



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۱۱۵۵

چاپ اول

۱۳۹۴

INSO

21155

1st. Edition

2016

خصوصیات پسماند - اندازه گیری مقدار

هیدروکربن به روش وزن سنجی

**Characterization of waste — Determination
of hydrocarbon content by gravimetry**

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 موسسات 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 پیشنهادات 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 موسسات 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 استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و موسسات 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 موسسات را بر اساس ضوابط نظام تایید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تایید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی 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

« خصوصیات پسماند – اندازه‌گیری مقدار هیدروکربن به روش وزن‌سنجی »

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)

احمدپور، الهام
(فوق لیسانس مهندسی آب و فاضلاب)

کارشناس پسماند معاونت بهداشت دانشگاه
جندی شاپور

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

دایی، مینا
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس تدوین اداره کل استاندارد استان
خوزستان

زرگر، بهروز
(دکتری شیمی)

هیات علمی دانشگاه شهید چمران اهواز

سعادت، سجاد
(فوق لیسانس محیط زیست)

کارشناس شهرداری اهواز

سقانژاد، سید جعفر
(دکتری شیمی)

سرپرست آزمایشگاه پژوهشکده تکنولوژی
تولید جهاد دانشگاهی

فتاحی نیا، مهناز
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس تدوین اداره کل استاندارد استان
خوزستان

گیلاسی، فهیمه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

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
۱	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ اصول آزمون
۲	۵ خطرات
۲	۶ مزاحمت‌ها
۲	۷ مواد و/یا واکنشگرها
۳	۸ وسایل
۳	۹ نگهداری و آماده سازی مقدماتی نمونه
۴	۱۰ روش انجام آزمون
۶	۱۱ مشخصه‌های عملکردی
۶	۱۲ گزارش آزمون
۸	۱۳ پیوست الف (اطلاعاتی) روش کار برای نمونه‌های حاوی هیدروکربن‌های نیمه فرار
۱۰	۱۴ پیوست ب (اطلاعاتی) پسماند مایع آبی
۱۱	۱۵ پیوست پ (اطلاعاتی) نمودار گردش کار
۱۲	۱۶ پیوست ت (اطلاعاتی) خلاصه‌ای از الزامات عمومی و توصیه‌ها

پیش گفتار

استاندارد " خصوصیات پسماند - اندازه‌گیری مقدار هیدروکربن به روش وزن‌سنجی " که پیش نویس آن در کمیسیون‌های 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، به‌عنوان 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 تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

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

BS EN 14345: 2004, Characterization of waste — Determination of hydrocarbon content by gravimetry

خصوصیات پسماند - اندازه‌گیری مقدار هیدروکربن به روش وزن‌سنجی

هشدار- مسئولیت برقراری ایمنی و سلامتی مناسب و تعیین حدود قوانین کاربری قبل از استفاده، به عهده کاربر این استاندارد ملی می باشد.

توصیه- ضروری است که آزمون‌های انجام شده بر اساس این استاندارد ملی توسط افراد کارآموده انجام شود.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش وزن‌سنجی برای اندازه‌گیری مقدار هیدروکربن در پسماند جامد می‌باشد.

یادآوری- نمونه‌های پسماند مایع آبی^۱ ممکن است مطابق با استاندارد prEN ISO 9377-1 یا روش‌های مشخص شده در پیوست ب تجزیه شوسند.

این روش برای اندازه‌گیری مقدار هیدروکربن، بیشتر از ۰/۵٪ (کسرجرمی) بر پایه ماده خشک کاربرد دارد. در این روش فراهم کردن اطلاعات کیفی روی ماهیت و منبع هیدروکربن‌ها امکان‌پذیر نیست.

۲ مراجع الزامی

مراجع 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 تجدید نظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدرکی 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 روش آزمون

2-3 prEN 14346, Characterization of waste — Calculation of dry matter by determination of dry residue and water content

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود.

۱-۳

مقدار هیدروکربن به روش وزن‌سنجی

مجموع ترکیبات قابل استخراج با استون/پترولئوم اتر (۱:۲) که روی فلورسیل جذب نشده و در طی فرایند خشک کردن تبخیر نشود.

1-Aqueous liquid waste sample

به دلایل عملی، عبارت "مقدار هیدروکربن به روش وزن سنجی" در متن زیر با "مقدار هیدروکربن" خلاصه شده است.

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

یادآوری ۲- این تعریف با تعریف داده‌شده در استاندارد EN 14039 متفاوت است.

۴ اصول آزمون

بسته به نوع پسماند، یک مقدار معلوم از نمونه پسماند یکنواخت شده به وسیله دوبار تکان دادن مکانیکی با استون/پترولیوم^۱ اتر (۱:۲) استخراج می‌شود. ترکیب استخراج شده دوبار با آب شسته می‌شود. ترکیبات قطبی توسط کروماتوگرافی روی فلورسیل جدا می‌شوند. استخراج نهایی تا خشک شدن تبخیر شده و سپس جرم باقی‌مانده با وزن کردن اندازه‌گیری می‌شود.

۵ خطرات

استون و پترولیوم اتر حلال‌های شدیداً قابل اشتعال هستند و بنابراین باید با احتیاط استفاده شوند. توجه خاصی در هنگام سانتریفیوژ کردن نیاز است. در حین استخراج فشار قابل توجهی ممکن است به ظرف استخراج وارد شود. این فشار باید بعضی مواقع با تهویه ظرف در زیر یک هود، آزاد شود. به علت سمیت، از تماس پترولیوم اتر با پوست و چشم‌ها و تنفس بخارات آن باید اجتناب شود.

۶ مزاحمت‌ها

غلظت‌های بالای بیشتر ترکیبات قطبی مانند روغن‌ها و چربی‌های گیاهی و حیوانی، ممکن است از ظرفیت جذب فلورسیل استفاده شده، بیشتر شود. کسر جرمی تا ۱۰٪ از چنین ترکیباتی با اندازه‌گیری مقدار هیدروکربن تداخل نخواهد داشت.

۷ مواد و / یا واکنشگرها

از مواد با درجه خلوص واکنشگر و مناسب برای منظور خاص و آب درجه ۳ مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ استفاده کنید.

۱-۷ استون، $(CH_3)_2CO$

۲-۷ پترولیوم اتر، محدوده جوش $40^{\circ}C$ تا $60^{\circ}C$

حلال‌های هیدروکربنی دیگر با محدوده جوش $36^{\circ}C$ تا $69^{\circ}C$ مشروط بر استخراج موثر اثبات شده قابل مقایسه می‌توان استفاده کرد.

۳-۷ فلوریسیل، اندازه ذرات $150 \mu\text{m}$ تا $250 \mu\text{m}$ (مش ۱۰۰ تا ۶۰) حرارت داده شده برای حداقل ۱۶ ساعت در دمای 140°C و نگهداری شده در دسیکاتور روی الک مولکولی به طور جایگزین، کارتریج‌های فلوریسیل تجاری موجود حاوی ۲ g فلوریسیل و ۲ g سدیم سولفات همچنین قابل استفاده هستند.

۴-۷ سدیم سولفات بدون آب، Na_2SO_4 ، حرارت داده شده برای حداقل ۲ ساعت در دمای 550°C

۵-۷ محلول آزمون، n-اکتادکانویک اسید اکتا دسیل استر، $\text{C}_{36}\text{H}_{72}\text{O}_2$ حدود ۲ g n-اکتادکانویک اسید اکتا دسیل استر را در ۱۰۰ ml پترولیوم اتر (بند ۷-۲) حل کنید.

۶-۷ محلول استاندارد هیدروکربن برای کنترل بازیابی

حدود ۲ g از یک روغن معدنی سنگین مانند روغن روان کننده، بدون هیچ افزودنی را در ۱۰۰ ml پترولیوم اتر (بند ۷-۲) حل کنید.

۷-۷ یک تویی از پشم شیشه از قبل شسته شده یا یک خمیر پلی تترا فلورو اتیلن درون ستون (بند ۸-۱۰) فشار دهید. 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.

۸ وسایل

علاوه بر وسایل آزمایشگاهی معمول، وسایل زیر استفاده می شوند:

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

۸-۲ تکان دهنده مکانیکی، تکان دهنده چرخشی یا افقی

۸-۳ وسیله تبخیر، تبخیر کننده چرخان

۸-۴ ترازوی تجزیه‌ای، درستی برابر یا بهتر از ۰٫۱ mg

۸-۵ ظرف استخراج شیشه‌ای، با ظرفیت حداقل ۱۰۰ ml، با درپوش پیچی یا شیشه‌ای سرسنباده‌ای متصل به سپتوم^۱ پوشش داده شده با پلی تترافلورو اتیلن (PTFE)^۲

۹ نگهداری و آماده‌سازی مقدماتی نمونه

نمونه‌ها باید در محلی تاریک و ظروف درزبندی شده در دمای حدود 4°C نگهداری شده و در یک دوره یک هفته‌ای استخراج شوند. در صورتی که امکان پذیر نباشد نمونه‌ها باید در دمای 18°C یا کمتر نگهداری شوند.

قبل از تجزیه، نمونه‌ها باید همگن شوند.

1- Septum
2- Polytetrafluoroethylen

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 شاهد بیشتر از 0.1% (20 mg) برای جرم نوعی آزمون (از 20 g) از هر مرحله در روش آزمون باشد، باید دلیل بالا بودن مقادیر شاهد بررسی شود.

۱۰-۲ ماده خشک

ماده خشک را روی یک نمونه فرعی جداگانه (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

حدود 20 g از نمونه یکنواخت شده را درون یک ظرف استخراج شیشه‌ای (بند ۸-۵) با تقریب 0.1 g وزن کنید و $1 \pm 40 \text{ ml}$ استون (بند ۷-۲) به آن اضافه کنید. بعد از کمی تکان دادن با دست $1 \pm 20 \text{ ml}$ پترولیوم اتر به آن اضافه کنید. نمونه را به مدت 10 دقیقه تا 15 دقیقه روی تکان دهنده مکانیکی (بند ۸-۲) تکان دهید. بعد از ته‌نشینی مواد جامد، بیشترین مقداری که امکان‌پذیر است از محلول شفاف رویی را به قیف جداکننده (بند ۸-۷) منتقل کنید. استخراج را با حجم‌های یکسان از حلال تازه تکرار کنید. محلول‌های استخراج شده و جدا شده از استون را با دوبار شستن با 100 ml آب مخلوط کنید. لایه آلی را در یک بالن مخروطی (بند ۸-۶) جمع‌آوری کنید به گونه‌ای که هیچ توده دیگری تشکیل نشود.

یادآوری ۱- روش‌های استخراج جایگزین، برای مثال فراصوت یا استخراج حلال تسریع شده (ASE)^۱ مشروط بر این که کارایی استخراج قابل مقایسه داشته باشند، می‌توانند استفاده شوند.

یادآوری ۲- سانتریفیوژ برای بهبود و تسریع جدایش فاز می‌تواند استفاده شود مشروط بر این که احتیاط‌های ایمنی لازم مخصوصاً توجه خاص به حلال‌های اشتعال‌پذیر باید در نظر گرفته شود.

۱۰-۴ تخلیص

ستون تخلیص را با فلورسیل مطابق با بند ۷-۸ پر کنید. محلول استخراج را به طور کمی به بالای ستون انتقال دهید. بالن مخروطی حاوی سدیم سولفات را دوبار با حدود 5 ml پترولیوم اتر شسته و به ستون اضافه کنید. کل شویش را در ظرف تبخیر (بند ۸-۸) جمع‌آوری کنید. ستون را دوبار با حدود 5 ml پترولیوم اتر شسته و محلول شویش را به ظرف تبخیر (بند ۸-۸) اضافه کنید.

۱۰-۵ اندازه‌گیری وزن سنجی مقدار هیدروکربن

محصول استخراج را با استفاده از یک وسیله تبخیر مناسب (بند ۸-۳) تا حجم کمی تغلیظ کنید اما به حدی تبخیر نکنید که خشک شود. محصول استخراج شده غلیظ را به بشر 25 ml از قبل وزن شده منتقل کنید. ظرف تبخیر را با سه قسمت کوچک پترولیوم اتر (بند ۶-۳) شسته و محلول شستشو را به بشر اضافه کنید.

1- Accelerated solvent extraction

بشر را روی حمام داغ قرار داده و با احتیاط حلال را در زیر هود تا حجم ۱ ml تا ۲ ml تبخیر کنید. بشر را در یک گرم‌خانه در دمای $^{\circ}\text{C}$ (80 ± 2) به مدت (15 ± 0.5) دقیقه حرارت دهید. بشر را برداشته و اجازه دهید در دسیکاتور خنک شده و دوباره وزن کنید. جرم m_2 باقی‌مانده استخراجی را از اختلاف وزن بشر قبل و بعد از آزمون محاسبه کنید.

یادآوری- در صورتی که نمونه حاوی هیدروکربن‌های نیمه فرار مانند سوخت‌های دیزلی می‌باشد، در دمای $^{\circ}\text{C}$ 80 خشک نکنید و از روش پیوست الف پیروی کنید.

۱۰-۶ محاسبه و ارزیابی

مقدار جرم هیدروکربن را برای هر فاز با استفاده از رابطه ۱ محاسبه کنید.

$$w = \frac{m_2 - m_0}{m_1} \times \frac{\% 100}{w_{dm}} \times 100 \quad (1)$$

که در آن:

w مقدار هیدروکربن نمونه بر حسب درصد روی مقدار پایه جرم ماده خشک؛

m_0 جرم باقی‌مانده استخراج از اندازه‌گیری شاهد مطابق با بند ۱۰-۱ بر حسب گرم؛

m_1 جرم نمونه برداشته شده برای تجزیه بر حسب گرم؛

m_2 جرم باقی‌مانده استخراج نمونه بر حسب گرم؛

w_{dm} کسر جرمی ماده خشک نمونه اصلی در اندازه‌گیری در بند ۱۰-۲ بر حسب درصد.

نتایج را تا $\% 0.1$ گرد کنید. در صورتی که دو یا چند فاز در نمونه موجود است، مقدار هیدروکربن نمونه اصلی را مطابق با نسبت جرمی ماده خشک فازهای موجود محاسبه کنید.

۱۰-۷ کنترل کیفیت

۱۰-۷-۱ بررسی مناسب بودن روش تخلیص

کارایی تخلیص هر قسمت از فلورسیل باید به روش زیر بررسی شود (در صورتی که کارتریج فلورسیل استفاده شود، مناسب بودن آن‌ها برای روش تخلیص باید با روش یکسان بررسی شود).

۱۰ ml محلول n- اکتادکانوئیک اسید اکتادسیل استر (بند ۷-۵) را درون یک بالن مخروطی منتقل کنید و ۴۰ ml پترولیوم اتر (بند ۷-۲) به آن افزوده و مطابق بند ۱۰-۴ و ۱۰-۵ ادامه دهید. جرم باقی‌مانده m_2 نباید از ۱۰ mg (کمتر از $\% 5$ مقدار اولیه روغن استری) بیشتر باشد. در صورتی که بازیابی n- اکتادکانوئیک اسید اکتادسیل استر بیشتر از $\% 5$ است، فلورسیل را مطابق بند ۷-۳ فعال کرده و آزمون را تکرار کنید. در صورتی که آزمون تکرار شده دوباره نشان دهد که معیار برآورده نشده است، آن دسته از فلورسیل را دور بریزید.

۱۰-۷-۲ بازیابی محلول استاندارد هیدروکربن

بازیابی محلول استاندارد هیدروکربن (بند ۷-۷) باید با هر قسمت از فلورسیل به روش زیر بررسی شود (در صورتی که کارتریج فلورسیل استفاده می‌شود، بازیابی باید با همان روش بررسی شود).

۱۰ ml محلول استاندارد هیدروکربن (بند ۶-۷) را درون یک بالن مخروطی منتقل کنید و ۴۰ ml پترولیوم اتر (بند ۷-۳) به آن افزوده و مطابق بند ۱۰-۴ و ۱۰-۵ ادامه دهید. جرم باقی مانده m_2 باید حداقل ۱۶۰ mg (نرخ بازیابی بیشتر از ۸۰٪) باشد.

در صورتی که بازیابی محلول استاندارد هیدروکربن زیر ۸۰٪ است، فلوریسیل را مطابق بند ۷-۴ فعال کرده و آزمون را تکرار کنید. در صورتی که آزمون تکرار شده دوباره نشان دهد که معیار برآورده نشده است، آن دسته از فلوریسیل را دور بریزید.

۱۱ مشخصه‌های عملکردی

مشخصه‌های عملکردی داده شده در جدول ۱ در یک مطالعه بین آزمایشگاهی مقایسه‌ای در سال ۲۰۰۳ انجام شده است.

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

CV_R %	CV_r %	$w \cdot w$ %	f %	n	l	نمونه
۱۹٫۵۹	۷٫۴۴	۱٫۳۳	۰	۴۲	۲۱	خاک آلوده
۳۳٫۷۴	۱۲٫۱۶	۸٫۰۹	۰	۴۲	۲۱	لجن تصفیه‌خانه فیزیکی- شیمیایی
راهنما:						
l تعداد آزمایشگاه‌های شرکت کننده						
n تعداد نتایج تجزیه‌ای مجزا و پس از حذف داده‌های پرت						
f درصد داده‌های پرت						
CV_r ضریب تغییر تکرارپذیری						
CV_R ضریب تغییر تجدیدپذیری						

۱۲ گزارش آزمون

گزارش آزمون حداقل باید 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 پیوست الف یا ب، در صورت استفاده؛

۷-۱۲ تاریخ انجام آزمون؛

۸-۱۲ نام و نام خانوادگی و امضای آزمون‌گر.

پیوست الف

(اطلاعاتی)

روش کار برای نمونه‌های حاوی هیدروکربن‌های نیمه فرار

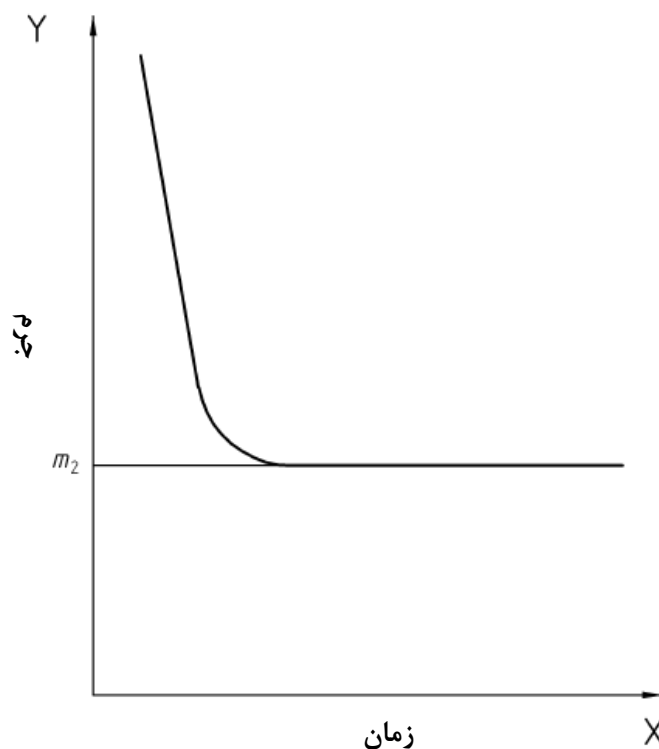
هنگامی که هیدروکربن‌های نیمه فرار مانند روغن دیزل در نمونه موجود باشد، روش تبخیر شرح داده شده در بند ۱۰-۵ ممکن است منجر به کاهش سبک‌ترین قسمت از مخلوط هیدروکربن شود که یک تخمین کمتر از مقدار هیدروکربن نتیجه می‌شود. به حداقل رساندن این خطا با استفاده از تغییر این استاندارد، جایی که تبخیر نهایی فاز (۱۵ دقیقه در 80°C) بعد از کاهش حلال به ۱ ml یا ۲ ml، با یک مرحله تبخیر در دمای محیط به شرح زیر جایگزین شده است.

به آرامی جریانی از یک گاز بی اثر (مانند نیتروژن) را روی سطح مایع به مدت ۵ دقیقه وارد کنید و سپس بشر را وزن کنید.

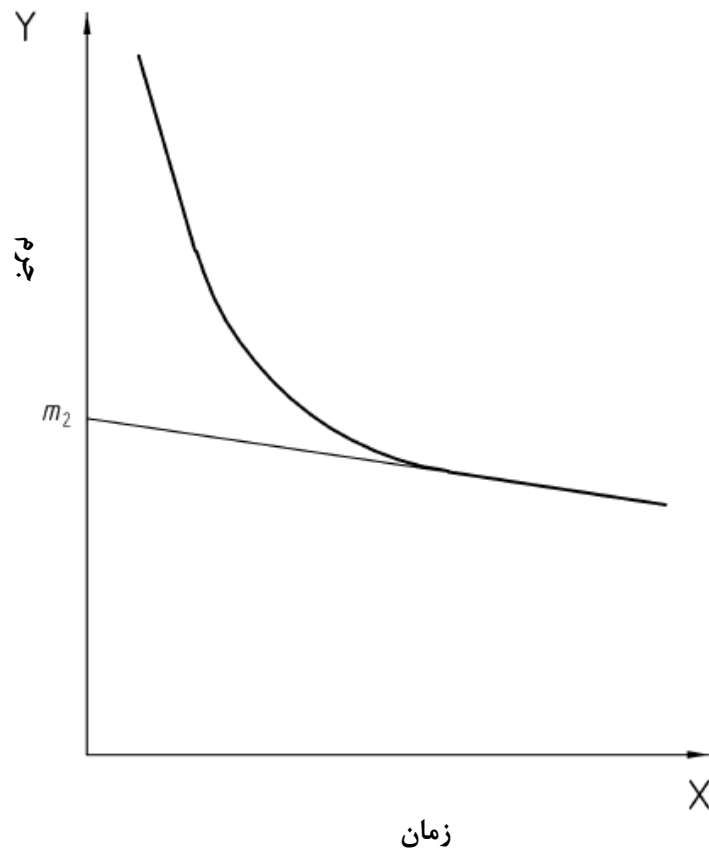
بشر را تحت جریانی از گاز به مدت ۵ دقیقه دیگر قرار دهید و دوباره بشر را وزن کنید.

در صورتی که اختلاف بین دو جرم خالص کمتر از ۵٪ جرم دوم بود، مقدار دوم را به عنوان جرم خشک شده (m_2) گزارش کنید. (شکل الف-۱ را ببینید).

در صورتی که اختلاف بیشتر از ۵٪ است (که نشان دهنده حضور ترکیبات نیمه فرار است) این عملیات را تکرار کرده، جرم‌ها را یادداشت و سپس منحنی جرم خالص را در مقابل زمان رسم کنید. قسمت مستقیم خط رسم شده بعد از برگشت نقطه انحنا روی محور عرض (جرم)، مورد نظر است. این نقطه تقاطع جرم m_2 مورد استفاده در محاسبات ۱ در بند ۱۰-۶ را نشان می‌دهد. (شکل الف-۲ را ببینید).



شکل الف-۱- نمونه حاوی روغن سنگین



شکل الف-۲- نمونه حاوی روغن دیزل

پیوست ب

(اطلاعاتی)

پسماند مایع آبی

مقداری از پسماند مایع یکنواخت شده حاوی حدود ۲۰ g ماده خشک (برای مثال ۴۰۰ g پسماند مایع حدود ۵٪ ماده خشک) را به درستی وزن کرده و درون یک قیف جداکننده قرار دهید. حدود ۵۰ ml پترولیوم اتر (بند ۷-۳) اضافه کنید. نمونه را با تکان دادن به مدت ۱۰ دقیقه تا ۱۵ دقیقه استخراج کنید. بعد از جدایش فاز، تا حد امکان بیشترین مقدار لایه آلی را به یک بالن مخروطی (بند ۸-۶) منتقل کنید. استخراج را با حجم‌های یکسان از حلال تازه تکرار کرده و محلول‌های حاصل از استخراج را ترکیب کنید. مقدار کافی سدیم سولفات (بند ۷-۵) افزوده به گونه‌ای که هیچ توده دیگری تشکیل نشود. محلول استخراج شده را تخلیص کرده و مقدار هیدروکربن را مطابق بندهای ۱۰-۴ و ۱۰-۵ اندازه‌گیری کنید.

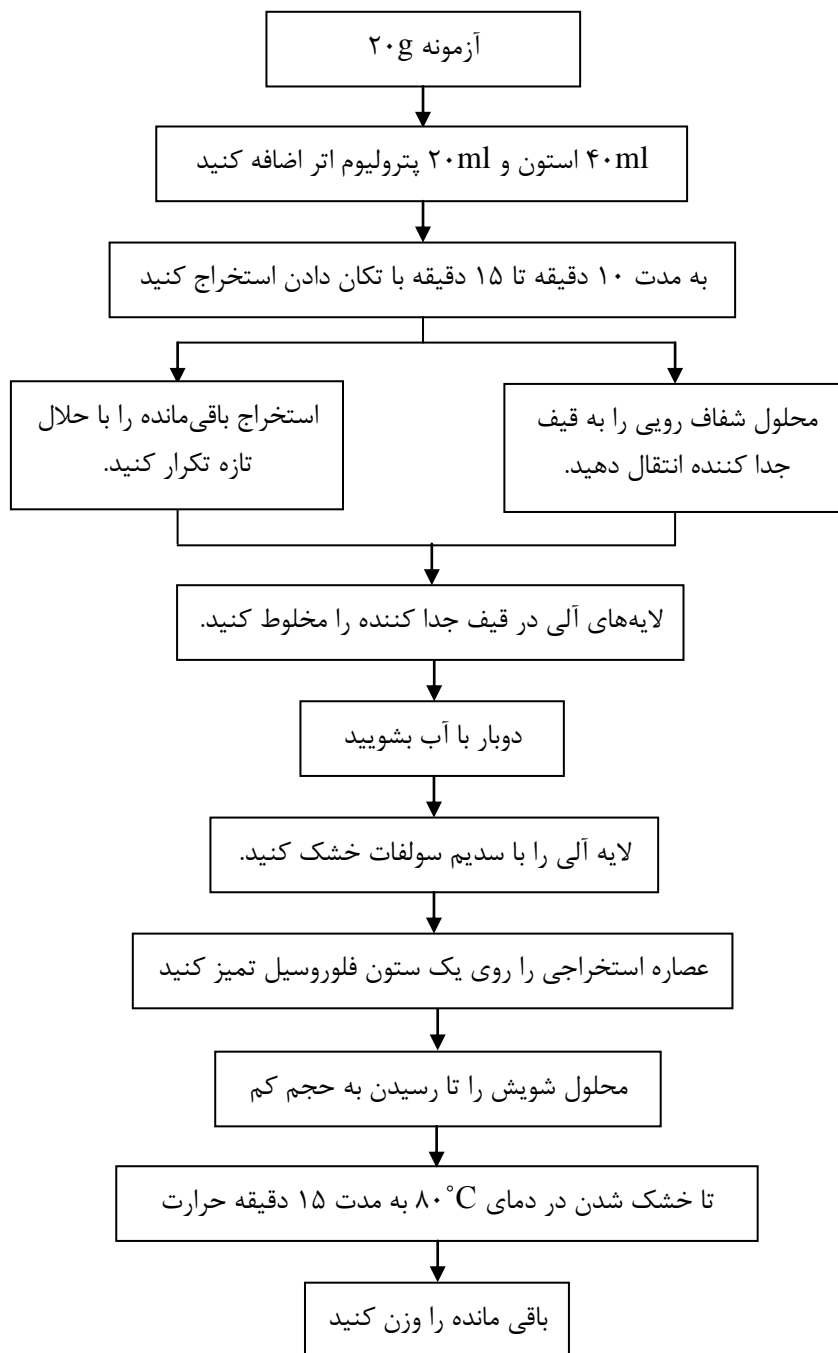
یادآوری - این نوع پسماند نوعاً دوغابی حاوی مقدار کمی (حدود ۵٪ تا ۱۰٪) از ماده جامد خیلی ریز است که جداسازی به روش صافی یا سانتریفیوژ کردن به طور معمول مشکل است. هنگامی که نمونه حاوی فقط کسر جرمی کوچکی از ماده خشک به‌طور مثال کمتر از ۰/۵٪ باشد، توصیه می‌شود روش مناسب دیگری استفاده شود.

پیوست پ

(اطلاعاتی)

نمودار گردش کار

نمودار گردش کار در پیوست پ نشان داده شده است.



پیوست ت
(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	بالای ۰٫۵٪
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؛ 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 (GC)، کربن آلی کل، هالوژن‌ها و گوگرد همچنین ماده خشک استفاده شود. بسته به تعداد پارامترهای نمونه مقدار باید افزایش یابد.