



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۰۷۶۸

چاپ اول

۱۳۹۴

INSO

20768

1st.Edition

2016

خصوصیات پسماند - اندازه گیری کربن آلی  
کل (TOC) در پسماند، لجن ها و رسوبات

**Characterization of waste –Determination  
of total organic carbon (TOC) in waste,  
sludges and sediments**

ICS:13.030.01

## به نام خدا

### آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

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

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

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

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌دهد به تصویب رسیده باشد.

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

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2 - International Electrotechnical Commission

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

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

## کمیسیون فنی تدوین استاندارد

« خصوصیات پسماند - اندازه‌گیری کربن آلی کل (TOC) در پسماند، لجن‌ها و رسوبات »

### رئیس:

خوشنام، فرزانه  
(دکتری شیمی)

### سمت و/یا نمایندگی

معاون استانداردسازی و آموزش اداره کل  
استاندارد استان خوزستان

### دبیر:

قمی، متینه  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

### اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

آذریان، علیرضا  
(فوق لیسانس محیط زیست)

کارشناس مسئول آزمایشگاه اداره حفاظت  
محیط زیست

چرم زاده، مهرناز  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت کیمیا کنکاش جندی  
شاپور

دارابی، میثم  
(لیسانس فیزیک)

کارشناس دستگاهی دانشگاه آزاد اهواز

دایی، مینا  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس تدوین اداره کل استاندارد استان  
خوزستان

دوستی خواه، گلبرگ  
(لیسانس صنایع غذایی)

کارشناس جامعه کنترل کیفیت خوزستان

زرگر، بهروز  
(دکتری شیمی)

هیات علمی دانشگاه شهید چمران اهواز

زرگر، مهناز  
(فوق لیسانس کشاورزی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

سعادت، سجاد  
(فوق لیسانس محیط زیست)

کارشناس شهرداری اهواز

سرپرست آزمایشگاه شیمی پژوهشکده  
تکنولوژی تولید جهاد دانشگاهی

سقانژاد، سید جعفر  
(دکترای شیمی)

کارشناس تدوین اداره کل استاندارد استان  
خوزستان

فتاحی نیا، مهناز  
(فوق لیسانس شیمی)

## فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ اصول آزمون
۳	۵ مزاحمت‌ها
۳	۶ خطرات
۴	۷ مواد و واکنشگرها
۵	۸ وسایل
۵	۹ ظرف نگهداری نمونه
۵	۱۰ روش انجام آزمون (روش الف)
۱۰	۱۱ روش انجام آزمون (روش ب)
۱۳	۱۲ مشخصه‌های عملکردی
۱۴	۱۳ گزارش آزمون
۱۵	پیوست الف (اطلاعاتی) نتایج اضافی آزمون‌های بین آزمایشگاهی

## پیش گفتار

استاندارد " خصوصیات پسماند- اندازه گیری کربن آلی کل (TOC) در پسماند، لجن ها و رسوبات " که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط شرکت زرگستر روبینا تهیه و تدوین شده است و در یکصد و چهاردهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد محیط زیست مورخ ۹۴/۱۲/۹ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می شود.

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

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

BS EN 13137: 2001, Characterization of Waste - Determination of total organic carbon (TOC) in waste, sludges and sediments

## خصوصیات پسماند - اندازه‌گیری کربن آلی کل (TOC) در پسماند، لجن‌ها و رسوبات

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین دو روش برای اندازه‌گیری کربن آلی کل (TOC)<sup>۱</sup> در نمونه‌های پسماند خشک نشده حاوی بیش از یک گرم کربن در هر کیلوگرم از ماده خشک (۰٫۱٪) می‌باشد. این استاندارد هم‌چنین برای لجن‌ها، رسوبات و مواد مشابه قابل استفاده است. کربن عنصری، کربیدها، سیانیدها، سیانات‌ها، ایزوسیانات‌ها و ایزوتیوسیانات‌ها و تیوسیانات‌ها در صورت وجود به‌عنوان کربن آلی با استفاده از روش‌های شرح داده شده در این استاندارد اندازه‌گیری می‌شوند. در مواردی که پسماند حاوی مقادیر قابل توجهی از اجزای بیان شده فوق باشد، ممکن است تفسیر مقادیر اندازه‌گیری شده مشکل باشد. در صورت نیاز، این اجزا باید با استفاده از یک روش معتبر مناسب به‌طور جداگانه اندازه‌گیری شده و در گزارش آزمون ثبت شوند.

یادآوری - در زمان انتشار این استاندارد، روش استانداری برای اندازه‌گیری کربن عنصری در پسماند وجود ندارد.

### ۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می‌شود. در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدید نظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است. استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران به شماره ۴۰۸۱، فرآورده‌های نفتی و قیری-روش آزمون اندازه‌گیری مقدار آب به روش تقطیر

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۳۳۱، کیفیت آب- کالیبراسیون و ارزیابی روش‌های تجزیه‌ای و تخمین مشخصات عملکردی، قسمت ۱: ارزیابی آماری تابع کالیبراسیون خطی

۲-۳ استاندارد ملی ایران شماره ۷۸۳۵، خاک- تعیین ماده خشک و آب همراه بر مبنای جرم پایه-روش وزن سنجی

2-4 ISO 3733, Petroleum products and bituminous materials – Determination of water – Distillation method.

2-5 ISO 6296, Petroleum products – determination of water – Potentiometric Karl Fisher titration method

2-6 EN 12880, Characterization of sludges – Determination of dry residue and water content

---

1- Total organic carbon

## ۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود:

۱-۳

### کربن کل (TC)<sup>۱</sup>

مقدار کربن موجود در پسماند به شکل آلی، معدنی و کربن عنصری.

۲-۳

### کربن معدنی کل (TIC)<sup>۲</sup>

مقدار کربن آزاد شده به‌عنوان کربن دی اکسید در اثر واکنش با اسید.

۳-۳

### کربن آلی کل (TOC)

مقدار کربن تبدیل شده به کربن دی اکسید در اثر احتراق و آن‌چه که به‌عنوان کربن دی اکسید در اثر واکنش با اسید آزاد نشده است.

یاد آوری-توجه داشته باشد که تعاریف بالا فقط برای این استاندارد معتبر و قابل استفاده اند و به‌طور کامل با تعاریف علمی TC، TIC و TOC مطابقت ندارند.

## ۴ اصول آزمون

TOC به دو روش الف (روش غیرمستقیم) یا روش ب (روش مستقیم) قابل اندازه‌گیری است.

### ۱-۴ روش الف (روش غیر مستقیم)

در این روش TOC از اختلاف بین نتایج حاصل از اندازه‌گیری‌های بین TC و TIC حاصل می‌شود. کربن کل موجود در نمونه خشک نشده، با احتراق در حضور جریان گاز حاوی اکسیژن و فاقد کربن دی اکسید، به کربن دی اکسید تبدیل می‌شود. به منظور حصول اطمینان از احتراق کامل، از کاتالیزگر و یا اصلاح‌کننده‌هایی استفاده می‌شود. مقدار کربن دی اکسید آزاد شده با اسپکترومتری مادون قرمز، وزن‌سنجی، کولومتری، هدایت‌سنجی، آشکارسازی هدایت گرمایی، آشکارسازی یونیزاسیون شعله پس از کاهش به متان یا سایر روش‌های مناسب اندازه‌گیری می‌شود.

TIC به‌طور جداگانه به‌وسیله اسیدی کردن و عبور دادن کربن دی اکسید آزاد شده از نمونه‌های فرعی دیگر اندازه‌گیری می‌شود. کربن دی اکسید با یکی از روش‌های ذکر شده در بالا اندازه‌گیری می‌شود.

---

1- Total organic

2- Total inorganic carbon



#### ۲-۴ روش ب (روش مستقیم)

در این روش کربنات‌های موجود در نمونه خشک نشده از قبل به وسیله واکنش نمونه با اسید حذف می‌شوند. با گام بعدی احتراق، کربن دی اکسید آزاد شده به وسیله یکی از مراحل ذکر شده در بند ۴-۱ اندازه‌گیری شده و مستقیماً TOC را نشان می‌دهد.

#### ۳-۴ کاربرد روش های الف یا ب

روش الف و ب کاربرد مشابهی در تعریف مقدار TOC و یا نسبت TIC به TOC دارند. روش ب ممکن است منجر به نتایج نادرستی در موارد زیر شود:

- نمونه حاوی مواد فراری باشد که در طی اسیدی کردن تبخیر شوند (به عنوان مثال هیدروکربن‌های فرار حاصل از جداکننده‌های نفتی)
- واکنش‌های جانبی اتفاق افتاده بین نمونه و اسید (مثل دکربوکسیلاسیون<sup>۱</sup>، فرآورده‌های واکنش فرار) در صورت رفع این محدودیت‌ها، روش‌های الف و ب نتایج قابل مقایسه‌ای را به دنبال خواهند داشت. در صورت مشکوک بودن، توصیه می‌شود روش الف ارجحیت داده شود.

یادآوری- کیفیت نتایج روش ب، خصوصاً در مورد مراحل قبل از احتراق، بیشتر بر پایه تجربه و آزمایش است.

#### ۵ مزاحمت‌ها

مواد آلی فرار ممکن است در حین آماده‌سازی نمونه از بین بروند. در صورت لزوم، مقدار کربن حاصل از مواد آلی فرار باید به طور جداگانه اندازه‌گیری شوند. این روش‌ها ممکن است نتایج نامعتبری از TOC را به دنبال داشته باشند در صورتی که نسبت TIC به TOC خیلی بالا باشد (مثلاً مقادیر حداقل ۱۰).

بسته به روش آشکارسازی استفاده شده، ممکن است مزاحمت‌های متفاوتی رخ دهد، به عنوان مثال:

- حضور سیانید می‌تواند با آشکارسازی کولومتری TIC با اصلاح مقدار pH، مزاحمت ایجاد کند (انحلال HCN)

- مقدار بالای ترکیبات هالوژن‌دار شده ممکن است در هنگام کاربرد آشکارسازی کولومتری سبب تخمین بالای TOC شود. در بعضی موارد ممکن است تله مسی یا نقره‌ای معمولی<sup>۲</sup> برای جذب همه هالیدها مناسب نباشد.

#### ۶ خطرات

نمونه‌ها ممکن است تخمیری یا عفونی شوند، به همین منظور توصیه می‌شود که این نمونه‌ها با احتیاط ویژه‌ای استفاده شوند. گازهای حاصل از فعالیت میکروارگانیسم‌ها قابلیت اشتعال دارند. افزایش فشار حاصل ممکن است

---

1- Decarboxylation  
2- classical

سبب انفجار محفظه نمونه شود و در نهایت سبب تشکیل ذرات عفونی معلق در هوا و آلودن ذرات حاصل از انفجار می‌شود.

ترکیبات مضر ممکن است طی فرآیند احتراق یا طی واکنش با اسید، ناشی شوند. کاربر باید احتیاط‌های لازم (مثلا فیلترهای کربن فعال شده) را به منظور جلوگیری از ورود ترکیبات مضر به محیط آزمایشگاه به کار گیرد. نمونه‌های حاوی مقدار ماده آلی بالا ممکن است در هنگام قرار گرفتن در کوره مشتعل شوند، این خطر می‌تواند با استفاده نمونه کم‌تر یا پوشاندن نمونه با ماده بی‌اثر، کاهش یابد.

## ۷ مواد و/یا واکنشگرها

### ۱-۷ کلیات

کلیه مواد به کار برده شده باید با درجه خلوص تجزیه‌ای شناخته شده بوده و به منظور استفاده برای مقاصد خاص مناسب باشند. مواد نم‌گیر باید در دسیکاتور نگهداری شوند.

### ۲-۷ کلسیم کربنات، $\text{CaCO}_3$

### ۳-۷ سدیم کربنات، $\text{Na}_2\text{CO}_3$ بدون آب

۴-۷ تتراسدیم اتیل دی آمین تترا استات ۴ آبه،  $\text{Na}_4\text{-EDTA}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ،  $\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_8\text{Na}_4\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ، گرم شده در دمای  $80^\circ\text{C}$  به مدت ۲ ساعت.

یادآوری- سایر فرم‌های  $\text{Na}_4\text{-EDTA}$  آب‌دار، در صورتی که مقدار آب دقیقاً مشخص باشد قابل استفاده می‌باشند. سپس ترکیب مخلوط‌های کنترل باید مطابق آن مجدداً محاسبه شود. (بندهای ۷-۸ و ۷-۹ را ببینید)

### ۵-۷ پتاسیم هیدروژن فتالات ( $\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_4\text{K}$ )

### ۶-۷ سدیم سالیسیلات ( $\text{C}_7\text{H}_5\text{O}_3\text{Na}$ )

۷-۷ آلومینیم اکسید،  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ، خنثی و با اندازه دانه کوچک‌تر از  $200\ \mu\text{m}$ ، آنیل<sup>۱</sup> شده در دمای  $600^\circ\text{C}$

۸-۷ مخلوط کنترل الف: سدیم کربنات (بند ۳-۷)،  $\text{Na}_4\text{-EDTA}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$  (بند ۴-۷) و آلومینیم اکسید (بند ۷-۷) به نسبت جرمی ۱۹۷:۱۰۰:۲۳۴

مخلوط باید همگن شده باشد. مخلوط باید حاوی  $50/100\ \text{g/kg}$  کربن معدنی کل و  $50/100\ \text{g/kg}$  کربن آلی کل باشد (مثلاً  $44/13\ \text{g}$  سدیم کربنات،  $18/83\ \text{g}$   $\text{Na}_4\text{-EDTA}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$  و  $37/04\ \text{g}$  آلومینیم اکسید).

۹-۷ مخلوط کنترل ب: سدیم سالیسیلات (بند ۶-۷)، کلسیم کربنات (بند ۲-۷)،  $\text{Na}_4\text{-EDTA}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$  (بند ۴-۷) و آلومینیم اکسید (بند ۷-۷) به نسبت جرمی ۸۴۰:۱۹۷:۴۳۶:۱۰۰.

مخلوط باید همگن شده باشد. مخلوط باید حاوی  $33.3$  g کربن معدنی کل،  $66.6$  g کربن آلی کل باشد (مثلا  $6.36$  g سدیم سالیسیلات،  $27.78$  g کلسیم کربنات،  $12.50$  g  $Na_4-EDTA.4H_2O$  و  $53.36$  g آلومینیم اکسید).

۷-۱۰ اسید معدنی غیر اکسنده: قابل استفاده برای خروج کربن دی اکسید، به عنوان مثال فسفریک اسید  $85\%$  ( $H_3PO_4$ )

۷-۱۱ هوای مصنوعی، نیتروژن، اکسیژن و آرگون، عاری از کربن دی اکسید و ناخالصی‌های آلی مطابق با دستورکار سازنده.

## ۸ وسایل

۸-۱ وسیله همگن ساز، به عنوان مثال مخلوط‌کن‌ها، هم‌زن‌ها، تیزکن‌ها و آسیاب‌ها

۸-۲ ترازوی تجزیه‌ای، با درستی حداقل  $0.5$  درصد وزن آزمون

۸-۳ وسایل لازم برای اندازه‌گیری کربن، در جامدات به همراه تجهیزات جانبی

۸-۴ واحد آزادسازی<sup>۱</sup> برای اندازه‌گیری TIC (فقط برای روش الف)

## ۹ ظرف نگهداری نمونه

نمونه‌ها در محفظه‌های شیشه‌ای یا سایر محفظه‌های مناسب نگهداری می‌شوند. نمونه‌های فعال زیستی بهتر است به سرعت تجزیه شده یا در دمای حداقل  $18^\circ C$  - نگهداری شوند. برای نمونه‌های غیرفعال زیستی حفاظت خاصی لازم نیست.

## ۱۰ روش انجام آزمون (روش الف)

### ۱-۱۰ آماده‌سازی نمونه

توصیه می‌شود نمونه‌های آماده شده برای تجزیه تا حد ممکن همگن و خشک نشده باشند. بر اساس ماهیت و ظاهر نمونه، دستورکارهای متفاوتی را می‌توان به کار برد، به عنوان مثال:

الف- نمونه‌های جامد ممکن است به‌طور مستقیم (بدون حرارت) خرد شده و به پودرهای گرانوله با اندازه ذرات ترجیحا کمتر از  $200 \mu m$  تبدیل شوند.

ب- نمونه‌های مرطوب یا خمیر مانند ممکن است با آلومینیم اکسید (بند ۷-۷) مخلوط شده تا مواد گرانوله شکلی حاصل شود و سپس با اندازه ذرات ترجیحا کمتر از  $200 \mu m$  خرد شوند. در این مورد نسبت آلومینیم اکسید به نمونه باید در محاسبه TOC (بند ۱۱-۶ یا ۱۰-۶) در نظر گرفته شود.

بسته به درستی روش، در صورتی که نمونه‌ها حاوی مقادیر جزئی از ترکیبات فرار، بجز آب باشند، می‌توانند قبل از همگن‌سازی در دمای  $105^{\circ}\text{C}$  خشک شوند.

برای تجزیه کردن لجن‌های مایع، خصوصاً لجن‌های فاضلاب، خشک کردن انجمادی نیز ممکن است استفاده شود. در چنین مواردی گزارش آزمون باید شامل این بند باشد: "نمونه در دمای  $105^{\circ}\text{C}$  خشک شده" و پس از آن نمونه با خشک کردن انجمادی خشک شود" (به مدت ۱۳ روز).

#### ۱۰-۲ مقدار آب

اندازه‌گیری مقدار آب باید روی نمونه‌های فرعی مجزا انجام شود. برای نمونه‌های فاقد یا حاوی مقادیر ناچیز ترکیبات آلی فرار، مقدار آب از اندازه‌گیری ماده خشک مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۷۸۳۵ و سپس EN 12880 محاسبه می‌شود.

در مواردی که نمونه‌ها حاوی ترکیبات آلی فرار باشند، توصیه می‌شود مقدار آب از روش دیگری برای مثال مطابق استاندارد ISO 3733 (روش تقطیر) و یا استاندارد ISO 6296 (روش کارل فیشر)، اندازه‌گیری شود.

#### ۱۰-۳ اندازه‌گیری

##### ۱۰-۳-۱ کلیات

این استاندارد، هیچ‌گونه توصیه پیشنهادی در رابطه با ساختار دستگاه و روش استفاده از آن ارائه نمی‌دهد. توصیه می‌شود مشخصه‌های عملکردی مطابق دستورکارهای سازنده انتخاب و بررسی شوند.

توصیه می‌شود وزن آزمون تا حد ممکن بزرگ بوده و مقدار کربن دی‌اکسید آزاد شده به گونه‌ای انتخاب شود که با محدوده کاری تجهیزات و/یا کالیبراسیون مطابقت داشته باشد.

اندازه‌گیری‌ها باید حداقل دو مرتبه برای TC و همچنین TIC انجام شوند. بهتر است اختلاف بین مقادیر حداقل ۱۰٪ میانگین باشد. در غیر این صورت، حداقل یک اندازه‌گیری دیگر لازم است که بهتر است ضریب تغییرات حداقل ۱۰٪ باشد، در غیر این صورت ضریب تغییرات باید به همراه نتیجه گزارش شود.

##### ۱۰-۳-۲ اندازه‌گیری TC

نمونه آماده شده را مطابق بند ۱۰-۱، در ظرف مناسبی (قایق<sup>۱</sup> یا در بوتله ساخته شده مثلاً از جنس سرامیک، شیشه سیلیکا، پلاتین یا قلع) وزن کنید.

به منظور به حداقل رساندن مقادیر شاهد کربن، می‌توان ظرف را از قبل به وسیله گرم کردن در یک گرم‌خانه مافل یا خود دستگاه TC پیش آماده‌سازی کرد. نمونه در حضور جریانی از گاز حامل (بند ۷-۱۱) حاوی اکسیژن سوزانده شده یا تجزیه می‌شود. دمای احتراق باید به اندازه کافی بالا باشد تا کل کربن را به کربن دی‌اکسید تبدیل کند. برای نمونه‌های حاوی کربنات‌ها که به سختی تجزیه می‌شوند، مثل باریم کربنات، آزادسازی کربن دی‌اکسید ممکن است با افزایش دما و یا با استفاده از اصلاح‌کننده‌هایی چون قلع و مس بهبود یابد. محدوده دمایی تجهیزات در دسترس تجاری بین  $900^{\circ}\text{C}$  تا  $1500^{\circ}\text{C}$  می‌باشد.

در طی احتراق نمونه‌های واکنش‌پذیر، می‌توان به‌وسیله پوشش نمونه با یک ماده بی‌اثر مانند شن سیلیکا از انفجار یا دود کردن جلوگیری کرد.

کربن دی‌اکسید آزاد شده طی تجزیه با استفاده از یکی از روش‌های آشکارسازی مطابق بند ۴ اندازه‌گیری شده و بر حسب کربن بیان می‌شود.

#### ۳-۳-۱۰ اندازه‌گیری TIC

نمونه آماده شده مطابق بند ۱۰-۱ در ظرف آزادسازی (بند ۸-۴) وزن می‌شود.

سیستم را به صورتی که در مقابل عبور گاز غیر قابل نفوذ باشد ببندید، و گاز حامل را عبور دهید تا زمانی که هیچ کربن دی‌اکسیدی در هوای محیط وجود نداشته باشد. سپس با اضافه کردن اسید، (بند ۷-۱۰) کربن دی‌اکسید به‌وسیله عبور کردن و/یا هم‌زدن یا گرم کردن زدوده می‌شود.

کربن دی‌اکسید آزاد شده توسط گاز حامل به آشکارساز منتقل می‌شود.

افزودن عوامل ضدکف مثل روغن سیلیکون، در مواردی که نمونه‌ها به شدت کف می‌کنند، می‌تواند موثر باشد. افزودن عوامل ترکننده مثل سورفکتانت‌ها نیز می‌تواند تر بودن سطحی نمونه را بهبود بخشد.

کربن دی‌اکسید آزاد شده طی تصاعد گاز، فوراً توسط یکی از روش‌های آشکارسازی مطابق بند ۴ اندازه‌گیری شده و بر حسب کربن بیان می‌شود.

#### ۴-۱۰ کالیبراسیون

در مواردی که روش نسبی برای آشکارسازی استفاده شود، مثل آشکارسازی با مادون قرمز، انجام کالیبراسیون ضروری است.

مثال‌هایی از مواد مناسب کالیبراسیون برای TC، شامل کلسیم کربنات (بند ۷-۲)، یا پتاسیم هیدروژن فتالات (بند ۷-۵) می‌باشد. سدیم کربنات (بند ۷-۳) و  $\text{Na}_4\text{-EDTA}$  (بند ۷-۴) هم‌چنین کلیه ترکیباتی با ساختار EDTA هنگامی که به‌عنوان مواد کنترل استفاده می‌شوند، نباید برای کالیبراسیون به کار روند.

سدیم کربنات (بند ۷-۳) یا کلسیم کربنات (بند ۷-۲) برای کالیبراسیون TIC مناسب اند.

سایر مواد کالیبراسیون نیز می‌توانند استفاده شوند به شرطی که مناسب بودن آن‌ها بررسی شده باشد. توصیه می‌شود روش‌های زیر برای کالیبراسیون مورد توافق باشند:

- برقراری محدوده کاری اولیه
- اندازه‌گیری حداقل پنج نمونه استاندارد (۱۰ نمونه توصیه شده) غلظت این نمونه‌های استاندارد باید حداقل سه بار در سرتاسر محدوده کاری به‌طور یکسان توزیع شود.
- محاسبه مقادیر میانگین برای هر غلظت
- انجام یک تجزیه رگرسیون خطی با مقادیر میانگین و آزمون خطی بودن تابع کالیبراسیون با استفاده از استاندارد ملی ایران به شماره ۱-۱۳۳۳۱. بهتر است تابع خطی باشد، در غیر این صورت محدوده کاری باید به محدوده خطی محدود شود.

در صورتی که یک روش مطلق برای آشکارسازی به کار می‌رود، به‌عنوان مثال کولومتری، فقط اندازه‌گیری‌های کنترل باید مطابق بند ۱۰-۵ انجام شوند.

توصیه می‌شود این کالیبراسیون به منظور اعتبارسنجی اولیه و یا در زمانی که تغییرات عمده‌ای در تجهیزات رخ می‌دهد انجام شود.

#### ۱۰-۵ اندازه‌گیری‌های کنترل

اندازه‌گیری‌های کنترل به منظور بررسی درستی عملکرد وسایل انجام می‌شوند. توصیه می‌شود اندازه‌گیری‌ها هر روز کاری با استفاده از مخلوط کنترل الف (بند ۷-۸) برای روش‌ها مطابق بند ۱۰-۳-۲ (برای TC) و بند ۱۰-۳-۳ (برای TIC) انجام شوند. یک غلظت از ناحیه میانی محدوده کاری را تجزیه کنید (سه مرتبه تکرار کافی است).

برای TC و TIC بازیابی میانگین باید بین ۹۰٪ و ۱۱۰٪ و با ضریب تغییرات حداکثر ۵٪ باشد. زمانی که نمودارهای کنترل استفاده می‌شوند یک اندازه‌گیری در هر دسته کافی است.

برای همه وسایل و مواد استفاده شده باید یک مقدار شاهد اندازه‌گیری شود و در صورت لزوم این شاهد باید در نظر گرفته شود.

اگر نتایج بازیابی‌های موردنیاز حاصل نشد، معیارهای زیر می‌تواند موثر باشد:

#### تجزیه TC:

- بررسی همگن بودن مخلوط کنترل
- بررسی کالیبراسیون
- افزایش دمای احتراق
- کاهش جریان گاز حامل
- تقویت یک جریان آشفته در لوله احتراق
- استفاده از اصلاح‌کننده‌ها
- استفاده از اکسایش تاخیری گازهای احتراق به‌وسیله کاتالیزگر

#### تجزیه TIC:

- بررسی همگن بودن مخلوط کنترل
- بررسی کالیبراسیون
- افزایش دما طی آزادسازی کربن دی‌اکسید
- بهینه‌سازی سرعت هم‌زن و/یا جریان گاز در ظرف آزادسازی
- بهبود تبادل گازی در ظرف آزادسازی
- جلوگیری از متراکم شدن سیستم

## ۱۰-۶ محاسبات

مقادیر جرمی TIC و TC از نمونه‌های آماده شده مطابق (۱۰-۱-الف) یا (۱۰-۱-ب) از موارد زیر محاسبه می‌شوند:

- تابع کالیبراسیون و جرم نمونه، در صورتی که از روش‌های آشکارسازی نسبی استفاده شود.
  - ثابت‌های ویژه و جرم نمونه، در صورتی که از روش‌های آشکارسازی مطلق استفاده شود.
- نتایج TC و TIC به‌عنوان میانگین، در حداقل دو اندازه‌گیری برای هر کدام گزارش می‌شوند. بهتر است اختلاف بین مقادیر حداقل ۱۰٪ میانگین باشد. در غیر این صورت حداقل یک اندازه‌گیری دیگر لازم است، در این صورت ضریب تغییرات باید به همراه نتیجه گزارش شود.
- محاسبه TOC از تفاوت مقادیر میانگین TC و TIC مطابق معادله ۱ حاصل می‌شود. در صورت اختلاط نمونه با آلومینیم اکسید مطابق بند (۱۰-۱-ب) یک ضریب رقت مطابق معادله ۲ باید در نظر گرفته شود:

$$\omega_{TOC} = f(\omega_{TC} - \omega_{TIC}) \quad (1)$$

$$f = \frac{m_s + m_a}{m_s} \quad (2)$$

که در آن:

- $\omega_{TOC}$  مقدار TOC بر مبنای کربن در نمونه اصلی بر حسب گرم بر کیلوگرم؛
- $\omega_{TC}$  مقدار میانگین TC بر مبنای کربن در نمونه آماده شده مطابق بند ۱۰-۱ بر حسب گرم در هر کیلوگرم؛
- $\omega_{TIC}$  مقدار میانگین TIC بر مبنای کربن در نمونه آماده شده مطابق بند ۱۰-۱ بر حسب گرم بر کیلوگرم؛
- $f$  ضریب رقت حاصل از آماده‌سازی نمونه از نمونه اصلی مطابق بند (۱۰-۱-ب)؛
- $m_s$  جرم نمونه اصلی (مخلوط شده با آلومینیم اکسید مطابق بند (۱۰-۱-ب)؛
- $m_a$  جرم آلومینیم اکسید مطابق بند (۱۰-۱-ب).

مقدار TOC حاصل از معادله (۱) بر اساس ماده خشک با استفاده از معادله (۳) محاسبه می‌شود. به این منظور مقدار آب اندازه‌گیری شده به‌طور جداگانه مطابق بند ۱۰-۲ به‌کار رفته است.

$$\omega_{TOCdm} = \omega_{TOC} \times \frac{100}{100 - w} \quad (3)$$

که در آن:

- $\omega_{TOCdm}$  مقدار TOC بر مبنای کربن، محاسبه شده بر اساس ماده خشک بر حسب گرم بر کیلوگرم؛
- $\omega_{TOC}$  مقدار TOC به‌عنوان کربن در نمونه اصلی بر حسب گرم بر کیلوگرم؛
- $w$  مقدار آب نمونه اصلی مطابق بند ۱۰-۲ به‌عنوان کسری از درصد.

مقدار TOC معمولاً بر اساس نمونه غیرخشک اندازه‌گیری می‌شود. اما همیشه به‌عنوان کربن بر اساس ماده خشک گزارش می‌شود. نتایج معادله ۳ بر حسب گرم بر کیلوگرم بیان می‌شوند. نتایج می‌توانند به سایر واحدها با استفاده از عوامل مناسب تبدیل شوند.

## ۱۱ روش انجام آزمون ( روش ب )

### ۱-۱۱ آماده سازی نمونه

بند ۱-۱۰ را ببینید.

### ۲-۱۱ مقدار آب

بند ۲-۱۰ را ببینید.

### ۳-۱۱ اندازه‌گیری

#### ۱-۳-۱۱ کلیات

این استاندارد، هیچ‌گونه توصیه پیشنهادی در رابطه با ساختار دستگاه و روش استفاده از آن ارائه نمی‌دهد. توصیه می‌شود مشخصه‌های کارکردی مطابق دستورکارهای سازنده انتخاب و بررسی شوند. توصیه می‌شود وزن نمونه تا حد ممکن زیاد بوده و مقدار کربن دی‌اکسید آزاد شده باید به‌گونه‌ای انتخاب شود که با محدوده کاری تجهیزات و/یا کالیبراسیون مطابقت داشته باشد.

اندازه‌گیری‌های TOC حداقل دو مرتبه انجام می‌شود. بهتر است اختلاف بین مقادیر حداکثر ۱۰٪ میانگین باشد. در غیر این صورت حداقل یک اندازه‌گیری دیگر لازم است که بهتر است ضریب تغییرات حداکثر ۱۰٪ باشد، در غیر این صورت ضریب تغییرات باید به همراه نتیجه گزارش شود.

#### ۲-۳-۱۱ حذف کربن معدنی و اندازه‌گیری TOC

نمونه آماده شده را مطابق بند ۱-۱۱ در ظرف مناسبی، (قایق یا بوتله ساخته شده مثلاً از جنس سرامیک، شیشه سیلیکا، پلاتین یا قلع) وزن کنید.

به منظور به حداقل رساندن مقادیر شاهد کربن، می‌توان ظرف را از قبل به‌وسیله گرم کردن در گرم‌خانه مافل یا خود دستگاه TC پیش‌آماده سازی کرد.

به منظور حذف کربن معدنی، قبل از اندازه‌گیری TOC، نمونه را به دقت و با حجم کمی از اسید معدنی غیر اکسنده ( بند ۷-۱۰) واکنش دهید.

به منظور جلوگیری از تشکیل کف و پاشش نمونه، اسید را به آهستگی اضافه کنید. اسید را تا حد ممکن کم، به اندازه‌ای که سبب خیس خوردن تمام نمونه شود، اضافه کنید تا کربن معدنی به‌طور کامل حذف شود.

اگر مرطوب کردن با اسید مشکل است، از قبل نمونه را با حداقل مقدار آب مرطوب کنید. رطوبت ممکن است تا حدودی قبل از احتراق برطرف شود. دما طی آماده‌سازی نمونه نباید از  $40^{\circ}\text{C}$  بیش‌تر شود.



نمونه به واحد احتراق منتقل می‌شود و به منظور حذف رطوبت، به دقت گرم می‌شود. با برنامه دهی دمای کوره یا با قرار دادن آرام نمونه در واحد احتراق، می‌توان رطوبت را حذف کرد. سپس نمونه در محفظه گاز حامل حاوی اکسیژن سوزانده می‌شود. برای تبدیل کامل کربن آلی به کربن دی‌اکسید، دمای احتراق باید به اندازه کافی بالا باشد. استفاده از اصلاح‌کننده‌هایی مانند قلع و مس ممکن است باعث افزایش بازیابی شود.

محدوده دمایی دستگاه‌های در دسترس تجاری بین  $900^{\circ}\text{C}$  تا  $1500^{\circ}\text{C}$  می‌باشد.

در طی احتراق نمونه‌های واکنش‌پذیر، می‌توان به‌وسیله پوشش نمونه با یک ماده بی‌اثر مثل شن سیلیکا از انفجار یا دود کردن جلوگیری کرد.

کربن دی‌اکسید آزاد شده طی احتراق با استفاده از یکی از روش‌های آشکارسازی در بند ۴ اندازه‌گیری می‌شود و بر حسب کربن بیان می‌شود.

خوردگی دستگاه احتراق ممکن است به دلیل اسید باقی‌مانده در نمونه صورت گیرد. رسوبات نمکی ممکن است سیستم را آلوده کنند.

#### ۴-۱۱ کالیبراسیون

کالیبراسیون برای TOC باید مطابق کالیبراسیون TC (بند ۱۰-۴) صورت گیرد. انتخاب مواد کالیبراسیون مشابه است.

#### ۵-۱۱ اندازه‌گیری‌های کنترل

توصیه می‌شود اندازه‌گیری‌های شاهد در هر روز کاری با استفاده از روش مخلوط شاهد ب (بند ۷-۹) مطابق بند ۱۱-۳-۲ انجام شوند.

یک غلظت از ناحیه میانی محدوده کاری را تجزیه کنید (سه مرتبه تکرار کافی است). میانگین بازیابی شده برای روش TOC کل باید بین ۹۰٪ و ۱۱۰٪ با ضریب تغییرات حداکثر ۱۰٪ باشد. در صورت استفاده از نمودارهای شاهد یک اندازه‌گیری در هر دسته کافی است.

یک مقدار شاهد باید برای همه وسایل و مواد استفاده شود. در صورت لزوم این شاهد باید در نظر گرفته شود. در صورتی که نتایج بازیابی‌های موردنیاز حاصل نشد، معیارهای زیر می‌تواند موثر باشد:

#### تجزیه TOC:

- بررسی همگن بودن مخلوط کنترل
- بررسی کالیبراسیون
- افزایش دمای احتراق
- کاهش جریان گاز حامل
- تقویت یک جریان آشفته در لوله احتراق
- استفاده از اصلاح‌کننده‌ها
- استفاده از اکسایش تاخیری گازهای احتراقی به‌وسیله کاتالیزورها

## حذف کربنات‌ها

- کاهش دمای خشک کردن نمونه اسیدی
- کاهش زمان خشک کردن نمونه اسیدی
- حذف مرحله خشک کردن

## ۶-۱۱ ارزیابی

مقادیر جرم نمونه‌های آماده شده مطابق بند (۱۰-۱-الف) یا (۱۰-۱-ب) از موارد زیر محاسبه می‌شوند:

- تابع کالیبراسیون و جرم نمونه، در صورتی که از روش‌های آشکارسازی نسبی استفاده شود.
- ثابت‌های ویژه و جرم نمونه، در صورتی که از روش‌های آشکارسازی مطلق استفاده شود.

نتایج TOC به‌عنوان میانگین در حداقل دو اندازه‌گیری برای هر کدام گزارش می‌شوند. بهتر است تفاوت مربوط به دو مقدار حداکثر ۱۰٪ میانگین باشد. در غیر این‌صورت حداقل یک اندازه‌گیری دیگر لازم است، در این صورت بهتر است ضریب تغییرات به همراه نتیجه گزارش شود.

TOC بر اساس ماده خشک مطابق معادله ۴ محاسبه می‌شود. به این منظور مقدار آب به‌طور جداگانه مطابق بند (۱۰-۲) اندازه‌گیری می‌شود. در صورت لزوم یک ضریب رقت حاصل از آماده سازی نمونه استفاده می‌شود.

$$\omega_{TOCdm} = f \times \varpi_{TOC} \times \frac{100}{100 - W} \quad (۴)$$

که در آن:

$\omega_{TOCdm}$  مقدار TOC بر مبنای کربن، محاسبه شده بر اساس ماده خشک بر حسب گرم بر کیلوگرم؛

$f$  ضریب رقت حاصل از آماده سازی نمونه از نمونه اصلی مطابق بند (۱۰-۱-ب) و طبق معادله ۲؛

$\varpi_{TOC}$  مقدار میانگین TOC بر مبنای کربن نمونه آماده مطابق بند (۱۰-۱) بر حسب گرم در هر کیلوگرم؛

$W$  مقدار آب نمونه اصلی مطابق بند (۱۰-۲) بر مبنای کسری از درصد.

مقدار TOC معمولاً بر اساس نمونه خشک نشده اندازه‌گیری می‌شود. اما همیشه بر مبنای کربن بر اساس ماده خشک گزارش می‌شود. نتایج معادله ۴ بر اساس گرم بر کیلوگرم بیان می‌شوند. نتایج می‌توانند با استفاده از ضرایب مناسب به سایر واحدها تبدیل شوند.

۱۲ مشخصه‌های عملکردی

داده‌های عملکردی روش الف و ب در یک مطالعه بین مقایسه‌ای ارائه شده روی پنج نمونه از پسماند و لجن و یک مخلوط سنتزی که در سال ۱۹۹۹ انجام گرفته است در جدول ۱ ارائه شده است.

جدول ۱- اطلاعات عملکردی (روش الف و ب)

نمونه	$P$	$N$	$O$ (%)	$m$ (%) (wdr)	$s_R$ (%) wdr	$S_R$ (%)	$s_r$ (%) wdr	$S_r$ (%)
روش الف								
S1	۲۰	۷۶	۰	۸,۶۶۲	۰,۷۶۱۴	۸,۷۷۹	۰,۱۸۵۴	۲,۱۴
S2	۲۰	۷۶	۱	۷,۷۹۸	۱,۴۹۲۵	۱۹,۱۴	۰,۱۷۱۶	۲,۲۰
S3	۱۹	۷۳	۵	۳,۶۳۱	۰,۵۵۴۸	۱۵,۲۸	۰,۱۲۰۵	۳,۳۲
S4	۱۸	۷۱	۸	۳,۳۳۳	۰,۴۰۲۹	۱۲,۰۹	۰,۱۳۰۳	۳,۹۱
S5	۱۹	۷۱	۰	۷,۵۵۹	۱,۸۲۳۹	۲۴,۱۳	۰,۳۴۰۹	۴,۵۱
S6	۱۹	۷۱	۵	۶,۷۵۹	۰,۸۴۰۸	۱۲,۴۴	۰,۲۱۵۶	۳,۱۹
روش ب								
S1	۱۰	۴۰	۲۰	۸,۳۳۲	۰,۴۸۷۴	۵,۸۵	۰,۲۳۱۶	۲,۷۸
S2	۱۲	۴۶	۸	۸,۴۹۸	۰,۸۳۵۴	۹,۸۳	۰,۲۵۰۷	۲,۹۵
S3	۱۱	۴۲	۱۶	۳,۷۷۹	۰,۹۹۰۵	۲۶,۲۱	۰,۱۶۲۹	۴,۳۱
S4	۱۰	۴۰	۲۰	۳,۴۱۳	۰,۴۷۹۲	۱۴,۰۴	۰,۱۷۸۲	۵,۲۲
S5	۱۳	۵۰	۰	۷,۹۰۳	۱,۶۵۸۸	۲۰,۹۹	۰,۴۹۳۹	۶,۲۵
S6	۱۱	۴۳	۱۲	۶,۳۲۷	۱,۶۴۸۲	۲۹,۰۵	۰,۲۴۶۱	۳,۸۹
راهنما:								
(۱) = ۹,۱٪ (مقدار تئوری)								
$P$	تعداد آزمایشگاه‌ها							
$N$	تعداد مقادیر مشاهده شده							
$O$	درصد داده‌های پرت							
$m$	میانگین کلی							
$W_{dr}$	ماده خشک							
$s_R$	تخمین تجدیدپذیری انحراف استاندارد							
$s_r$	تخمین تکرارپذیری انحراف استاندارد							
$S_R$	تخمین تجدیدپذیری نسبی انحراف استاندارد							
$S_r$	تخمین تکرارپذیری نسبی انحراف استاندارد							

## ۱۳ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

- ۱-۱۳ روش آزمون استفاده شده مطابق این استاندارد ملی ایران (روش الف یا ب)؛
- ۲-۱۳ کل جزئیات لازم برای شناسایی کامل نمونه؛
- ۳-۱۳ نتایج آزمون به ترتیب مطابق بند ۱۰-۶ یا ۱۱-۶؛
- ۴-۱۳ هر گونه انحراف از روش آزمون مشخص شده به همراه شرایط محیطی که ممکن است نتیجه را تحت تاثیر قرار دهد؛
- ۵-۱۳ تاریخ انجام آزمون؛
- ۶-۱۳ نام و نام خانوادگی و امضای آزمون‌گر.

## پیوست الف

(اطلاعاتی)

### نتایج اضافی آزمون‌های بین آزمایشگاهی

الف-۱ تاثیر دما و اصلاح کننده‌ها بر تخریب باریم کربنات بعنوان مثالی برای یک ترکیب نسوز

جدول الف-۱-تاثیر دما و اصلاح کننده‌ها بر تخریب باریم کربنات

۱۳۰۰°C	۱۱۰۰°C	۹۰۰°C	-	-
TC %			نسبت BaCO <sub>3</sub> به اصلاح کننده	اصلاح کننده
۵٫۸	<۰٫۱	<۰٫۱	-	بدون اصلاح کننده
۶۳	۶۳	۶۳	۱ به ۲	وانادیم پنتااکسید
۶۳	۶۰	<۰٫۱	۱ به ۲	تنگستن اکسید
۶۲	۵٫۵	-	۱ به ۱ به ۳	مس/تنگستن
۶۰	-	۶۰	۱ به ۱۰	قلع

نتیجه:

استفاده از اصلاح کننده‌ها سبب افزایش بازیابی TC برای کربنات‌های حاصل از تجزیه، در دماهای بالا می‌شود.

الف-۲ تاثیر آلومینیم اکسید یا سدیم سولفات استفاده شده برای آماده‌سازی نمونه بر بازیابی TOC  
یک نمونه واقعی مرطوب (کیک صافی)، توسط چندین آزمایشگاه بررسی شد. آزمایشگاه‌ها از آلومینیم اکسید و سدیم سولفات برای آماده‌سازی نمونه استفاده کردند (بند ۱۰-۱ و ۱۱-۱ را ببینید). به منظور دستیابی به پودر گرانوله لازم است که نمونه مرطوب یا خمیر مانند را با آلومینیم اکسید به نسبت ۳ به ۱، یا با سدیم سولفات به نسبت ۴ به ۱ تا ۱۴ به ۱ مخلوط کنید.

جدول الف-۲- تاثیر آلومینیم اکسید یا سدیم سولفات استفاده شده در آماده سازی نمونه بر بازیابی TOC

TOC						TC			شناسه آزمایشگاه
روش ب %			روش الف %			%			
نمونه+سدیم سولفات	نمونه+آلومینیم اکسید	نمون اصلی	نمونه+ سدیم سولفات	نمونه+ آلومینیم اکسید	نمونه اصلی	نمونه+ سدیم سولفات	نمونه+ آلومینیم اکسید	نمونه اصلی	-
۱۱،۰	۱۲،۳	۱۱،۴	-	-	-	۱۱،۳	۱۲،۸	۱۱،۷	۱
-	-	-	۱۰،۹	۱۱،۶	۱۱،۵	۱۱،۰	۱۱،۹	۱۱،۸	۲
-	۱۱،۷	۱۱،۷	-	۱۱،۶	۱۱،۴	-	۱۱،۹	۱۱،۶	۳
-	۱۱،۳	۱۲،۰	۱۱،۵	۱۱،۸	۱۱،۸	۱۱،۶	۱۲،۱	۱۲،۰	۴
-	-	-	۱۱،۴	۱۱،۵	۱۰،۸	۱۱،۴	۱۱،۶	۱۱،۱	۵
-	-	-	۱۰،۵	۱۱،۸	۱۱،۶	۱۰،۶	۱۲،۰	۱۱،۹	۶
۵،۸	۱۲،۷	۹،۷	-	-	-	۱۰،۷	۱۳،۸	۱۲،۹	۷
-	-	-	۱۰،۶	۱۱،۴	۱۱،۷	۱۰،۷	۱۱،۷	۱۱،۸	۸
-	-	-	۱۰،۶	۱۱،۰	۱۱،۵	۱۰،۶	۱۱،۱	۱۱،۶	۹
۸،۴	۱۲،۰	۱۱،۲	۱۰،۹	۱۱،۵	۱۱،۵	۱۱،۰	۱۲،۱	۱۱،۸	میانگین
-	۰،۶۲	۱،۰۳	۰،۴۴	۰،۲۸	۰،۳۳	۰،۴۰	۰،۷۸	۰،۴۸	انحراف استاندارد
-	۵٪	۹٪	۴٪	۲٪	۳٪	۴٪	۶٪	۴٪	ضریب تغییرات

نتایج:

- استفاده از سدیم سولفات برای آماده سازی نمونه منجر به موارد زیر می شود:
- احتراق بالای سدیم سولفات برای به دست آوردن یک پودر گرانوله
  - حد بالاتری از اندازه گیری
  - کاهش کلی نتایج در مقایسه با نتایج حاصل از نمونه اصلی آماده نشده
- استفاده از آلومینیم اکسید برای آماده سازی نمونه نتایج کوچک تری را در مقایسه با نمونه های اصلی آماده نشده به وجود می آورد و معایب اشاره شده فوق را نشان نمی دهد.

### الف-۳ تاثیر نسبت TIC/TOC روی بازیابی و ضریب تغییرات

مخلوط های سنتزی شامل نسبت های متفاوتی از کلسیم کربنات، گلوکز و آلومینیم اکسید (نسبت های TIC به TOC ۱:۱ تا ۵۰:۱) توسط چندین آزمایشگاه بررسی شده اند جداول الف-۳-۱ و الف-۳-۲ را ببینید.

جدول الف-۳-۱- روش الف: تاثیر نسبت TIC/TOC بر بازیابی و ضریب تغییرات

		شناسه آزمایشگاه									
		۶	۵	۴	۳	۲	۱	مورد انتظار		نسبت TIC:TOC	
ضریب تغییرات	بازیابی	میانگین	یافت شده								
۱٪	۹۸٪	۹,۸۵	۹,۹۴	۹,۷	۹,۹	۹,۷	۱۰,۰	۹,۹	۱۰	۵:۵	اندازه گیری های ٪، TIC
۱٪	۹۹٪	۵,۹۴	۵,۹۲	۵,۹	۵,۹	۵,۹	۶,۰	۶,۱	۶	۵:۱	
۰٪	۹۹٪	۵,۴۵	۵,۴۳	۵,۵	۵,۵	۵,۵	۵,۵	۵,۴	۵,۵	۵: ۰,۵	
۱٪	۹۸٪	۵,۰۲	۴,۹۹	۵,۰	۵,۰	۵,۰	۵,۱	۵,۱	۵,۱	۵: ۰,۱	
۴٪	۹۶٪	۴,۷۸	۴,۸۹	۴,۸	۴,۹	۴,۸	۵,۰	۴,۴	۵	۵:۵	اندازه گیری های ٪، TIC
۱٪	۹۸٪	۴,۹۰	۴,۸۸	۴,۹	۴,۹	۴,۹	۵,۰	۴,۸	۵	۵:۱	
۲٪	۹۹٪	۴,۹۳	۴,۸۶	۵,۰	۵,۱	۴,۸	۵,۰	۴,۹	۵	۵: ۰,۵	
۱٪	۹۸٪	۴,۸۹	۴,۹۰	۴,۹	۴,۹	۴,۸	۵,۰	۴,۹	۵	۵: ۰,۱	
۵٪	۱۰۱٪	۵,۰۶	۵,۰۵	۴,۹	۵,۰	۴,۹	۵,۰	۵,۵	۵	۵:۵	نتایج TOC، ٪
۹٪	۱۰۵٪	۱,۰۵	۱,۰۴	۱,۰	۱,۰	۱,۰	۱,۰	۱,۲	۱	۵:۱	
۲۰٪	۱۰۴٪	۰,۵۲	۰,۵۷	۰,۴	۰,۴	۰,۷	۰,۵	۰,۶	۰,۵	۵: ۰,۵	
۵۱٪	۱۱۳٪	۰,۱۱	۰,۰۸	۰,۲	۰,۰	۰,۲	۰,۱	۰,۱	۰,۱	۵: ۰,۱	

جدول الف-۳-۲- روش ب: تاثیر نسبت TIC/TOC بر بازیابی و ضریب تغییرات

		شناسه آزمایشگاه								
		E	D	C	B	A	مورد انتظار		نسبت TIC:TOC	
ضریب تغییرات	بازیابی	میانگین	یافت شده							
۷٪	۹۸٪	۴,۹۱	۴,۵	۴,۵	۵,۰	۵,۱	۵,۳	۵	۵:۵	اندازه گیری- های TOC ٪
۲۰٪	۱۰۵٪	۱,۰۵	۰,۹	۰,۹	۱,۰	۱,۱	۱,۴	۱	۵:۱	
۳۲٪	۱۱۴٪	۰,۵۷	۰,۴	۰,۹	۰,۵	۰,۵	۰,۶	۰,۵	۵: ۰,۵	
۶۵٪	۱۳۷٪	۰,۱۴	۰,۱	۰,۳	۰,۱	۰,۱	۰,۰	۰,۱	۵: ۰,۱	

نتیجه:

نسبت TIC به TOC تا مقدار ۱ به ۱۰، بازیابی ها و ضرایب تغییرات مناسبی را برای هر دو روش (الف و ب) به دست داده است. در این محدوده تفاوت معنی داری بین دو روش وجود ندارد.

**الف-۴ روش الف: بازیابی TOC برای مخلوط شاهد الف (بند ۷-۸)**

یک مخلوط سنتزی از سدیم کربنات،  $\text{Na}_4\text{-EDTA}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$  و آلومینیم اکسید ( $\text{TOC}=\text{TIC}=\delta\%$ ) توسط هفت آزمایشگاه با استفاده از روش الف تجزیه شده‌اند. نتایج در جدول الف-۴ آورده شده است.

**جدول الف-۴- روش الف: بازیابی TOC برای مخلوط شاهد**

شناسه آزمایشگاه	TC (%)	بازیابی (%)	TIC	بازیابی (%)	TOC (%)	بازیابی (%)
۱	۹۴	۹۴	۴۷	۹۴	۴٫۸	۹۵
۲	۹۹	۹۹	۴٫۸	۹۹	۵٫۲	۱۰۴
۳	۹۴	۹۴	۵٫۰	۹۴	۴٫۴	۸۸
۴	۹٫۸	۹۸	۴٫۹	۹۸	۴٫۹	۹۸
۵	۱۰٫۱	۱۰۱	۴٫۹	۹۷	۵٫۳	۱۰۶
۶	۹٫۸	۹۸	۴٫۹	۹۷	۵٫۰	۱۰۰
۷	۹٫۶	۹۶	۴٫۶	۹۹	۴٫۶	۹۲
مورد انتظار	۱۰	-	۵	-	۵	-
میانگین	۹٫۷۱	۹۷	۴٫۸۴	۹۷	۴٫۸۷	۹۷
انحراف استاندارد	۰٫۲۸	-	۰٫۱۰	-	۰٫۳۱	-
ضریب تغییرات	۳٪	-	۲٪	-	۶٪	-

نتیجه:

برای روش الف بازیابی‌های موردنیاز بطور کلی حاصل شد.

**الف-۵- روش ب: تاثیر دما طی حذف تاثیر کربن معدنی بر بازیابی TOC**

مخلوط کنترل ب (بند ۷-۹) با یک مقدار قابل انتظار از ۶۶٫۶٪ توسط یکی از آزمایشگاه‌ها با استفاده از دستورکار روش ب تجزیه شد (بند ۱۱-۳-۲).

**جدول الف-۵- روش ب: تاثیر دما طی حذف کربن معدنی بر بازیابی TOC**

بازیابی (%)	TOC (%)	دما (°C)
۹۹	۶٫۶	۲۰
۹۸	۶٫۵	۳۰
۹۴	۶٫۳	۴۰
۸۰	۵٫۳	۵۰
۶۲	۴٫۱	۷۰

نتیجه:

دماهای بالاتر از ۴۰ °C در جریان حذف کربن معدنی، منجر به بازیابی ضعیف TOC می‌شود. جدول الف-۵ را ببینید.