INSO
20149
1st.Edition
2016

جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استانداردایران
Iranian National Standardization Organization

استاندارد ملی ایران
۲۰۱۴۹
چاپ اول
۱۳۹۴

پسماندها- زیرنمونه‌برداری آزمایشگاهی از مکان مربوط به فعالیت‌های مدیریت پسماند – آیین‌کار

Waste- Laboratory subsampling of media related to waste management activities- Guidline

ICS: 13.030.99

استاندارد ملی ایران به شمارهٔ ۲۰۱۴۹: ۱۳۹۴

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق‌پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران- ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج ، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج - ایران

تلفن: ۸- ۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.org.ir

وبگاه: http://www.isiri.org

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No.1294 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@isiri.org.ir

Website: http://www.isiri.org

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بند یک مادهٔ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسهٔ 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.

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 وکوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانهٔ صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، 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 می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادها در کمیتهٔ 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 ذیصلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند درکمیتهٔ ملی طرح و بررسی و درصورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود .بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شود که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۵ تدوین و در کمیتهٔ ملی استاندارد مربوط که سازمان استاندارد تشکیل می‌دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)[1] کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)[2] و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)[3] است و به عنوان تنها رابط[4] کمیسیون کدکس غذایی (CAC)[5] در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره‌گیری می‌شود.

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 کشو ر و / یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری نماید. هم چنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سا زمان ها و مؤسسات فعال در زمینهٔ مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدورگواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش ، سازمان استاندارد این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامهٔ 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 Electro technical Commission
3- International Organization for Legal Metrology (Organization International de Metrology Legal)
4 - Contact point
5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

((پسماندها- زیرنمونه‌برداری آزمایشگاهی از مکان مربوط به فعالیت‌های مدیریت پسماند – آیین‌کار))

رئیس:	**سمت و/ یا محل اشتغال:**
شریعتی، فاطمه (دکتری آلودگی دریا)	عضو هیئت علمی دانشگاه آزاد اسلامی لاهیجان
دبیر:	
صادقی‌پور شیجانی، معصومه (کارشناس ارشدعلوم محیط زیست)	رییس اداره هماهنگی تدوین استاندارد- اداره کل استاندارد گیلان
اعضاء : (به ترتیب حروف الفبائی)	
آبادیان، محمدرضا (لیسانس شیمی)	مدیر عامل شرکت پویندگان بهبود کیفیت
ابراهیمی، سیده مریم (فوق لیسانس صنایع غذایی)	کارشناس شرکت کامپوره خزر
اسلامی، محمد صادق (فوق لیسانس مهندسی محیط زیست)	کارشناس مسئول- معاونت بهداشتی دانشگاه علوم پزشکی گیلان
باقرزاده، آسان (دکتری محیط زیست و توسعه پایدار)	مدیر دفتر محیط زیست و کیفیت منابع آب شرکت آب منطقه استان گیلان
پورحسن گیسمی، ریحانه (فوق لیسانس شیمی آلی)	کارشناس شرکت نگین آسای معتمد
زبده، نسیم (فوق لیسانس شیمی)	مدیر کنترل کیفیت - واحد تولیدی لویه
زلفی نژاد،کامران (فوق لیسانس شیلات)	کارشناس مرکز ملی تحقیقات آبزیان استان گیلان

اعضاء : (به ترتیب حروف الفبائی)	**سمت و/ یا محل اشتغال:**
فرحناک شهرستانی، لحیا (فوق لیسانس شیمی آلی)	کارشناس تدوین- اداره کل استاندارد گیلان
فلاح اسکندر پور، افشین (فوق لیسانس بیولوژی دریا)	کارشناس مدیریت پسماند شهرداری رشت
قماش‌پسند، مریم (دانشجوی دکتری شیمی)	مدرس دانشگاه آزاد اسلامی واحد لاهیجان
موقر حسنی، فرحناز (لیسانس مهندسی مکانیک)	کارشناس شرکت آب و فاضلاب شهری استان گیلان
میر روشندل، اعظم السادات (فوق لیسانس شیمی آنالیز)	رئیس اداره امور آزمایشگاه‌های اداره کل حفاظت محیط زیست استان گیلان
نجدی، یاسمن (فوق لیسانس شیمی آلی)	مسئول کنترل کیفیت شرکت کارتن پلاست نفیس
ویراستار:	
سیروسی، آریادات (لیسانس متالورژی)	کارشناس مسئول صنایع فلزی- اداره کل استاندارد گیلان

فهرست مندرجات

عنوان **صفحه**

پیش گفتار ز

۱ هدف و دامنه کاربرد ۱

۲ مراجع الزامی ۱

۳ اصطلاحات و تعاریف ۲

۴ کلیات مورد بررسی ۴

۵ زیرنمونه‌برداری براساس حالت نمونه ۸

۵-۱ جامدات ۹

۵-۱-۴ نمونه‌های جامد برای آنالیز مواد فرار ۱۱

۵-۱-۵ اندازهٔ ذرهٔ نمونهٔ آزمایشگاهی و واحد آلایندهٔ کمتر از اندازهٔ قابل قبول ذره ۱۱

۵-۱-۶ اندازهٔ ذرهٔ نمونهٔ آزمایشگاهی بزرگ‌تر از اندازهٔ قابل قبول ذرهٔ و واحد آلایندهٔ کمتر از اندازهٔ قابل قبول ذره ۱۲

۵-۱-۷ اندازهٔ ذرهٔ نمونهٔ آزمایشگاهی و واحد آلاینده بزرگ‌تر از اندازهٔ قابل قبول ذره ۱۲

۵-۱-۸ نمونهٔ جامد برای آنالیز مواد غیر فرار ۱۲

۵-۱-۹ اندازهٔ ذرهٔ نمونهٔ آزمایشگاهی و واحد آلایندهٔ کمتر از اندازهٔ قابل قبول ذره ۱۳

۵-۱-۱۰ نمونهٔ آزمایشگاهی با اندازهٔ ذرهٔ بزرگ‌تر از اندازهٔ قابل قبول ذره و واحد آلایندهٔ کمتر از اندازهٔ قابل قبول ذره ۱۶

۵-۱-۱۱ اندازهٔ ذرهٔ نمونهٔ آزمایشگاهی و واحد آلایندهٔ بزرگ‌تر ار اندازهٔ قابل‌قبول ذره ۱۷

۵-۱-۱۳ مخلوط کردن ۱۹

۵-۲ مایعات ۲۱

۵-۲-۲ نمونه‌های مایع برای آنالیز مواد فرار ۲۲

۵-۲-۳ نمونه‌های مایع برای آنالیز مواد غیرفرار ۲۲

۵-۳ نمونه‌های چند لایه ۲۳

۵-۳-۴ نمونه‌های چندلایه شده برای آنالیز مواد فرار/جداسازی لایه‌ها ۲۳

۵-۳-۵ نمونه‌های چندلایه شده برای آنالیز مواد غیر فرار/جداسازی لایه‌ها ۲۴

۵-۳-۶ روش‌های جایگزین برای نمونه‌های چندلایه شده به منظور آنالیزهای مواد غیر فرار ۲۴

پیوست الف (اطلاعات الزامی) ۲۶

کتاب‌نامه ۲۹

پیش گفتار

استاندارد " پسماندها- زیرنمونه‌برداری آزمایشگاهی از مکان مربوط به فعالیت‌های مدیریت پسماند- آیین‌کار " که پیش‌نویس آن درکمیسیون‌های مربوط تهیه و تدوین شده است، دریکصدو سومین اجلاس کمیتهٔ ملی استاندارد ملی محیط زیست مورخ ۹۴/۱۲/۱ تصویب شد، این استاندارد به استناد بند یک مادهٔ ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسهٔ استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود

استانداردهای ملی ایران براساس استاندارد شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینهٔ صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون‌های مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

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

ASTM D6323 :2012 , Standard Guide for Laboratory Subsampling of Media Related to Waste Management Activities

پسماند- زیرنمونه‌برداری آزمایشگاهی از مکان مربوط به فعالیت‌های مدیریت پسماند – آیین‌کار

هشدار- در این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی درج نشده است. در صورت مواجهه با چنین مواردی، مسئولیت برقراری شرایط بهداشت و ایمنی مناسب و اجرای آن بر عهدهٔ کاربر این استاندارد است.

۱ هدف و دامنهٔ کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد، ارائه روش‌های فنی برای تهیهٔ زیرنمونه‌های نمایان‌گر، برای آنالیز درآزمایشگاه پذیرفته شده‌است. این نمونه‌ها می‌تواند شامل، جامدات، لجن‌ها، مایعات یا مایعات چندلایه (با یا بدون جامدات) باشد.

۱-۱-۱ روش‌های اجرایی و فنی مطرح در این استاندارد به بافت نمونه، شیوهٔ آماده‌سازی و نوع آنالیزی که روی نمونه انجام می‌شود، مولفه‌های مورد نظر و رویه‌های خاص طرح یا اهداف کیفیت داده‌ها، وابسته است.

۱-۲ این استاندارد در موارد زیر کاربرد دارد:

۱-۲-۱ ارائه روش‌های فنی برای تهیهٔ زیرنمونه‌های نمایان‌گر از نمونهٔ پذیرفته‌شده در آزمایشگاه برای آنالیز؛

۱-۲-۲ شامل چندین روش فنی همگون‌سازی نمونه مانند، مخلوط کردن، آسیاب کردن، هم‌چنین در برگیرندهٔ اطلاعات درمورد چگونگی تهیهٔ آزمونه یا تقسیم نمونه‌های آزمایشگاهی است. این استاندارد، روش‌های مخروطی، چهاربخشی، تفکیک‌کنندهٔ تودهٔ نمونه و کاهش اندازهٔ ذره را به‌کار می‌گیرد؛

۱-۲-۳ برای کارکنان در محل، کاربران داده‌ها، کارکنان پذیرش نمونهٔ آزمایشگاهی، آزمون‌کننده‌ها و مدیران.

۱-۳ این استاندارد در موارد زیر کاربرد ندارد:

۱-۳-۱ به‌منظور نمونه‌برداری از هوا یا گاز

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می شود.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدید نظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

2-1 ASTM C702 Practice for Reducing Samples of Aggregate to Testing Size

2-2 ASTM C859 Terminology Relating to Nuclear Materials

2-3 ASTM D346 Practice for Collection and Preparation of Coke Samples for Laboratory Analysis

یادآوری- استاندارد ملی ایران به شماره ۱۳۹۳:۶۲۰۹ ، جمع‌آوری و آماده سازی نمونه‌های کک برای تجزیهٔ آزمایشگاهی تدوین با استفاده از استاندارد ASTM D346:2011شده است.

2-4 ASTM D2234/D2234M Practice for Collection of a Gross Sample of Coal

2-5 ASTM D4547 Guide for Sampling Waste and Soils for Volatile Organic Compounds

یادآوری – استاندارد ملی ایران به شماره ۱۳۸۹:۱۳۰۸۵ ، راهنمای نمونه‌برداری از پسماند خاک برای ترکیبات آلی فرار با استفاده از استاندارد2015: ASTM D4547 تدوین شده است.

2-6 ASTM D4823 Guide for Core Sampling Submerged, Unconsolidated Sediments

2-7 ASTM D5681 Terminology for Waste and Waste Management

2-8 ASTM D5743 Practice for Sampling Single or Multilayered Liquids, With or Without Solids, in Drums or Similar Containers

2-9 ASTM D5792 Practice for Generation of Environmental Data Related to Waste Management Activities:Development of Data Quality Objectives

2-10 ASTM D5956 Guide for Sampling Strategies for Heterogeneous Wastes

2-11 ASTM D6051 Guide for Composite Sampling and Field Subsampling for Environmental Waste Management Activities

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد علاوه بر اصطلاحات و تعاریف به کار رفته در استاندارد ASTM D5681، اصطلاحات و تعاریف زیر نیز به کار رفته است:

۳-۱

واحدآلاینده

contaminant unit

بزرگ‌ترین اندازهٔ ذره که دارای آلایندهٔ مورد نظر است.

۳-۱-۱ آلایندهٔ مورد نظر که از طریق اهداف طرح تعیین شده است، ممکن است با همهٔ اندازه‌های ذره یا تنها با یک اندازهٔ ذرهٔ تحت بررسی، ارتباط داشته باشد. در زمان تولید، تخلیه یا دور ریز پسماند، اندازهٔ ذرهٔ آلاینده مورد نظر ممکن است در مقیاس اتمی یا مولکولی ، مانند، دورریز حلال در ماسه یا مقیاس بزرگ، مانند، سرب اسید باتری‌ها در محل دفع باشد. هم‌چنین ممکن است واحد آلاینده در بین این مقیاس‌ها مانند، ذرات سرب پوشیده‌شده با ذغال‌سنگ باشد. دراین استاندارد، اگر واحد آلایندهٔ مایع یا جامد روی سطح جذب شود، ممکن است به ذرات یا واحد آلایندهٔ بزرگ‌تر تغییر کند. دراین حالت، اندازهٔ واحد آلاینده در زمان زیرنمونه‌برداری همان اندازهٔ زمان تولید نخواهد بود. در این مورد، زیرنمونه‌برداری براساس واحد آلایندهٔ موجود صورت می‌پذیرد.

۳-۲

بیشینه اندازهٔ قابل قبول ذره

maximum allowable particle size

بزرگ‌ترین بعد خطی ذرات مجزای یک نمونهٔ پذیرفته‌شده برای تودهٔ نمونهٔ معینی است.

۳-۲-۱ بیشینه اندازهٔ قابل قبول، گاهی به اندازهٔ قابل قبول ذره اشاره دارد. یک روش سادهٔ اندازه‌گیری اندازهٔ ذره، استفاده از الک است.

۳ -۳

نمونهٔ چندلایه‌شده

multilayered sample

یک نمونهٔ محتوی دو یا تعداد بیشتر اجزایی است که به وضوح متمایزند.

۳-۳-۱ نمونه‌های چندلایه، دارای دو یا تعداد بیشتر لایه‌های مجزای قابل رویت از مواد است. تشکیل این لایه‌ها ممکن است در نتیجهٔ تفاوت دانسیته باشد، مانند، مایع/مایع(به عنوان مثال، حلال‌های کلرینه شده و آب، آب و روغن) لایه‌های مایع/جامد(برای مثال، لجن) لایه‌های جامد/جامد (برای مثال، سنگ‌های صخره‌ای

کوچک و بزرگ) یا مخلوطی از این لایه‌ها (برای مثال، آب، روغن و خاک) . این لایه‌ها ممکن است نتیجهٔ لایه‌سازی ناشی از ته‌نشینی نیز باشد، مانند، رس سبز[1] و شن سیلتی از یک نمونهٔ مغزه‌گیری شده باشد.

۳-۴

اندازهٔ ذره

particle size

بعدخطی کنترل کنندهٔ ذرات مجزا (به استاندارد ASTM C859 مراجعه شود)است.

۳-۵

زیر نمونهٔ نمایان‌گر

representative subsample

نمونهٔ جمع‌آوری شده از نمونهٔ آزمایشگاهی به روشی که بیانگر یک یا جند خصوصیت مورد نظر آنها (همان‌گونه که در مشخصات طرح تعریف شده) باشد.

۳-۵-۱ نمونهٔ نمایان‌گر می‌تواند برای نمونهٔ منفرد یا نمونهٔ مرکب به‌کار رود.

۳-۶

لجن

sludge

هرگونه مخلوط جامدات که در محلول رسوب می‌کند. لجن محتوی مایعاتی است که به عنوان مایعات مستقل ظاهر نمی‌شوند.

۴ کلیات مورد بررسی

۴-۱ اجراء درست این استاندارد به همکاری موثر کاربر داده‌ها و کارکنان آزمایشگاه وابسته است. انتخاب مناسب‌ترین روش اجرایی زیرنمونه‌برداری، روش‌های فنی و استراتژی آزمایشگاه به کاربرد مورد نظر داده‌ها، وابسته است. بهتر است، کاربر داده‌ها، رویه‌های مناسب با همهٔ نمونه‌ها را رعایت نماید و درصورت ضرورت،

1-Green clay

توصیه‌می‌شود، کارکنان آزمایشگاه به منظور تصدیق یا شفاف‌سازی بیشتر این رویه‌ها با کاربرداده‌ها در تماس باشند

۴-۱-۱ رویه‌های مناسب باید از طریق کارکنان پذیرش در آزمایشگاه و آزمون کننده(ها) یا ناظر فنی بازبینی شود. اگر رویه‌ای وجود نداشته‌باشد، بهتراست، کارکنان دارای صلاحیت لازم با کاربر داده‌ها در تماس باشند. توصیه‌می‌شود، گزینه‌ها مورد بحث قرار گیرد و پیش ازبه‌کارگیری هر روش اجرایی، مراحل زیر نمونه‌برداری شفاف‌سازی شود. این رویه‌ها ممکن است، شامل گزینه‌هایی باشد که در جدول ۱ آورده شده است. بهتراست به کاربرداده‌ها نسبت به محدودیت‌ها و مزایای همهٔ روش‌های اجرایی زیرنمونه‌برداری، قبل از تصمیم‌گیری، آگاهی لازم داده‌شود.

۴-۱-۲ اگر کاربران داده‌ها هنوز هیچ رویه‌ای را رعایت نمی‌کنند، بهتر است، کارکنان آزمایشگاه برای کاربران داده‌ها، روش‌های اجرایی به‌کارگیری استاندارد آزمایشگاهی که در برگیرندهٔ مفاهیم و موضوعات مورد بحث دراین استاندارد است را تشریح کنند. اگر میزان آلودگی در حد کم باشد و امکان برداشت نمونه بدون دست‌کاری وجود ندارد، توصیه‌می‌شود، نمونه بهسازی شود. زمانی که بافت نمونه، نوع و سازوکارهای آلودگی به‌صورت نامحدود تغییرپذیر و نیازمند قضاوت باشد، توصیه می‌شود که آزمون‌کننده‌های با تجربه در مورد به‌کارگیری روش‌های فنی زیرنمونه‌برداری تصمیم بگیرند. قبل از آغاز هر روش اجرایی زیر نمونه‌برداری، روش اجرایی باید توسط کاربر داده مورد بحث و شفاف‌سازی قرار گیرد.

۴-۲ اگر یکپارچگی یا ترکیب نمونه به شکل مورد انتظار نباشد، تایید یا شفاف‌سازی رویه‌ها باید توسط کاربرداده‌ها انجام شود. به عنوان مثال، این مسئله وقتی ضروری است که یک غلاف مغزه‌گیری در آزمایشگاه پذیرش می‌شود. هنگام بازکردن ظرف، آزمون‌کننده به رس در یک سمت غلاف و شن در طرف دیگرآن توجه می‌کند. قبل از آن که آزمون‌کننده بتواند عملیاتی انجام دهد، رویه‌های مناسب از کاربر داده باید تهیه شود.

۴-۲-۱ بهتراست، نمونه‌های میدانی در ظرف‌های متناسب با آنالیزهای درخواست شده، جمع‌آوری شود. اگر نمونهٔ ارسال شده، به‌طور نامناسب جمع‌شده، بهتر است، کاربرداده‌ها با کارکنان آزمایشگاه جلسه‌ای را برگزارنمایند. اگر کاربرداده‌ها، آزمایشگاه را برای ادامهٔ آنالیز دارای صلاحیت می‌داند، بهتراست، توضیحی در مستندات واحد پذیرش و نیز در گزارش نهایی ذکر شود.

۴-۳ مستندسازی طی فرایند زیرنمونه‌برداری، حساس است. زمانی که ممکن است روش‌های فنی زیرنمونه‌برداری در نتایج انحراف ایجاد کند، روش زیرنمونه‌برداری به‌کاررفته باید در دفتر ثبت روزانهٔ آنالیز آورده شود.

۴-۳-۱ هر زمان نتیجهٔ آنالیز انحراف نشان دهد، باید مستند شود و بهتراست، به کاربرداده‌ها قبل از آغاز هر روش فنی زیرنمونه‌برداری اطلاع داده شود.

برای مثال، در صورت وجود فضای خالی بالای ظرف رسیده به آزمایشگاه، مقداری از ترکیبات فرار در فضای بالایی جمع خواهد شد. بهرحال اگر کاربرداده‌ها تصمیم به آنالیز بگیرد، بهتراست، سوابق آنالیز و یادداشت‌های گزارش نهایی، بیانگر این وضعیت باشد.

۴-۴ اندازهٔ ذره، ابعاد فیزیکی اجزاء یا قسمت‌های یک ماده است. بیشینهٔ اندازهٔ ذره در یک نمونهٔ آزمایشگاهی، شامل بزرگ‌ترین قسمت‌های آن است. آلودگی مورد نظر، همان‌گونه که به‌وسیلهٔ اهداف طرح تعیین شده، ممکن است به همهٔ اندازه‌های ذرات یا تنها اندازه یا اندازه‌های خاصی مربوط باشد. بزرگ‌ترین اندازه‌های ذرات که محتوی آلایندهٔ مورد نظر است، واحد آلاینده خواهد بود. واحد آلاینده، در زمان تولید پسماند، تخلیه یا نشت می‌تواند در مقیاس اتمی یا مولکولی باشد، مانند، نشت حلال در شن یا در مقیاس بزرگ؛ نظیر سرب اسیدباتری‌های در محل. هم‌چنین، واحد آلاینده، ممکن است مقیاس بینابینی این موارد باشد، مانند، ذرات سرب پوشیده شده با ذغال. اگر آلاینده مایع یا گاز یا بخار روی سطح جامد، به ذرات بزرگ‌تر از واحد آلاینده جذب شود، در عمل، واحد آلاینده، ممکن است تغییر کند.

جدول ۱ - محدودیت‌ها و مزایای گزینه‌های آماده‌سازی نمونه

رویه	محدودیت‌ها	مزایا
موارد غیرمعمول، مانند،سنگ‌های بزرگ، شاخه‌های کوچک قبل از زیرنمونه‌برداری را جدا کنید.	۱- ممکن است، تغییر غلظت آلاینده در نتایج آنالیز انحراف ایجاد کند. ۲- اگر میانگین وزنی به طورصحیح گرفته نشده باشد، ممکن است در نمونه انحراف ایجاد شود.	۱- زیر نمونه‌برداری تسهیل می‌شود. ۲- آنالیز تسهیل می‌شود. ۳- اگر جمعیت آماری هدف، ماده منهای موارد غیر طبیعی باشد، مناسب است.
آلاینده را از سطح بیرونی هضم یا استخراج کنید.	اگر آلاینده درون ذرات بزرگ باشد، می‌تواند انحراف ایجاد کند. [A]	۱- ممکن است آنالیز تسهیل شود. ۲- ممکن است، نیازی به محاسبهٔ میانگین وزنی نباشد.
اندازه‌های ذرات متفاوت را به صورت جداگانه هضم یا استخراج کنید.	۱- ممکن است جداسازی براساس اندازه‌های ذرات مشکل باشد[A] ۲- اگر میانگین وزنی به طورصحیح گرفته نشده باشد، ممکن است در نمونه انحراف ایجاد شود. ۳- هزینهٔ بالاتر	۱- همخوانی اندازهٔ ذرات طی آنالیز. ۲- ممکن است زیرنمونه‌برداری از قسمت‌هابعداز جداسازی آسان تر باشد.
یک لایهٔ امولسیون تشکیل دهید به طوری که با ماده بتوان به‌عنوان یک مایع همگن برخورد کرد.	اگر امولسیون کامل تهیه نشود، ممکن است سبب انحراف شود.[A]	ممکن است زیرنمونه‌برداری به‌صورت مایع همگن آسان‌تر باشد.
لایه‌های مایع را جدا کنید	۱-ممکن است جداسازی لایه‌ها، به خصوص در	۱- ممکن است آنالیز آسان‌ترشود.

	مرز لایه‌ها مشکل شود. ۲- اگر میانگین وزنی به طورصحیح گرفته نشده باشد، ممکن است در نمونه انحراف ایجاد شود.	۲- ممکن است، بعداز جداسازی زیرنمونه‌برداری در درون قسمت‌ها آسان‌تر شود. ۳- امکان به‌کارگیری روش‌های مختلف آماده‌سازی در هر لایه.
نمونه را خشک کنید.	امکان تغییر شیمیایی یا تغییر پایداری برخی از ترکیبات[A]	۱- امکان سازگاری زیرنمونه‌برداری مخلوط‌های مایع/جامد. ۲- مادهٔ تحت آنالیز بدون انحراف بر اثر مقدار رطوبت گزارش می‌شود.
حالت فیزیکی را تغییر دهید، مانند، انجماد ماده که بتواند به عنوان جامد تحت عملیات قرار گیرد یا ذوب ماده که بتواند به عنوان مایع تحت عملیات قرار داده شود.	ممکن است دستیابی به انجماد یا ذوب کامل و نگه‌داری آن به حد کافی طولانی برای زیر نمونه‌برداری دشوار باشد.[A]	امکان سازگاری برای زیرنمونه‌برداری
تنها یک لایه از نمونه‌های چندلایه را تجزیهٔ کنید، مانند، بخش روغنی یک مخلوط روغن/آب برای PCBs[B].	اگر آلودگی جانبی بین لایه‌ها وجود داشته باشد، ممکن است در نمونه انحراف ایجاد کند.	۱- امکان کاهش هزینه برای مشتری وجود دارد. ۲- ممکن است زیرنمونه‌برداری از یک لایهٔ مجزا آسان‌تر باشد. ۳- ممکن است آنالیز راحت‌تر باشد.
قسمت‌های نمونه برای تجزیهٔ مواد فرار به طور مستقیم در یک ظرف تمیز به جای تجزیهٔ مجزا این قسمت‌ها مخلوط کنید.	۱- اگر نمونه حاوی مقادیر بالای حلال‌هایی درهر قسمت باشد، ممکن است، ستون‌های کروماتوگرافی گازی پر شود. ۲- جداسازی قسمت‌ها ممکن است، دشوار شود.	۱- ممکن است از هدر رفت مواد فرار جلوگیری کند، زیرا نمونه فقط یک بار جابه‌جا می‌شود. ۲- امکان کاهش هزینه برای مشتری وجود دارد. ۳- ممکن است نیازی به محاسبهٔ میانگین وزنی نباشد.
اندازهٔ ذره را کاهش دهید.	۱- افزایش مساحت، ممکن است در برخی روش‌ها با هضم یا استخراج مانند TCLP[C] بر داده‌ها اثر بگذارد. ۲- ممکن است، با توجه به بافت نمونه، با مشکل مواجه شود.	امکان سازگاری برای زیر نمونه برداری
از روش‌های استاندارد برای جامدات استفاده کنید(برای مثال، مخروطی و چهارقسمتی کردن، خرد	بستگی به روش دارد.[A] به بند ۶-۱-۵ مراجعه شود.	بستگی به روش دارد.[A] به بند ۶-۱-۵ مراجعه شود.

کردن، تفکیک کردن، الک کردن).		
[A] ممکن است برای نمونه هایی که برای اجزاء فرار آنالیز می‌شود، نامناسب باشد.		
[B] Poly cholorinated biphenyls(PCBs)		
[C] Toxicity characteristic leaching procedure (TCLP) - یک روش استخراج نمونه برای آنالیز شیمیایی به کار می‌رود. اغلب برای تعیین ویژگی مخاطره آمیز پسماند به کار می‌رود.		

۴-۴-۱ آگاهی از واحد آلاینده می‌تواند برای تعیین گام‌های اولیهٔ زیرنمونه‌برداری به‌کاربرده شود. برای مثال، اگر واحد آلاینده در مقیاس مولکولی بوده و برروی ذرات جامد و سنگی جذب سطحی شده باشد، تا وقتی‌که نتایج از میانگین وزنی حاصل می‌شود، برداشتن سنگ‌های صخره‌ای بزرگ دارای سطح نسبتا کوچک، بر داده‌ها تاثیری نمی‌گذارد. در صورت عدم قطعیت در مکانیزم آلایندگی، که چگونگی پخش آلاینده داخل بافت نمونه را تعیین می‌کند، ممکن است امکان دورریزی هیچ ذره‌ای طی زیرنمونه‌برداری وجود نداشته باشد.

۴-۵ تئوری نمونه‌برداری ملزم می‌کند که جرم زیرنمونه با افزایش اندازهٔ بزرگ‌ترین ذره در نمونه، افزایش یابد. اگر جرم زیرنمونهٔ پیشنهاد شده از طریق طرح نمونه‌برداری بزرگ‌تر از روش متداول آماده‌سازی نمونه باشد، ممکن است، جرم زیر نمونه افزایش داده شود و در نهایت روش استخراج/هضم متناسب با آن مقیاس‌بندی می‌شود. سپس حجم استاندارد هضم/استخراج برای آنالیز ارائه می‌شود. درهرحال، اگر جرم زیرنمونه خیلی بزرگ باشد، ازطریق روش آماده‌سازی نمونه تطبیق‌داده می‌شود. زیرنمونه‌های چندگانه(با جرم یکسان) می‌توانند استخراج/هضم شوند و قبل‌از جابه‌جایی حجم استاندارد مورد نیاز آزمونه برای آنالیز، ترکیب ومخلوط شوند. جایگزین دیگر برای کاهش اندازهٔ ذره در نمونه و طی زیرنمونه‌برداری از طریق طرح نمونه‌برداری مشخص می‌شود. اگر اندازهٔ ذره به‌اندازهٔ کافی کاهش یابد، یک زیر نمونه با جرم پیشنهاد شده از طریق طرح نمونه‌برداری و روش استخراج/هضم می‌تواند تهیه شود.

۴-۶ بهتر است، همهٔ زیرنمونه‌برداری‌ها در محیطی عاری از آلودگی، دارای قابلیت آلودگی‌زدایی آسان ، دارای تهویه برای کنترل غبار و انتقال فیوم‌ها انجام شود.

۴-۷ قبل‌از زیرنمونه‌برداری مایعات، فرد آزمون‌کننده باید خاصیت یا مشخصات درخواست شده و اندازهٔ ظرف دریافتی را در نظر بگیرد. اگر نمونهٔ مورد آزمون قابلیت جذب سطحی در ظرف را داشته باشد، بهتراست، نمونهٔ میدانی داخل یک بطری با اندازهٔ مناسب به آزمایشگاه وارد شود، مانند، مواردی که همهٔ نمونه مصرف خواهد شد. بهتر است برای اطمینان از این که همهٔ آلاینده‌ها به ظرف آنالیز منتقل می‌شود، کناره‌های ظرف به‌طور کامل آبکشی شود.

۴-۸ هنگام آزمون، روش‌های فنی زیرنمونه‌برداری برای اجزای فرار و غیر فرار متفاوت است. دراین استاندارد تفاوت مربوط به هرحالت نمونه، مورد بحث قرار می‌گیرد.

۵ زیرنمونه‌برداری براساس حالت نمونه

۵-۱ جامدات

۵-۱-۱ در جدول ۲، ارتباط بین بیشینهٔ اندازهٔ ذره و جرم نمونه، به‌منظور دستیابی به خطای بنیادی[1] ۱۵٪ ، آورده شده‌است. برای اطلاعات بیشتر در مورد خطای بنیادی (به منبع شمارهٔ ۳ کتابنامه مراجعه شود). اگر بیشینهٔ اندازهٔ ذره، بزرگ‌تر از مقادیر فهرست شده در جدول باشد، آنگاه طرح نمونه‌برداری، کاهش اندازهٔ ذره، مانند، خرد کردن یا به‌کارگیری جرم بزرگ‌تر را پیشنهاد می‌کند. برای مثال، اگر دانهٔ سنگ‌ریزه با اندازهٔ cm ۰٫۲۱ باشد، طبق جدول، نمونه با جرم ۱۰g مورد نیاز است. در بسیاری از روش‌های متداول هضم/استخراج ۱ g استفاده می‌شود. زیرنمونهٔ ۱۰g به‌اندازهٔ cm ۰٫۱ ریز خواهد شد و آزمونه از مواد خرد شده، گرفته می‌شود. نتایج به‌طور تقریب درست، با به‌کارگیری این جدول به‌دست می‌آید. خطای بنیادی واقعی می‌تواند بزرگ‌تر باشد. اطلاعات بیشتر در مورد محاسبهٔ بیشینهٔ اندازهٔ قابل قبول برای خطای بنیادی متفاوت و شکل‌های ذرات در پیوست الف-۱ آورده شده است.

۵-۱-۱-۱ ازطریق اصلاح روش‌های هضم/استخراج نمونه، به‌منظور استفاده از جرم‌های بزرگ آزمونه، می‌توان از کاهش اندازهٔ ذره اجتناب نمود. برای مثال، اگرآلایندهٔ مورد نظر، محلول کروم نشت یافته در یک مخلوط سنگ‌ریزه و خاک باشد، آنگاه آگاهی از این که پوشش کرومی درمحیط وجود دارد، نوع آماده‌سازی نمونه را مشخص می‌کند، آزمون‌کننده، آزمونه را به‌طورکامل حل کند. او ممکن است، کروم را از سطح خارجی ذره هضم کند، مایع حاصل از هضم را آنالیز نماید یا ممکن است، ماده را استخراج و مادهٔ استخراج شده را آنالیز کند. اگر آزمون‌کننده هیچ اطلاعاتی دربارهٔ سازوکار آلودگی نداشته باشد، بهتر است، فرض کند که آلودگی در کل نمونهٔ آزمایشگاهی وجود دارد.

۵-۱-۱-۲ اگر اطلاعات موجود به نوع و سازکار آلودگی برمی‌گردد، آنگاه ممکن است، از کاهش اندازهٔ ذره و استفاده از جرم‌های آزمونهٔ بزرگ جلوگیری شود. برای مثال، اگر آلودگی رخ داده در حد مولکولی باشد، (مانند، تخلیه یک حلال در خاک) زمانی که مقادیر نامناسب آلودگی به سطح کوچک ذرات بزرگ جذب خواهد شد، بحث دور کردن ذرات بزرگ(برای مثال، سنگ‌های بزرگ) می‌تواند مطرح شود. اگر ذرات بزرگ جدامی‌شوند، آنگاه جرم مناسب می‌تواند براساس اندازه‌های کوچک‌تر ذرات که تاحدی مساحت بزرگ‌تری دارند، باشد. در صورت حذف ذرات بزرگ‌تر، جرم ذرات بزرگ و/یا کوچک می‌تواند برای محاسبهٔ غلظت نهایی آلایندهٔ مورد نظر به‌کارگرفته‌شود.

1- Fundamental error

جدول ۲ – کمینهٔ جرم زیرنمونهٔ پیشنهادی برای مواد دارای ذرات ریز، به‌منظور دستیابی به خطای بنیادی ۱۵٪

کمینه جرم زیرنمونه به g	بیشینهٔ اندازهٔ قابل قبول ذرات[A]	کلاس اندازه[B]	استانداردانداز‌هٔ مش
۰٫۱	۰٫۰۵	رس تا شن درشت	۳۵
۱	۰٫۱	شن درشت تا خیلی درشت	۱۸
۲	۰٫۱۳	شن خیلی درشت	۱۳
۵	۰٫۱۷	شن خیلی درشت	۱۲
۱۰	۰٫۲۱	سنگ‌ریزهٔ دانه‌ای	۱۰
۳۰	۰٫۳۱	سنگ‌ریزهٔ دانه‌ای	۷
۵۰	۰٫۳۷	سنگ‌ریزهٔ دانه‌ای	۶
۱۰۰	۰٫۴۶	سنگ‌ریزهٔ دانه‌ای	۵

[A] بیشینه اندازهٔ قابل قبول ذرهٔ مجاز، می‌تواند برای سایر جرم‌های نمونه از طریق معادل‌سازی تخمین زده‌شود. اندازهٔ قابل قبول ذره (cm) = ریشهٔ سوم ۰٫۰۰۱× جرم نمونه به g

[B] کلاس اندازهٔ Wentworth (به منابع شماره‌های[۳]و[۴] کتابنامه مراجعه شود) توصیفات این خاک‌ها برای کاربرانی که اندازهٔ ذره را با توصیفات Wentworth معادل می‌کنند، ضمیمه می‌شود و به این معنانیست که کاربرد این جدول محدود به ذرات خاک باشد. جدول می تواند، برای ذرات غیرخاکی، مانند، پسماند نیز به‌کارگرفته‌شود.

۵-۱-۲ درصورت نیاز به جرم‌های بزرگ‌تر نمونه، استاندارد ASTM D2234 /D2234/M می‌تواند مفید باشد. این روش آزمون در مورد روش‌های جمع‌آوری نمونه در شرایط مختلف نمونه‌برداری بحث می‌کند. درآن اهداف کلی و خاص روش نمونه‌برداری زغال‌سنگ، از نظر اندازه، شرایط و مشخصات را توصیف می‌کند. اسناد پیوست روش آزمونی برای تعیین واریانس ترکیبات زغال سنگ و روش آزمون تخمین واریانس کلی برای افزایش یک وزن ثابت از زغال سنگ است.

۵-۱-۲-۱ دومین روش که اغلب به استاندارد ASTM D346 ارجاع داده می‌شود. این آیین کار بر مبنای تهیهٔ یک نمونهٔ نمایان‌گر کک از آنچه که جمع‌آوری می‌شود، است. هم‌چنین در آن تغییرپذیری کک و طیف گستردهٔ تجهیزات نمونه‌برداری بحث می‌شود.

۵-۱-۳ اگر جرم زیرنمونهٔ مورد نظر برابر یا کمتر از بیشینهٔ اندازهٔ قابل قبول ذره باشد، زیرنمونه‌برداری می‌تواند بدون کاهش اندازهٔ ذره انجام گیرد. اگر اندازهٔ ذره بزرگ‌تر از اندازهٔ قابل قبول در جدول ۲ باشد، آنگاه بهتر است، بافت نمونه، نوع و سازوکار آلودگی، اندازهٔ واحد آلاینده و نیزکاهش اندازهٔ ذره در نظر گرفته شود. اندازه‌های قابل قبول ذرات براین فرض استواراست که آلاینده به صورت ذره‌ای یا به‌صورت جذب سطحی شده برروی ذرات نمونه باشد. در این گونه موارد که واحد آلاینده در مقیاس اتمی یا مولکولی یا یک ذره خیلی کوچک‌تر از اندازهٔ قابل قبول نمونه باشد، آنگاه روش‌های جایگزین با انحراف قابل قبول می‌تواند به‌کاربرده شود.

۵-۱-۴ نمونه‌های جامد برای آنالیز مواد فرار

۵-۱-۴-۱ به دلیل فراریت این گروه از ترکیبات، روش‌های زیرنمونه‌برداری آزمایشگاهی براساس اندازهٔ قابل‌قبول ذره، می‌تواند منجر به هدررفت عوامل تحت بررسی و نتایج غیر نمایان‌گر شود. تنها درمواردی نتایج نمایان‌گر خواهد بود که در کلیهٔ مراحل بررسی شرایط تبرید در انجماد، حفظ شود.

یادآوری- اگر روش‌های بخار شدن جامد(تبرید) (هنگام کار با نمونهٔ منجمد) یا سایر روش‌ها به‌کاربرده می‌شود، بهتراست، روش به‌وسیلهٔ نمونهٔ کنترلی آزمایشگاه[1] از طریق آغشته‌شدن با غلظت‌های مشخص پارامتر مورد بررسی، تصدیق شود. ماهیت بافت آزمون برای LCS و آغشتن محلول بهتراست قبل از زیرنمونه‌برداری، برمبنای امکان یکنواخت توزیع جزء معلوم اضافه شده درنمونه انتخاب شود. صرف‌نظر از روش‌های انتخابی کاهش اندازهٔ ذره، توصیه می‌شود یک LCS طی هر بار آماده‌سازی، به‌عنوان یک نمونهٔ کنترل کیفیت نگه‌داشته‌شود. یک زیر نمونهٔ میدانی بدون کاهش اندازهٔ ذره از طریق روش تصدیق، مقدار هدررفت مواد فرار (از نتایج LCS) را نشان خواهد داد و بازیابی مواد فرار افزایش یافته (از مقایسهٔ نمونهٔ میدانی کاهش اندازهٔ نیافته با نمونهٔ کاهش اندازه یافته) با استفاده از کاهش اندازه مشخص خواهد شد.

۵-۱-۴-۲ هنگام آزمون نمونه‌ها برای سطوح پایین اجزاء فرار(محدودهٔ ۲۰۰µg/kg تا ۰/۵ µg/kg)، بهتر است نمونه‌ها در ظرفی قرارداده‌شود که از زمان مهرموم تا آنالیز باز نمی‌شود (به استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۱۳۰۸۵ مراجعه شود). به این دلیل و به‌خاطر این که جرم نمونه اغلب به‌وسیلهٔ سیستم آنالیز محدود می‌شود، به‌طور مثال، مقدار کم نمونه‌ها تابع روش‌های کاهش اندازهٔ ذره یا آنالیز با جرم بزرگ‌تر نمی‌باشد. هنگامی‌که سطح آلودگی از ۲۰۰µg/kg تجاوز می‌کند، نمونه‌های مجزا می‌تواند به ظرف‌های حاوی یک حلال مناسب، مانند متانول، منتقل شود. زیرا حلال مواد فرار را در محلول نگه می‌دارد و فقط یک جزء کوچک حلال برای آنالیز برداشته می‌شود، اندازهٔ واحد آلاینده و ذره با توجه به جرم زیرنمونهٔ مورد نیاز می‌تواند در نظر گرفته شود.

یادآوری - این استاندارد، استخراج حلال را تنها برای غلظت‌های تا ۲۰۰µg/kg مواد آلی فرار توصیه می‌کند. با این وجود اگرنسبت حلال/جامد کاهش یابد، استخراج حلال می‌تواند برای حلال با سطوح غلظت کمتر یا سیستم آنالیز با حدود پایین سنجش (حدود پایین‌تر از تشخیص) به‌کار رود.

۵-۱-۴-۳ زیربندهای بعدی این استاندارد در مورد روش‌های مختلف به‌کار رفتهٔ زیرنمونه‌برداری همان طورکه اندازهٔ ذره و واحدآلاینده با توجه به اندازه‌های قابل‌قبول ذره متفاوت است،(در بند ۵-۱-۱ فهرست شده) بحث می‌کند.

۵-۱-۵ اندازهٔ ذرهٔ نمونهٔ آزمایشگاهی و واحد آلایندهٔ کمتر از اندازهٔ قابل قبول ذره

ظرف را با حلال و حجم مناسب از آن، به‌گونه‌ای که در روش مشخص شده، آماده کنید. جرم مناسب نمونه به ظرف آماده شده با یک مغزه‌گیر(نمونه‌گیر رسوبی) به طورکامل از قبل تمیز شده، (به استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۱۳۰۸۵ مراجعه شود) یا با اسپاتول هرچه سریع‌تر، اضافه‌کنید. وسیلهٔ مغزه‌گیری باید به اندازهٔ کافی بزرگ باشد تا بزرگ‌ترین ذرهٔ بافت نمونهٔ را در خود جا دهد. پس از استخراج مواد فرار، حجم مناسبی از حلال را برای آنالیز از قسمت مایع آزمونه برداشت کنید.

1-laboratory control samples (LCS)

۵-۱-۶ اندازهٔ ذرهٔ نمونهٔ آزمایشگاهی بزرگ‌تر از اندازهٔ قابل قبول ذرهٔ و واحد آلایندهٔ کمتر از اندازهٔ قابل قبول ذره

به‌طورکلی اندازهٔ ذره نمی‌تواند کاهش یابد، زیرا ممکن است، منجر به از دست دادن آلایندهٔ فرار شود. مواردی وجود دارد که مواد شیمیایی آلاینده و پشتیبانی، امکان افت مواد فرار را نخواهد داد. برای این گونه آلاینده‌ها، به روش‌های آورده شده در بند ۵-۱-۵ مراجعه شود. در صورت وجود اطلاع از بافت نمونه، نوع و سازکار آلودگی و واحده آلاینده، روش‌های جایگزین برای زیرنمونه‌برداری، می‌تواند موفقیت‌آمیز باشد.

۵-۱-۶-۱ اگر واحد آلاینده در مقیاس مولکولی باشد، آنگاه توزیع آلاینده، تابعی از خواص جذبی خواهد شد و مساحت بزرگ‌تر ذرات کوچک‌تر منجر به جذب سطحی آلاینده‌های بیشتری به ذرات کوچک‌تر می‌شود. اگر کاربران داده‌ها مایل به پذیرش انحراف بزرگ غلظت برای آلایندهٔ مورد بررسی باشند، آنگاه ممکن است، فقط یک زیر نمونه از ذرات کوچک‌تر تهیه شود.

۵-۱-۶-۲ روش دیگر به‌کارگیری حلال مناسب برای آنالیز، مانند متانول، به منظور استخراج ماده است.g ۴ آزمونه از نمونهٔ اصلی آزمایشگاهی را درml ۱۰ حلال حل کنید. حجم‌هایی به تناسب جرم تعیین شدهٔ نمونه، اضافه کنید. برای هربار که آلاینده در حلال حل شد، یک قسمت مناسب حلال آنالیز می‌شود.

۵-۱-۷ اندازهٔ ذرهٔ نمونهٔ آزمایشگاهی و واحد آلاینده بزرگ‌تر از اندازهٔ قابل قبول ذره

هنگامی که جرم‌های نمونه با توجه به محدودیت‌های تدارک و آماده‌سازی، بازدارنده باشد، نمونه‌های استخراجی می‌توانند باهم مخلوط شوند. به عنوان مثال وقتی‌که اندازهٔ ذرهٔ خاک cm ۰٫۴۶ با ترکیبات آلی فرار آلوده شده است. طبق جدول ۲، جرم زیرنمونهٔ پیشنهادی در این مورد، g ۱۰۰ است، بنابراین به ظرفی با ml ۲۵۰ حلال نیاز است. به عنوان جایگزین برای یک نمونهٔ مجزای بزرگ، پنج زیرنمونهٔ g ۲۰ می‌تواند استخراج شود. مقادیر میکرولیتر هر پنج مورد استخراجی می‌تواند در محفظه مشابه تخلیه، مخلوط شوند. هربار که آلاینده‌ای در حلال حل می‌شود، ناهنگنی آلایندهٔ مورد بررسی، کاهش می‌یابد و به‌کارگیری نمونه‌های کوچک استخراج‌شده می‌تواند توجیه شود.

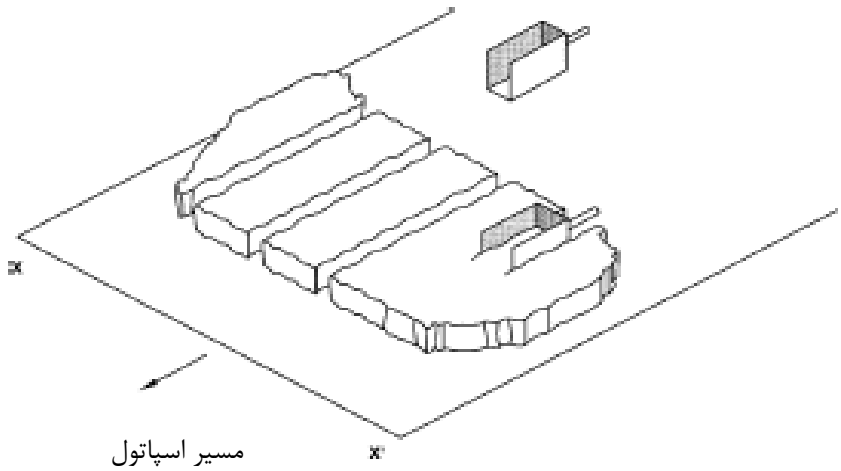
۵-۱-۸ نمونهٔ جامد برای آنالیز مواد غیر فرار

روش زیرنمونه‌برداری به اندازهٔ قابل قبول ذره و واحد آلاینده بستگی دارد. زیربندهای بعدی در مورد روش‌های مختلف زیرنمونه‌برداری که به عنوان اندازهٔ ذرهٔ نمونهٔ آزمایشگاهی و واحد آلاینده در ارتباط با اندازه‌های قابل قبول ذره فهرست شده در جدول ۲ متغیر است، بحث می‌کند. اگر لازم است نمونهٔ آزمایشگاهی قبل از زیرنمونه‌برداری، مخلوط شود، بهتراست، روش‌های آورده شده در بند ۵-۱-۶ به‌کاربرده شود.

۵-۱-۹ اندازهٔ ذرهٔ نمونهٔ آزمایشگاهی و واحد آلایندهٔ کمتر از اندازهٔ قابل قبول ذره

۵-۱-۹-۱ زیرنمونه‌برداری عرضی[1](پیمانه مستطیلی) (به شکل ۱ مراجعه شود)

یک روش زیر نمونه‌برداری مواد، به‌کارگیری زیرنمونه‌برداری عرضی است(به استاندارد ASTM D6051 مراجعه شود). نمونهٔ دست‌نخوردهٔ آزمایشگاهی به یک سطح صاف بدون آلودگی، تخلیه می‌شود. نمونهٔ داخل یک پیمانهٔ مستطیلی باریک با نوک پهن منتقل و در آن شکل می‌گیرد(به منبع شمارهٔ ۱ کتابنامه مراجعه شود).



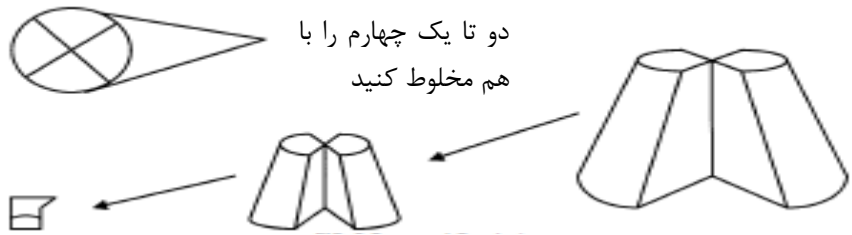
شکل۱- زیرنمونه‌برداری عرضی

زیرنمونه‌برداری را از طریق برش‌های عرضی ازابتدا تا انتها توسط پیمانه، استخراج، انتقال مواد به یک ظرف وزن شده، کامل کنید. برش‌های عرضی تا تهیه جرم مناسب، تکرار می‌شود. برش‌ها بایک پیمانهٔ مستطیلی شکل انجام می‌شود. بهتراست، عرض قسمت مستطیلی، پهنای کافی برای جا دادن ذره با بزرگ‌ترین اندازه را داشته‌باشد، اما به اندازهٔ کافی باریک بودن قسمت‌های عرضی چندگانه به منظور تهیهٔ جرم مناسب ضروری است. ممکن است، دو صفحهٔ باریک تفلون، فلز یا پلی اتیلن برای سهولت برداشت مواد از برش عرضی استفاده شود. بعداز برداشت تعدادی از قسمت‌های مستطیلی، توده برای تسهیل برش‌های بعدی دوباره شکل‌دهی می‌شود.بخش کامل استفاده نشده از نمونهٔ آزمایشگاهی بهتر است به ظرف اصلی نمونه برگردد.

۵-۱-۹-۲ مخروطی و چهار قسمتی کردن (به شکل ۲ مراجعه شود)

1-Transversal Subsampling

روش دیگر زیرنمونه‌برداری، مخروطی و چهارقسمتی کردن مواد است (به منبع شمارهٔ ۲ کتابنامه مراجعه شود). در این روش ممکن است، انحراف‌های بزرگی از خطای گروهی و جداسازی بروز نماید. آنچه در این جا بحث می‌شود، بستگی به گسترهٔ کاربرد آن دارد، اما بهتر است، کاربر به محدودیت‌های آن توجه نماید(به جدول ۴ مراجعه شود). کل نمونهٔ آزمایشگاهی در یک سطح صاف تمیز تخلیه می‌شود. مواد داخل یک مخروط، با قاعدهٔ مسطح ریخته می‌شود. دو برش از بالا به پایین، از وسط مخروط در زوایای قائم برای تقسیم به چهار قسمت مساوی یا یک چهارم‌ها، ایجاد می‌شود. محتویات دو ربع روبه‌روی هم در یک مخروط جدید جمع می‌شوند و فرایند تا دستیابی به جرم مناسب نمونه تکرار می‌شود. برای اطلاعات بیشتر به استاندارد ASTM D702 مراجعه شود.

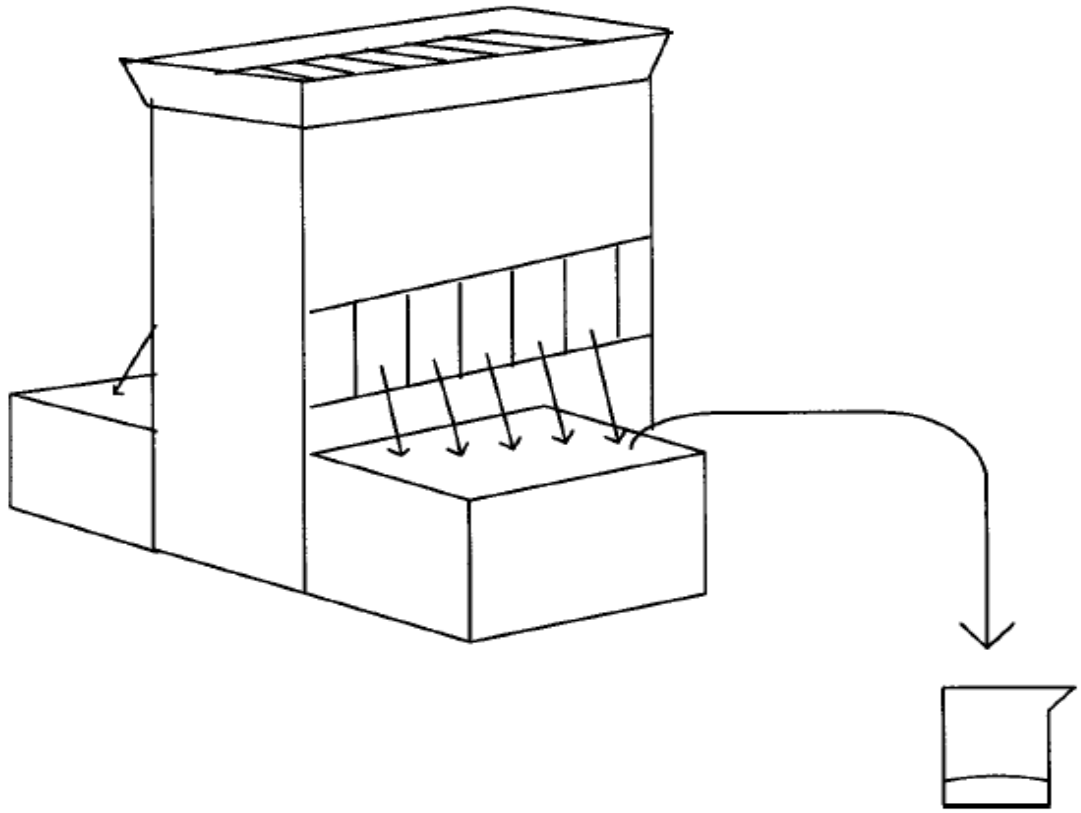


شکل ۲ – مخروطی و چهار قسمت کردن

۵-۱-۹-۳ دستگاه تفکیک‌کنندهٔ تودهٔ نمونه[1] (به شکل ۳ مراجعه شود)

دستگاه تفکیک‌کنندهٔ تودهٔ نمونه، وسیله‌ای مکانیکی با تعدادی سطوح یکسان شیب‌دار تند باریک است(به منبع شمارهٔ[۲]کتابنامه مراجعه شود). سطوح شیب‌دار به طور متناوب نمونه را به مسیرهای مقابل هم در تشتک‌ها جمع‌آوری می‌کند. زیرنمونه‌برداری از طریق ریختن تمام نمونهٔ آزمایشگاهی به درون دستگاه تفکیک‌کنندهٔ تودهٔ نمونه انجام می‌شود. یک قسمت برداشته‌می‌شود و تشتک جمع‌آوری با یک تشتک جدید جایگزین می‌شود. این قسمت به داخل دستگاه تفکیک‌کنندهٔ تودهٔ نمونه برگردانده‌می‌شود، بنابراین نیمی از زیرنمونه با مواد اولیه ترکیب خواهد شد و نیمی دیگر به درون تشتک جمع‌آوری تمیز، ریخته خواهد شد. این فرایند تا دستیابی به نمونهٔ مناسب تکرار می‌شود. انواع زیادی از تفکیک‌کنندهٔ تودهٔ نمونه وجود دارد. آزمون‌کننده باید موردی را که داده‌های مورد نیاز کاربر را تامین کند، انتخاب کند. بهتراست، اندازهٔ دهانهٔ تفکیک‌کنندهٔ تودهٔ نمونه سه برابر قطر بزرگ‌ترین ذرهٔ نمونه و دارای تعداد زوج از سطوح شیب‌دار باشد.

1- Riffle Splitter

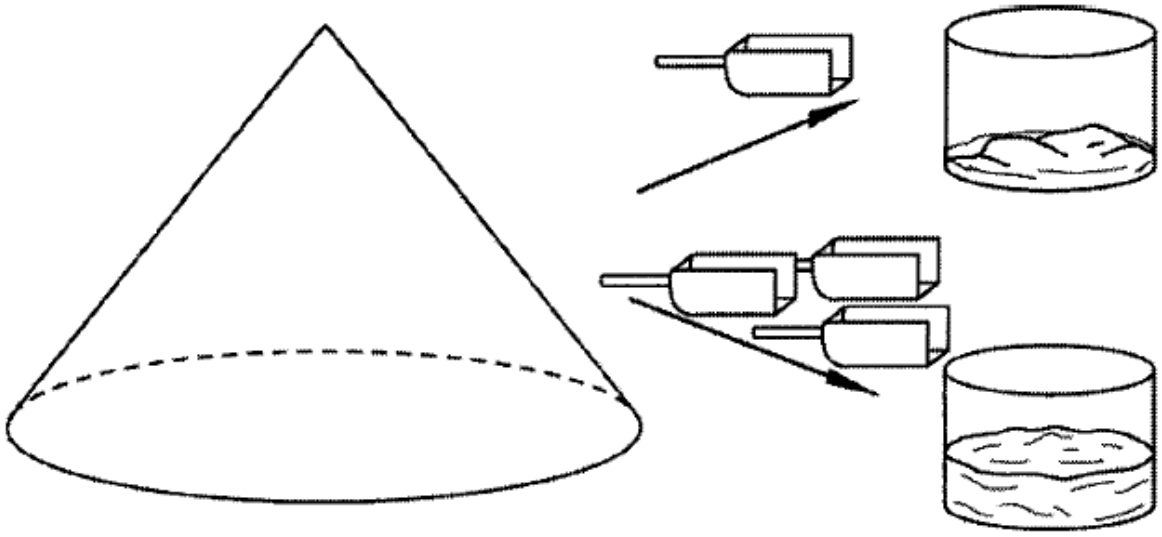


شکل ۳- دستگاه تفکیک‌کنندهٔ تودهٔ نمونه

۵-۱-۹-۴ پیمانهٔ جایگزین [1]

این روش در استاندارد ASTM D 6051 آورده شده است. پیمانه‌ها، نمونهٔ آزمایشگاهی مخلوط شده را در ظرف آنالیز قرارمی‌دهند یا بیرون می‌ریزند. در مثال شکل ۴، برای نگه داری هر پیمانه، سه پیمانه بیرون آورده می‌شود. بهتراست، مراقب باشید که مواد در هر پیمانه اندازهٔ یکسان داشته باشند و با روشی برداشته‌شوند که حداقل انحراف را ایجاد کند.

2-Alternate Scoop



شکل ۴- پیمانهٔ جایگزین

۵-۱-۹-۵ تفکیک‌کنندهٔ بخشی [1] (تقسیم کنندهٔ نمونه) (به شکل ۵ مراجعه شود)

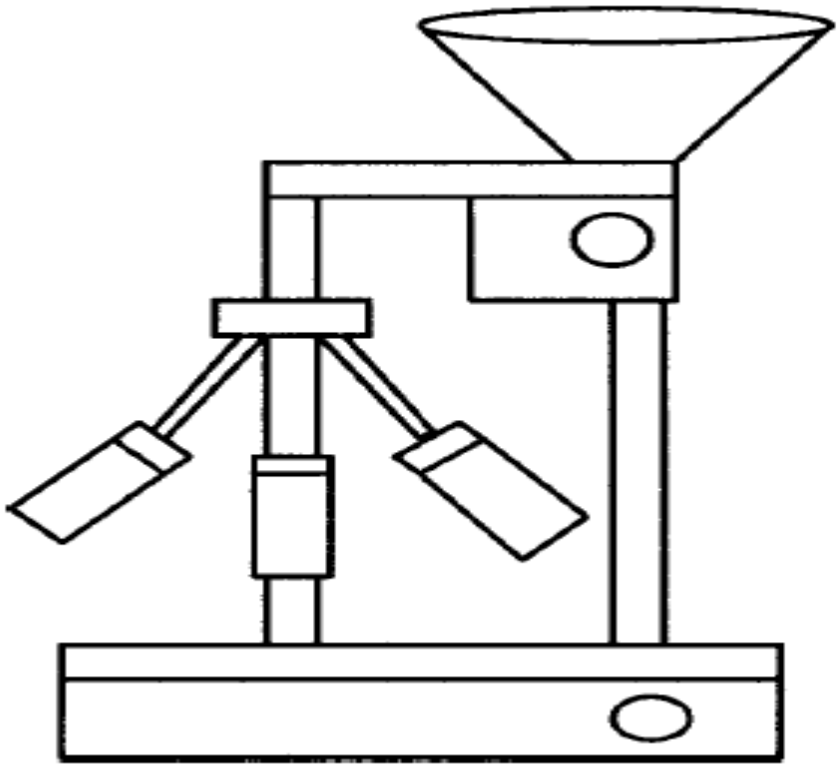
این وسیلهٔ یک ابزار چرخان تقسیم‌کنندهٔ نمونه است. نمونه در دهانه جاسازی می‌شود و مواد از طریق ارتعاش به داخل بطری‌های چرخان ارسال می‌شود. ممکن است، آزمونه به طور مستقیم از بطری برداشت شود یا ممکن است از طریق ریختن محتویات بطری دیگر که نمونه در آن باقی‌مانده به دهانه و آغاز مجدد فرایند، انجام پذیرد.

۵-۱-۱۰ نمونهٔ آزمایشگاهی با اندازهٔ ذرهٔ بزرگ‌تر از اندازهٔ قابل قبول ذره و واحد آلایندهٔ کمتر از اندازهٔ قابل قبول ذره

۵-۱-۱۰-۱ اگر کاربر داده بتواند بدترین مورد، مانند انحراف زیاد از مقدار واقعی غلظت درپارامتر تحت بررسی را بپذیرد، آنگاه زیرنمونه‌برداری می‌تواند بدون نیاز به جرم نمونهٔ بزرگ‌تر یا کاهش اندازهٔ ذره انجام شود. روش توصیف شده در بند ۵-۱-۱۱-۱ مناسب خواهد بود. از بخش برش خوردهٔ قبلی همه نمونه، به غیراز ذرهٔ بزرگ‌تر از اندازهٔ قابل قبول ذره برای اضافه کردن به زیر نمونه، برداشته می‌شود.

۵-۱-۱۰-۲ اگر کاربرداده نتواند بدترین شرایط را تعدیل کند، به بند ۵-۱-۱۱ مراجعه شود.

3- Sectorial Splitter



شکل ۵- تفکیک‌کنندهٔ بخشی

۵-۱-۱۱ اندازهٔ ذرهٔ نمونهٔ آزمایشگاهی و واحد آلایندهٔ بزرگ‌تر ار اندازهٔ قابل‌قبول ذره

برداشت ذرات بزرگ‌تر اختیاری نیست. مقدار مطلوب محلول‌ها برای افزایش جرم نمونه یا کاهش اندازهٔ ذره وجود خواهد داشت. اگر این روش‌ها عملی نباشد، ممکن است، روش زیرنمونهٔ چندگانه به‌کاربرده‌شود. در حالت بهینه، مقدار کافی این زیرنمونه‌ها آنالیز یا استخراج خواهد شد. بنابراین جرم نمونهٔ مورد نظر تهیه می‌شود. سپس زیرنمونه‌ها به‌منظور آنالیز تحت آماده‌سازی، مانند استخراج با حلال یا هضم با اسید قرار می‌گیرند. عصارهٔ حاصل از استخراج‌ها یا هضم‌ها می‌تواند به‌طورجداگانه آنالیز شود و از نتایج میانگین وزنی گرفته یا عصاره‌ها قبل ازآنالیز، می‌تواند آمیخته شود.

۵-۱-۱۱-۲ خرد کردن یا آسیاب کردن

روش جایگزین برای افزایش جرم نمونه، کاهش اندازهٔ ذره است. این کار از طریق خرد کردن یا آسیاب انجام می‌شود. آسیاب کردن می‌تواند از طریق روش‌های دستی مانند، به‌کارگیری هاون و دسته‌هاون و با استفاده از ابزارهای مکانیکی مانند؛ آسیاب‌ها، خردکن‌ها یا اهرم‌های له‌کننده انجام شود. جدول ۳، شامل فهرستی از لوازم متداول تجاری است.

جدول ۳- لوازم متداول مورد استفاده برای کاهش اندازهٔ ذرهٔ جامدات

وسیله	اندازهٔ ذره یا جرم نمونهٔ پیشنهادی سازنده	کاهش یافته به	کاربردها
آسیاب برشی[1]	۵۰ mm یا کمتر	در واقع هر اندازه بستگی به آسیاب دارد	شاخ و برگ، دانه‌ها، خاک‌ها
آسیاب میکرونیزه [2]	۲۰ mg تا ۵۰ mg	در واقع هر اندازه بستگی به آسیاب دارد	می‌تواند با دما کنترل شود
آسیاب برشی سانتریفوژی [3]	۳ g تا ۱۰۰ g	۴۰ µm	مواد شیمیایی، زغال‌سنگ، دانه‌ها، ساقه‌ها، پلی پروپیلن یا پلی استر
آسیاب غلتکی[4]	۰/۵ l تا ۹ l	در واقع هر اندازه بستگی به ماده و زمان دارد	می‌تواند برای مواد خشک و تر استفاده شود.
دیسک آسیاب افقی و عمودی[5]	۲۰ mm تا ۵ mm اندازهٔ ذره	۲۵۰ µm تا ۱۰۰۰ µm	مواد شیمیایی، رس، غذاها، گیاهان، چرم،مقوا
آسیاب دارای بشقابک و گوی[6]	۱۰ g تا ۵ kg	۱۰ µm تا ۱۰۰ µm	آجر، سیمان،مواد شیمیایی،زغال‌سنگ، کک، شیشه، مواد معدنی، سنگ معدن، گیاهان،سنگ، فلزات، شن، سرباره، خاک
آسیاب هاون‌دار[7]	اندازهٔ ذره ۱ mm تا ۸ mm	۸ mm تا ۱۴µm ۵	می‌تواند برای ترکیبات تر یا خشک، آلی یا غیر آلی استفاده شود.
سنگ شکن ضربه‌ای[8]	اندازهٔ ذره ۱ mm تا ۱۰۰ mm	۱ mm تا ۴۰ mm	مواد با سختی متوسط، ترد و سخت برای مثال: مواد شیمیایی، کک، بتون، شیشه، زغال‌سنگ، سنگ‌ریزه، کوارتز، سرباره

1- Cutting Mill
2- Micro-Mill
3- Centrifugal cutting mill
4- Jar mill
5- Horizontal and Vertical Disc Mills
6- Dish and puck mill
7- Mortar grinders
8- Jar Crushers

۵-۱-۱۱-۳ هر وسیله‌ای می‌تواند از مواد مختلف به منظور جلوگیری از آلودگی نمونهٔ آزمایشگاهی ساخته شود.

۵-۱-۱۱-۴ زمانی که کاهش اندازهٔ ذره متوقف شده‌است، بهتراست، نمونهٔ آزمایشگاهی از طریق یک الک به یک تشتک، به منظور نشان دادن مطلوبیت اندازهٔ ذرهٔ مورد بررسی ریخته شود.

۵-۱-۱۱-۵ در صورت رد نشدن نمونه از الک، بهتر است دوباره آسیاب شود. سپس زیرنمونه با استفاده از روش‌های بیان شده در بند ۵-۱-۹، از مادهٔ الک شده تهیه شود.

۵-۱-۱۲ قبل ازآغاز زیرنمونه‌برداری محدودیت‌های هر روش بیان شده در بند ۵-۱-۱۱ باید در نظر گرفته شود. جدول ۴ در مورد محدودیت‌های هر روش بحث می‌کند.

۵-۱-۱۳ مخلوط کردن

برای کاهش ناهمگنی، نمونه یا زیرنمونه باید قبل از برداشت آزمونه، مخلوط شود. درهر حال، هنگام مخلوط کردن، دقت شود، زیرا ممکن است، به‌طورواقعی واریانس افزایش یابد. برای مثال، اگرزیرنمونه به صورت یک گلولهٔ خاکی برداشته شود، تفاوت در اندازه، شکل و دانسیته، ممکن‌است ناهمگنی را از طریق ایجاد تکان‌های شدید در لایه‌های مختلف یا ارتعاش نمونه، بیشتر افزایش دهد.

۵-۱-۱۴ روش‌های فنی مخلوط کردن در بند زیر آورده شده است.

۵-۱-۱۴-۱ مخلوط کردن یک زیرنمونه، می‌تواند به طور دستی یا به‌وسیلهٔ مخلوط کنندهٔ مکانیکی انجام شود. روش‌های دستی شامل: هم‌زدن بایک اسپاتول به‌مدت ۲min تا ۳ min، تا نمونه یکنواخت شود یا با استفاده از یک مخلوط‌کن چهارگوش انجام شود. مخلوط‌کن چهارگوش یک صفحهٔ چهارگوش عاری از آلودگی مانند تفلون است. نمونهٔ آزمایشگاهی در وسط صفحه ریخته می‌شود و به وسیلهٔ یک میلهٔ غلتکی، نمونه به سمت جلو و عقب غلتانده می‌شود تا نمونه به طور متناوب درگوشه‌های مخالف صفحه پخش شود.

۵-۱-۱۴-۲ مخلوط کردن می‌تواند با استفاده از نوع متفاوتی از روش تقسیم کردن چرخان انجام شود. بعداز این که نمونهٔ آزمایشگاهی به درون تقسیم کنندهٔ چرخان ریخته‌می‌شود، نصف آن مخلوط شده و حداقل ۵ بار به تقسیم‌کنندهٔ چرخان برگردانده می‌شود.

۵-۱-۱۴-۳ شکل دیگری از روش مخروطی و چهار قسمتی کردن می‌تواند برای یکنواخت‌نمودن نمونه‌های جامد جاری شدنی استفاده شود. بعداز این‌که مواد چهارقسمت می‌شود، ابتدا اولین بخش‌های برداشته شده ازتودهٔ نمونه، درون مخروط دوباره شکل‌دهی می‌شود. هر کدام از بخش‌های دیگر به درون مخروط ریخته می‌شود و فرایند حداقل ۵ بار تکرار می‌شود.

۵-۱-۱۴-۴ روش‌های مکانیکی مخلوط کردن شامل: یک مخلوط‌کن مارپیچ، مخلوط‌کن سیمان یا مخلوط‌کن مخصوص دوجدارهٔ V شکل و آسیاب‌ها است.

جدول ۴ – محدودیت‌ها و مزایای روش‌های زیرنمونه‌برداری، مخلوط‌کردن و خردکردن

روش	نوع روش	محدودیت ها	مزایای منحصربه‌فرد
زیرنمونه‌برداری عرضی	زیرنمونه‌برداری	۱-امکان هدر رفت نمونه ناشی از ناتوانی در جمع‌آوری مجدد تمام خاک از مواد زیرین؛ ۲-امکان هدر رفت ذرات خیلی کوچک ناشی از افزایش الکتریسیتهٔ ساکن؛ ۳- اگراز یک پیمانهٔ چهار گوش استفاده نشود، سبب انحراف اندازهٔ ذره می‌شود؛ ۴- روش می‌تواند بر مقدار رطوبت نمونه اثر بگذارد.	۱- تفاوت بین اندازهٔ ذرات به حداقل می‌رسد؛ ۲-سهولت در آلودگی‌زدایی وسیله.
مخروطی وچهارقسمتی کردن	زیر نمونه‌برداری	۱-امکان هدر رفت نمونه ناشی از ناتوانی در جمع‌آوری مجدد تمام خاک از مواد زیرین؛ ۲-امکان هدر رفت ذرات خیلی کوچک ناشی از افزایش الکتریسیتهٔ ساکن؛ ۳-امکان بروز انحراف‌های بزرگ از خطای گروهی و مجزا؛ ۴- امکان جداسازی نابرابر ذرات خیلی کوچک و سنگین؛ ۵- روش می‌تواند بر مقدار رطوبت نمونه اثر بگذارد.	سهولت در آلودگی‌زدایی وسیله
پیمانهٔ جایگزین	زیر نمونه‌برداری	۱-امکان هدر رفت نمونه ناشی از ناتوانی در جمع‌آوری مجدد تمام خاک از مواد زیرین؛ ۲-امکان هدر رفت ذرات خیلی کوچک ناشی از افزایش الکتریسیتهٔ ساکن؛ ۳- اگراز یک پیمانهٔ چهار گوش استفاده نشود، سبب انحراف اندازهٔ ذره می‌شود؛ ۴- اگر پیمانه‌ها هم اندازه نباشد یا در صورتی‌که با روش سازگار برداشته نشود، امکان بروز انحراف وجود دارد؛ ۵- روش می‌تواند بر مقدار رطوبت نمونه اثر بگذارد.	۱- تفاوت بین اندازهٔ ذرات به حداقل می‌رسد؛ ۲-سهولت در آلودگی‌زدایی وسیله؛ ۳-نسبت به روش زیرنمونه‌برداری عرضی‌ساده‌تر است، نیازی به شکل دهی به تودهٔ نمونه نیست.
تفکیک کنندهٔ بخشی (تقسیم کننده)	زیر نمونه‌برداری	۱-محدود به استفاده از ذرات کوچک (حدود mm ۶)؛ ۲-امکان دشواری آلودگی‌زدایی ۳- روش می‌تواند بر مقدار رطوبت نمونه اثر بگذارد.	۱- تفاوت بین اندازهٔ ذرات به حداقل می‌رسد؛ ۲-استفاده صحیح، انحراف‌های بیشتر را محدود می‌کند؛ ۳-سادگی استفاده از وسیلهٔ مکانیکی.

ادامهٔ جدول ۴

روش	نوع روش	محدودیت ها	مزایای منحصربه‌فرد
دستگاه تفکیک‌کنندهٔ تودهٔ نمونه	زیر نمونه‌برداری یا مخلوط کردن	۱-امکان هدر رفت ذرات خیلی کوچک ناشی از گردپاشی هنگام ورود نمونه؛ ۲-امکان بروز انحراف‌های بزرگ از خطای گروهی و مجزا؛ ۳- آلودگی‌زدایی برخی از تفکیک‌کننده‌های چرخان دشوار است.	۱- استفاده صحیح، انحراف‌های بیشتر را محدود می‌کند؛ ۲-گزینه‌های زیادی از اندازه و نوع توسط سازنده‌ها در دسترس است.شامل: سیستم‌های باز و بسته.
خرد کردن و الک کردن/آسیاب‌ها/ فک‌های خردکننده	خرد کردن	۱-امکان هدر رفت ذرات خیلی کوچک ناشی از افزایش الکتریسیتهٔ ساکن؛ ۲-امکان هدر رفت ذرات خیلی کوچک ناشی از گردپاشی هنگام‌که به خردکن یا الک وارد می‌شود؛ ۳-افزایش نسبت سطح به جرم که می‌تواند بر قابلیت آبکشی طی هضم یا استخراج قسمتی اثر بگذارد؛ ۴- امکان دشواری آلودگی‌زدایی وسیلهٔ خردکنی؛ ۵- نیاز به نیروی کار زیاد برای خردکردن و الک‌کردن.	۱- روش ساده برای کاهش اندازهٔ ذره؛ ۲-گزینه‌های زیادی از اندازه و نوع توسط سازنده‌ها در دسترس است.
چهارگوش‌های مخلوط‌کن	مخلوط کردن	۱-صفحهٔ مخلوط‌کننده نباید از موادی باشد که نمونه‌ها را آلوده کند؛ ۲- امکان هدر رفت ذرات خیلی کوچک ناشی از افزایش الکتریسیتهٔ ساکن؛	۱-روش غیر مکانیکی مخلوط‌کردن ۲-هزینهٔ مناسب ۳- سهولت در آلودگی‌زدایی وسیله؛
مخلوط‌کننده‌های مکانیکی	مخلوط کردن	۱-امکان جداسازی ذرات سنگین از سبک یا بزرگ از کوچک؛ ۲- آلودگی‌زدایی برخی از مخلوط‌کن‌ها دشوار است.	سادگی روش برای توزیع یکنواخت ذرات جامدات، که مخلوط‌کردن دستی آنها دشوار است.

۵-۲ مایعات

۵-۲-۱ برخی از روش‌های آنالیزی، مانند آنالیز چربی و روغن، مستلزم آن است که، همهٔ نمونهٔ آزمایشگاهی به عنوان آزمونه محسوب شود. بهتراست، این نمونهٔ میدانی به وسیلهٔ یک بطری با اندازهٔ مناسب به آزمایشگاه آورده شود. بعداز برداشت آزمونه، به منظور اطمینان از انتقال کامل نمونه از ظرف نمونه به ظرف آنالیز، بطری با یک حلال مناسب آبکشی شود. در برخی از موارد، ممکن است، نمونهٔ میدانی در یک ظرف نامناسب به آزمایشگاه آورده شود. در این صورت، بهتراست، کاربرداده‌ها، نمونه‌برداری مجدد را در نظر بگیرد. اگر ادامهٔ کار

توسط کاربردادهها با نمونهٔ میدانی به اندازهٔ نامناسب صورت می‌گیرد، بهتراست، آزمون‌کننده آزمونه را از ظرف بردارد و باقی نمونهٔ آزمایشگاهی اولیه به ظرف دیگری منتقل شود. نسبت آزمونه به مواد باقی مانده باید اندازه‌گیری شود. آنگاه کناره‌های ظرف با مواد مناسب برای آنالیز، آبکشی می‌شود. آزمونه و آنچه آبکشی شده، ممکن است، به‌طور جداگانه آنالیز و میانگین وزنی گرفته یا نسبت اندازه‌گیری شدهٔ بالا می‌تواند برای تعیین مقدار آبکشی شده به منظور افزودن به آزمونه استفاده شده و می‌تواند به طور مستقیم آنالیز شود.

۵-۲-۲ نمونه‌های مایع برای آنالیز مواد فرار

۵-۲-۲-۱ بهتراست، نمونه‌های آزمایشگاهی آبی برای ترکیبات فرار، قبل‌از زیرنمونه‌برداری مخلوط شوند. حجم مناسب برای آنالیز را با استفاده از روش‌های فنی مانند تزریق کردن که هدر رفت را به حداقل می‌رساند، انتقال دهید.

۵-۲-۲-۲ زیرنمونه‌برداری از محلول غیرآبی برای ترکیبات فرار، اغلب اولین گام در فرایند رقیق‌سازی یک نمونه است که برای جلوگیری از آغشتگی و آلودگی هنگام تجهیزابزار آنالیز و به‌دست‌آوردن غلظت‌های نمونه درمحدودهٔ کالیبره شده، ضروری است. به علت فاکتورهای رقیق‌سازی زیاد، یک روش مناسب، مانند، استفاده از سرنگ میکرولیتری، به منظور گرفتن یک زیرنمونه به‌کاربرده‌می‌شود. سپس زیرنمونه با یک حلال مناسب برای آنالیز (مانند، متانول) دریک ظرف غیرقابل نفوذ دربرابر هوا منتقل می‌شود.

۵-۲-۳ نمونه‌های مایع برای آنالیز مواد غیرفرار

۵-۲-۳-۱ محلول‌های آلی برای ترکیبات غیرفرار، می‌تواند، شامل مواد قابل ته‌نشینی باشد. اگر مواد قابل‌ته‌نشینی بخشی از نمونهٔ آزمایشگاهی باشد و معلق باقی بماند یا به‌راحتی طی عملیات زیرنمونه‌برداری بتواند دوباره معلق شوند، بهتراست با نمونه مانند مایع رفتار شود. توصیه‌می‌شود، این نمونه‌های آزمایشگاهی به منظور کاهش ناهمگنی با ۱۵ s به آرامی چرخانده یا شش بار به آهستگی برگردانده شود.

۵-۲-۳-۲ اگر آزمون‌کننده فقط از بخش مایع زیرنمونه می‌گیرد، مادهٔ قابل‌ته‌نشینی باید قبل از بیرون کشیدن زیرنمونه از بخش مایع امکان فرو رفتن پیدا کند. زیر نمونهٔ مایع یا آزمونه ممکن است، به‌وسیلهٔ پالایه‌کردن، سانتریفوژ یا دورریختن بخش مایع از بخش جامد یا فقط هدایت بخش مایع به‌وسیلهٔ پیپت به ظرف آنالیز تهیه شود.

۵-۲-۳-۳ اگر مادهٔ قابل‌ته‌نشینی معلق باقی نماند و مشمول آنالیز شود، بهتراست، با آن به‌عنوان نمونهٔ چند لایه رفتار شود(به بند ۵-۳ مراجعه شود).

۵-۲-۳-۴ بهتراست، نمونه‌های آزمایشگاهی آبی تک لایه، به منظو کاهش ناهمگنی، به‌آرامی به مدت ۱۵ s چرخانده یا شش بار به‌آهستگی برگردانده شود. زیر نمونهٔ مناسب برای آنالیز را بردارید.

هشدار: بهتراست، به منظور کاهش هرگونه فشار که ممکن است طی مخلوط کردن افزایش یافته باشد، ظرف بـه طـور دوره‌ای هواگیری شود.

۵-۲-۳-۵ فرایند زیرنمونه‌برداری برای محلول‌های غیرآبی به منظور ترکیبـات غیرفـرار، مشـابه فراینـد یـک محلول آبی است.

۵-۳ نمونه‌های چند لایه

نمونه‌های چندلایه شده محتوی دو جزء یا بیشتر هستند که به روشنی با هم تفاوت دارند. این نمونه‌ها می‌توانـد شامل موارد زیر باشد:

-لایه‌های مایع/مایع مانند،حلال‌های کلرینه شده و آب یا آب و نفت؛

-نمونه‌های مایع/جامد، مانند، لجن؛

- نمونه‌های جامد/جامد مانند، سنگ‌ریزهٔ به اندازهٔ نخود و شن؛

- ترکیبات موادی مانند، مخلوط نفت، آب و لجن.

۵-۳-۲ اگر بخش مایع لجن خیلی کم باشد به‌طوری که بتواند با بخش جامد دوباره مخلوط شود و فقط بعـد از زمان معینی دوباره جدا شود، بهتراست با نمونه به صورت یک نمونهٔ جامد رفتار شـود(بـه بنـد ۵-۱ مراجعـه شود).

۵-۳-۲-۱ اگر بخش جامد لجن معلق باقی‌ماند یا به آسانی طی عملیات زیرنمونه‌برداری دوباره بتوانـد معلـق شود و معلق باقی بماند، بهتراست با نمونه به صورت نمونـهٔ مـایع رفتـار شـود. ایـن نمونـه‌هـای آزمایشـگاهی می‌توانند ازطریق وارونه شدن ظرف یا با تکان دادن آرام، مخلوط شوند(به بند ۵-۲ مراجعه شود).

۵-۳-۳ یک روش زیرنمونه‌برداری نمونه‌های آزمایشگاهی چندلایه، جداسازی آنها به اجـزاء تشـکیل دهنـدهٔ لایه‌هایشان است. ممکن است، لایه‌ها به طور فیزیکی جدا شوند یا به طور مجزا از ظرف اولیـه زیرنمونـه‌بـرداری شوند. لایه‌های مجزا می‌توانند به طور جداگانه آنالیز و میانگین وزنی آنها محاسبه شود. بخش‌های فازهای مجـزا می‌تواند به طور متناسب، در ظرف تجزیه‌ای برای آنالیزهای مواد فراریا به طور مستقیم در یک واحد تمیز، طـی آنالیز مواد فرار دوباره باهم مخلوط شوند تا یک آزمونهٔ نمایان‌گر ساخته شود.

۵-۳-۴ نمونه‌های چندلایه شده برای آنالیز مواد فرار/جداسازی لایه‌ها

۵-۳-۴-۱ در مورد لایه‌های مایع/مایع حجم مناسب برای آنالیز هر لایه را بـا اسـتفاده از روش‌هـای فنـی بـا حداقل هدررفت، مانند، سرنگ یا پیپت‌کردن، انتقال دهید.

۵-۳-۴-۲ اگر نمونه‌های آزمایشگاهی دارای لایه‌های قابل توجهی از جامد و مایع باشند، به‌طوری‌که امکان مخلوط شدن به حد کافی برای تعلیق مواد جامد، بدون احتمال هدر رفت ترکیبات فرار وجود نداشته باشد، ممکن است مواد به فازها ترکیبات‌شان تفکیک شود. جداسازی فاز جامد/مایع ممکن است، به وسیلهٔ سانتریفوژ با سرعت پایین طرف در بسته یا از طریق باقی گذاشتن بدون حرکت آن تا ته‌نشینی بخش جامد، فراهم شود. بهتراست، درصد وزنی یا حجمی هر فاز تعیین شود.

۵-۳-۴-۳ جرم مناسب برای آنالیز را با استفاده از روش‌های فنی با حداقل هدررفت مانند، سرنگ یا پیپت، انتقال دهید. مایع باقی‌مانده را در ظرف دیگری خالی کنید.

۵-۳-۴-۴ یک آزمونه از فاز جامد باقی‌مانده برای آنالیز، وزن می‌شود. برای اطلاعات بیشتر به بند ۵-۱-۴ مراجعه کنید.

۵-۳-۵ نمونه‌های چندلایه شده برای آنالیز مواد غیر فرار/جداسازی لایه‌ها

۵-۳-۵-۱ برای لایه‌های مایع/مایع، لایه‌ها را با استفاده از روش‌های فنی مانند، قیف جداکننده یا پیپت جداکنید. هر لایه از ماده می‌تواند با به ظرف دیگر یا به طور مستقیم به ظرف آنالیز منتقل شود. سپس با هر قسمت جدا شده، مانند یک نمونهٔ مایع همگن فتار می‌شود. برای اطلاعات بیشتر به بند ۵-۲-۳ مراجعه شود.

۵-۳-۵-۲ برای لایه‌های جامد/مایع، ممکن است، زیرنمونه یا آزمونهٔ مایع به وسیلهٔ پالایه کردن، سانتریفوژ یا دور ریختن بخش مایع از بخش جامد یا از طریق برداشتن بخش مایع به طور مستقیم با استفاده از پیپت به ظرف آنالیز تهیه شود. سپس با بخش مایع مانند یک نمونهٔ مایع همگن رفتار می‌شود. با بخش جامد مانند یک نمونهٔ جامد آزمایشگاهی رفتار می‌شود.

۵-۳-۶ روش‌های جایگزین برای نمونه‌های چندلایه شده به منظور آنالیزهای مواد غیر فرار

یک روش جایگزین زیرنمونه‌برداری از نمونه‌های مایع/جامد، انجماد مواد است(به استاندارد ASTM D4823 مراجعه شود).

۵-۳-۶-۱ نمونهٔ آزمایشگاهی به یک جعبهٔ مستطیلی منتقل می‌شود و به مواد جامد امکان ته‌نشینی داده می‌شود. برای انجماد ماده می‌توان از یخ خشک یا نیتروژن مایع استفاده شود. هم‌چنین ظرف می‌تواند در فریزر قرار گیرد تا انجماد رخ دهد. زیرنمونه در بیرون از جعبه در همهٔ لایه‌ها برش داده می‌شود. سپس با این زیرنمونه یا آزمونه مثل مواد جامد رفتار می‌شود.

۵-۳-۶-۲ درهمه روش‌های منجمد کردن جایگزین ، نمونهٔ آزمایشگاهی در یک ظرف مناسب جاسازی می‌شود. آنگاه کل نمونه به‌وسیلهٔ یخ خشک و نیتروژن مایع منجمد شده و با استفاده از روش‌های توصیفی در بند ۵-۱-۱۱ زیرنمونه‌برداری می‌شود.

۵-۳-۶-۳ یک روش فنی مهم در نمونه‌برداری از نمونه‌های مایع/جامد، تکان دادن مستمر طی زیرنمونه‌برداری است. این روش برای زیرنمونه‌برداری ترکیبات غیرفرار، می‌تواند به‌عنوان نمونهٔ آزمایشگاهی کاربردداشته‌باشد که مقدار مایع غالب است یا ویژگی‌های مایع را داراست. این روش به ویژه برای نمونه‌های آزمایشگاهی که فقط با تکان دادن مستمر یک شبه امولسیون تشکیل می‌دهند، مناسب است. طی مخلوط کردن، آزمونهٔ مناسب از نمونهٔ اصلی آزمایشگاهی برای آنالیز بردارید.

۵-۳-۷ نمونه‌های جامد/مایع می‌تواند طبق بند ۵-۱ این استاندارد زیرنمونه‌برداری شوند.

۵-۳-۸ به‌کارگیری یک یا چند روش قبلی زیرنمونه‌برداری از نمونه‌های چندلایه‌شده، به این بستگی دارد که چند لایه در نمونه با هم مواجه شوند.

پیوست الف

(اطلاعات الزامی)

الف-۱ بررسی خطای بنیادی در تعیین جرم مناسب زیرنمونه

الف-۱-۱ جدول الف-۱-۱، راهنمایی برای بیشینهٔ اندازه‌های قابل قبول ذره(سانتی متر) است که می‌تواند از طریق جرم زیرنمونه(گرم) با انحراف استاندارد نسبی یک درصد معین که فقط از خطای بنیادی حاصل شده، تطبیق داده شود. این جدول براساس معادله خطای بنیادی، همان‌گونه که در منبع شمارهٔ ۵ کتابنامه تشریح شده است. داده‌های جدول‌بندی شده با استفاده از معادلهٔ زیر تهیه شده‌اند:

معادلهٔ الف-۱-۱

$$S^2 = \frac{18 * f * e * d^3}{M_s}$$

که در آن:

S^2 = واریانس نسبی غلظت آلایندهٔ ناشی از خطای بنیادی؛

S= انحراف استاندارد نسبی غلظت آلاینده ناشی از خطای بنیادی؛

f=فاکتور بدون بعد مربوط به شکل ذره(یک مقدار ۰/۵ می‌تواند به طور نمونه پذیرفته شود، به منبع شمارهٔ ۵ کتابنامه مراجعه شود)؛

e= تراکم متوسط جمعیت (g/cm^3)، متوسط تراکم g/cm^3 ۲/۵ فرض می‌شود؛

d= قطر بزرگ‌ترین ذره به سانتی‌متر؛

M_s= جرم نمونه به گرم.

جدول الف-۱-۱ بیشینهٔ اندازهٔ قابل قبول ذره (به سانتی‌متر) که از طریق جرم زیرنمونه در درصد گوناگون انحراف استاندارد نسبی (RSD)

جرم زیرنمونهٔ پیشنهادی (g)	اندازهٔ مش الک	۵٪ RSD	۱۰٪ RSD	۱۵٪ RSD
۰٫۱	۳۵	۰٫۰۲	۰٫۰۴	۰٫۰۵
۱	۱۸	۰٫۰۵	۰٫۰۸	۰٫۱۰
۲	۱۳	۰٫۰۶	۰٫۱۰	۰٫۱۳
۵	۱۲	۰٫۰۸	۰٫۱۳	۰٫۱۷
۱۰	۱۰	۰٫۱۰	۰٫۱۶	۰٫۲۲
۳۰	۷	۰٫۱۵	۰٫۲۴	۰٫۳۱
۵۰	۶	۰٫۱۸	۰٫۲۸	۰٫۳۷
۱۰۰	۵	۰٫۲۲	۰٫۳۵	۰٫۴۶

الف-۱-۲ با به‌کارگیری فرضیات بالا برای تراکم و ضریب شکل، این معادله برای محاسبهٔ بزرگ‌ترین اندازهٔ ذره دوباره تنظیم می‌شود که می‌تواند از طریق یک جرم زیرنمونه و خطای بنیادی به طور نمایان‌گر تطبیق داده شود.

معادلهٔ الف-۱-۲

$$d = \sqrt[1/3]{\frac{M_s}{22/5} * s^2}$$

الف-۱-۳ اگر تراکم مواد نمونه‌برداری شده به طور قابل ملاحظه‌ای از g/cm^3 ۲/۵ فاصله داشته‌باشد، آنگاه بهتراست، تراکم واقعی به کار برده شود. اگر مادهٔ نمونه‌برداری شده، دارای شکل الگویی نباشد، ضرایب جدول الف-۱-۲ می‌تواند جانشینی برای مقدار۰٫۵ به منظور محاسبهٔ داده‌های جدول‌بندی شده باشد(به منبع شمارهٔ [۱]کتابنامه مراجعه شود).

جدول الف-۱-۲ مقادیر برای شکل‌های مختلف ذره

شکل ذره	f
مکعب	۱
کروی	۰٫۵
ورقه‌ای	۰٫۱
جامدات نرم شکل داده شده به وسیلهٔ تنش مکانیکی	۰٫۲
سوزنی	۱۰ ≤ تا ۱<

الف-۱-۴ در جدول الف-۱-۱، بیشینهٔ اندازهٔ قابل قبول ذره برحسب سانتی متر آورده شده است که می‌تواند از طریق یک جرم زیرنمونه در خطاهای بنیادی مختلف، تطبیق داده شود. برای نمونهٔ جزء بزرگ‌تر، میزان دقت مورد نیاز بیشتراست. این جدول فرض می‌کند که ذره‌دارای شکل الگویی توصیف شده در بالا و روش آورده شده در منبع شمارهٔ ۱ کتابنامه است و مثالی است مبنی بر این که، چگونه بیشینهٔ اندازهٔ قابل قبول ذره به عنوان تابعی از پارامتر تغییر می‌کند. توصیه می‌شود خطای بنیادی بزرگ‌تر از ٪۱۵ نباشد (به منبع شمارهٔ[۱]کتابنامه مراجعه شود).

کتاب‌نامه

[1] Pitcard, Francis F., *Pierre Gy's Sampling Theory and Practice*; 2ndEdition, CRC Press, Inc., Boca Raton, FL, 1993.

[2] Simmons, Milagros S., *Hazardous Waste Measurements*, LewisPublishers, 200 Corporate Blvd., NW, Boca Raton, FL, 1991 .

[3] US-EPA, *Description and Sampling of Contaminated Soils, A FieldPocket Guide*,EPA/625/12-91/002, 1991.

[4] Boulding, J.R., *Description and Sampling of Contaminated Soils: AField Guide*, Lewis Publishers, 2000 Corporate Blvd., NW, BocaRaton, FL, 1994.

[5] Ramsey, Charles A., Ketterer, Michael E., and Lowry, Joe H.,"Application of Gy's Sampling Theory to the Sampling of SolidWaste Materials," In *Proceedings of the EPA Fifth Annual WasteTesting and Quality Assurance Symposium*, Vol 11, Washington, DC,July 24-28, 1989, pp. 11-494.

[6] Gy, P.M., *Sampling of Particulate Material*, Elsevier, Amsterdam, 1982.