



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۱۱۵۳

چاپ اول

۱۳۹۴

INSO

21153

1st. Edition

2016

خصوصیات پسماند - اندازه‌گیری مقدار
هیدروکربن ۱۰ کربنه تا ۴۰ کربنه به روش
کروماتوگرافی گازی

Characterization of waste
Determination of hydrocarbon content in
the range of C10 to C40 by gas
chromatography

ICS: 13.030.01

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه 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 حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود 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، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون‌های فنی مربوط ارسال می‌شود 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 می‌شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شوند 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 می‌دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی 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 می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یک‌ها، 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
« خصوصیات پسماند - اندازه‌گیری مقدار هیدروکربن ۱۰ کربنه تا ۴۰ کربنه به روش
کروماتوگرافی گازی »

رئیس:

خوشنام، فرزانه
(دکتری شیمی)

سمت و / یا نمایندگی

معاون استانداردسازی و آموزش اداره کل
استاندارد استان خوزستان

دبیر:

قمی، متینه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

آذریان، علیرضا
(فوق لیسانس محیط زیست)

کارشناس مسئول آزمایشگاه اداره حفاظت
محیط زیست

چرم زاده، مهرناز
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت کیمیا کنکاش جندی
شاپور

دارابی، میثم
(لیسانس فیزیک)

کارشناس دستگای دانشگاه آزاد اهواز

دایی، مینا
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس تدوین اداره کل استاندارد استان
خوزستان

دوستی خواه، گلبرگ
(لیسانس صنایع غذایی)

کارشناس جامعه کنترل کیفیت خوزستان

زرگر، بهروز
(دکتری شیمی)

هیات علمی دانشگاه شهید چمران اهواز

زرگر، مهناز
(فوق لیسانس کشاورزی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

سعادت، سجاد
(فوق لیسانس محیط زیست)

کارشناس شهرداری اهواز

سرپرست آزمایشگاه شیمی پژوهشکده
تکنولوژی تولید جهاد دانشگاهی

سقانژاد، سید جعفر
(دکتری شیمی)

کارشناس مسئول معاونت بهداشت دانشگاه
جندی شاپور

ملتجی، جلال
(فوق لیسانس مهندسی بهداشت محیط)

کارشناس تدوین اداره کل استاندارد استان
خوزستان

فتاحی نیا، مهناز
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

گیلاسی، فهیمه
(فوق لیسانس شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه

عنوان

ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ اصول آزمون
۳	۵ مزاحمت‌ها
۳	۶ مواد و/یا واکنشگرها
۴	۷ خطرات
۴	۸ وسایل
۵	۹ آماده سازی نمونه و محافظت اولیه
۶	۱۰ روش انجام آزمون
۱۱	۱۱ مشخصه‌های عملکردی
۱۲	۱۲ گزارش آزمون
۱۲	پیوست الف (اطلاعاتی) مثال‌هایی از کروماتوگرام‌های مربوط به نمونه‌های استاندارد هیدروکربن و پسماند
۱۶	پیوست ب (اطلاعاتی) اندازه‌گیری گستره جوش هیدروکربن‌های روغن معدنی با کروماتوگرافی گازی
۱۸	پیوست پ (اطلاعاتی) نمودار گردش کار
۱۹	پیوست ت (اطلاعاتی) پسماند مایع آبی
۲۰	پیوست ث (اطلاعاتی) خلاصه‌ای از الزامات عمومی و توصیه‌ها
۲۱	پیوست ج (اطلاعاتی) کتاب‌نامه

پیش گفتار

استاندارد " خصوصیات پسماند- اندازه گیری مقدار هیدروکربن ۱۰ کربنه تا ۴۰ کربنه به روش کروماتوگرافی گازی " که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط شرکت زرگستر روبینا تهیه و تدوین شده و در یکصد و پانزدهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد محیط زیست مورخ ۹۴/۱۲/۱۰ 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 می شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت های 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 تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

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

BS EN 14039: 2004, Characterization of waste -Determination of hydrocarbon content in the range of C10 to C40 by gas chromatography

خصوصیات پسماند- اندازه‌گیری مقدار هیدروکربن ۱۰ کربنه تا ۴۰ کربنه به روش کروماتوگرافی گازی

هشدار- در این استاندارد به تمام موارد ایمنی مرتبط با کاربرد آن اشاره نشده است. در صورت وجود چنین مواردی، مسئولیت برقراری ایمنی، سلامتی و تعیین حدود قوانین کاربری قبل از استفاده به عهده کاربر می‌باشد.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه‌گیری کمی مقدار هیدروکربن ۱۰ کربنه تا ۴۰ کربنه در پسماندهای جامد با استفاده از کروماتوگرافی گازی است.

این استاندارد برای مقدار هیدروکربن بین ۱۰۰ mg/kg تا ۱۰۰۰۰ mg/kg بر مبنای ماده خشک کاربرد دارد.

این استاندارد برای همه هیدروکربن‌ها با محدوده جوش حدود 175°C تا 525°C شامل n- آلکان‌ها از $\text{C}_{10}\text{H}_{22}$ تا $\text{C}_{40}\text{H}_{82}$ ، ایزوآلکان‌ها، سیکلوآلکان‌ها، آلکیل بنزن‌ها، آلکیل نفتالن‌ها و ترکیبات آروماتیک چند حلقه‌ای تعیین شده به عنوان هیدروکربن‌ها، در صورتی که در طی مرحله پاکسازی روی ستون فلوریسیل جذب نشوند، کاربرد دارد.

هیدروکربن‌های فرار را نمی‌توان به طور کمی با استفاده از این استاندارد اندازه‌گیری کرد که این روی اندازه‌گیری بعضی سوخت‌های هیدروکربنی معمول مانند بنزین اثر خواهد گذاشت.

یادآوری ۱- بر اساس الگوی پیک کروماتوگرام گازی (پیوست الف را ببینید) و نقطه جوش انحصاری n- آلکان‌های فهرست شده در پیوست ب، می‌توان به گستره جوش تقریبی هیدروکربن‌ها و بعضی اطلاعات کیفی در مورد ماهیت هیدروکربن‌ها دست یافت.

یادآوری ۲- تا کنون هیچ اطلاعات کافی برای چگونگی استفاده از پسماندهای مایع آلی برای تجزیه هیدروکربن‌ها به وجود نیامده است.

یادآوری ۳- نمونه‌های پسماند مایع آبی^۱ را می‌توان مطابق استاندارد ISO 9377-2 یا روش‌های تعیین شده در پیوست ج تجزیه کرد.

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 تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است. استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

1- Aqueous liquid waste sample

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

2-2 prEN 14346, Characterization of waste — Calculation of dry matter by determination of dry residue and water content

2-3 ISO 8466-1, Water quality — Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics — Part 1: Statistical evaluation of the linear calibration function

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاح و تعریف زیر به کار می‌رود.

۱-۳

مقدار هیدروکربن به روش کروماتوگرافی گازی

مجموع ترکیبات قابل استخراج با استون/n-هیپتان (۱:۲) که:

- روی فلوریسیل جذب نشده باشند؛
- کروماتوگرام آن‌ها را می‌توان روی یک ستون مویینه غیر قطبی با زمان‌های بازداری بین n-دکان (C₁₀H₂₂) و n-تتراکتان (C₄₀H₈₂) به دست آورد.

یادآوری ۱- موادی که با این تعریف مطابقت دارند عمدتاً هیدروکربن‌های آلیفاتیک شاخه‌دار یا با زنجیر طویل غیرقطبی، آلیسیکلیک، هیدروکربن‌های آروماتیک چند حلقه‌ای یا دارای استخلاف کیلی هستند.

یادآوری ۲- این تعریف با تعریف ارائه شده در استاندارد EN 14345 متفاوت است.

۴ اصول آزمون

بسته به نوع پسماند، یک مقدار معلوم از نمونه پسماند یکنواخت شده به وسیله فراصوت یا تکان دادن مکانیکی با استون/هیپتان نرمال (۱:۲) استخراج می‌شود. لایه آلی جدا شده و دوبار با آب شسته می‌شود. ترکیبات قطبی توسط کروماتوگرافی روی فلوریسیل جدا می‌شوند. حجم مشخصی از عصاره استخراجی خالص سازی شده توسط کروماتوگرافی گازی با ستون مویینه با آشکارساز یونیزاسیون شعله‌ای اندازه‌گیری می‌شود.

سطح زیر پیک کلی در گستره زمان‌های بازداری استانداردهای n-دکان و n-تتراکتان اندازه‌گیری شده و مقدار هیدروکربن‌های موجود در نمونه در مقابل یک استاندارد خارجی حاوی مقادیر یکسانی از دو نوع مختلف روغن معدنی، تعیین مقدار می‌شود.

یادآوری - به جز هیپتان، از حلال‌های غیر قطبی دیگر (مانند پترولیوم اتر، سیکلوهگزان و هگزان نرمال) نیز می‌توان استفاده کرد، اما پایداری آن‌ها برای استخراج هیدروکربن‌ها از خاک باید به اثبات برسد.

۵ مزاحمت‌ها

غلظت بالای بیشتر ترکیبات قطبی مانند روغن‌ها و چربی‌های گیاهی و حیوانی، ممکن است از ظرفیت جذب فلوریسیل استفاده شده، بیشتر شود. غلظت جرمی تا 10000 mg/kg از چنین ترکیباتی با اندازه‌گیری مقدار هیدروکربن تداخل نخواهد داشت.

۶ مواد و / یا واکنشگرها

از مواد با درجه خلوص تجزیه‌ای و مناسب به منظور خاص و آب درجه ۳ مطابق استاندارد ملی ایران به شماره ۱۷۲۸ استفاده کنید

۱-۶ استون، $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$

۲-۶ n-هپتان، C_7H_{16}

۳-۶ فلوریسیل برای آماده‌سازی ستون پاک‌سازی، اندازه ذرات $150 \mu\text{m}$ تا $250 \mu\text{m}$ (مش ۱۰۰ تا ۶۰) حرارت داده شده به مدت حداقل ۱۶ ساعت در دمای 140°C و نگهداری شده در دسیکاتور روی الک مولکولی. به طور جایگزین، از کارتریج‌های فلوریسیل تجاری موجود نیز می‌توان استفاده کرد.

۴-۶ سدیم سولفات بدون آب، Na_2SO_4

۵-۶ محلول آزمون، n-اکتادکانوئیک اسید اکتا دسیل استر، $\text{C}_{36}\text{H}_{72}\text{O}_2$

حدود $100 \pm 1 \text{ mg}$ n-اکتادکانوئیک اسید اکتا دسیل استر را در 100 ml n-هپتان (بند ۲-۶) حل کنید. این محلول به مدت ۶ ماه هنگامی که در یخچال در دمای بین 1°C تا 5°C نگاه داشته شود، پایدار است.

۶-۶ گستره زمان بازداری (RTW)^۱، محلول استاندارد حاوی n-تتراکتان و n-دکان

$30 \pm 1 \text{ mg}$ n-تتراکتان را درون یک بالن حجم‌سنجی 1000 ml توزین و به طور کامل در حجم مناسبی از n-هپتان (بند ۲-۶) حل کنید. $30 \mu\text{l}$ n-دکان (حدود 21 mg) افزوده و با n-هپتان آن را به خوبی هم زده و به حجم رسانده و آن را یکنواخت کنید. برای تمامی مراحل رقیق‌سازی استاندارد هیدروکربن باید از این محلول استفاده شده و در دمای اتاق نگهداری شود.

یادآوری - n-تتراکتان به طور اندکی در n-هپتان حل می‌شود. اندکی گرم کردن و/یا استفاده از فراصوت باعث تسریع فرایند انحلال می‌شود.

۷-۶ محلول استاندارد هیدروکربن برای کالیبراسیون

جرم‌های یکسان از دو نوع مختلف روغن معدنی را با هم مخلوط کنید. این مخلوط را با تقریب 0.1 g وزن کرده و در محلول استاندارد گستره زمان بازداری حل کنید تا غلظت هیدروکربن حدود 8 g/l به دست آید.

1 - Retention time window

محلول کالیبراسیون را می‌توان با رقیق کردن قسمتی از این محلول (بند ۶-۷) با محلول استاندارد گستره زمان بازداری (بند ۶-۶) آماده کرد. اولین نوع روغن باید پیک‌های مجزایی در کروماتوگرام گازی مطابق شکل الف-۱ (در قسمت چپ کروماتوگرام) نشان دهد. روغن سوخت مناسب از این نوع، یک سوخت دیزل بدون هیچ نوع افزودنی می‌باشد. نوع دوم روغن باید یک گستره نقطه جوش بالاتر از نوع اول داشته و باید یک برآمدگی در کروماتوگرام گازی مطابق شکل الف-۱ (قسمت راست کروماتوگرام) نشان دهد. روغن مناسب از این نوع، روغن روان کننده فاقد هرگونه افزودنی است.

۸-۶ محلول کنترل

یک محلول کنترل مستقل مطابق با بند ۶-۷ با غلظت هیدروکربن در حدود میانه گستره کاری، تهیه کنید.

۹-۶ محلول استاندارد عملکردی سیستم

مخلوطی حاوی مقادیر جرمی یکسان از n-آلکان‌ها با تعداد کربن زوج از C₁₀ تا C₄₀ تهیه کرده و در n-هپتان (بند ۶-۲) حل کرده تا غلظتی حدود ۵۰ mg/l برای هر n-آلکان به دست آید. این محلول را در دمای اتاق نگه‌داری کنید.

یادآوری ۱- این محلول برای تایید پایداری سیستم کروماتوگرافی گازی برای جداسازی n-آلکان‌ها و همچنین تایید پایداری سیستم آشکارساز، استفاده می‌شود.

یادآوری ۲- این محلول اطلاعاتی از زمان‌های بازبایی n-آلکان‌ها برای مشخص کردن هیدروکربن‌ها در نمونه‌ها، ارائه می‌دهد.

۱۰-۶ آماده‌سازی ستون پاک‌سازی (تخلیص)

یک تویی از پشم شیشه از قبل شسته شده یا یک خمیر پلی تترا فلئورو اتیلن درون ستون (بند ۸-۹) با فشار وارد کنید. سپس به طور متوالی ۲ g فلوریسیل (بند ۷-۳) و ۲ g سدیم سولفات (بند ۷-۴) اضافه کنید. ستون باید بلافاصله قبل از استفاده آماده شود.

۷ خطرات

استون و n-هپتان حلال‌های شدیداً قابل اشتعالی هستند و بنابراین باید با احتیاط استفاده شوند. توجه خاصی در هنگام سانتریفیوژ کردن نیاز است. در حین استخراج ممکن است فشار قابل توجهی به ظرف استخراج وارد شود. این فشار باید بعضی مواقع با تهویه ظرف در زیر یک هود، آزاد شود.

۸ وسایل

علاوه بر وسایل آزمایشگاهی معمول، وسایل زیر استفاده می‌شوند:

۸-۱ ظروف شیشه‌ای آزمایشگاهی استاندارد، که باید با استون شسته و خشک شده یا قبل از استفاده گرم شده باشد.

۸-۲ وسیله برای استخراج، تکان دهنده مکانیکی یا حمام فراصوت

۸-۳ کروماتوگراف گازی، مجهز به سیستم تزریق پیوسته، آشکارساز یونیزاسیون شعله‌ای و گرم‌خانه با قابلیت برنامه‌ریزی دمایی

۴-۸ ستون موبینه، از جنس سیلیکای ذوب شده با فاز ساکن و ابعادی مناسب مانند:
فاز ساکن: غیرقطبی برای مثال ۱۰۰٪ دی متیل پلی سیلوکسان ثابت شده، ۹۵٪ دی متیل، ۵٪ دی فنیل

سیلوکسان یا پلیمر سیلوکسان اصلاح شده

طول: حداقل ۵ m

قطر داخلی: ۰٫۱ mm تا ۰٫۳۲ mm

ضخامت فیلم: ۰٫۲۵ μm تا ۱٫۰ μm

ستون مورد استفاده باید جداسازی خط زمینه مناسبی برای n- آلکان‌های موجود در محلول استاندارد عملکرد سیستم (بند ۶-۱۰) در آزمون، ایجاد کند.

یادآوری ۱- ستون‌های پایدار حرارتی با نشتی پایین ارجح هستند.

یادآوری ۲- استفاده از یک پیش ستون به عنوان مثال یک پیش ستون سیلیکای ذوب شده غیرفعال با ورودی بزرگ (قطر داخلی ۰٫۵۳ mm) با طول حداقل ۲ m که مناسب ستون تجزیه‌ای باشد و به آن یک ارتباط دهنده با حجم صفر متصل شده باشد، توصیه می‌شود.

۵-۸ سیستم داده‌ها، قادر به انتگرال‌گیری سطح کل کروماتوگرام قادر به جبران کردن نشتی ستون و انتگرال‌گیری مجدد پس از تعریف یک خط زمینه جدید

۶-۸ ظرف استخراج شیشه‌ای، با ظرفیت حداقل ۱۰۰ ml، با درپوش پیچی یا شیشه‌ای سرسنباده‌ای متصل به سپتوم پوشش داده شده با پلی تترافلوئورواتیلن

۷-۸ لوله شیشه‌ای، با حجم ۲۵ ml با درپوش سنباده‌ای یا با درپوش پیچی یا شیشه‌ای سرسنباده‌ای متصل به سپتوم پوشش داده شده با پلی تترافلوئورواتیلن

۸-۸ قیف جداکننده، با ظرفیت حداقل ۵۰۰ ml با درپوش شیشه‌ای سنباده‌ای

۹-۸ ستون کروماتوگرافی برای تخلیص^۱

از ستون‌های شیشه‌ای با قطر داخلی حدود ۱۰ mm باید استفاده کرد. بهتر است بخش بالایی ستون پهن‌تر باشد تا بتواند به عنوان مخزن حلال استفاده شود و بخش پایین آن باریک‌تر شده و به شکل یک نوک درآید.

۹ آماده‌سازی اولیه و محافظت نمونه

نمونه‌ها باید در ظروف دربسته در تاریکی و در دمای حدود ۴ °C و نمونه‌ها در طی محدوده زمانی یک هفته استخراج شوند. در صورتی که این امکان پذیر نباشد، باید نمونه‌ها را در دمای ۱۸ °C- یا پایین‌تر، نگهداری کرد. نمونه‌ها را باید قبل از استفاده، یکنواخت کرد.

۱۰ روش انجام آزمون

۱-۱۰ آزمون شاهد

برای هر سری از نمونه‌ها، یک اندازه‌گیری شاهد مطابق با بند ۱۰-۳ با استفاده از همه واکنشگرها در مقدار یکسان اما بدون نمونه انجام دهید. در صورتی که مقادیر به‌طور غیر معمول بالا بود (بیش از ۱۰٪ کمترین مقدار ترکیب مورد نظر)، هر مرحله از آزمون باید کنترل شود تا علت این مقدار بالای شاهد، مشخص شود.

۱۰-۲ مقدار آب

مقدار ماده خشک را روی یک نمونه یا هر فاز هنگامی که جدایش فاز اتفاق افتاده باشد مطابق با استاندارد PrEN 14346 اندازه‌گیری کنید. هنگامی که امولسیون‌های پایدار موجود باشند، نمونه باید بدون جداسازی فاز تجزیه شود.

۱۰-۳ استخراج و شویش

حدود ۲۰ g از نمونه یکنواخت شده را در داخل یک ظرف استخراج شیشه‌ای بند (۷-۷)، با تقریب ۰٫۱ g توزین کرده و (40 ± 1) ml استون (بند ۶-۱) به آن اضافه کنید. پس از کمی هم زدن محلول با دست، (20 ± 0.1) ml محلول استاندارد گستره زمان بازداری (بند ۶-۶)، به محلول اضافه کنید. نمونه را به مدت یک ساعت به وسیله تکان دادن یا حمام فراصوت، استخراج کنید. پس از ته نشین شدن ماده جامد، ماده شناور را تا حد امکان به یک قیف جدا کننده (بند ۸-۸)، منتقل کنید. برای خارج کردن استون، فاز آلی را دو بار با ۱۰۰ ml آب، بشویید. لایه آلی را در یک لوله شیشه‌ای (بند ۸-۷)، جمع آوری کنید. به اندازه کافی سدیم سولفات به محلول بیفزایید تا توده بیشتری تشکیل نشود.

۱۰ ml از مواد استخراج شده را به یک ستون تخلیص پر شده با فلوریسیل (بند ۶-۱۱)، منتقل کنید. ستون را ابتدا با محلول آلی شستشو ندهید. تمامی محلول شویش را، جمع آوری کنید. حجم مشخصی از مواد استخراج شده خالص سازی شده را به یک ویال کروماتوگراف گازی منتقل کرده و اندازه‌گیری کروماتوگرافی گازی را انجام دهید.

یادآوری ۱- در صورت مناسب بودن، آزمون‌های ۵ g تا ۳۰ g می‌توانند استفاده شوند (به عنوان مثال توصیه می‌شود در صورتی که نمونه‌ها بخش اصلی از حلال استخراج اضافه شده را جذب کنند، از آزمون کوچک‌تر استفاده کرد و در صورت نیاز به حساسیت بالا، باید نمونه بیشتری برداشته شود).

یادآوری ۲- روش‌های جایگزین استخراج مانند روش‌های استخراج با حلال تسریع شده (ASE)^۱، نیز می‌توان استفاده کرد در صورتی که کارایی استخراج قابل مقایسه با این روش استخراج داشته باشند.

یادآوری ۳- سانتریفیوژ برای بهبود و تسریع جدایش فاز می‌تواند استفاده شود مشروط بر این که احتیاط‌های ایمنی لازم مخصوصاً توجه خاص به حلال‌های اشتعال‌پذیر در نظر گرفته شود.

یادآوری ۴- کارتریج‌های فلوریسیل تجاری حاوی ۲ g فلوریسیل و ۲ g سدیم سولفات موجود به صورت تجاری، قابل استفاده هستند.

یادآوری ۵- این نکته بسیار حائز اهمیت است که فلوریسیل به صورت تازه تهیه شده و فعال بوده و مواد استخراجی عاری از استون (کمتر از ۰/۱٪ حجمی)، باشند. این نکته مخصوصاً برای نمونه‌های حاوی هیدروکربن‌های آروماتیک چند حلقه‌ای به همراه هیدروکربن‌های روغن معدنی، اهمیت خاصی دارد. اطمینان حاصل کنید که هیدروکربن‌های آروماتیک چند حلقه‌ای، توسط ستون فلوریسیل جذب شده‌اند. اگر پیک‌های مجزایی برای این ترکیبات در کروماتوگرام گازی با آشکارسازی یونیزاسیون شعله‌ای (پیوست الف)، مشاهده شود باید در گزارش آزمون به آن اشاره کرد.

۱۰-۴ تعیین مقدار به روش کروماتوگرافی گازی

۱۰-۴-۱ کنترل عملکرد سیستم کروماتوگرافی گازی

از یک ستون موئینه با یکی از فازهای ساکن مشخص شده (بند ۸-۴) برای تجزیه کروماتوگرافی، استفاده کنید. دستگاه کروماتوگرافی گازی (بند ۸-۳) را به گونه‌ای تنظیم کنید که جداسازی بهینه‌ای به دست آید. n-الکان‌های موجود در محلول استاندارد عملکرد سیستم (بند ۶-۹) باید از خط زمینه، جداسازی شده باشند. پاسخ نسبی برای n-تتراکتان (C₄₀) باید نسبت به n-ایکوزان (C₂₀) حداقل ۰/۸ باشد. مثالی از شرایط کروماتوگرافی در پیوست الف، بیان شده است.

۱۰-۴-۲ آزمون تکرارپذیری

با تزریق حجم مناسبی از n-هپتان، یک کروماتوگرام با شرایط عملی تجزیه‌ای ستون را ثبت کنید. سپس، حجم یکسان از یک محلول کنترل (بند ۶-۸) را سه بار تزریق کرده و کروماتوگرام هر تزریق را ثبت کنید. کروماتوگرام‌ها را مطابق بند ۱۰-۴-۵، انتگرال‌گیری کرده و مقدار میانگین سطح زیر پیک اندازه‌گیری شده و انحراف استاندارد مربوط به آن را اندازه‌گیری کنید. انحراف استاندارد نسبی نباید بیش از ۵٪ باشد.

۱۰-۴-۳ کالیبراسیون

زمانی که روش برای اولین بار مورد استفاده قرار می‌گیرد و/یا در هنگام تغییر دستگاه یا آزمون‌گر، یک کالیبراسیون اساسی مطابق استاندارد ISO 8466-1، انجام داده و حد تشخیص و حد تعیین مقدار را به دست آورید. با انجام آزمون بر روی حداقل پنج رقت از محلول استاندارد هیدروکربن (بند ۶-۷) که گستره کاری مدنظر را پوشش دهد، یک کالیبراسیون انجام دهید. از طریق تجزیه رگرسیون خطی، یک معادله کالیبراسیون برای سطوح زیر پیک به دست آورید. با استفاده از خط رگرسیون محاسبه شده، حساسیت واقعی روش را تعیین کنید.

۱۰-۴-۴ اعتبار سنجی تابع کالیبراسیون

اعتبار تابع کالیبراسیون را باید برای هر مجموعه از نمونه‌ها، با آزمون بر روی یک محلول کنترل مستقل (بند ۶-۸) کنترل کنید. بررسی کالیبراسیون، مشکلات کالیبراسیون را قبل از آزمون نمونه‌های واقعی، مشخص می‌کند. بررسی کنید که نتیجه در محدوده $\pm 10\%$ مقدار مرجع محلول کنترل، قرار گیرد. در این صورت، فرض می‌شود که تابع کالیبراسیون واقعی، معتبر است. در غیر این صورت، باید مطابق بند ۱۰-۴-۳، کالیبراسیون را تکرار کنید.

یادآوری - توصیه می‌شود که هم یک بررسی کالیبراسیون و هم یک کنترل کیفی تجزیه‌ای با استفاده از یک محلول مستقل که به صورت تصادفی در بین مجموعه نمونه‌ها قرار گرفته باشد، انجام گیرد. محلول مستقل می‌تواند هر دو کار را انجام دهد.

۱۰-۴-۵ اندازه‌گیری

اندازه‌گیری روی نمونه شاهد (بند ۱۰-۱)، نمونه‌های استخراج شده (بند ۱۰-۲)، محلول‌های استاندارد هیدروکربن (بند ۶-۷) و محلول‌های کنترل (بند ۶-۸) را تحت شرایط یکسان کروماتوگرافی گازی، انجام دهید.

همراه با هر مجموعه نمونه، n- هپتان را نیز باید اندازه‌گیری کرد. کروماتوگرام حاصله برای تصحیح کروماتوگرام‌های نمونه شاهد (بند ۱۰-۱)، عصاره‌های استخراجی نمونه (بند ۱۰-۲)، استانداردهای کالیبراسیون (بند ۶-۸) و محلول‌های کنترل (بند ۶-۹)، از نظر نشتی^۱ ستون، قبل از انجام انتگرال‌گیری به کار می‌رود.

۱۰-۴-۶ انتگرال‌گیری پیک‌ها

سطح زیر پیک کلی کروماتوگرام‌های بین n- دکان و n- تتراکتان را انتگرال‌گیری کنید. انتگرال‌گیری را در زمان بازداری درست پس از پایان پیک n- دکان، در سطح سیگنال در جلوی پیک حلال شروع کنید. انتگرال‌گیری روی سطح کلی را در زمان بازداری درست قبل از شروع پیک n- تتراکتان در سطح سیگنال یکسان (به پیوست الف مراجعه شود)، پایان دهید. پیک n- تتراکتان را به تنهایی برای بررسی بازبایی، انتگرال‌گیری کنید.

حضور پیک‌هایی در دنباله پیک حلال با زمان‌های بازداری کمتر از زمان بازداری n- دکان نشان دهنده این است که نمونه حاوی هیدروکربن‌های فرار با نقطه جوش پایین است. این امر باید در گزارش آزمون، قید شود.

وجود یک خط زمینه غیرافقی در پایان کروماتوگرام (زمان بازداری بیش تر از n- تتراکتان) با سطح سیگنال بزرگ‌تر از سیگنال ناشی از نشتی ستون نشان می‌دهد که نمونه حاوی هیدروکربن‌های با نقطه جوش بالا با بیش از ۴۰ اتم کربن، می‌باشد. این امر باید در گزارش آزمون، قید شود. باید اطمینان حاصل کرد که این ترکیبات به طور کامل از ستون شویش شده‌اند. در غیر این صورت، این ترکیبات می‌توانند برای تجزیه نمونه‌های بعدی، مزاحمت ایجاد کنند.

یادآوری ۱- تمامی کروماتوگرام‌ها را باید به صورت چشمی از جهت صحیح بودن انتگرال‌گیری، کنترل کرد. زمان‌های شروع و پایان انتگرال‌گیری باید روی کروماتوگرام دیده شود.

یادآوری ۲- گستره تعداد کربن n- الکان‌های موجود در نمونه از طریق مقایسه کروماتوگرام عصاره استخراجی از نمونه با کروماتوگرام محلول استاندارد عملکرد سیستم (بند ۶-۹)، تعیین می‌شود. گستره نقطه جوش مرتبط را می‌توان مطابق پیوست ب، به دست آورد.

یادآوری ۳- شکل پیک و شدت سیگنال n- تتراکتان نسبت به تغییرات خواص سطحی تزریق کننده و/یا پیش ستون به دلیل آلودگی اجزاء نمونه، حساس است. بنابراین، می‌توان از آن‌ها به عنوان یک نشانگر خوب جهت لزوم عوض کردن پیش ستون و/یا پوشش تزریق کننده استفاده کرد.

۱۰-۵ محاسبات و ارزیابی

مقدار هیدروکربن نمونه را با استفاده از معامله ۱ به دست آورید:

$$w = p \times \frac{V_h}{m} \times \frac{100}{100 - w_w} \quad (1)$$

$$\rho = \frac{A_s - b}{a} \quad (2)$$

که در آن:

w مقدار هیدروکربن نمونه بر حسب میلی گرم بر کیلوگرم؛

ρ مقدار هیدروکربن عصاره استخراجی محاسبه شده از تابع کالیبراسیون بر حسب میلی گرم بر لیتر؛

A_s سطح زیر پیک انتگرال گیری شده عصاره استخراجی نمونه بر حسب واحدهای مستقل دستگاه؛

b عرض از مبدا محور y بر حسب واحدهای مستقل دستگاه؛

a شیب منحنی کالیبراسیون بر حسب لیتر بر میلی گرم؛

V_h حجم n - هپتان مورد استفاده برای استخراج بر حسب میلی لیتر؛

m جرم نمونه برداشته شده برای اندازه گیری بر حسب گرم؛

w_w مقدار آب نمونه تجزیه شده اندازه گیری شده در بند ۱۰-۲ بر حسب درصد کسر جرمی؛

نتایج را تا دو رقم معنی دار، گرد کنید.

در صورتی که دو یا چند فاز در نمونه موجود است، مقدار هیدروکربن نمونه اصلی را مطابق با نسبت جرمی فاز ماده خشک محاسبه کنید.

۱۰-۶ کنترل کیفیت

۱۰-۶-۱ بررسی مناسب بودن روش تخلیص

کارایی تخلیص برای هر مجموعه از ستون‌های فلورسیسیل باید به روش زیر کنترل شود. (در صورت استفاده از کارتریج‌های فلورسیسیل، مناسب بودن آنها برای تخلیص باید به همین روش، کنترل شود).

۱۰ ml محلول n - اکتادکانوئیک اسید اکتادسیل استر (بند ۶-۵) به ستون تخلیص (بند ۶-۱۱) پر شده با

۲۱۰ g گرم فلورسیسیل و ۲ g سدیم سولفات افزوده و تمامی محلول شویش را جمع آوری کنید. قسمتی از

محلول حاصله را با کروماتوگرافی گازی تجزیه کنید. یک محلول رقیق شده به نسبت ۱: ۱۹

n - اکتادکانوئیک اسید اکتادسیل استر (بند ۶-۵)، بدون انجام عملیات تخلیص، به عنوان مرجع استفاده

کنید. بازیابی n - اکتادکانوئیک اسید اکتادسیل استر را براساس سطح زیر پیک نسبت به سطح زیر پیک

n - اکتادکانوئیک اسید اکتادسیل استر تخلیص شده با استفاده از معادله ۳ محاسبه کنید.

$$R_{oo} = \frac{A_{foo}}{A_{uoo}} \times 5 \quad (3)$$

که در آن:

R_{oo} بازیابی n- اکتادکانوئیک اسید اکتادسیل استر رقیق شده به نسبت یک به نوزده برحسب درصد؛
 A_{foo} سطح زیر پیک n- اکتادکانوئیک اسید اکتادسیل استر پس از تخلیص توسط ستون فلوریسیل
برحسب واحد دستگاه؛

A_{uoo} سطح زیر پیک n- اکتادکانوئیک اسید اکتادسیل استر رقیق شده به نسبت یک به نوزده تخلیص نشده
برحسب واحد دستگاه؛

بازیابی نباید بیش از ۵٪ باشد. در صورتی که بازیابی- اکتادکانوئیک اسید اکتادسیل استر بیشتر از ۵٪
است، فلوریسیل را مطابق بند ۶-۳ فعال کرده و آزمون را تکرار کنید.

۱۰-۶-۲ بازیابی محلول استاندارد هیدروکربن

بازیابی محلول استاندارد هیدروکربن باید برای هر دسته ستون فلوریسیل مورد استفاده به شرح زیر کنترل
شود (در صورت استفاده از کارتریج‌های فلوریسیل نیز از همین روش برای کنترل بازیابی استفاده می‌شود).
۱۰ ml محلول استاندارد هیدروکربن (بند ۶-۷) به ستون تخلیص (بند ۶-۱۱) پر شده با ۲٫۰ گرم
فلوریسیل و ۲ g سدیم سولفات افزوده و تمامی محلول شویش را جمع آوری کنید. قسمتی از محلول
خالص سازی شده را توسط کروماتوگرافی گازی، اندازه‌گیری کنید. به عنوان مرجع از محلول استاندارد
هیدروکربن تخلیص نشده، استفاده کنید. بازیابی هیدروکربن‌ها را براساس سطح زیر پیک محلول‌های
استاندارد خالص سازی شده و خالص سازی نشده با استفاده از معادله ۴ به دست آورید:

$$R_{HC} = \frac{A_{fhc}}{A_{uhc}} \times 100 \quad (4)$$

که در آن:

R_{HC} بازیابی محلول استاندارد هیدروکربن؛

A_{fhc} سطح زیر پیک محلول استاندارد هیدروکربن پس از تخلیص توسط ستون فلوریسیل؛

A_{uhc} سطح زیر پیک محلول استاندارد هیدروکربن خالص سازی نشده.

بازیابی باید بیش از ۸۰٪ باشد.

در صورتی که بازیابی محلول استاندارد هیدروکربن زیر ۸۰٪ باشد، آن دسته از فلوریسیل را با آب بشوید و
فلوریسیل را مطابق بند ۶-۳ فعال کنید. در صورتی که آزمون تکرار شده دوباره نشان دهد که معیار برآورده
نشده است، آن دسته از فلوریسیل را دور بریزید.

۱۰-۶-۳ کنترل کیفیت نمونه

۱۱ مشخصه‌های عملکردی

مشخصه‌های عملکردی داده شده در جدول ۱ در یک مطالعه بین آزمایشگاهی مقایسه‌ای روی دو نمونه
پسماند، دو نمونه خاک آلوده و یک محلول استاندارد در سال ۲۰۰۳ انجام شده است.

جدول ۱- مشخصه‌های عملکردی برای اندازه‌گیری هیدروکربن در پسماند به روش کروماتوگرافی گازی

نمونه	l	n	%	$w:w$ mg/kg	CV_r %	CV_R %
لجن نیکل	۲۰	۴۰	۵	۷۸۰	۳,۸۸	۲۶,۹۱
نخاله ساختمانی	۲۰	۴۰	۵	۷,۸۴۱	۶,۰۵	۲۵,۵۳
خاک آلوده (آلودگی زیاد)	۲۴	۴۸	۰	۱,۸۱۸	۸,۱۳	۲۸,۵۲
خاک آلوده (آلودگی کم)	۲۳	۴۶	۰	۶۹۷	۹,۱۴	۴۴,۸۶
محلول استاندارد	۲۰	۴۰	۰	۲,۸۴۸mg/l	۴,۹۴	۸,۶۲

راهنما:

$w:w$ میانگین مقدار جرمی هیدروکربن بر حسب میلی گرم بر کیلوگرم ماده خشک

l تعداد آزمایشگاه‌های شرکت کننده

n تعداد نتایج تجزیه‌ای مجزا پس از حذف داده‌های پرت

f درصد داده‌های پرت

CV_r ضریب تغییر تکرارپذیری

CV_R ضریب تغییر تجدیدپذیری

۱۲ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

- ۱-۱۲ روش آزمون مطابق با این استاندارد ملی ایران؛
- ۲-۱۲ اطلاعات کامل برای شناسایی کامل نمونه؛
- ۳-۱۲ ارجاع به روش استفاده شده برای استخراج (تکان دادن، فراصوت یا روش‌های دیگر) و تخلیص؛
- ۴-۱۲ نتایج اندازه‌گیری؛
- ۵-۱۲ هر عاملی که ممکن است بر روی نتایج تاثیر داشته باشد و جزئیات آن در این روش ذکر نشده است.
- ۶-۱۲ ارجاع به ترکیبات با نقطه جوش پایین‌تر از C_{10} یا بالاتر از C_{40} در کروماتوگرام؛
- ۷-۱۲ تاریخ انجام آزمون؛
- ۸-۱۲ نام و نام خانوادگی امضای آزمون‌گر.

پیوست الف

(اطلاعاتی)

مثال‌هایی از کروماتوگرام‌های مربوط به نمونه‌های استاندارد هیدروکربن و پسماند

شکل الف-۱، کروماتوگرام مخلوط کالیبراسیون روغن معدنی متشکل از بخش‌های مساوی از سوخت دیزل و روغن روان کننده را نشان می‌دهد. شکل الف-۲، کروماتوگرام یکسانی را بعد از تصحیح برای نشستی ستون و انتگرال‌گیری نشان می‌دهد. سطح زیر پیک کلی بین n-دکان و n-تتراکتان مورد استفاده برای تعیین مقدار در منطقه هاشور خورده، نشان داده شده است.

شکل الف-۳ و الف-۴ کروماتوگرام‌های انتگرال‌گیری شده به ترتیب خاک آلوده و نمونه‌های پسماند تصحیح شده نسبت به نشستی ستون را نشان می‌دهد.

کروماتوگرام‌ها تحت شرایط زیر، ثبت شده‌اند.

روش تزریق: ابتدای ستون

حجم تزریق: ۲ μ l

نوع ستون: ستون موئین سیلیکای ذوب شده

طول ستون: ۱۲ m

قطر داخلی: ۰٫۲۵ mm

فاز مایع: BPX-5

ضخامت فیلم: ۱٫۰ μ m

پیش ستون: موئین سیلیکای ذوب شده غیرفعال شده، ۲ m \times ۰٫۵۳ mm

گاز حامل: هلیم

فشار: ۱۵۰ kPa

آشکارساز: آشکارساز یونیزاسیون شعله‌ای

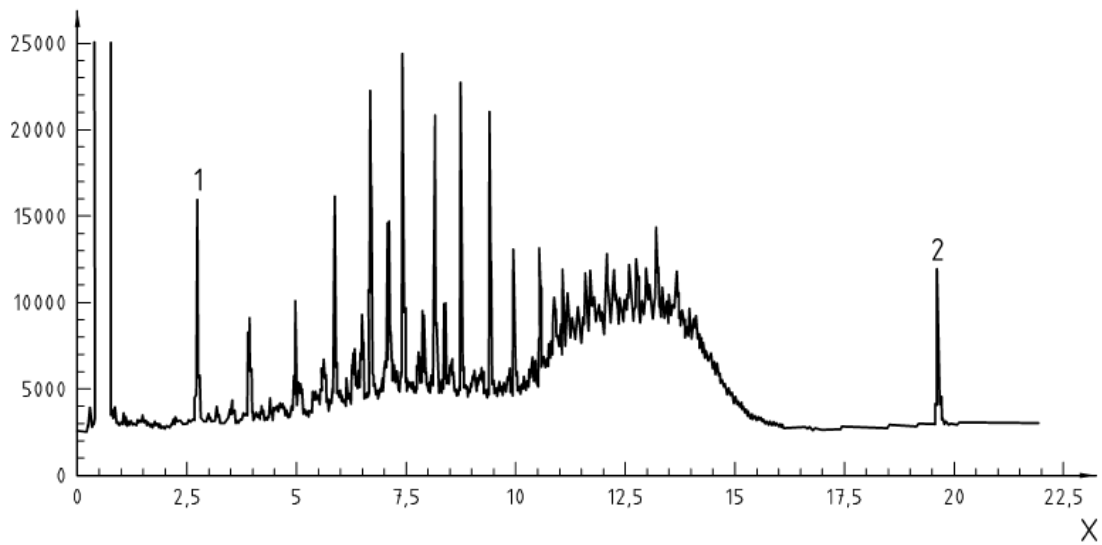
دمای آشکارساز: ۳۶۰ °C

دمای گرم‌خانه: ۸۰ °C به مدت یک ساعت

۲۰ °C در هر دقیقه تا دمای ۳۶۰ °C

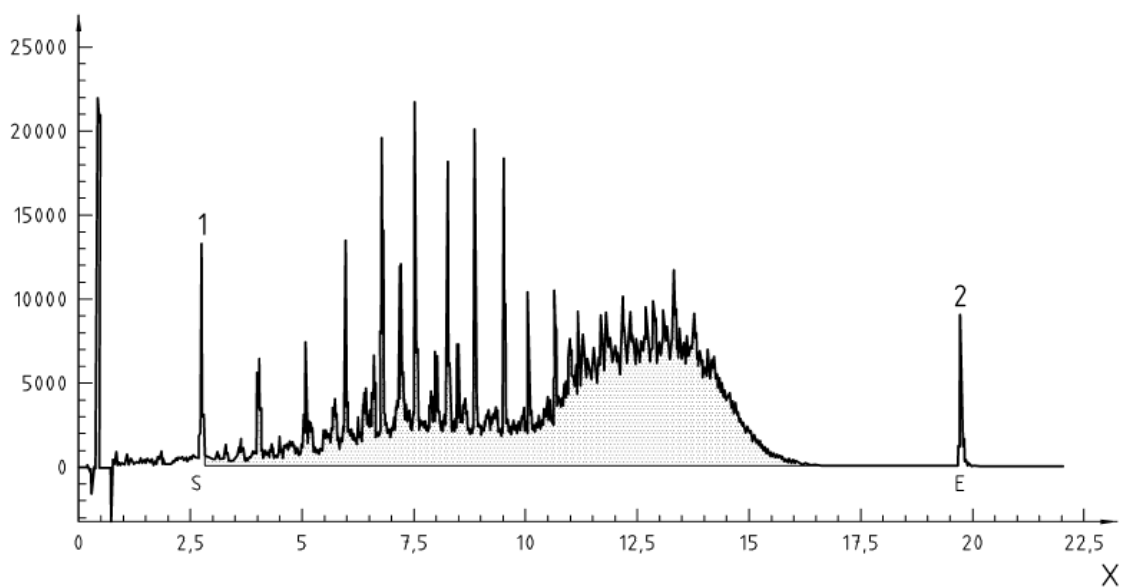
۳۰۰ °C به مدت ۱۰ دقیقه

۳۶۰ °C به مدت ۱۵ دقیقه



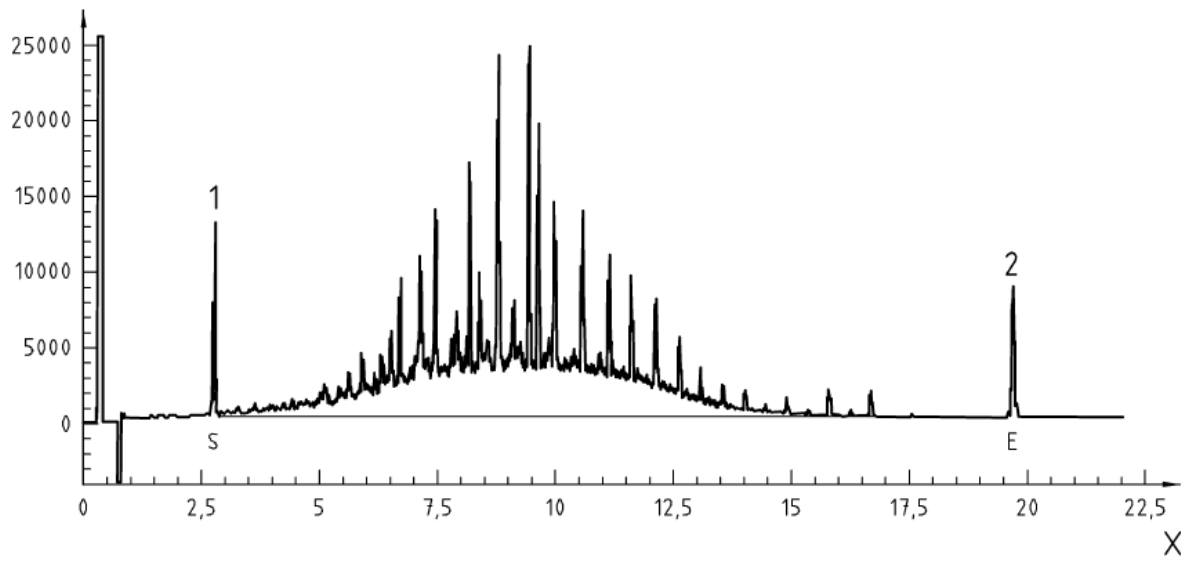
راهنما:
 X زمان (دقیقه)
 ۱ n-دکان
 ۲ n-تتراکتان

شکل الف-۱- کروماتوگرام گازی محلول استاندارد هیدروکربن متشکل از بخش‌های مساوی از سوخت دیزل و روغن روان کننده



راهنما:
 X زمان (دقیقه)
 ۱ n-دکان
 ۲ n-تتراکتان

شکل الف-۲- کروماتوگرام گازی محلول استاندارد هیدروکربن (بند ۶-۷) تصحیح شده برای نشتی ستون



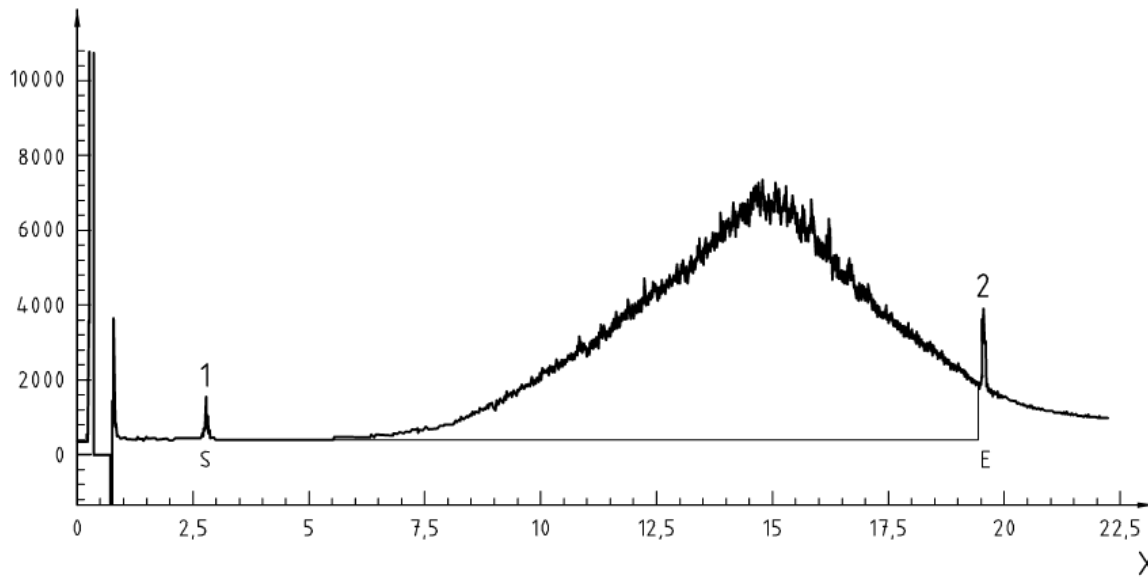
راهنما:

X زمان (دقیقه)

۱-n-دکان

۲-n-تتراکتان

شکل الف-۳- کروماتوگرام گازی انتگرال گیری شده نمونه خاک آلوده تصحیح شده برای نشتی ستون



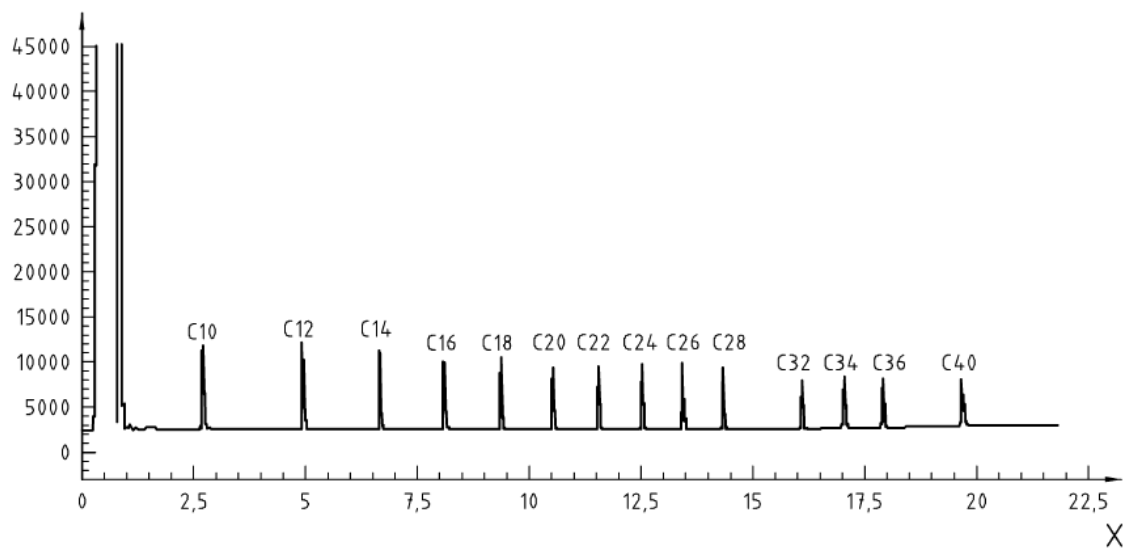
راهنما:

X زمان (دقیقه)

۱-n-دکان

۲-n-تتراکتان

شکل الف-۴- کروماتوگرام گازی انتگرال گیری شده نمونه پسماند با آلودگی بالا تصحیح شده برای نشتی ستون



راهنما:
X زمان (دقیقه)

شکل الف-۵- کروماتوگرام گازی محلول استاندارد عملکردی سیستم (بند ۶-۹)

پیوست ب
(اطلاعاتی)

اندازه‌گیری گستره جوش هیدروکربن‌های روغن معدنی با کروماتوگرافی گازی

با استفاده از داده‌های جدول ب-۱، گستره نقطه جوش تقریبی هیدروکربن‌ها در نمونه را می‌توان با مقایسه الگوی پیک کروماتوگرام نمونه و مخلوط n-آلکان‌ها، برآورد کرد.

جدول ب-۱- نقطه جوش n-آلکان‌ها از ۶ اتم کربن تا ۴۴ اتم کربن

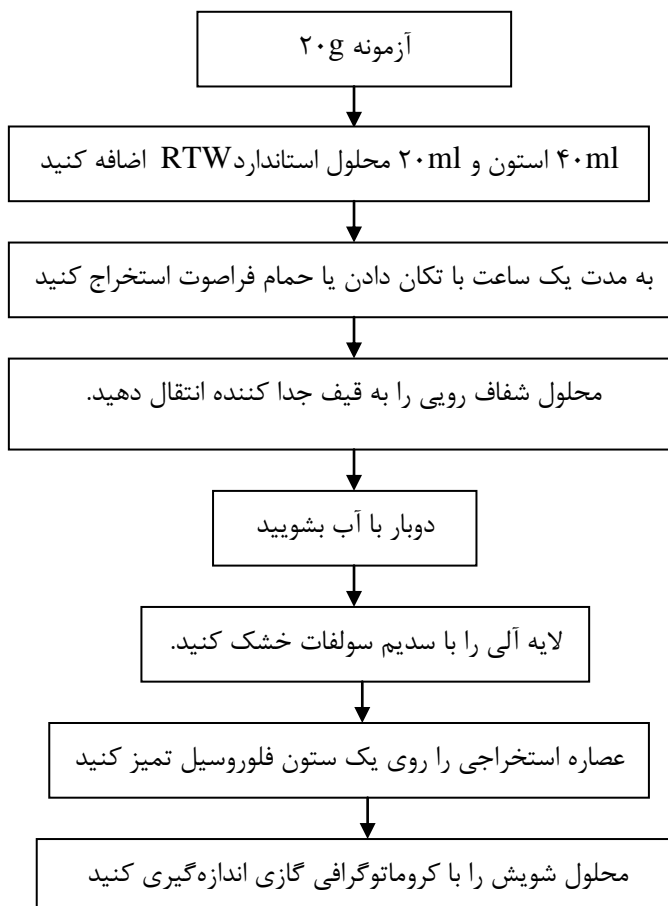
نقطه جوش °C	تعداد اتم کربن
۶۹	۶
۹۸	۷
۱۲۶	۸
۱۵۱	۹
۱۷۵	۱۰
۱۹۶	۱۱
۲۱۶	۱۲
۲۳۵	۱۳
۲۵۳	۱۴
۲۷۱	۱۵
۲۸۷	۱۶
۳۰۲	۱۷
۳۱۷	۱۸
۳۳۱	۱۹
۳۴۴	۲۰
۳۵۶	۲۱
۳۶۹	۲۲
۳۸۰	۲۳
۳۹۱	۲۴
۴۰۲	۲۵

جدول ب-۱- ادامه

۴۱۲	۲۶
۴۲۲	۲۷
۴۳۲	۲۸
۴۴۱	۲۹
۴۵۰	۳۰
۴۵۹	۳۱
۴۵۹	۳۲
۴۶۸	۳۳
۴۸۳	۳۴
۴۹۱	۳۵
۴۹۸	۳۶
۵۰۵	۳۷
۵۱۲	۳۸
۵۱۸	۳۹
۵۲۵	۴۰
۵۳۱	۴۱
۵۳۷	۴۲
۵۴۳	۴۳
۵۴۸	۴۴

پیوست پ
(اطلاعاتی)
نمودار گردش

نمودار گردش کار در پیوست پ نشان داده شده است.



پیوست ت
(اطلاعاتی)
پسماند مایع آبی

حدود ۲۰ g ماده خشک (برای مثال ۴۰۰ g پسماند مایع حاوی حدود ۵٪ ماده خشک) را با تقریب ۰/۱ g وزن کرده و درون یک قیف جداکننده (بند ۸-۹) قرار دهید. حدود ۰/۱ ± ۵۰ ml (محلول استاندارد RTW بند ۶-۶) اضافه کنید. نمونه را با تکان دادن به مدت یک ساعت استخراج کنید. لایه آلی را در یک ظرف شیشه‌ای (بند ۸-۶) جمع آوری کنید. مقدار کافی سدیم سولفات افزوده به گونه‌ای که هیچ کلوخه دیگری تشکیل نشود. ۱۰ ml محلول‌های حاصل از استخراج به ستون تخلیص پرشده با فلوریسیل منتقل کنید. ستون را در ابتدا با حلال آلی شستشو ندهید. تمامی محلول شویش را جمع‌آوری کنید. یک قسمتی از عصاره استخراجی خالص سازی شده را به یک ظرف کروماتوگرافی گازی منتقل و با استفاده از دستگاه کروماتوگرافی گازی اندازه‌گیری کنید.

یادآوری - این نوع پسماند نوعاً، دوغابی حاوی مقدار کمی (حدود ۵٪ تا ۱۰٪) از ماده جامد خیلی ریز است که جداسازی به روش صافی یا سانتریفیوژ کردن به طور معمول مشکل است.

پیوست ث (اطلاعاتی)

خلاصه‌ای از الزامات عمومی و توصیه‌ها

هدف از این خلاصه حمایت سازماندهی شده از فرایندهای آماده سازی مقدماتی نمونه و نمونه‌برداری است. اطلاعات داده شده برای آماده‌سازی یک برنامه نمونه‌برداری مفید خواهد بود. الزامات ذکر نشده در این جدول ت-۱ به عنوان پیشنهاد در نظر گرفته شده‌اند.

جدول ت-۱ - الزامات عمومی و پیشنهادات

محدودیت بافت	فقط برای پسماند جامد
محدوده کاری نوعی	۱۰۰ mg/kg تا ۱۰۰۰۰ mg/kg ماده خشک
وسایل نمونه‌برداری	هر وسیله‌ای که روغن معدنی آزاد نکند. هنگام استفاده از ژنراتورهای دیزلی یا موتورهای نمونه‌برداری دیزلی مراقبت لازم به عمل آورید.
بطری از قبل آماده شده	تمیز، خشک و عاری از حلال‌ها
جنس بطری	شیشه کهربایی با دهانه گشاد و درپوش سنباده‌ای
شرایط حمل و نقل	تاریک و خنک
محافظت	خنک کردن در حدود 4°C
شرایط نگهداری	در دمای 4°C در محل تاریک و به مدت حداکثر یک هفته که برای نگهداری طولانی تر در دمای حدود -18°C
مقدار مورد نیاز	حدود ۵۰۰ g از نمونه اصلی
آزمونه	حدود ۲۰ g از نمونه اصلی یکنواخت شده
روش خشک کردن	خشک کردن تنها هنگامی استفاده می‌شود که باعث اتلاف هیدروکربن‌ها نشود. در صورتی که خشک کردن قابل کاربرد باشد، خشک کردن انجمادی توصیه شده است.
الک کردن (اندازه ذره)	اندازه ذرات کمتر از ۲ mm مطلوب است. کاهش اندازه تنها هنگامی قابل کاربرد است که بتواند مانع از کاهش هیدروکربن‌ها شود.
آسیاب کردن	کاربرد ندارد
سازگاری با	نمونه می‌تواند برای اندازه‌گیری هیدروکربن‌ها (وزن سنجی)، کربن آلی کل، هالوژن‌ها و گوگرد همچنین ماده خشک استفاده شود. بسته به تعداد پارامترهای نمونه مقدار باید افزایش یابد.

پیوست ج
(اطلاعاتی)
کتابنامه

- [۱] prEN 14899, Characterisation of waste — Sampling of waste materials — Framework for the preparation and application of a Sampling plan
- [۲] EN 14345, Characterisation of waste — Determination of hydrocarbon content by gravimetry
- [۳] EN ISO 9377-2, Water quality — Determination of hydrocarbon oil index — Part 2: Method using solvent extraction and gas chromatography
- [۴] ISO/DIS 16703, Soil quality — Determination of mineral oil content by gas chromatography
- [۵] NEN 5733:1997, Soil — Determination of mineral oil content in soil and sediments with gas chromatography
- [۶] van Delft, R.J., Doveren, A.S.M.J. and Snijders, A.G. (1994): The determination of petroleum hydrocarbons in soil using a miniaturized extraction method and gas chromatography, Fresenius' Journal of Analytical Chemistry 350, 638-641