱-۹-۱-۸ لوله حسگر فشار را با آب بشویید تا هرگونه مقادیر ناچیز اسید حذف شود. این امر یک مرحله مهم است زیرا در صورتی که محلول اسیدی از لوله حسگر فشار به کنترل کننده فشار انتقال یابد، به کنترل کننده فشار آسیب می‌رسد. توصیه می‌شود آب شستشو را به‌عنوان پسماند دور بریزید.

۲-۹-۱-۸ ۴ ml هیدروفلوئوریک اسید و ۲ ml هیدروکلریک اسید را با استفاده از سرنگ پلی اتیلنی یا وسیله معادل دیگری به هر ظرف اضافه کنید. در صورت مشاهده واکنش شیمیایی، قبل از انجام بند ۳-۹-۱-۸ بگذارید واکنش فروکش کند.

یادآوری - کاربر مجاز است براساس اطلاعات قبلی درباره نمونه، مقادیر متفاوتی از HF و HCl را انتخاب کند. نمونه‌های معلوم با مقدار مواد سیلیسی کم ممکن است مقدار HF کم‌تری نیاز داشته باشند. توصیه می‌شود کاربر در هیچ موردی مقدار HF یا HCl را به حجم کم‌تر از ۲ ml برای هر اسید کاهش ندهد.

۳-۹-۱-۸ دوباره سرپوش ظروف هضم را قرار دهید، از محکم بودن اتصال غشایی کاهش/قطع فشار اطمینان حاصل کنید. ظروف هضم را دوباره در صفحه گردان قرار داده و لوله حسگر فشار را به ظرف کنترل فشار متصل کنید. اطمینان حاصل کنید که لوله حسگر فشار کاملاً با آب پر شده است. بقیه ظروف هضم را در صفحه گردان قرار دهید.

۴-۹-۱-۸ نمونه‌ها برای پردازش با مایکروویو آماده هستند. نمونه‌ها را مطابق مرحله ۲ برنامه مایکروویو شرح داده شده در پیوست الف آماده کنید.

۵-۹-۱-۸ مرحله خنک‌سازی ظرف را انجام داده و هوای ظروف را مطابق بند ۹-۱-۸ تخلیه کنید. مجموعه سرپوش‌های ظرف را برداشته، لوله حسگر فشار را با آب شسته و پر کنید.

۸-۹-۱-۶ ml ۳۵/۵ محلول بوریک اسید به هر ظرف افزوده و دوباره سرپوش ظروف را مطابق بند ۸-۱-۹-۱ قرار دهید.

۸-۹-۱-۷ نمونه‌ها برای پردازش نهایی میکروویو آماده هستند. نمونه‌ها را مطابق مرحله ۳ برنامه میکروویو شرح داده شده در پیوست الف آماده کنید.

۸-۹-۱-۸ مرحله خنک‌سازی ظرف را انجام داده و هوای ظروف را مطابق بند ۸-۱-۹ تخلیه کنید. مجموعه سرپوش‌های ظرف را برداشته، لوله حسگر فشار را با آب شسته و پر کنید.

۸-۹-۱-۹ محلول نمونه هضم شده را به‌طور کمی به یک بالن حجم‌سنجی پلی اتیلنی ۵۰ ml تمیز منتقل کرده و با آب به حجم برسانید. در صورت مشاهده هر گونه مواد ذره‌ای، مجاز است ذرات را با صاف کردن یا سانتریفیوژ حذف کنید.

یادآوری- معمولاً تنها مواد حل نشده ذرات کربن هستند که به اسانی با سانتریفیوژ حذف می‌شوند. در صورت استفاده از صاف کردن باید صافی مناسب را تمیز کرده و قبل از استفاده با محلول نیتریک اسید ۱ N بشویید.

۸-۹-۱-۱۰ محلول نمونه را به یک ظرف نمونه پلی اتیلنی تمیز منتقل کنید.

۸-۹-۱-۱۱ در این مرحله نمونه برای تجزیه آماده است.

۸-۲ سوخت‌های حاصل از پسماند، روغن‌ها و سایر نمونه‌های حاوی مقدار مواد آلی بالا، روش کار برای هضم میکروویو نمونه‌های سوخت حاصل از پسماند یا سایر نمونه‌های حاوی مقدار مواد آلی بالا مطابق بند ۸-۱-۸ می‌باشد، به استثنای این که (۱) ممکن است کاربر برای کم کردن احتمال افزایش بیش از حد فشار، تمایل به کاهش جرم نمونه داشته باشد و (۲) توصیه می‌شود برنامه میکروویو پیوست ب انجام شود. لازم به ذکر است که برنامه‌های پیوست ب شامل یک مرحله خنک‌سازی در مرحله ۲ و یک افزایش تدریجی دمای اولیه در مرحله ۱ هستند. این مراحل اهمیت دارند زیرا بعضی سوخت‌های حاصل از پسماند می‌توانند در حضور اسیدهای غلیظ تاحدی واکنش‌پذیر باشند و افزایش فشار سریع نشان دهند که منجر به تخلیه ظرف (های) هضم می‌شود. این مراحل احتمال تخلیه ظروف را کاهش می‌دهند.

۹ دقت و انحراف

۹-۱ دقت، از آن جایی که این روش یک نتیجه آزمون مشخص ارائه نمی‌دهد، هیچ بیانی درباره دقت تعیین نشده است.

۹-۲ انحراف، از آن جایی که این روش یک نتیجه آزمون مشخص ارائه نمی‌دهد، هیچ بیانی درباره انحراف تعیین نشده است.

۳-۹ پیوست پ شامل نتایج تجزیه‌ای حاصل از این روش روی مواد مرجع استاندارد انجمن ملی استاندارد و تکنولوژی (NIST)^۱ و استانداردهای فلزات برپایه روغن پارافین است.

۱۰ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

- ۱-۱۰ روش آزمون استفاده شده مطابق این استاندارد ملی؛
- ۲-۱۰ هر گونه جزئیات ضروری برای شناسایی کامل نمونه؛
- ۳-۱۰ نتایج آزمون؛
- ۴-۱۰ هر گونه مورد غیر معمول مشاهده شده در حین اندازه‌گیری؛
- ۵-۱۰ هر گونه عملیاتی که در این استاندارد ملی بیان نشده یا به‌طور اختیاری در نظر گرفته می‌شود.
- ۶-۱۰ تاریخ انجام آزمون؛
- ۷-۱۰ نام و امضای آزمون‌گر.

پیوست الف

(اطلاعاتی)

برنامه هضم برای زغال، کک، خوراک خام و خاکستر بادی

جدول الف-۱- برنامه هضم برای زغال، کک، خوراک خام و خاکستر بادی

۳	۲	۱	مرحله ۱: نمونه و نیتریک اسید اضافه کنید
۰٪	۶۰٪	۶۵٪	توان
۰	۹۶۵٫۳	۹۶۵٫۳	فشار (kPa)
۱۰٫۰	۳۰٫۰	۳۰٫۰	زمان (دقیقه)
۱۰٫۰۰	۱۰٫۰۰	۷٫۰۰	زمان در فشار (TAP) ^۱
۳	۲	۱	مرحله ۲: هیدروفلوئوریک و هیدروکلریک اسید اضافه کنید
۰٪	۴۵٪	۶۰٪	توان
۰	۹۶۵٫۳	۹۶۵٫۳	فشار (kPa)
۱۰٫۰	۳۰٫۰	۳۰٫۰	زمان (دقیقه)
۱۰٫۰۰	۱۰٫۰۰	۶٫۰۰	زمان در فشار
۳	۲	۱	مرحله ۳: محلول بوریک اسید اضافه کنید
۰٪	۵۸٪	۶۵٪	توان
۰	۳۴۴٫۸	۳۴۴٫۸	فشار (kPa)
۱۰٫۰	۳۰٫۰	۳۰٫۰	زمان (دقیقه)
۱۰٫۰۰	۵٫۰۰	۴٫۰۰	زمان در فشار (TAP)

پیوست ب
(اطلاعاتی)

برنامه هضم برای نمونه‌های حاوی مقدار مواد آلی بالا

جدول ب-۱- برنامه هضم برای نمونه‌های حاوی مقدار مواد آلی بالا

	۳	۲	۱	مرحله ۱: نمونه و نیتریک اسید اضافه کنید
	۰٪	۶۰٪	۶۵٪	توان
	۰	۹۶۵٫۳	۹۶۵٫۳	فشار (kPa)
	۱۰٫۰	۳۰٫۰	۳۰٫۰	زمان (دقیقه)
	۱۰٫۰۰	۱۰٫۰۰	۷٫۰۰	زمان در فشار (TAP)
۳	۳	۲	۱	مرحله ۲: هیدروفلوئوریک و هیدروکلریک اسید اضافه کنید
۰٪	۴۵٪	۰	۶۰٪	توان
۰	۹۶۵٫۳	۹۶۵٫۳	۹۶۵٫۳	فشار (kPa)
۱۰٫۰	۳۰٫۰	۱۰٫۰	۳۰٫۰	زمان (دقیقه)
۱۰٫۰۰	۱۰٫۰۰	۳٫۰۰	۶٫۰۰	زمان در فشار
	۳	۲	۱	مرحله ۱: محلول بوریک اسید اضافه کنید
	۰٪	۵۸٪	۶۵٪	توان
	۰	۳۴۴٫۸	۳۴۴٫۸	فشار (kPa)
	۱۰٫۰	۳۰٫۰	۳۰٫۰	زمان (دقیقه)
	۱۰٫۰۰	۵٫۰۰	۴٫۰۰	زمان در فشار

پیوست پ

(اطلاعاتی)

نتایج تجزیه‌ای استانداردهای بر پایه روغن پارافینی NIST

جدول پ-۱- نتایج تجزیه‌ای استانداردهای بر پایه روغن پارافینی NIST

عنصر ^a	مقدار زغال سنگ قیری SRM 1632b mg/kg	نتیجه هضم mg/kg	بازیابی %	مقدار رسوبات رودخانه بوفالو SRM 2704 mg/kg	نتیجه هضم mg/kg	بازیابی %	مقدار خاکستر بادی زغال سنگ SRM 1633a mg/kg	نتیجه هضم mg/kg	بازیابی %	مقدار استانداردهای فلزات بر پایه روغن mg/kg	نتیجه هضم mg/kg	بازیابی %
نقره	...	۱٫۶	۱٫۹	۱٫۱۲	...	۵۰۰	۴۸۴٫۶	۹۶٫۹
آرسنیک	۳٫۷۲	۴٫۱	۱۱۰٫۲	۲۳٫۴	۲۱٫۰	۸۹٫۷	۱۴۵	۱۴۰٫۹	۹۷٫۲	۱۰۰	۹۷٫۵	۹۷٫۵
باریم	۶۷٫۵	۵۸	۸۵٫۹	۴۱۴	۳۱۹	۷۷٫۱	۱۵۰۰	۱۲۵۳	۸۳٫۵	۵۰۰	۴۶۵	۹۳
بریلیم	...	۱٫۲	۱٫۹	...	(۱۲)	۲۴٫۸	...	۵۰۰۰	۴۸۳۰	۹۶٫۶
کادمیم	۰٫۰۵۷۳	□۲٫۰	...	۳٫۴۵	□۲٫۰	...	۱	۱٫۱	۱۱۰٫۰	۵۰۰	۴۸۹	۹۷٫۸
کروم	(۱۱)	۱۳	۱۱۸٫۲	۱۳۵	۱۱۳	۸۳٫۷	۱۹۶	۱۸۲	۹۲٫۹	۵۰۰	۵۰۲	۱۰۰٫۴
جیوه	۱۰۴۴	۱٫۵۵	۱۰۷٫۶	۰٫۱۶	۰٫۱۲	۷۵٫۰	۱۰۰	۹۱٫۸	۹۱٫۸
سرب	۳٫۶۷	□۵٫۰	...	۱۶۱	۱۵۵	۹۶٫۳	۷۲٫۴	۷۳	۱۰۰٫۸	۵۰۰	۴۹۲	۹۸٫۴
آنتیموان	(۰٫۲۴)	□۰٫۵	...	۳٫۷۹	۳٫۷	۹۷٫۶	۶٫۸	۶٫۲	۹۱٫۲	۵۰۰۰	۴۹۰۰	۹۸
تلور	۱٫۲	۱٫۵	۱۲۵٫۰	۵٫۷	۵٫۹	۱۰۳٫۵

^a تجزیه عنصری با جذب اتمی شعله‌ای و کوره گرافیتی و تجزیه جیوه با جذب اتمی بخار سرد انجام می‌شود.