



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۰۲۳۷

چاپ اول

۱۳۹۴

INSO

20237

1st.Edition

2016

تعیین مشخصات پسماند -
تعیین مقدار هالوژن و گوگرد به روش
احتراق اکسیژن در سیستم‌های بسته -
روش‌های آزمون

Characterization of waste –
Determination of halogen and sulfur
content by Oxygen combustion in
closed systems -Test methods

ICS:13.030.40

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

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

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۱۳۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر یافته و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۱۳۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است. تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود. پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

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

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

1- International Organization for Standardization

2 - International Electrotechnical Commission

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

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد
«تعیین مشخصات پسماند - تعیین مقدار هالوژن و گوگرد به روش احتراق اکسیژن در سیستم‌های
بسته - روش آزمون»

سمت و / یا نمایندگی

دانشگاه صنعتی سهند

رئیس:

ولی پور، جواد
(دکترای شیمی تجزیه)

دبیر:

قدیمی کلجاهی، فریده
(کارشناسی ارشد شیمی)

اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اخپاری، شهاب
(کارشناسی ارشد شیمی)

اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی

رحیم‌اوقلی، شاهین
(کارشناسی مهندسی شیمی)

اداره کل حفاظت از محیط زیست آذربایجان
شرقی

ذاکر حمیدی، محمد صادق
(دکترای شیمی فیزیک)

پژوهشکده فیزیک کاربردی و ستاره‌شناسی
دانشگاه تبریز

عابدینی طرقله، جواد
(دکترای شیمی آلی)

سازمان مدیریت پسماند شهرداری مشهد

غفاری، زهرا
(کارشناسی ارشد مدیریت کشاورزی)

اداره کل حفاظت از محیط زیست آذربایجان
شرقی

کاظمیان، نعیمه
(کارشناسی ارشد شیمی)

شرکت آب و فاضلاب شهری استان
آذربایجان شرقی

گوگانیان، امیرمحمد
(دکترای شیمی)

شرکت کیمیا گستر نوین آزمایش تبریز

جمعیت رفت‌گران طبیعت

مجتهدی، عاطفه
(دکترای زبان انگلیسی)

دانشگاه صنعتی سهند

مقدس، جعفرصادق
(دکترای مهندسی شیمی)

اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی

ملازاده، میکائیل
(کارشناسی ارشد شیمی)

دانشکده شیمی دانشگاه تبریز

نجار، رضا
(دکترای شیمی)

سازمان مدیریت پسماند شهرداری تبریز

هراتی، حبیبه
(کارشناسی ارشد منابع طبیعی و محیط زیست)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ اصول
۲	۵ مزاحمت‌ها
۲	۶ خطرات
۳	۷ واکنشگرها و مخلوط‌های کنترل
۴	۸ نگهداری و آماده‌سازی اولیه نمونه
۵	۹ وسایل
۶	۱۰ روش اجرای آزمون
۹	۱۱ روش‌های توصیه شده برای اندازه‌گیری
۹	۱۲ اندازه‌گیری‌های کنترل
۱۰	۱۳ ارزیابی
۱۰	۱۴ مشخصه‌های عملکرد
۱۳	۱۵ گزارش آزمون
۱۴	پیوست الف (اطلاعاتی) احتراق در ظرف اکسیژن توسط شونیگر
۲۱	پیوست الف (اطلاعاتی) احتراق در ظرف اکسیژن توسط شونیگر
۲۲	پیوست پ (اطلاعاتی) نتایج اضافی آزمون‌های درون آزمایشگاهی
۲۴	پیوست ت (اطلاعاتی) خلاصه الزامات و توصیه‌های کلی
۲۵	پیوست ث (اطلاعاتی) کتابنامه

پیش گفتار

استاندارد «تعیین مشخصات پسماند- مقدار هالوژن و گوگرد- احتراق اکسیژن در سیستم‌های بسته و روش‌های اندازه‌گیری» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد تهیه و تدوین شده است و در هشتاد و دومین اجلاس کمیته ملی استاندارد محیط زیست مورخ ۱۳۹۴/۱۱/۰۳ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

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

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

EN 14582: 2007, Characterization of waste – Halogen and sulfur content – Oxygen combustion inclosed systems and determination methods

تعیین مشخصات پسماند - تعیین مقدار هالوژن و گوگرد به روش احتراق اکسیژن در سیستم‌های بسته - روش آزمون

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه‌گیری مقدار هالوژن و گوگرد در پسماند، به روش احتراق در یک سیستم بسته حاوی اکسیژن (بمب کالریمتری)، و پس از آن تحلیل محصول احتراق با استفاده از روش‌های مختلف تحلیل است.

این روش برای نمونه‌های جامد، خمیری و مایع حاوی بیش از 0.025g/kg هالوژن و/یا 0.025g/kg گوگرد کاربرد دارد. حد تشخیص بستگی به عنصر، بافت و روش اندازه‌گیری مورد استفاده دارد. هالیدها و سولفات نامحلول موجود در نمونه اصلی یا تولید شده طی مرحله احتراق را نمی‌توان با این روش به‌طور کامل اندازه‌گیری کرد.

۲ مراجع الزامی

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

در مورد مراجع دارای تاریخ چاپ و یا تجدید نظر، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی این مدارک مورد نظر نیست. معه‌ذا بهتر است کاربران ذی‌نفع این استاندارد، امکان کاربرد آخرین اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای مدارک الزامی زیر را مورد بررسی قرار دهند. در مورد مراجع بدون چاپ و / یا تجدید نظر، آخرین چاپ و / یا تجدید نظر آن مدارک الزامی ارجاع داده شده مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

- ۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸، آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه، ویژگی‌ها و روش‌های آزمون
- 2-2 EN 14346, Characterization of waste — Calculation of dry matter by determination of dry residue or watercontent
- 2-3 EN 15002, Characterization of waste — Preparation of test portions from the laboratory sample

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، تعاریف و اصطلاحات زیر به کار می‌رود.

۱-۳

مقدار گوگرد

مجموع گوگرد موجود به شکل ترکیبات آلی و معدنی که می‌تواند در اثر احتراق به سولفات تبدیل، و سپس در یک محلول آبی جذب یا حل شود.

مقدار هالوژن

مجموع هالوژن‌های موجود به شکل ترکیبات آلی و معدنی که می‌توانند در اثر احتراق به هالیدها (فلورید، کلرید، برمید، یدید) تبدیل و سپس در یک محلول آبی جذب یا حل شوند. یادآوری - لازم به یادآوری است که تعاریف بالا فقط در این استاندارد معتبر بوده و با تعاریف علمی مقدار گوگرد و هالوژن منطبق نیست.

۴ اصول آزمون

نمونه در یک سیستم بسته (یک بمب حاوی اکسیژن تحت فشار) توسط احتراق اکسید می‌شود. ترکیبات حاوی هالوژن و گوگرد به فلورید، کلرید، برمید، یدید و سولفات تبدیل می‌شوند که در یک محلول جاذب، جذب و/یا حل می‌شوند. برای تعیین غلظت‌های هالیدها و سولفات در محلول جذب از چند روش می‌توان استفاده کرد. به طور کلی، این روش بسته به عنصر، بافت و روش اندازه‌گیری برای غلظت‌های بیش از 0.025 g/kg قابل اجراست. ممکن است برای نمونه‌های آبی یا نمونه‌هایی که به سختی می‌سوزند، از یک افزایش‌دهنده احتراق استفاده شود.

۵ مزاحمت‌ها

در مرحله احتراق توصیف شده در این استاندارد هیچ‌گونه مزاحمتی وجود ندارد، اما مزاحمت‌ها ممکن است در حین اندازه‌گیری سولفات و هالیدها روی دهد (به استانداردهای مربوط مراجعه کنید). هالیدها و سولفات نامحلول موجود در نمونه اصلی یا تولید شده طی مرحله احتراق را نمی‌توان با این روش به‌طور کامل اندازه‌گیری کرد.

۶ خطرات

هیدروژن پراکسید خیلی سوزش‌آور است، بنابراین کاربر باید عینک ایمنی و دستکش بپوشد و به هنگام کار با این واکنشگر باید زیر هود کار کند. از آنجایی که در این روش از گاز (اکسیژن) در دمای بالا و فشار بالا استفاده می‌شود، اقدامات احتیاطی باید توسط کاربر رعایت شود.

۷ واکنشگرها و مخلوط‌های کنترل

۱-۷ واکنشگرها

۱-۱-۷ کلیات

همه واکنشگرها باید حداقل از درجه تجزیه‌ای و مناسب برای اهداف خاص خود و مخصوصا، باید عاری از گوگرد و هالوژن‌ها باشد.

۲-۱-۷ آب نوع ۱ مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸.

۳-۱-۷ هیدروژن پراکسید (H_2O_2) (حدودا ۳۰٪).

۴-۱-۷ محلول جذب ۱، برای اندازه‌گیری فلئوئور، کلر، برم و گوگرد، ماهیت و غلظت آن ممکن است به روش پایان اندازه‌گیری و مقدار هالوژن‌ها و گوگرد پیش‌بینی شده، بستگی داشته باشد. برای مثال:
الف- آب (طبق بند ۲-۱-۷)؛ یا

ب- محلول پتاسیم‌هیدروکسید یا سدیم‌هیدروکسید 0.3 mol/l : مقدار 16.8 g قرص KOH یا 12.0 g قرص NaOH را در آب (طبق بند ۲-۱-۷) حل و تا ۱ l رقیق کنید؛ یا

پ- محلول کربنات/بی‌کربنات: مقدار 2.52 g سدیم بی‌کربنات $NaHCO_3$ یا مقدار 2.54 g سدیم کربنات Na_2CO_3 را در آب (طبق بند ۲-۱-۷) حل و تا ۱ l رقیق کنید.

۵-۱-۷ محلول جذب ۲ برای تعیین ید

محلول اسکوربیک اسید، $(C_6H_8O_3)$ ، $w = 1\%$.

۶-۱-۷ اکسیژن عاری از ماده قابل احتراق، با فشار ۳ MPa تا ۴ MPa (30 atm تا 40 atm) (به عنوان مثال درجه دارویی).

۷-۱-۷ افزایش دهنده احتراق (به عنوان مثال پارافین).

۸-۱-۷ آلومینیوم اکسید، Al_2O_3 ، طبیعی، با اندازه ذرات $200 \mu\text{m}$ ، پیش‌گرم شده تا دمای 600°C .

۹-۱-۷ کپسول‌های ژلاتین یا استو-بوتیرات.

۲-۷ مخلوط‌های کنترل

جدول ب ۱، مثال‌هایی از مواد کنترل را که منجر به بازیافت‌های کامل (۱۱۰٪ تا ۹۰٪) هالوژن و گوگرد می‌شود، ارائه می‌دهد.

برای ایجاد یک مخلوط کنترل مناسب، مواد کنترل در ترکیب را طوری انتخاب کنید تا تمام عناصری که در نمونه باید اندازه‌گیری شود، نشان داده شوند. مقدار هالوژن و گوگرد باید در همان گستره مقادیر عنصر نمونه‌ها و تقریبا در میانه گستره کاری روش‌های اندازه‌گیری باشد. در صورت لزوم، برای به‌دست آوردن غلظت مناسب عنصر، با سلولز یا آلومینیوم اکسید رقیق کنید. مخلوط مواد کنترل و سلولز یا آلومینیوم اکسید باید با استفاده از آسیاب همگن شود.

یادآوری- احتراق ترکیبی ید و گوگرد ممکن است با بهبود احیای ید به یدید و اکسایش گوگرد به سولفات تداخل داشته باشد. اگر نمونه‌های واقعی شامل فقط یکی از عناصر مخلوط کنترل باشد، ممکن است تضمین نادرستی از ظرفیت روش ارائه دهد.

مثالی از مخلوط مواد کنترل برای اندازه‌گیری فلئوئور، کلر، و گوگرد عبارت است از :
مخلوط g ۰/۵۰ از ۴- فلئوئور- بنزوئیک اسید، g ۲/۰ از ۴- کلرو- بنزوئیک اسید، g ۲/۰ سولفانیلک اسید و
g ۵۵/۵ سلولز.

مثالی از مخلوط مواد کنترل برای اندازه‌گیری برم و ید عبارت است از:
مخلوط g ۰/۲۵ از ۴- برم- بنزوئیک اسید، g ۰/۲۵ از ۴- ید- بنزوئیک اسید، و g ۵۹/۵ سلولز. مخلوط را در
یک آسیاب آزمایشگاهی همگن کنید.

اولین مخلوط برای اندازه‌گیری فلئوئور، کلر و گوگرد حاوی g/kg ۱/۱۳۰ فلئوئور، g/kg ۷/۵۴۷ کلر و g/kg ۶/۱۷۰
گوگرد است. دومین مخلوط برای اندازه‌گیری ید و برم حاوی g/kg ۱/۶۵۶ برم و g/kg ۲/۱۳۲ ید است.

۸ نگهداری و آماده‌سازی اولیه نمونه

نمونه‌های آزمایشگاهی که از نظر بیولوژیکی فعال هستند، بهتر است در دمای °C ۴ نگهداری، و تجزیه هالوژن و
گوگرد ظرف هفت روز پس از نمونه‌برداری انجام شود. اگر این امر امکان‌پذیر نباشد، بهتر است نمونه‌ها را برای به
حداقل رساندن تجزیه بیولوژیکی و کم شدن ترکیبات فرار هالوژنه و گوگرددار، در صورت امکان، با فریز کردن
محافظت کرد.

نمونه آزمون مطابق استاندارد EN 15002 آماده‌سازی می‌شود. اندازه ذرات مواد جامد بهتر است کمتر از
۲۰۰ μm باشد.

در مدت آماده‌سازی نمونه آزمون از پلیمرهای هالوژنه مانند دستکش‌های پی وی سی، استفاده نشود.
اگر بر اساس صحت روش، نمونه فقط حاوی مقادیر ناچیز ترکیبات فرار هالوژن و گوگرد در دمای مورد نظر برای
فرایند خشک کردن باشد، ممکن است به منظور همگن کردن نمونه آزمایشگاهی آن را خشک کرد.
ماده خشک مطابق استاندارد EN 14346 در یک نمونه فرعی جداگانه تعیین می‌شود (نتیجه برای محاسبه
استفاده می‌شود).

یادآوری- نمونه‌های ناهمگن مرطوب یا خمیری شکل ممکن است با آلومینیوم اکسید (طبق بند ۷-۱-۸) مخلوط شوند تا زمانی
که مواد دانه‌ای حاصل و سپس به یک پودر گرانولی، ترجیحاً با اندازه ذرات کمتر از ۲۰۰ μm تبدیل شوند. در این حالت باید در
محاسبه مقدار هالوژن و گوگرد، نسبت آلومینیوم اکسید به نمونه در نظر گرفته شود و در صورت لزوم افزایش دهنده‌ی احتراق
اضافه شود.

۹ وسایل

۹-۱ بمب کالریمتری، با ظرفیت بیشتر از ۲۰۰ ml و مجهز به سیستم خالص‌سازی

بمب در مدت آزمون نباید نشت کند و بازیافت کمی مایع باید مقدور باشد. سطح داخلی آن ممکن است از فولاد
زنگ نزن یا هر ماده دیگری که تحت تاثیر گازهای حاصل از احتراق قرار نگیرد، ساخته شده باشد.
مواد مورد استفاده برای سوار کردن بمب مانند واشر درزبندی و عایق‌بندی سیم باید در برابر گرما و واکنش
شیمیایی مقاوم باشد و متحمل هیچ‌گونه واکنشی که بر نتایج تاثیر می‌گذارد نشود.

هرگز نباید از بمب‌های دارای سطوح حفره‌دار به دلیل تمایل آنها به نگهداری هالیدها و سولفات، استفاده شود. پس از استفاده مکرر از بمب، ممکن است یک فیلم در سطح داخلی آن ایجاد شود. این کم‌فعالیتی^۱ بهتر است توسط پرداخت دوره‌ای بمب مطابق با دستورالعمل کارخانه سازنده برطرف شود. یادآوری - سطح داخلی برخی بمب‌های کالریمتری ممکن است دارای یک پوشش سرامیکی یا سطل پلاتینی باشد که مقاومت بهتری در برابر خوردگی دارند.

۹-۲ کاپ نمونه، از جنس پلاتین یا فولاد زنگ‌نزن یا کوارتز.

۹-۳ سیم اشتعال^۲، از جنس پلاتین یا فولاد زنگ‌نزن

۹-۴ مدار احتراق^۳، قادر به تامین جریان کافی برای سوزاندن نمونه بدون ذوب شدن سیم.

۹-۵ ظرف جذب (به عنوان مثال یک ظرف آزمون ۲۰۰ ml مجهز به شیشه متخلخل متصل به لوله برای حباب زدن گازهای حاصل از احتراق).

۹-۶ وسایل معمول آزمایشگاهی، مانند وسایل همگن‌سازی (به عنوان مثال مخلوط‌کن، همزن، خردکن، آسیاب)، ترازوی تجزیه‌ای (با دقت حداقل ۰٫۱ mg)، و غیره.

۹-۷ احتیاط‌های ایمنی

بمب باید فاقد هرگونه باقی‌مانده مواد آلی (بخارات حلال‌های آلی، گریس، و غیره) باشد.

به دستورالعمل کارخانه سازنده، مخصوصاً در مورد فشار اکسیژن داخل بمب و حداکثر مقدار مجاز ارزش گرمایی آزمون باید توجه شود.

یادآوری - از احتراق ۱ g هیدروکربن‌هایی مانند روغن‌های روان‌کننده حدود ۴۰ kJ (انرژی گرمایی بنزوئیک اسید و ایزواکتان در حدود ۲۶ MJ / kg و ۴۸ MJ / kg است) گرما تولید می‌شود.

۱۰ روش اجرای آزمون

۱-۱۰ کلیات

قبل از هر سری اندازه‌گیری‌ها، یک بررسی بلانک و کیفیت باید بر روی مخلوط کنترل (طبق بند ۷-۲) مطابق بند ۱۲ انجام شود.

هرگاه مقدور باشد، بهتر است از آزمون متناوب نمونه‌های دارای هالوژن یا گوگرد زیاد و کم اجتناب شود، چون که شستشوی آخرین آثار باقی‌مانده یون‌ها از سطوح داخلی دستگاه مشکل است و تمایل عناصر باقی‌مانده برای انتقال از یک نمونه به نمونه مشاهده شده است. هنگامی که یک نمونه‌ی دارای هالوژن یا گوگرد زیاد قبل از نمونه‌ای با غلظت کم آزمون می‌شود، بهتر است آزمون نمونه دوم (با غلظت کم) تکرار شود، در صورتی که حدود تکرارپذیری روش در این محدوده قرار نگیرد، یک یا هر دو مقدار کم به دست آمده مشکوک در نظر گرفته

1 - Dullness

2 - Firing wire

3 - Ignition circuit

می‌شود. وارد کردن بلانک بین دو نمونه روش خوبی است، مگر اینکه مجموعه نمونه‌های در حال تحلیل دارای غلظت‌های مورد انتظار مشابهی باشند.

هنگامی که ترکیب یا همگنی نمونه نامعلوم باشد، بهتر است دو یا سه مرتبه تحلیل شوند و میانگین نتایج همه اندازه‌گیری‌ها گزارش شود.

یادآوری - در حالتی که انتقال قابل توجهی روی دهد، توصیه می‌شود گازهای خروجی از نمونه و نمونه بلانک در یک مایع جذب جمع‌آوری شود.

۱۰-۲ انتخاب محلول جذب

گازهای حاصل از احتراق را می‌توان داخل و/یا بیرون بمب، در یک محلول جذب جمع‌آوری کرد. معمولاً هنگامی که غلظت‌های کم هالوژن‌ها و گوگرد پیش‌بینی می‌شود (معمولاً کمتر از ۱۰ g/kg)، از آب استفاده می‌شود. بهتر است در غلظت‌های زیاد هالوژن‌ها و گوگرد، برای اطمینان از خنثی شدن ترکیب اسیدی تولید شده، از محلول قلیایی استفاده شود.

هنگامی که از کروماتوگرافی یونی برای اندازه‌گیری هالیدها و سولفات استفاده می‌شود، جذب ممکن است فاز متحرک، به‌عنوان مثال محلول کربنات/بی‌کربنات توصیف شده در بند ۷-۱-۴ باشد.

به منظور بهبود اکسایش گوگرد، افزودن ۰٫۵ ml محلول پراکسید هیدروژن (طبق بند ۷-۱-۳) به محلول جذب قبل از احتراق توصیه می‌شود. با این حال، پراکسید هیدروژن ممکن است ید را به مقدار خیلی کمی اکسید کند. هنگامی که گوگرد و ید در یک نمونه، اندازه‌گیری می‌شود، توصیه می‌شود دو عملیات مختلف احتراق انجام شود. برای بهبود احیا به یدید، در برم و ید از ۱۰ ml اسکوربیک اسید ۱٪ (طبق بند ۷-۱-۵) به عنوان محلول جذب استفاده کنید. توصیه می‌شود، اگر محلول جذب طی مرحله احتراق داخل بمب باشد، قبل از بازکردن بمب اطمینان حاصل کنید که ید به یدید احیا شده است.

یادآوری ۱ - اگر اسکوربیک اسید و مقدار زیاد نیترات، با کروماتوگرافی یونی تشخیص داده شود، ممکن است با هالوژن‌های شویش شده در ابتدا (فلورید، کلرید و برمید) تداخل داشته باشد.

یادآوری ۲ - مهم است که در مرحله اکسایش تعریف شده پس از احتراق، ید موجود باشد، چون اسکوربیک اسید برای احیای همه ترکیبات ید به یدید مورد استفاده قرار می‌گیرد.

۱۰-۳ آماده‌سازی بمب

بمب مطابق با دستورالعمل کارخانه سازنده آماده‌سازی می‌شود و انتهای آزاد سیم اشتعال (طبق بند ۹-۳) به پایانه‌های برق مدار احتراق (طبق بند ۹-۴) متصل می‌شود. در صورت استفاده از محلول جذب در داخل بمب، ۱۰ ml محلول جذب (بند ۷-۱-۴ همراه با محلول بند ۷-۱-۳ یا ۷-۱-۵ یا بدون آن) برای خیساندن دیواره‌های بمب (طبق بند ۹-۱) بیفزایید.

یادآوری - بهتر است کاپ در تماس با محلول جذب نباشد. بر اساس طراحی بمب، ممکن است افزودن محلول جذب به مقدار کمتر از ۱۰ ml یا گیر انداختن گازهای حاصل از احتراق در ظرف جذب خارجی نیاز باشد (به بند ۹-۵ مراجعه کنید).

۴-۱۰ احتراق

بسته به ارزش گرمایی نمونه، مقدار عنصر موجود و بر اساس روش اندازه‌گیری، مقدار 0.05 g تا 1 g نمونه، (با دقت 0.1 mg) در کاپ نمونه (طبق بند ۹-۲) توزین می‌شود. در نمونه‌هایی که به سختی می‌سوزند (به عنوان مثال نمونه‌های معدنی یا نمونه‌هایی با مقدار آب بیشتر)، ممکن است به افزودن افزایش دهنده احتراق (بند ۷-۱-۷) نیاز باشد. نمونه‌های مایع ممکن است درون کپسول (بند ۷-۱-۹) توزین شوند. برای جلوگیری از بهم‌زدن نمونه در هنگام پر کردن بمب با اکسیژن، می‌توان نمونه‌های پودری را، بر حسب ارزش گرمایی نمونه، با مواد خنثی (به عنوان مثال آلومینیوم اکسید (طبق بند ۷-۱-۸)) پوشش داد یا با افزایش دهنده احتراق (طبق بند ۷-۱-۷) خیساند.

برای جلوگیری از فشار بالای خطرناک و ترکیدن احتمالی بمب، بهتر است بسته به نوع بمب، جرم کل نمونه به علاوه افزایش دهنده احتراق، بیش از 1 g تا 1.5 g نباشد.

یادآوری ۱- انرژی ترکیبی حاصل از نمونه و افزایش دهنده احتراق، برای بازیابی هالوژن‌ها و گوگرد حاصل از ترکیبات نمونه، مهم نیست. از این رو ممکن است بهینه کردن نسبت مقدار افزایش دهنده احتراق به نمونه ضروری باشد.

کاپ نمونه را در محل و چیدمان سیم اشتعال (طبق بند ۹-۳) طوری قرار دهید که بدون دست زدن به کاپ نمونه (طبق بند ۹-۲)، درست در تماس با نمونه باشد.

یادآوری ۲- برخی کاربرها، تنها از نخ نایلون یا گلوله پنبه استفاده می‌کنند و آن را اطراف سیم طوری حلقه می‌کنند که انتهای آن به طور مستقیم در نمونه مایع غوطه‌ور شود یا در تماس با نمونه جامد باشد.

بمب و پوشش را به طور محکم نصب کنید. اکسیژن (طبق بند ۷-۱-۶) را با دقت (برای جلوگیری از پخش کردن نمونه از کاپ) در فشاری کمتر از فشار ایمن مشخص شده توسط سازنده تنظیم کنید.

در حالتی که نیترات‌های تولید شده در مدت اکسایش نیتروژن هوای موجود در بمب، در اندازه‌گیری تداخل کند، بهتر است هوای داخل بمب توسط خلأ یا با وارد کردن اکسیژن، تمیز شود.

پایانه‌ها را به مدار الکتریکی باز وصل کنید. مدار احتراق را برای سوختن نمونه ببندید. اجازه دهید بمب در یک حمام آبی تا دمای محیط سرد شود.

۵-۱۰ جمع‌آوری هالیدها و گوگرد

هنگامی که انتظار می‌رود مقدار هالوژن‌ها و گوگرد نسبتاً زیاد باشد (به عنوان مثال بیش از 20 g/kg)، و/یا زمانی که محلول جذب در داخل بمب وجود ندارد، خروجی بمب را به یک ظرف جذب (بند ۹-۵) پر شده با 20 ml

محلول جذب (بند ۷-۱-۴) و/یا $3-1-7$ یا $5-1-7$) مشابه با محلول جذب استفاده شده در بند $3-1-10$ وصل کنید و فشار را با سرعت یکنواخت و آرام، طوری که تنها حباب‌های کوچک در لوله جذب مشاهده شود، اعمال کنید.

یادآوری ۱- اگر مقادیر زیادی از هالوژن و گوگرد قابل انتظار باشد، اندازه‌گیری یک مقدار بلانک بین نمونه‌ها قویاً توصیه می‌شود.

یادآوری ۲- حجم محلول جذب بستگی به نوع و حجم ظرف جذب دارد.

در موارد دیگر، جمع‌آوری گازهای حاصل از احتراق در ظرف جذب ضرورتی ندارد و آزاد کردن سریع فشار ممکن است.

بمب را باز کنید و مقدار زیر را بررسی کنید:

الف- اگر آثار رسوب‌های دوده یافت شوند، اندازه‌گیری را کنار بگذارید و آزمون را دوباره با افزایش دهنده احتراق و/یا با یک مقدار کمتر آزمون تکرار کنید؛

ب- اگر بخارات صورتی دیده شود، اندازه‌گیری را کنار بگذارید و دوباره با استفاده از اقدامات احتیاطی برای به‌دام انداختن تمام ید تکرار کنید (به عنوان مثال آزمون کوچکتر، علاوه بر اسکوربیک اسید).

داخل بمب، پایانه‌ها، سطح داخلی پوشش بمب و کاپ نمونه به طور کامل با محلول ظرف جذب یا ۲۰ ml محلول جذب بشوید (به بند ۱۰-۲ مراجعه کنید).

یادآوری ۳- برخی بمب‌های کالیمتری به یک منبع آب یون‌زدایی شده متصل هستند، که قادر است به صورت خودکار فضای داخلی بمب را قبل از باز کردن شستشو دهد. در این حالت، آب شستشو با فشار ضعیفی وارد بمب شده و با محلول جذب ترکیب می‌شود. محلول را به داخل ظرف حجم‌سنجی انتقال دهید. با آب (بند ۷-۱-۲) یا با محلول جذب (بند ۷-۱-۵) تا خط نشانه رقیق کنید. انتخاب حجم نهایی بستگی به غلظت هالیدها و سولفات، و نیز روش نهایی مورد استفاده برای تحلیل دارد.

۱۰-۶ روش تمیز کردن

در صورت لزوم، هر گونه سیم گداخته باقی‌مانده از پایانه‌ها و کاپ را حذف کنید. با استفاده از آب داغ، داخل بمب، کاپ نمونه، پایانه‌ها، و سطح داخلی پوشش بمب را شستشو دهید. بمب، پوشش و کاپ را با آب یون‌زدایی شده (طبق بند ۷-۱-۲) کاملاً شستشو دهید.

۱۱ روش‌های توصیه‌شده برای اندازه‌گیری

استانداردهای ملی موجود برای تحلیل آب و فاضلاب برای تحلیل محلول‌های جذب به‌دست آمده قابل اجرا هستند. از آنجا که تحلیل چنین محلول‌هایی در دامنه این استاندارد نیست، بررسی قابلیت اجرای آن‌ها ضروری است.

روش‌های دیگر (به عنوان مثال نورسنجی، نفلومتری یا کدرسنجی گوگرد و کلر، طیف‌سنجی نشر اتمی برای کلر و ید، الکتروفورز موئین برای همه عناصر) ممکن است مورد استفاده قرار گیرد، اما باید در مقایسه با روش‌های استاندارد توصیه شده اعتبارسنجی شوند.

جدول ۱- روش‌های قابل اجرا (معمولاً استاندارد شده در سطوح بین‌المللی) برای تحلیل هالوژن‌ها و گوگرد

S	I	Br	Cl	F	
X	X	X	X	X	کروماتوگرافی یونی
X	X	(X)ICP-MS			طیف‌سنجی نشر اتمی / ICP-MS
				X	پتانسیومتری (الکتروانتخابی یون)
	X	X	X		پتانسیومتری (تیراسیون AgNO_3)
X					وزن‌سنجی با BaCl_2

۱۲ اندازه‌گیری‌های کنترل

یک آزمون بلانک باید تحت شرایط یکسان با نمونه‌ها (محلول جذب، افزایش دهنده احتراق، کپسول، واکنش‌دهنده‌ها، خلوص اکسیژن، و غیره) انجام شود.

اگر مقدار این آزمون بلانک در مقایسه با حد تشخیص، خیلی بالا باشد، محموله مورد تحلیل را کنار بگذارید و هریک از واکنشگرها را بررسی کنید.

برای بررسی قابلیت اطمینان کل روش، بهتر است برای هر سری از اندازه‌گیری‌ها، با استفاده از مخلوط کنترل (طبق بند ۷-۲) یک آزمون کنترل انجام شود. تحلیل سه باره از یک نقطه در وسط گستره کاری کافی است. برای هر عنصر، میانگین بازیابی باید بین ۹۰٪ و ۱۱۰٪ با ضریب تغییرپذیری کمتر از ۱۰٪ باشد. استفاده از مواد مرجع استاندارد، در صورت دسترسی، توصیه می‌شود. همچنین توصیه می‌شود برای مخلوط‌های کنترل از نمودارهای کنترل کیفیت استفاده شود.

۱۳ ارزیابی

مقدار هالوژن یا گوگرد را بر حسب گرم بر کیلوگرم پسماند با استفاده از معادله (۱) محاسبه کنید:

$$X_i = (C_i \times V) / 1000m \quad (1)$$

که در آن:

X_i غلظت عنصر ("i"=S, Cl, Br, I, F) در نمونه آزمون بر حسب گرم بر کیلوگرم؛

C_i غلظت عنصر "i" در محلول جذب، بر حسب میلی‌گرم بر لیتر؛

V حجم نهایی محلول جذب، بر حسب میلی‌لیتر؛

m جرم آزمون، بر حسب گرم.

یادآوری - اگر نمونه شامل مواد خنثی مانند آلومینیوم اکسید باشد، که در مدت آماده‌سازی نمونه افزوده شده است، نسبت این افزایش بهتر است در محاسبه گنجاندن شود.

نتیجه مقدار عنصر حاصل از معادله (۱) بر پایه ماده خشک مطابق معادله (۲) محاسبه می‌شود:

$$X_{id} = X_i \times 100 / w_{dm} \quad (2)$$

که در آن:

X_{id} مقدار عنصر ("i"=S, Cl, Br, I, F) محاسبه شده در ماده خشک بر حسب گرم بر کیلوگرم؛

w_{dm} ماده خشک نمونه اصلی، طبق بند ۸، به صورت جزء جرمی بر حسب درصد.

این نتایج ممکن است بر حسب میلی‌گرم بر کیلوگرم یا درصد جرمی - جرمی نیز محاسبه و گزارش شود. مقادیر هالوژن و گوگرد نیز معمولاً در نمونه خشک نشده اندازه‌گیری، اما همیشه در ماده خشک گزارش می‌شود.

۱۴ مشخصه‌های عملکرد

مشخصه‌های عملکرد روش در جداول ۲ تا ۶ ارائه شده‌اند، طبق یک مطالعه مقایسه‌ای روی شش نمونه پسماند و مخلوط کنترل در سال ۲۰۰۵ میلادی.

جدول ۲- مشخصه‌های عملکرد برای اندازه‌گیری فلئور

نمونه	O %	p	N	x %m/m	s _R	S _R	s _F	S _F
مخلوط کنترل	۰	۲۱	۶۳	۰٫۳۸۱	۰٫۰۸۲	۲۱٫۴۳	۰٫۰۴۶	۱۱٫۹۵
پسماند جامد	۴	۲۴	۷۰	۰٫۵۹۷	۰٫۲۳۶	۳۹٫۴۸	۰٫۰۸۱	۱۳٫۵۱
پسماند مایع مخلوط	۰	۲۴	۷۱	۱٫۲۳۰	۰٫۲۴۴	۱۹٫۸۵	۰٫۱۰۰	۸٫۱۳
حلال پسماند	۰	۲۴	۶۸	۰٫۵۹۵	۰٫۱۶۵	۲۷٫۸۰	۰٫۰۸۵	۱۴٫۲۶
<p><i>p</i> تعداد آزمایشگاه‌ها</p> <p><i>N</i> تعداد مقادیر مشاهده شده</p> <p><i>O</i> درصد داده‌های پرت</p> <p><i>x</i> مقدار میانگین</p> <p><i>s_R</i> برآوردی از انحراف استاندارد تکرارپذیری</p> <p><i>s_F</i> برآوردی از انحراف استاندارد تجدیدپذیری</p> <p><i>S_R</i> برآوردی از انحراف استاندارد تکرارپذیری نسبی بیان شده بر حسب درصد</p> <p><i>S_F</i> برآوردی از انحراف استاندارد تجدیدپذیری نسبی بیان شده بر حسب درصد</p>								

جدول ۳- مشخصه‌های عملکرد برای اندازه‌گیری کلر

نمونه	O %	p	N	x %m/m	s _R	S _R	s _F	S _F
مخلوط کنترل	۴	۲۷	۷۹	۰٫۵۸۹	۰٫۱۳۳	۲۲٫۶۳	۰٫۰۴۰	۶٫۸۱
پسماند چوب	۰	۲۸	۸۱	۱٫۶۵۶	۰٫۲۱۷	۱۳٫۱۰	۰٫۰۸۸	۵٫۳۴
سوخت بازیافتی جامد	۰	۲۸	۸۳	۲٫۱۲۸	۰٫۲۸۰	۱۳٫۱۴	۰٫۱۴۵	۶٫۸۳
پسماند جامد	۴	۲۸	۸۳	۰٫۹۸۴	۰٫۲۲۵	۲۲٫۹۲	۰٫۰۹۵	۹٫۶۸
پسماند مایع مخلوط	۰	۲۸	۸۳	۱٫۰۰۲	۰٫۳۰۶	۳۰٫۵۵	۰٫۱۲۳	۱۲٫۳۰
حلال پسماند	۱۵	۲۸	۸۱	۱۱٫۳۲۸	۱٫۴۶۹	۱۲٫۹۷	۰٫۴۷۸	۴٫۲۲
سوخت بازیافتی مایع	۰	۲۸	۸۳	۰٫۷۹۹	۰٫۱۴۰	۱۷٫۵۴	۰٫۰۷۷	۹٫۶۸
<p>p تعداد آزمایشگاه‌ها</p> <p>N تعداد مقادیر مشاهده شده</p> <p>O درصد داده‌های پرت</p> <p>x مقدار میانگین</p> <p>s_R برآوردی از انحراف استاندارد تکرارپذیری</p> <p>s_F برآوردی از انحراف استاندارد تجدیدپذیری</p> <p>S_R برآوردی از انحراف استاندارد تکرارپذیری نسبی بیان شده بر حسب درصد</p> <p>S_F برآوردی از انحراف استاندارد تجدیدپذیری نسبی بیان شده بر حسب درصد</p>								

جدول ۴- مشخصه‌های عملکرد برای اندازه‌گیری برم

نمونه	O %	p	N	x %m/m	s _R	S _R	s _F	S _F
مخلوط کنترل	۱۴	۲۲	۶۴	۰٫۴۹۹	۰٫۱۰۸	۲۱٫۶۱	۰٫۰۳۶	۷٫۲۸
پسماند جامد	۴	۲۳	۷۱	۰٫۶۰۱	۰٫۱۴۶	۲۴٫۳۱	۰٫۰۴۱	۶٫۸۸
پسماند مایع مخلوط	۸	۲۳	۷۱	۰٫۶۶۴	۰٫۱۶۵	۲۴٫۸۱	۰٫۰۵۳	۸٫۰۱
حلال پسماند	۰	۲۳	۷۰	۰٫۹۲۸	۰٫۳۴۴	۳۷٫۰۰	۰٫۱۱۸	۱۲٫۷۰
<p>p تعداد آزمایشگاه‌ها</p> <p>N تعداد مقادیر مشاهده شده</p> <p>O درصد داده‌های پرت</p> <p>x مقدار میانگین</p> <p>s_R برآوردی از انحراف استاندارد تکرارپذیری</p> <p>s_F برآوردی از انحراف استاندارد تجدیدپذیری</p> <p>S_R برآوردی از انحراف استاندارد تکرارپذیری نسبی بیان شده بر حسب درصد</p> <p>S_F برآوردی از انحراف استاندارد تجدیدپذیری نسبی بیان شده بر حسب درصد</p>								

جدول ۵- مشخصه‌های عملکرد برای اندازه‌گیری ید

نمونه	O %	p	N	x %/m/m	s _R	S _R	s _r	S _r
مخلوط کنترل	۱۳	۱۶	۴۶	۰٫۲۹۱	۰٫۱۰۳	۳۵٫۵۴	۰٫۰۳۹	۱۳٫۴۳
پسماند جامد	۰	۱۷	۵۳	۰٫۵۵۴	۰٫۱۷۷	۳۱٫۹۴	۰٫۰۴۵	۸٫۲۰
پسماند مایع مخلوط	۵	۱۸	۵۶	۲٫۶۶۷	۰٫۷۰۹	۲۶٫۵۹	۰٫۱۷۹	۶٫۷۰
حلال پسماند	۰	۱۶	۵۲	۰٫۵۷۴	۰٫۱۷۲	۲۹٫۹۴	۰٫۰۵۹	۱۰٫۳۲
<p>P تعداد آزمایشگاه‌ها</p> <p>N تعداد مقادیر مشاهده شده</p> <p>O درصد داده‌های پرت</p> <p>x مقدار میانگین</p> <p>s_R برآوردی از انحراف استاندارد تکرارپذیری</p> <p>s_r برآوردی از انحراف استاندارد تجدیدپذیری</p> <p>S_R برآوردی از انحراف استاندارد تکرارپذیری نسبی بیان شده بر حسب درصد</p> <p>S_r برآوردی از انحراف استاندارد تجدیدپذیری نسبی بیان شده بر حسب درصد</p>								

جدول ۶- مشخصه‌های عملکرد برای اندازه‌گیری گوگرد

نمونه	O %	p	N	x %/m/m	s _R	S _R	s _r	S _r
مخلوط کنترل	۵	۲۰	۶۰	۰٫۴۵۳	۰٫۱۱۵	۲۵٫۳۲	۰٫۰۳۷	۸٫۲۴
پسماند چوب	۵	۲۰	۶۰	۰٫۸۹۷	۰٫۱۴۷	۱۶٫۴۲	۰٫۰۶۵	۷٫۲۹
سوخت بازیافتی جامد	۵	۲۱	۶۲	۱٫۲۹۳	۰٫۲۸۴	۲۱٫۹۶	۰٫۰۶۸	۵٫۲۴
پسماند جامد	۰	۲۱	۶۲	۳٫۲۳۶	۱٫۰۳۷	۳۲٫۰۳	۰٫۲۷۰	۸٫۳۴
پسماند مایع مخلوط	۵	۲۱	۶۲	۰٫۶۷۵	۰٫۱۷۲	۲۵٫۴۵	۰٫۰۵۱	۷٫۶۰
حلال پسماند	۵	۲۱	۶۰	۰٫۷۹۷	۰٫۲۱۴	۲۶٫۸۷	۰٫۰۹۳	۰٫۰۵۷
سوخت بازیابی مایع	۰	۲۱	۶۲	۰٫۶۴۹	۰٫۰۹۷	۱۴٫۹۳	۰٫۰۵۷	۸٫۷۲
<p>P تعداد آزمایشگاه‌ها</p> <p>N تعداد مقادیر مشاهده شده</p> <p>O درصد داده‌های پرت</p> <p>x مقدار میانگین</p> <p>s_R برآوردی از انحراف استاندارد تکرارپذیری</p> <p>s_r برآوردی از انحراف استاندارد تجدیدپذیری</p> <p>S_R برآوردی از انحراف استاندارد تکرارپذیری نسبی بیان شده بر حسب درصد</p> <p>S_r برآوردی از انحراف استاندارد تجدیدپذیری نسبی بیان شده بر حسب درصد</p>								

۱۵ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل حاوی اطلاعات زیر باشد:

۱-۱۵ ارجاع به این استاندارد ملی ایران؛

۲-۱۵ ارجاع به استاندارد مورد استفاده برای تعیین هر عنصر؛

۳-۱۵ همه اطلاعات لازم برای شناسایی کامل پسماند؛

۴-۱۵ نتایج تحلیل، با اشاره به بند ۱۳؛

۵-۱۵ جزئیات مراحل که از این استاندارد انحراف داشته، به همراه تمام شرایطی که ممکن است نتیجه را تحت تاثیر قرار دهد.

پیوست الف

(اطلاعاتی)

احتراق در ظرف اکسیژن توسط شونیگر^۱

الف-۱ هدف و دامنه کاربرد

این پیوست اطلاعاتی، روش احتراقی برای اندازه‌گیری مقدار هالوژن و گوگرد در مواد، با احتراق مواد در یک سیستم بسته حاوی اکسیژن [ظرف احتراق اکسیژن (ظرف شونیگر)]، و آزمون بعدی محصول احتراق با استفاده از تکنیک‌های مختلف تحلیل را مشخص می‌کند.

روش برای نمونه‌های جامد، خمیری و مایع حاوی بیش از ۰٫۲۵ g/kg هالوژن و/یا ۰٫۲۵ g/kg گوگرد کاربرد دارد. حد تشخیص بستگی به عنصر، بافت و روش اندازه‌گیری مورد استفاده دارد.

هالیدها و سولفات نامحلول موجود در نمونه اصلی یا تولید شده طی مرحله احتراق را نمی‌توان با این روش، به طور کامل اندازه‌گیری کرد.

الف-۲ اصطلاحات و تعاریف

به بند ۳ مراجعه کنید.

الف-۳ اصول آزمون

نمونه در یک سیستم بسته توسط احتراق اکسید می‌شود (ظرف شیشه‌ای با دیواره‌های سنگین - دستگاه شونیگر - پر شده از اکسیژن). ترکیبات حاوی هالوژن و گوگرد به فلورید، کلرید، برمید، یدید و سولفات تبدیل می‌شود، که در محلول جاذب، جذب و/یا حل می‌شوند.

ممکن است برای تعیین غلظت هالیدها و سولفات در محلول جذب از چند روش استفاده شود.

روش توصیف شده در این پیوست به عنوان روش استاندارد شده، سریع‌تر و آسان‌تر اجرا می‌شود. در این روش از مقدار کمتری از نمونه استفاده می‌شود و در نتیجه دقت بیشتری به همگن‌سازی می‌شود. به طور کلی، این روش برای غلظت بیش از ۰٫۲۵ g/kg، بسته به عنصر، بافت و روش اندازه‌گیری، قابل اجرا می‌باشد.

الف-۴ مزاحمت‌ها و خطرها

برای مزاحمت‌ها و خطرات به بندهای ۵ و ۶ مراجعه کنید.

الف-۵ واکنشگرها و مخلوط‌های کنترل

الف-۵-۱ کاغذ صافی برای پوشاندن به ابعاد ۳ cm × ۳ cm و با مقدار اضافی ۱ cm × ۳,۵ cm (به شکل الف-۱ مراجعه کنید).

الف-۵-۲ همه واکنشگرها و مخلوط‌های کنترل دیگر که در بند ۷ بیان شده‌اند.

الف-۶ وسایل

الف-۶-۱ ظرف احتراق، با دیواره‌های سنگین مقاوم در برابر مواد شیمیایی، ارلن مایر به گنجایش ۵۰۰ ml تا ۱۰۰۰ ml دارای گردن قدری بزرگ، مجهز به درپوش مخروطی شیشه‌ای استاندارد.

الف-۶-۲ سیم پلاتینی حامل نمونه، سیم پلاتین با گيج سنگین و تور پلاتینی جوش خورده و درزبندی شده به درپوش مخروطی شیشه‌ای استاندارد دیگر (به شکل الف-۱ مراجعه کنید).

الف-۶-۳ وسایل معمول آزمایشگاهی: وسایل همگن‌ساز (مانند مخلوط‌کن، همزن، خردکن، آسیاب)، ترازوی تجزیه‌ای (با دقت ۰,۱ mg) و غیره.

الف-۷ احتیاط‌های ایمنی

ظرف باید فاقد هرگونه باقی‌مانده یا بخارات حلال‌های آلی مورد استفاده برای شستشو و خشک کردن باشد. در صورت وجود این مواد، ممکن است در هنگام سوختن کاغذ صافی، انفجار شدیدی روی دهد.

پس از قرار دادن کاغذ سوخته درون ظرف، درپوش باید به طور ایمن نگهداشته شود. طی مرحله اولیه سوختن به طور معمول فشار کمی در داخل ظرف به وجود می‌آید، در حالی که پس از جذب کامل محصولات احتراق، خلاء جزئی تشکیل می‌شود.

احتراق باید زیر یک هود انجام شده و کاربر باید از عینک ایمنی و دستکش استفاده کند.

الف-۸ روش اجرای آزمون

الف-۸-۱ کلیات

قبل از هر سری از اندازه‌گیری‌ها، مطابق بند ۱۲ باید آزمون بلانک و کنترل کیفی روی مخلوط کنترل (طبق بند ۷-۲)، انجام شود.

هرگاه مقدور باشد، بهتر است از آزمون متناوب نمونه‌های دارای هالوژن یا گوگرد زیاد و کم اجتناب شود، چون که شستشوی آخرین آثار باقیمانده یون‌ها از سطوح داخلی دستگاه مشکل است و تمایل عناصر باقی‌مانده برای انتقال از یک نمونه به نمونه مشاهده شده است. هنگامی که یک نمونه‌ی دارای هالوژن یا گوگرد زیاد قبل از نمونه‌ای با غلظت کم آزمون می‌شود، بهتر است آزمون نمونه دوم (با غلظت کم) تکرار شود، در صورتی که حدود تکرارپذیری روش در این محدوده قرار نگیرد، یک یا هر دو مقدار کم به دست آمده مشکوک در نظر گرفته

می‌شود. وارد کردن بلانک بین دو نمونه روش خوبی است، مگر اینکه مجموعه نمونه‌های در حال تحلیل دارای غلظت‌های مورد انتظار مشابهی باشند.

هنگامی که ترکیب یا همگنی نمونه نامعلوم باشد، بهتر است آزمون دو یا سه بار تکرار شود و میانگین همه اندازه‌گیری‌ها گزارش شود.

الف-۸-۲ انتخاب محلول جذب

به طور کلی هنگامی که انتظار می‌رود غلظت هالوژن و گوگرد کم باشد (معمولا کمتر از ۱ g/kg) از آب استفاده می‌شود. برای مقادیر بالای هالوژن و گوگرد بهتر است از محلول قلیایی استفاده شود تا از خنثی سازی ترکیبات اسیدی تولید شده اطمینان حاصل شود.

هنگامی که برای تعیین هالیدها و سولفات از کروماتوگرافی یونی استفاده می‌شود، محلول جذب ممکن است فاز متحرک، مانند محلول کربنات/بی کربنات توصیف شده در بند ۷-۱-۴ باشد.

به منظور بهبود اکسایش گوگرد، افزودن ۰/۵ ml محلول پراکسید هیدروژن (بند ۷-۱-۳) به محلول جذب قبل از احتراق توصیه می‌شود. با این حال، پراکسید هیدروژن ممکن است ید را به مقدار خیلی کمی اکسید کند و منجر به کم شدن مقدار ید شود. هنگامی که گوگرد و ید در یک نمونه، اندازه‌گیری می‌شود، توصیه می‌شود دو عملیات مختلف احتراق انجام شود. برای بهبود احیا به یدید، در برم و ید از ۱۰ ml اسکوربیک اسید ۱٪ (بند ۷-۱-۵) به عنوان محلول جذب استفاده کنید. توصیه می‌شود، اگر محلول جذب طی مرحله احتراق داخل بمب باشد، قبل از بازکردن بمب اطمینان حاصل کنید که ید به یدید احیا شده است.

یادآوری ۱- اگر اسکوربیک اسید و مقدار زیاد نیترات، با کروماتوگرافی یونی تشخیص داده شود، ممکن است با هالوژن‌های شوبش شده در ابتدا (فلورید، کلرید و برمید) تداخل داشته باشد.

یادآوری ۲- مهم است که در مرحله اکسایش تعریف شده پس از احتراق، ید موجود باشد، چون اسکوربیک اسید برای احیای همه ترکیبات ید به یدید مورد استفاده قرار می‌گیرد.

الف-۸-۳ آماده‌سازی نمونه

الف-۸-۳-۱ کلیات

مابین ۱۰ mg و ۵۰ mg نمونه همگن (یا هموزنیزه) با دقت ۰/۱ mg توزین می‌شود. نمونه توزین شده نباید حاوی بیشتر از ۱۰ mg تا ۲۰ mg هالوژن و گوگرد باشد.

الف-۸-۳-۲ نمونه‌های جامد و خمیری شکل

کاغذ صافی (الف-۵-۱) مورد استفاده برای بسته‌بندی نمونه را به شکل یک قایق، همانطور که در شکل الف-۱ نشان داده شده است، تا کنید. چند دقیقه قبل از توزین اجازه دهید تا کاغذ صافی با رطوبت اتاق به تعادل برسد و وزن را با دقت ۰/۱ mg ثبت کنید.

با استفاده از یک قاشقک کوچک، مقداری نمونه در کاغذ قیر اندود بگذارید و با دقت ۰/۱ mg دوباره توزین کنید. سپس با استفاده از قاشقک، کاغذ صافی را مانند شکل الف-۱ تا کنید. صافی بسته‌بندی شده را با قیچی (یا پنس) تمیز فشار دهید. نمونه در حامل نمونه پلاتینی (بند الف-۶-۲) بگذارید.

الف-۸-۳-۳ نمونه‌های مایع

قطرات کوچکی روی کاغذ قرار دهید، مقدار برآورد شده نمونه را داخل یک کیسول قیراندود (بند ۷-۱-۹) که حاوی تکه کوچکی از کاغذ صافی تاخوردده است، بگذارید. بلافاصله کیسول را دوباره با دقت 0.1 mg توزین کنید. کیسول را مانند نمونه‌های جامد در کاغذ صافی (بند الف-۵-۱)، بیچید و داخل حامل نمونه پلاتینی (الف-۶-۲) فرو برید.

الف-۸-۴ احتراق

۱۰ ml محلول جذب (بند ۷-۱-۴ و/یا بند ۷-۱-۳ یا ۷-۱-۵) را داخل ظرف احتراق (بند الف-۶-۱) بریزید. ظرف را به مدت ۱ min با اکسیژن افروخته کنید، برای جابجایی هوا، لوله گازرسانی را نزدیک ته ظرف نگهدارید. در ظرف را با درپوش ببندید.

با رعایت اقدامات احتیاطی، کاغذصافی بسته‌بندی شده حاوی نمونه را بسوزانید، درپوش را بردارید، و به سرعت آن را با قرار دادن درپوش (بند الف-۶-۲) با کاغذ در حال سوختن درون ظرف، جایگزین کنید. بلافاصله ظرف درپوش‌دار را برگردانید تا مایع جذب، اطراف درپوش را درزبندی کند. یادآوری - سیستم‌هایی با جرعه‌زنی از راه دور نیز کاربرد دارند.

همان‌گونه که در شکل الف-۱ نشان داده شده است، ظرف باید طوری نگهداشته شود که طرف باز حامل پلاتینی نمونه رو به بالا باشد تا نمونه در مدت احتراق نریزد.

پس از این که احتراق کامل شد، اجازه دهید تا ظرف وارونه به مدت ۱ min خنک شود، پس به مدت ۳ min آن را به شدت تکان دهید تا محصولات احتراق جذب شود. بگذارید به مدت ۵ min در حالت طبیعی خود ساکن بماند.

به دقت ۱۰ ml محلول جذب (طبق بند ۷-۱-۵) را با پیپت به گردن ظرف بریزید. درپوش را کمی بلند کنید تا به مایع اجازه دهد به درون ظرف مکیده شود. سپس به آرامی ظرف درپوش‌دار را به مدت ۱۵ min خنک کنید. محتویات ظرف را به بالن حجم‌سنجی انتقال دهید، با آب (طبق بند ۷-۱-۲) یا با محلول جذب (طبق بند ۷-۱-۱) (۵) تا خط نشانه رقیق کنید. انتخاب حجم نهایی بستگی به غلظت محلول و روش نهایی تحلیل دارد.

الف-۹ روش‌های اندازه‌گیری، اندازه‌گیری‌های کنترل، ارزیابی داده‌ها و گزارش آزمون

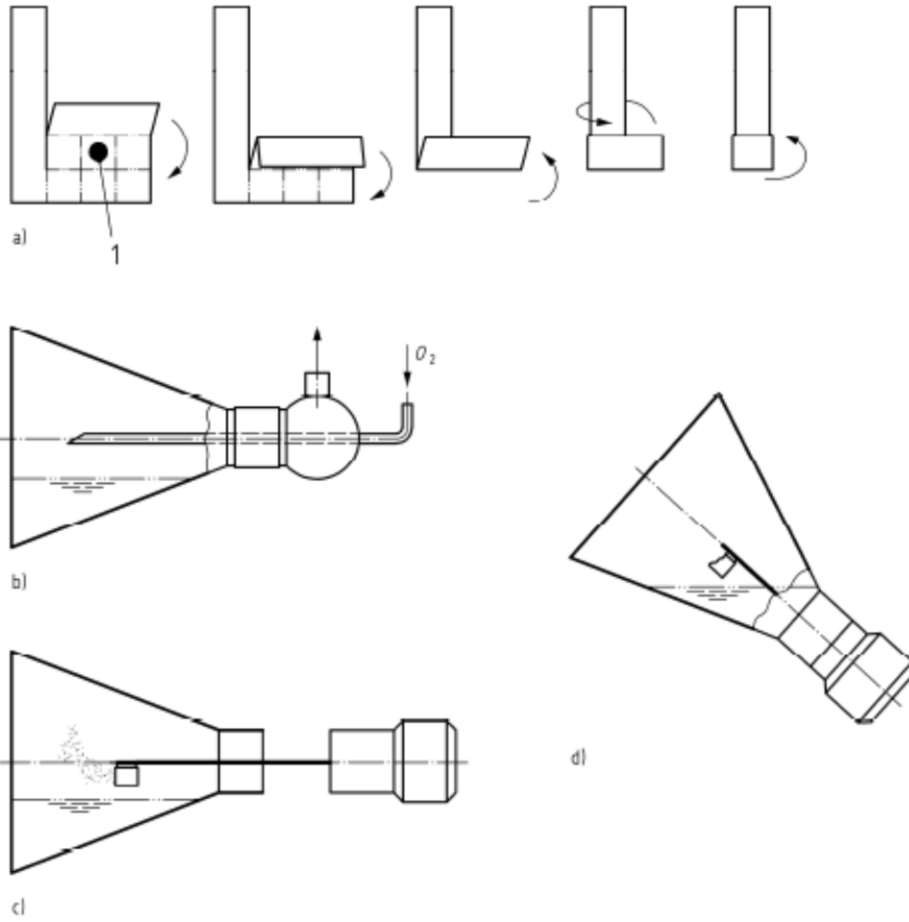
اطلاعات مربوط به روش‌های اندازه‌گیری، اندازه‌گیری‌های کنترل، ارزیابی داده‌ها و گزارش آزمون در متن اصلی این استاندارد ارائه شده است.

الف-۱۰ مشخصه‌های عملکردی

مشخصه‌های عملکردی روش داده شده در جدول الف ۱ در یک مطالعه مقایسه‌ای روی شش نمونه پسماند و یک مخلوط کنترل در سال ۲۰۰۵ تعیین شده است. به دلیل فقدان شرکت‌کنندگان، این روش از معیارهای اعتبارسنجی قبول نشده است.

جدول الف ۱- مشخصه‌های عملکردی برای اندازه‌گیری هالوزن‌ها و گوگرد

S_T	s_T	S_R	s_R	x %/m/m	N	p	O %	نمونه	
۴,۷۴	۰,۰۲۴	۱۳,۷۲	۰,۰۶۸	۰,۴۹۹	۱۸	۶	۰	مخلوط کنترل	فلوئور
۷,۷۰	۰,۰۵۹	۳۴,۸۱	۰,۲۶۹	۰,۷۷۱	۱۸	۶	۱۷	پسماند جامد	
۸,۴۶	۰,۱۱۸	۱۱,۲۳	۰,۱۵۶	۱,۳۹۳	۱۲	۴	۰	پسماند مایع مخلوط	
۵,۷۳	۰,۰۴۶	۱۴,۴۶	۰,۱۱۶	۰,۸۰۲	۱۲	۴	۰	حلال پسماند	
۳,۲۱	۰,۰۲۰	۱۱,۸۲	۰,۰۷۲	۰,۶۰۸	۲۱	۷	۱۴	مخلوط کنترل	کلر
۴,۷۶	۰,۰۴۴	۵,۱۷	۰,۰۴۸	۰,۹۳۳	۲۱	۷	۰	پسماند چوب	
۶,۶۳	۰,۱۶۶	۲۲,۹۸	۰,۵۷۵	۲,۵۰۴	۲۱	۷	۱۴	سوخت بازیافتی جامد	
۱۳,۵۲	۰,۱۵۶	۲۱,۲۸	۰,۲۴۵	۱,۱۵۴	۲۱	۷	۰	پسماند جامد	
۱۳,۱۹	۰,۱۲۰	۳۸,۸۰	۰,۳۵۳	۰,۹۱۱	۱۲	۴	۰	پسماند مایع مخلوط	
۶,۰۸	۰,۵۲۱	۵۸,۷۳	۵,۰۳۶	۸,۵۷۴	۱۵	۵	۰	حلال پسماند	
۲۲,۱۸	۰,۱۲۸	۷۳,۵۵	۰,۴۲۵	۰,۵۷۸	۱۵	۵	۰	سوخت بازیافتی مایع	برم
۲,۰۹	۰,۰۱۲	۵,۹۳	۰,۰۳۳	۰,۵۵۳	۲۱	۷	۱۴	مخلوط کنترل	
۴,۳۸	۰,۰۳۲	۷,۶۲	۰,۰۵۶	۰,۷۳۷	۲۱	۷	۱۴	پسماند جامد	
۶,۵۸	۰,۰۵۶	۴۷,۸۷	۰,۴۰۵	۰,۸۴۶	۱۵	۵	۰	پسماند مایه مخلوط	
۹,۰۱	۰,۰۸۸	۸,۳۶	۰,۰۸۲	۰,۹۷۷	۱۵	۵	۲۰	حلال پسماند	
۱۰,۴۱	۰,۰۴۵	۱۵,۵۳	۰,۰۶۷	۰,۴۳۴	۱۵	۵	۰	مخلوط کنترل	ید
۳,۶۶	۰,۰۳۲	۳۴,۷۲	۰,۳۰۵	۰,۸۷۸	۱۵	۵	۰	پسماند جامد	
۱۳,۶۲	۰,۴۳۴	۳۴,۴۰	۱,۰۹۵	۳,۱۸۳	۹	۳	۰	پسماند مایع مخلوط	
۱۴,۹۹	۰,۰۹۹	۳۲,۹۹	۰,۲۱۷	۰,۶۵۸	۹	۳	۰	حلال پسماند	
۵,۳۳	۰,۰۲۷	۱۱,۸۴	۰,۰۵۹	۰,۵۰۲	۱۸	۶	۰	مخلوط کنترل	گوگرد
۴,۴۶	۰,۰۴۴	۵,۱۷	۰,۰۴۸	۰,۹۳۳	۱۲	۴	۰	پسماند چوب	
۸,۰۷	۰,۱۱۱	۸,۷۸	۰,۱۲۱	۱,۳۷۸	۱۸	۶	۰	سوخت بازیافتی جامد	
۱۹,۳۴	۰,۳۴۹	۳۹,۰۰	۰,۷۰۴	۱,۸۰۵	۱۸	۶	۱۷	پسماند جامد	
۳,۶۶	۰,۰۲۸	۹,۰۳	۰,۰۶۹	۰,۷۶۲	۱۲	۴	۰	پسماند مایع مخلوط	
۴,۴۵	۰,۰۵۰	۲۶,۹۲	۰,۳۰۱	۱,۱۱۹	۱۲	۴	۰	حلال پسماند	
۱۱,۱۰	۰,۰۸۲	۱۰,۲۲	۰,۰۷۵	۰,۷۳۷	۱۲	۴	۲۵	سوخت بازیافتی مایع	
<p>تعداد آزمایشگاه‌ها تعداد مقادیر مشاهده شده درصد داده‌های پرت مقدار میانگین برآوردی از انحراف استاندارد تکرارپذیری برآوردی از انحراف استاندارد تجدیدپذیری برآوردی از انحراف استاندارد تکرارپذیری نسبی بیان شده بر حسب درصد برآوردی از انحراف استاندارد تجدیدپذیری نسبی بیان شده بر حسب درصد</p>									<p>p N O x s_R s_T S_R S_T</p>



راهنما:

- a نمونه ۱ در داخل یک تک کاغذ صافی بسته‌بندی می‌شود.
- b ارلن مایر با اکسیژن پر می‌شود.
- c کاغذ صافی در حال سوختن / مشتعل شدن که شامل محلول جذب است به داخل ارلن مایر برده می‌شود.
- d ارلن مایر بلافاصله با محلول جذب به درزبندی درپوش تبدیل می‌شود.

شکل الف ۱- روش احتراق ظرف شونیگر

پیوست ب

(اطلاعاتی)

مثال‌هایی از مواد کنترل ممکن

جدول ب-۱- مثال‌هایی از مواد کنترل ممکن

مقدار عنصر %					فرمول	ترکیب
I	Br	Cl	F	S		
				۲۶,۴۷	C ₃ H ₇ HO ₂ S	L - سیستئین
				۱۸,۵۱	C ₆ H ₆ NO ₃ S	۴-آمینوبنزن سولفونیک اسید (سوفانیلیک اسید)
				۱۲,۵۶	C ₁₃ H ₉ N ₃ OS	۱- (۲-تیازولیل آزو)-۲-نفتول
				۴۲,۱۳	CH ₄ N ₂ S	تیوره
				۲۵,۶۲	C ₂ H ₇ NO ₃ S	تائورین
				۱۸,۶۲	C ₆ H ₈ N ₂ O ₂ S	سولفانیلید
				۴۰,۰۴	C ₃ H ₃ KOS ₂	پتاسیم گرانٹوزنات (پتاسیم -O-اتیل دی تیو کربنات)
		۲۱,۰۳		۹,۵۱	C ₁₂ H ₁₇ ClN ₄ OS x HCl	ویتامین ب ۱
		۱۷,۴۹		۱۵,۸۲	C ₈ H ₁₁ ClN ₂ S	S- بنزیل تیویورونیوم کلرید
			۵۰,۴۲		C ₂ H ₂ F ₃ NO	۲و۲-تری فلوروواستامید
			۱۳,۵۶		C ₇ H ₅ FO ₂	۴-فلوروو- بنزوئیک اسید
		۲۲,۶۴			C ₇ H ₅ ClO ₂	۴-کلرو-بنزوئیک اسید
		۲۲,۵۰			C ₆ H ₄ ClNO ₂	کلرو نیتروبنزن
		۱۴,۴۰			C ₇ H ₃ ClN ₂ O ₆	۴-کلرو ۳و۵- دی نیتروبنزوئیک اسید
	۲۵,۵۹			۵,۱۴	C ₂₇ H ₂₈ Br ₂ O ₅ S	آبی برموتیل
	۲۹,۵۸			۵,۹۴	C ₂₁ H ₁₆ Br ₂ O ₅ S	برموکرزول بنفش
	۳۷,۳۲				C ₈ H ₈ BrNO	برمو- ۴- استانیلید
	۱۶,۳۰				C ₂₈ H ₆₀ BrN	تترا هپتیل آمونیوم برمید
	۳۹,۷۵				C ₇ H ₅ BrO ₂	۴- برمو- بنزوئیک اسید
۵۱,۱۷					C ₇ H ₅ IO ₂	۴-یدو- بزئیک اسید
۲۶,۴۰					C ₂₄ H ₅₂ IN	تترا هگزیل آمونیوم یدید
۴۱,۶					C ₉ H ₈ INO ₃	O- یدو-هیپوریک اسید
	۲۰,۶۵	۹,۱۷		۸,۳۰	C ₁₃ H ₉ BrClN ₃ O ₂ S	N-(۴-برموفنیل)-N'-(۲-کلرو-۴-نیتروفنیل)تیواوره (BCR 71)
۲۹,۳۲		۸,۱۱		۷,۳۵	C ₁₃ H ₉ ClIN ₃ O ₂ S	N-(۲-کلرو-۴-نیتروفنیل)-N'-(۴-یدوفنیل)تیواوره (BCR 72)
	۱۶,۹۰	۷,۴۹	۱۲,۰۷		C ₂₀ H ₁₈ BrClF ₃ N ₃	۱- (۴-برموفنیل-متیل)-۴-پیریدینیل-۵-کلرو-۲- (تری فلوروومتیل)-H۱- بنزایمیدازول (BCR 73)

پیوست پ

(اطلاعاتی)

نتایج اضافی آزمون‌های درون آزمایشگاهی

ترکیبات غیرآلی توسط پنج آزمایشگاه با استفاده از روش الزامی احتراق بمب (۴ آزمایشگاه) و روش اطلاعاتی Schoeniger (۱ آزمایشگاه) تحلیل شد. نتایج را در جدول پ-۱ ببینید.

جدول پ-۱- بازیافت ترکیبات غیرآلی بر حسب درصد

شونیر	احتراق بمب					
گوگرد (S)						
ترکیب	S %	آزمایشگاه ۱	آزمایشگاه ۲	آزمایشگاه ۳	آزمایشگاه ۴	آزمایشگاه ۵
سدیم سولفات	۲۲٫۵۷	۹۱	۹۶	۹۷	۸۹	۱۰۰
سدیم سولفید هیدرات	۱۴٫۵	۷۸	۸۰	۵۶	۷۴	۳۲
سدیم سولفیت	۲۵٫۴۴	۷۶	۸۱	۶۹	-	۹۷
پتاسیم دی‌سولفات	۲۵٫۲	۵۴	۹۶	۸۰	۱۰۳	۹۵
آمونیم تیوسولفات	۴۳٫۲	۱۰۰	۸۶	۸۶	۸۸	۹۸
گوگرد	۹۹-۱۰۱	۱۰۰	۹۶	۸۹	۹۲	۱۰۱
کلر (Cl)						
ترکیب	Cl %	آزمایشگاه ۱	آزمایشگاه ۲	آزمایشگاه ۳	آزمایشگاه ۴	آزمایشگاه ۵
سدیم کلرید	۶۰٫۶۷	۹۵	۹۳	۹۴	۱۰۰	۹۱
سدیم کلرات	۳۳٫۳۱	۸۹	۸۵	۹۶	۹۷	۹۰
پتاسیم پرکلرات	۲۵٫۵۹	۹۵	۹۳	۱۰۲	۱۰۳	۸۶
کلسیم هیپوکلریت	۴۹٫۶	۴۳	۸۰	۹۵	۱۰۱	۴۸
ید (I)						
ترکیب	I %	آزمایشگاه ۱	آزمایشگاه ۲	آزمایشگاه ۳	آزمایشگاه ۴	آزمایشگاه ۵
محلول ید، غلظت ۰٫۰۵ mol/l	۱٫۲۷	-	-	-	۸۸	۱۰۰
پتاسیم یدید	۷۶٫۴۴	۹۸	۹۰	-	۹۷	-
پتاسیم یدات	۵۹٫۳۰	۹۴	۸۴	-	۸۳	-
برم (Br)						
ترکیب	Br %	آزمایشگاه ۱	آزمایشگاه ۲	آزمایشگاه ۳	آزمایشگاه ۴	آزمایشگاه ۵
سدیم برمید	۷۷٫۶۶	۹۵	۷۳	۹۹	۹۸	۹۹
فلوئور (F)						
ترکیب	F %	آزمایشگاه ۱	آزمایشگاه ۲	آزمایشگاه ۳	آزمایشگاه ۴	آزمایشگاه ۵
سدیم فلوئورید	۴۵٫۲۴	۶۸	۶۲	۹۸	۹۵ ۹۳	۳۱

نسبت‌های مختلف پارافین به نمونه مطابق جدول پ-۲، تحلیل شد. مقدار کل نمونه و افزایش دهنده احتراق نباید بیشتر از ۱ g باشد.

جدول پ-۲- مقایسه نسبت‌های مختلف افزایش دهنده احتراق / نمونه (احتراق بمب)

نسبت افزایش دهنده/نمونه	بازیافت کلر از پتاسیم پرکلرات %
۱ : ۱	۶۳٫۷
۱ : ۲	۶۵
۱ : ۳	۹۰٫۳
۱ : ۵	۹۸٫۵
۱ : ۷	۹۹٫۸
۱ : ۱۰	۹۹٫۵

پیوست ت

(اطلاعاتی)

خلاصه الزامات و توصیه‌های کلی

هدف این خلاصه حمایت از سازمان‌دهی نمونه‌برداری و فرآیندهای آماده‌سازی اولیه نمونه است. اطلاعات ارائه شده برای تهیه یک طرح نمونه‌برداری مفید است.

الزامات بیان نشده در این استاندارد، به عنوان توصیه در نظر گرفته می‌شود.

جدول ت ۱- توصیه‌های کلی

نوع بافت	پسماند
گستره کاری معمول	بیشتر از ۰٫۰۲۵ kg/g
ابزار نمونه‌برداری	هرگونه ابزاری که هالوژن و گوگرد آزاد نمی‌کند
بطری آماده‌سازی اولیه	تمیز و خشک، عاری از حلال‌ها
جنس بطری	هرگونه ظرف مناسب نمونه
شرایط انتقال	تاریک و سرد
نگهداری	خنک کردن در دمای ۴ °C
شرایط انبارش	در دمای ۴ °C در تاریکی کمتر از یک هفته، انبارش طولانی مدت در دمای ۱۸ °C -
مقدار مورد نیاز	۵۰ g نمونه اصلی
آزمونه	۱۰ g نمونه اصلی همگن شده
روش خشک کردن	خشک کردن فقط در صورتی اعمال می‌شود که نمونه‌ها حاوی مقادیر ناچیز مواد فرار در دمای ۱۰۵ °C به غیر از آب باشند
الک کردن (اندازه ذرات)	نیازی نیست
خرد کردن	اندازه ذرات $200 \mu\text{m} >$
سازگاری با	می‌توان نمونه را برای تعیین هیدروکربن‌ها (GC و وزن‌سنجی)، کربن آلی کل (TOC)، و نیز ماده خشک مورد استفاده قرار داد. مقدار نمونه بسته به تعداد پارامترها باید افزایش یابد.

پيوسٽ ٺ

(اطلاعاتي)

ڪتابنامہ

- [1] ISO 2818, Plastics — Preparation of test specimens by machining
- [2] SIMS, G.D., A VAMAS round-robin on fatigue test methods for polymer matrix composites - Part 1:Tensile and flexural tests of unidirectional materials, NPL Report DMM(A) 180, 1989
- [3] SIMS, G.D., and BASCOMBE, D., Continuous measurement of degradation during fatigue testing, 6thInternational Conference on Composite Materials, 2nd European Conference on Composite Materials,London, 1988, Proceedings, Vol. 4, pp. 161-171
- [4] SIMS, G.D., Validation results from VAMAS and ISO round-robin exercises, ICCM-10, Whistler,Canada, Vol. IV, pp. 195-202, 1995
- [5] SIMS, G.D., and GLADMAN, D.G., Effect of Test Conditions on the Fatigue Strength of Glass FabricLaminate - Part A: Frequency, Plastics and Rubber: Materials and Applications, **1**, pp. 41-48,1978
- [6] SIMS, G.D., and GLADMAN, D.G., Effect of Test Conditions on the Fatigue Strength of Glass FabricLaminate - Part B: Specimen Condition, Plastics and Rubber: Materials and Applications, **3**, pp. 122-128, 1980