



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۰۸۲۸

چاپ اول

۱۳۹۴

INSO

20828

1st.Edition

2016

پسماندها - استخراج ناپیوسته متوالی با
آب - روش آزمون

Waste- Sequential Batch Extraction with Water- Test
Method

ICS: 23.100.01;83.140.01

استاندارد ملی ایران شماره ۲۰۸۲۸ : ۱۳۹۴

سازمان ملی استاندارد ایران

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

صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران - ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۱۰۳ و ۸۸۸۸۷۰۸۰

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 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.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران 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. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های 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.

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

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

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدورگواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه 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، 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 for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

« پسماندها - استخراج ناپیوسته متوالی با آب - روش آزمون »

رئیس:

امینی، سیروس
(دکتری مهندسی مکانیک)

دانشگاه تبریز

دبیر:

ملازاده، میکائیل
(دکتری شیمی)

اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

عابدین زاده، اعلاء
(کارشناسی ارشد مکانیک)

اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی

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

سازمان مدیریت پسماند شهرداری تبریز

فولاد پنجه، اکبر
(کارشناسی ارشد مهندسی مکانیک)

اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی

قربانی، مصطفی
(دکتری شیمی)

دانشگاه صنعتی مالک اشتر

امیر محمد گوگانیان
(دکتری شیمی)

شرکت کیمیا گستر نوین آزما

علیرضا، ابراهیمی
(کارشناسی ارشد مکانیک)

دانشگاه تبریز

ملازاده، سمانه
(مهندسی طراحی صنعتی)

شرکت پارس فناوران انرژی

طالعی مهربانی، علیرضا
(کارشناسی شیمی کاربردی)

وزارت صنعت معدن تجارت

اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی

ابازری، محسن
(کارشناسی ارشد میکروبیولوژی)

ویراستار:

اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی

قدیمی، فریده
(کارشناسی ارشد شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
۱	پیش‌گفتار
۲	۱ هدف و دامنه کاربرد
۲	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۳	۴ اصول آزمون
۴	۵ وسایل
۶	۶ مواد و یا واکنشگرها
۷	۷ نمونه برداری
۸	۸ آماده سازی نمونه
۹	۹ روش آزمون
۱۳	۱۰ محاسبات
۱۵	۱۱ تعریف متغیرها
۱۶	۱۲ گزارش
۱۸	۱۳ دقت و اریبی

پیش‌گفتار

استاندارد « پسماندها- استخراج متوالی با آب- روش آزمون » که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط تهیه و تدوین شده است، در هشتاد و هفتمین اجلاس هیئت کمیته ملی استاندارد محیط زیست مورخ ۹۴/۱۱/۱۴ تصویب شد. اینک این استاندارد 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.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استاندارد‌های ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهند 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 مأخذی که برای تهیه و تدوین این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ASTM D 4793: 2009, Standard Test Method for Sequential Batch Extraction of Waste with Water.

پسماندها - استخراج متوالی با آب - روش آزمون

هشدار - کاربران این استاندارد ملی ایران باید به مسائل معمول آزمایشگاهی آشنا باشند. در این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی نوشته نشده است. در صورت وجود چنین مواردی، مسئولیت برقراری شرایط مناسب ایمنی و سلامتی و اطمینان از اجرای آن بر عهده کاربر این استاندارد می باشد.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، ارائه روش فروشویی متوالی پسماندهای حاوی حداقل ۵ درصد مواد جامد است که برای تهیه محلول آبی مورد استفاده برای اندازه‌گیری مواد فروشویی شده تحت شرایط آزمون مشخص شده استفاده می شود.

در این روش آزمون وزن معلومی از پسماند با آبی دارای خلوص مشخص مخلوط و تکان داده می‌شود و سپس فاز آبی برای آنالیز جداسازی می‌شود. این روش ده مرتبه به صورت متوالی بر روی یک پسماند انجام شده و ده محلول آبی تولید می‌شود.

این روش آزمون تنها برای توصیف روش انجام استخراج ناپیوسته متوالی در نظر گرفته شده است و همه الزامات نمونه‌برداری و تجزیه‌ای را که ممکن است با بکارگیری آن در ارتباط باشند، تشریح نمی‌کند.

این استاندارد برای تهیه محصولات استخراج که نمایاننده شیرابه واقعی حاصل از پسماند در محل‌های دفع، یا برای تولید محصولات استخراج که به عنوان تنها پایه طراحی مهندسی استفاده می‌شود، کاربرد ندارد.

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 می‌شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای 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, D 75 Practice for Sampling Aggregates.

2-2 ASTM, D 420 Guide to Site Characterization for Engineering Design and Construction Purposes.

2-3 ASTM, D 653 Terminology Relating to Soil, Rock, and Contained Fluids.

2-4 ASTM, D 1129 Terminology Relating to Water.

2-5 ASTM, D 1193 Specification for Reagent Water.

2-6 ASTM, D 2216 Test Methods for Laboratory Determination of Water (Moisture) Content of Soil and Rock by Mass.

2-7 ASTM, D 2234/D 2234M Practice for Collection of a Gross Sample of Coal.

2-8 ASTM, D 2777 Practice for Determination of Precision and Bias of Applicable Test Methods of Committee D19 on Water.

2-9 ASTM, D 3370 Practices for Sampling Water from Closed Conduits.

۳ اصطلاحات و تعاریف

۱-۳ تعاریف

۱-۱-۳ در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف تعیین شده در استاندارد ASTM D1129 به کار می‌رود.

۲-۳ نمادها

۱-۲-۳ متغیرهای بیان شده در این استاندارد در بندهای مستقلى که مورد بحث قرار گرفته‌اند، تعريف شده است. همچنین فهرستی از متغیرهای تعريف شده، در بند ۱۱ آورده شده است.

۲-۲-۳ توصیف متغیرها:

\bar{X}_t مقدار میانگین کل

\bar{X}_a مقدار میانگین تجزیه‌ای (با استفاده از داده‌های حاصل از تجزیه استانداردها محاسبه شده است)

S_{tt} انحراف استاندارد کل

S_{ta} انحراف استاندارد تجزیه‌ای

S_{te} انحراف استاندارد تخمینی نشات گرفته از روش استخراج

S_{ot} انحراف استاندارد کل یک آزمونگر واحد

S_{oa} انحراف استاندارد تجزیه‌ای یک آزمونگر واحد

S_{oe} انحراف استاندارد تخمینی آزمونگر واحد نشات گرفته از روش استخراج

۴ اصول آزمون

۴-۱ این روش آزمون به عنوان ابزاری برای به دست آوردن محصولات استخراج‌های متوالی پسماندها، در نظر گرفته شده است. محصولات استخراج ممکن است برای تخمین میزان آزاد شدن بعضی ترکیبات پسماند، تحت شرایط آزمایشگاهی توصیف شده در این استاندارد استفاده شود.

۴-۲ این استاندارد برای شبیه‌سازی شرایط فروشویی در یک محل خاص و شبیه‌سازی شرایط محل دفع واقعی فروشویی در نظر گرفته نشده است.

۴-۳ در این آزمون pH نهایی هریک از محصولات استخراج، برهم‌کنش استخراج کننده با ظرفیت بافری پسماند را نشان می‌دهد.

۴-۴ محصولات استخراج با آب شرایطی را که در آن پسماند، فاکتور غالب در تعیین PH محصولات استخراج است، نشان می‌دهد.

۴-۵ در این روش آزمون، محصولات استخراجی تولید می‌شود که قابلیت اندازه‌گیری ترکیبات عمده و جزئی وجود دارند. هنگام اندازه‌گیری ترکیبات جزئی، انجام اقدامات احتیاطی در نگهداری و جابجایی نمونه بسیار حائز اهمیت است تا از آلودگی احتمالی نمونه‌ها اجتناب شود.

۴-۶ قابلیت کاربرد این روش آزمون برای اجزای غیرآلی خاص در پسماند مورد آزمون قرار گرفته است ولی برای مواد آلی، مواد فرار یا نمونه‌های فعال بیولوژیکی مورد آزمون قرار نگرفته است.

۴-۷ روش تکان دادن، سرعت، نسبت مایع به جامد و شرایط فیلتراسیون مشخص شده در روش، ممکن است برای استخراج تمام انواع پسماندها مناسب نباشد (به بندهای ۷، ۸ و مباحث مطرح شده در پیوست الف مراجعه کنید).

۵ وسایل

۵-۱ خط‌کش (مانند یک خط‌کش چوبی لبه صاف).

۵-۲ صفحه نفوذناپذیر از جنس کاغذ براق، پارچه مشمع، یا مواد انعطاف‌پذیر دیگری که با ترکیب مناسب نسبت به آنالیت مورد نظر.

۳-۵ صفحات یا سینی خشک کن، برای هر پسماند دو عدد (برای مثال، تشتک آلومینیومی، ظروف چینی، یا تشتک توزین شیشه‌ای)، مناسب برای پسماندهای مورد آزمون و طبق دستورالعمل ارائه شده در بند ۹-۲.

۴-۵ گرم‌خانه خشک‌کن، هر نوع گرم‌خانه خشک‌کن کنترل شده دم‌پای قادر به حفظ دما در حد ± 2 درجه سلسیوس در گستره دمایی بین ۱۰۰ تا ۱۱۰ درجه سلسیوس.

۵-۵ دسیکاتور، داشتن ظرفیت برای نگهداری تشتک یا سینی خشک‌کن توصیف شده در بند ۳-۵ و بوتله توصیف شده در بند ۵-۸.

۶-۵ ترازوی آزمایشگاهی، قادر به توزین با دقت ۰/۱ گرم.

۷-۵ پیپت، با گنجایش ۱۰ میلی‌لیتر.

۸-۵ بوتله‌ها، برای هر پسماند، دو عدد بوتله چینی هر کدام به ظرفیت ۲۰ میلی‌لیتر.

۹-۵ ترازوی تجزیه‌ای، قادر به توزین با دقت ۰/۱ میلی‌گرم.

۱۰-۵ قیف شیشه‌ای بزرگ.

۱۱-۵ بطری شستشو، با ظرفیت ۵۰۰ میلی‌لیتر.

۱۲-۵ pH متر، هر نوع pH متری با قابلیت قرائت ۰/۰۱ واحد و دقت ± 0.05 واحد در دمای ۲۵ درجه سلسیوس قابل قبول است.

۱۳-۵ همزن مغناطیسی، از هر نوع همزنی که با سرعت (0.3 ± 0.5) هرتر ظرف استخراج‌کننده با دو انتهای بسته را بچرخاند، طوری که محور چرخشی آن افقی بوده و به مرکز ظرف اعمال شود (به شکل ۱، و به مبحث همزن در پیوست الف مراجعه کنید).

یادآوری ۱- می‌توان از دستگاه‌های مشابه با آرایش محوری مختلف، به شرطی که هم‌ترازی آنها اثبات شود، استفاده کرد.

۱۴-۵ سیستم فیلتراسیون فشاری، وسیله فیلتراسیون فشاری با ترکیب مناسب برای ماهیت تجزیه‌ای انجام شده و مجهز به فیلترهای با اندازه منافذ ۰/۴۵ یا ۰/۸ میکرومتر (به یادآوری ۷، بند ۹-۴ مراجعه کنید).

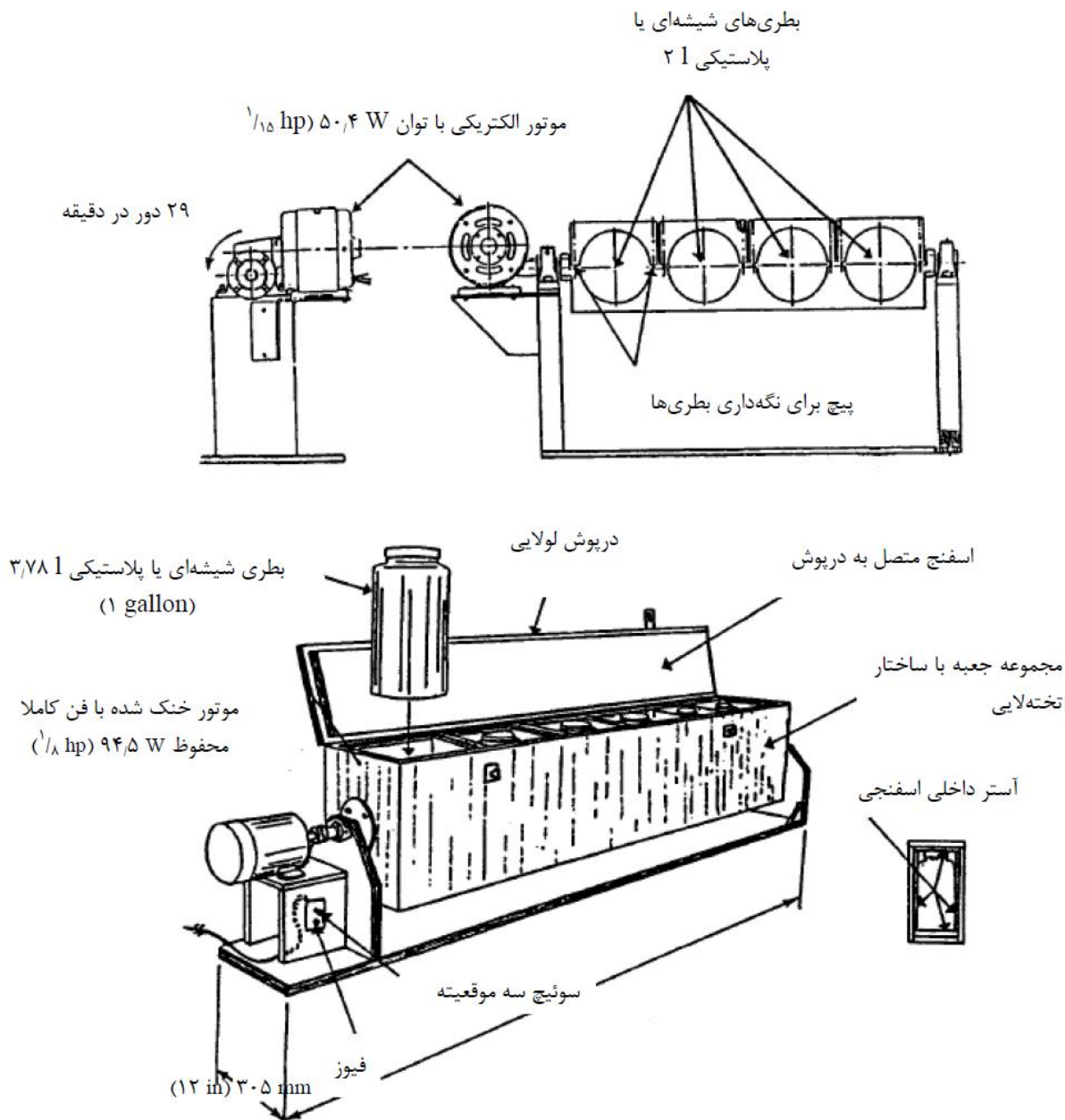
۱۵-۵ ظرف استخراج، استوانه‌ای، دهانه‌گشاد، با ترکیب مناسب برای ماهیت پسماند و تجزیه انجام شده، همچنین ساخته شده از موادی که جذب ترکیبات مورد آزمون نشده و به اندازه کافی در برابر ضربه‌ی ناشی از برخورد اجزا، مقاوم باشد. اندازه ظرف باید طوری انتخاب شود که نمونه به علاوه مایع استخراج حدود ۹۵ درصد

از ظرف را اشغال کند. ظروف باید در پوش آب بند داشته باشد. مخازن نمونه‌هایی که ممکن است گاز تولید کنند باید یک مکانیسم تخلیه مناسبی داشته باشد.

یادآوری ۲- اندازه قطر ظروف مناسب در گستره ۱۰ تا ۱۱ سانتی متر و ارتفاع آنها ۲۲ تا ۳۳ سانتی متر می‌باشد.

یادآوری ۳- تخلیه مخزن، باید توانایی لازم برای مقاومت در برابر ترکیبات فرار غلیظ موجود در محصولات استخراج را داشته باشد.

۵-۱۵-۱ ظروف استخراج باید متناسب با روش تجزیه‌ای تمیز شوند. به بند ۱۳ استاندارد ASTM D3370 مراجعه کنید.



شکل ۱- استخراج کننده

۶ مواد و/یا واکنشگرها

۶-۱ خلوص واکنشگرها، در تمام مدت آزمون باید از واکنشگرهای با درجه آزمایشگاهی استفاده شود. از واکنشگرهای دیگر به شرطی که دارای خلوص کافی باشند، می‌توان استفاده کرد.

۶-۲ خلوص آب، جز در مواردی که طور دیگری مشخص شود، باید از آب نوع ۴ در دمای ۱۸ تا ۲۷ درجه سلسیوس مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ استفاده شود. توصیه می‌شود روشی که آب تهیه می‌شود شامل تقطیر، مبادله یونی، اسمز معکوس، الکترودیالیز، یا ترکیبی از این‌ها باشد که در طول آزمون باید ثابت باقی بماند.

۷ نمونه برداری

۷-۱ نمونه برداری را مطابق با استاندارد مرتبط هر صنعت انجام دهید (به استانداردهای ملی ایران شماره ۲۳۴۷ و شماره ۱۱۲۶۷ و استانداردهای ASTM شماره D2234 و D 2234 مراجعه کنید).

۷-۲ اگر روش خاصی در دسترس نبود، برای مواد با شکل فیزیکی مشابه از یک روش نمونه برداری استفاده کنید.

۷-۳ مقدار نمونه ارسالی به آزمایشگاه باید برای تعیین محتوای مواد جامد که در بند ۹-۲ مشخص شده است، و تهیه ۱۰۰ گرم نمونه بر اساس وزن خشک برای هر استخراج، کافی باشد.

۷-۴ از آنجا که تغییرات مساحت سطح، تاثیر مستقیمی روی مشخصه‌های فروشویی نمونه دارد، حائز اهمیت است که نمونه پسماند نمایاننده مساحت سطحی، پسماند باشد. توزیع اندازه ذرات نمونه‌های پسماند باید گویا باشد.

یادآوری ۴- اطلاعات لازم برای به دست آوردن نمونه‌های نمایاننده را همچنین می‌توان در منابع علمی پیدا کرد.

۷-۵ به منظور جلوگیری از آلودگی نمونه یا اتلاف اجزاء سازنده، نمونه‌ها را قبل از استخراج، متناسب با نوع نمونه و آنالیز مورد نظر در ظروف بسته نگه‌داری کنید. برای راهنمایی به استاندارد ASTM D 3370 مراجعه کنید. شرایط نگهداری و روش جابجایی را در گزارش آزمون ثبت کنید.

۷-۶ زمان بین جمع‌آوری و استخراج نمونه باید با توجه به ماهیت نمونه و اطلاعات مورد نظر تعیین شود. برای راهنمایی به استاندارد ASTM D 3370 مراجعه کنید. فاصله زمانی بین جمع‌آوری نمونه و استخراج را گزارش کنید.

۸ آماده سازی نمونه

۸-۱ برای پسماندهای جامد ذره‌ای روان، نمونه‌ای به اندازه تقریبی یک چهارم نمونه دریافتی (بند ۷) به منظور آزمون روی یک ورقه نفوذناپذیر کاغذ روغنی، پارچه مشمع یا سایر مواد انعطاف پذیر به شرح زیر تهیه کنید:

۸-۱-۱ ظرف نمونه را در مرکز ورقه، خالی کنید.

۸-۱-۲ نمونه را با لبه‌ی صاف خط‌کش به آرامی پهن کنید تا زمانی که به عمق حداقل دو برابر حداکثر قطر ذره به طور یکنواخت پخش شود.

۸-۱-۳ نمونه را با بلند کردن یک گوشه ورقه و کشیدن آن از عرض، روبه پائین، به سمت گوشه مقابل به صورتی که مواد چندین بار روی یکدیگر غلتانده شده و صرفاً در طول نلغزند، مخلوط کنید. عملیات را با هر گوشه ورقه در جهت عقربه ساعت ادامه دهید. این کار را ده بار تکرار کنید.

۸-۱-۴ هر چهار گوشه ورقه را به سمت مرکز بلند کرده و هر چهار گوشه را با هم نگه دارید، کل ورقه را تا به شکل پاکتی برای نمونه در آید.

۸-۱-۵ مرحله ۲-۱-۸ را تکرار کنید.

۸-۱-۶ تا زمانی که نمونه به شکل یک توده گرد درآید، به آرامی نمونه را با یک خط‌کش به چهار قسمت تقسیم کنید. از وارد شدن فشار به این توده اجتناب کنید زیرا به ذرات آسیب می‌رساند.

۸-۱-۷ دیگر قسمت‌ها را دور بریزید.

۸-۱-۸ در صورتی که کاهش بیشتری در حجم نمونه لازم است، بندهای ۳-۱-۸ تا ۷-۱-۸ را تکرار کنید. از حجمی از نمونه استفاده کنید که در هر استخراج، ۱۰۰ گرم ماده جامد حاصل شود. برای ارزیابی اولیه، نمونه‌های بیش‌تری تهیه کنید. اگر از حجم کمتر نمونه‌ها استفاده شود، این واقعیت را گزارش کنید.

یادآوری ۵ - برای اطلاع از سایر روش‌های قابل قبول برای مخلوط کردن و نمونه‌گیری از پسماندهای حاوی ذرات روان به تئوری نمونه برداری و روش نمونه‌گیری پیرگری، جلد اول و دوم، نوشته شده توسط اف. پیکارد، انتشارات CRC، سال ۱۹۸۹ مراجعه شود. روش نمونه‌برداری باید با توجه به خواص فیزیکی پسماند، آنالیت مورد بررسی، و تجهیزات موجود تعیین شود.

۸-۲ برای پسماندهای جامد مغزه‌گیری شده میدانی یا قالب‌گیری شده که در آزمایشگاه تولید می‌شوند، یک بخش نمایاننده از نمونه با وزن تقریبی ۱۰۰ گرم برای آزمون به همراه نمونه‌هایی برای اندازه‌گیری مقدار جامدات برش دهید. نمونه را طوری شکل دهید که محلول فروشویی، مواد فروشویی شونده را پوشش دهد.

۳-۸ برای پسماندهای چندفازی، مخلوط شدن را به طور کامل انجام دهید تا از برداشته شدن نمونه نمایاننده اطمینان حاصل کنید. هم زمان با آزمایشها، نمونه‌هایی را برای ارزیابی اولیه بردارید.

۹ روش آزمون

۱-۹ توصیف فیزیکی نمونه مورد آزمون را به همراه اندازه ذرات تا حدی که معلوم است، ثبت کنید.

۲-۹ مقدار مواد جامد، مواد جامد دو بخش جداگانه‌ی نمونه را به شرح زیر تعیین کنید:

۱-۲-۹ دو ظرف یا تشتک مناسب با اندازه پسماند جامد مورد آزمون را، در دمای (2 ± 10.4) سلسیوس تا رسیدن به وزن ثابت خشک کنید. سپس درون یک دسیکاتور خنک کرده و وزن کنید. مقدار را تا $0.1 \pm$ گرم ثبت کنید.

۲-۲-۹ مقدار مناسبی از نمونه پسماند مورد آزمون را در هر یک از ظروف بریزید. وزن استفاده شده برای پسماند را بر اساس ویژگیهای فیزیکی پسماند اندازه بگیرید. حداقل از ۵۰ گرم استفاده کنید، ولی در صورتی که از ذرات با قطر متوسط ۱۰ میلی‌متر آزمون می‌شوند، از نمونه‌های با وزن بیشتر استفاده کنید (به استاندارد D ASTM 2216 مراجعه کنید).

۳-۲-۹ نمونه را به مدت ۱۶ تا ۲۰ ساعت در دمای 2 ± 10.4 سلسیوس خشک کنید. دما و مدت زمان خشک کردن را ثبت کنید.

۴-۲-۹ نمونه را درون یک دسیکاتور تا دمای اتاق خنک کرده و مجدداً وزن کنید. وزن را با دقت $0.1 \pm$ گرم ثبت کنید.

۵-۲-۹ مراحل زیربندهای ۳-۲-۹ و ۴-۲-۹ را تا ثابت شدن وزن نمونه‌های داخل ظروف تکرار کنید. پس از اتمام این مرحله، نمونه‌های خشک شده را دور بریزید.

۶-۲-۹ مقدار مواد جامد نمونه را از روی داده‌های حاصل از مراحل ۲-۲-۹ و ۴-۲-۹ را به شرح زیر محاسبه کنید:

$$S = A/B \quad (1)$$

که در آن:

A جرم نمونه پس از خشک کردن، بر حسب گرم،

B جرم اصلی نمونه، بر حسب گرم،

S مقدار جامد، بر حسب گرم بر گرم.

میانگین دو مقدار به دست آمده را محاسبه کرده و به عنوان مقدار جامد ثبت کنید.

۳-۹ مراحل استخراج، اگر این امکان وجود ندارد که تمامی مراحل استخراج بدون وقفه انجام شود، حداقل باید چهار مرحله متوالی اولین استخراج، بدون وقفه انجام شود.

۱-۳-۹ جرم ظرف استخراج که در مراحل استخراج استفاده می‌شود، با دقت ۰/۱ گرم تعیین کنید. جرم ظرف استخراج را با نماد M_{V1} ثبت کنید. برای هر پسماند در طول مراحل متوالی استخراج از یک مخزن استخراج استفاده کنید.

۲-۳-۹ بر اساس وزن خشک، ۱۰۰ گرم (وزن شده با دقت ۰/۱ گرم) پسماند جامد را به ظرف استخراج اضافه کنید. اگر نمونه را به محض دریافت (یعنی نمونه تر را قبل از خشک کردن) به مخزن استخراج اضافه می‌کنید، مقدار آن را با معادله زیر محاسبه کنید:

$$M = 100/S \quad (2)$$

که در آن:

M جرم پسماند دریافتی، برای اضافه کردن به مخزن استخراج تا رسیدن به ۱۰۰ گرم (با دقت ۰/۱ ± گرم وزن شده) پسماندهای جامد است.

۱-۲-۳-۹ اگر جرم پسماند جامد بر پایه وزن خشک غیر از ۱۰۰ گرم استفاده شود، وزن استفاده شده را به جای عدد ۱۰۰، جایگزین کنید. اگر از جرمی غیر از ۱۰۰ گرم استفاده شود معادلات ۲ تا ۴ اصلاح شوند تا نشان دهنده استفاده از جرمی غیر از ۱۰۰ گرم باشد. در این معادلات

۳-۳-۹ حجمی از آب آزمون بر حسب میلی‌لیتر، V_{1V} ، (به بند ۶-۲ مراجعه کنید) به مخزن استخراج با استفاده از معادله‌های زیر بیفزایید:

$$M_s = M - 100 \quad (3)$$

که در آن:

M_{SV} جرم رطوبت در نمونه اضافه شده به مخزن استخراج، بر حسب گرم.

$$Vvl = (20)(100) - Msw \quad (۴)$$

۳-۹-۴ به طور مداوم به مدت $(۱۸ \pm ۰,۲۵)$ ساعت در دمای ۱۸ تا ۲۷ درجه سلسیوس هم بزیند. زمان و دمای همزدن را ثبت کنید.

۳-۹-۵ درپوش مخزن استخراج را باز کنید. هر گونه تغییرات فیزیکی قابل رویت در نمونه و محلول فروشویی را مشاهده و ثبت کنید. pH پسماند / محلول دوغابی فروشویی را ثبت کنید.

۳-۹-۴ صاف کردن، تا حد امکان پسماند/ محلول فروشویی را از یک صافی ۰,۴۵ یا ۰,۸ میکرومتری، به وسیله دستگاه فیلتراسیون فشاری مجهز به یک کیف شیشه‌ای بزرگ عبور دهید. دوغاب مخلوط شده را عبور دهید و سرریز نکنید. مخزن استخراج را روی دستگاه فیلتراسیون برگردانید و اجازه دهید طی ۱ دقیقه مایع از جامد باقی‌مانده در مخزن استخراج تخلیه شود. انتقال کامل سیال از مخزن استخراج به دستگاه فیلتراسیون بسیار مهم است. با اعمال فشار با استفاده از گاز نیتروژن، مایع از فیلتر رد شده و جدا می‌شود. پس از اینکه محصول استخراج از فیلتر رد شد، به اعمال گاز نیتروژن به دستگاه فیلتراسیون با فشار ۳۰ PSI به مدت ۳ دقیقه ادامه دهید. محلول صاف شده حاصل همان محصول استخراج در این روش آزمون است (به ۵-۹، ۸-۱۰ و ۹-۱۰ مراجعه کنید). حجم کل محلول جمع شده در زیر صافی را تعیین کرده و آن را با عنوان حجم (V) مرحله استخراج گزارش کنید. بلافاصله pH محصول استخراج را اندازه‌گیری کنید، برای تعیین مقدار (درصد) کل مواد جامد محلول در روش گفته شده در بند ۵-۹، حجم لازم از محلول صاف شده را برداشته و سپس بقیه محلول صاف شده را در شرایطی مطابق با روش آنالیز شیمیایی و یا آزمون بیولوژیکی که انجام می‌شود نگهداری کنید (به استاندارد ASTM D 3370، بند ۱۵ مراجعه کنید).

یادآوری ۶- توصیه می‌شود تمام مراحل صاف کردن در زیر هود انجام شود.

یادآوری ۷- نتایج تجزیه‌ای ممکن است تحت تاثیر نوع فیلتر استفاده شده قرار گیرد. اگر از فیلتری با اندازه منافذ ۰,۸ میکرومتر استفاده شود، محصول استخراج حاصل باید قبل از تجزیه عنصری هضم شود. اگر فیلتر مورد استفاده حاوی موادی است که ممکن است محصول استخراج را در مدت فیلتراسیون آلوده سازد، فیلتر باید در دستگاه فیلتراسیون در شرایطی مطابق با روش آنالیز شیمیایی یا آزمون بیولوژیکی که روی محصول استخراج انجام می‌شود، شسته شود. به عنوان مثال، برای انجام آنالیز عنصری محصول استخراج، اگر از فیلتر با ترکیب الیاف شیشه‌ای بوروسیلیکات استفاده شود، برای جلوگیری از آلودگی باید آن را قبل از فیلتراسیون، در دستگاه فیلتراسیون با محلول اسیدی رقیق شسته و سپس با حدود ۲ لیتر آب، آبکشی شود.

یادآوری ۸- به علت از دست رفتن نمونه به خاطر به دام افتادن در منافذ پیش فیلتر و همین طور به علت احتمال از هم پاشیده شدن پیش فیلتر در طول فرآیند آبکشی فقط در مواقع کاملاً ضروری می‌توان از پیش فیلترها استفاده کرد (اگر بدون استفاده از یک پیش فیلتر، محلول صاف شده برای انجام آنالیز یا آزمون بدست نیاید).

۹-۵ مقدار کل مواد جامد محلول (TDS)، نمونه‌ی ۱۰/۰ میلی‌لیتری محصول استخراج را به درون هر یک از دو بوته‌ی از قبل توزین شده (با دقت ± 0.1 میلی‌گرم)، که قبلاً در دمای (2 ± 110) درجه سلسیوس خشک شده است بریزید. نمونه‌ها را به مدت ۳ ساعت داخل آون خشک‌کن با دمای (2 ± 110) سلسیوس قرار دهید. دمای آون و زمان خشک شدن نمونه را ثبت کنید. بوته‌ها را برداشته و اجازه دهید در یک دسیکاتور سرد شوند. بوته‌ها را دوباره وزن کنید و وزن آنها را با دقت ± 0.1 میلی‌گرم ثبت کنید.

یادآوری ۹- به منظور محدود کردن زمان تماس بین جامد و آب شستشو در مخزن استخراج، فقط یک مرحله خشک کردن قبل از مرحله استخراج بعدی اجرا می‌شود (به بند ۹-۶ و بند ۱۰ مراجعه کنید).

۹-۶ جامد مرطوب پشت فیلتر را به صورت کمی به مخزن استخراج اولیه حاوی فیلتر انتقال دهید. برای کمک به این انتقال و شستشو دستگاه فیلتراسون، از آب (طبق بند ۶-۲) داخل بطری شستشو که از قبل وزن شده استفاده کنید. برای شویش نباید بیش از ۵۰۰ میلی‌لیتر آب استفاده شود. برای انتقال کامل از کمترین حجم آب شویش استفاده کنید. با استفاده از انبرک یا یک وسیله مشابه، فیلتر را بازیابی کنید و مواد جامد چسبیده به داخل مخزن استخراج را با آب شستشو بشویید. هرگز فیلتر را درون مخزن استخراج را رها نکنید. برای تعیین مقدار آب استفاده شده برای انتقال، بطری شستشو را مجدداً وزن کنید. این مقدار را با نماد M_w ثبت کنید. پس از انتقال، مخزن استخراج را وزن کرده و این مقدار را با نماد M_v ثبت کنید. مخزن استخراج را می‌توان تا زمان افزودن سیال استخراجی جدید درزبندی کرد. به این دلیل که برای فیلتراسیون مراحل بعدی در طول روز، آماده باشد. اگر دوغاب مخزن استخراج، قبل از افزودن سیال استخراج جدید، بیش از ۶ ساعت نگهداری شده باشد، داده‌های تولید شده توسط تجزیه و تحلیل محصولات استخراج باید برای کنترل انحراف منحنی داده‌ها رسم شود.

۱۰ محاسبات

۱۰-۱ مقدار کل مواد جامد محلول، TDS، را بر حسب میلی‌گرم بر لیتر محلول صاف شده با استفاده از معادله زیر محاسبه کنید:

$$TDS = (M_{sc} - M_c)(100) \quad (5)$$

که در آن:

M_{sc} جرم بوته و مواد جامد خشک شده، بر حسب میلی‌گرم،

M_C جرم بوته، بر حسب میلی گرم.

۲-۱۰ جرم مواد جامد از دست رفته از طریق انحلال، M_d ، را بر حسب گرم با استفاده از معادله زیر محاسبه کنید:

$$M_d = (TDS)(V)(0.001) \quad (۶)$$

که در آن:

V حجم محلول زیر صافی جمع آوری شده در استخراج، بر حسب لیتر،

M_d جرم از دست رفته از طریق انحلال.

۳-۱۰ جرم جامد تصحیح شده برای TDS باقی مانده برای مرحله استخراج بعدی، M_s ، را با استفاده از معادله زیر محاسبه کنید:

$$M_s = M_s^{e-1} - M_d \quad (۷)$$

که در آن:

M_s^{e-1} جرم پسماند جامد استخراج شده در مرحله استخراج جاری، بر حسب گرم.

یادآوری ۱۰ - برای مثال، در آغاز استخراج اول، M_s^{e-1} برابر ۱۰۰ گرم خواهد بود، و برای محاسبه جرم پسماند جامد باقی مانده برای مرحله استخراج دوم، M_s برابر $(100 - M_d)$ گرم خواهد بود.

۴-۱۰ جرم پسماند جامد و مایع باقی مانده در مخزن استخراج M_{sl} ، را با استفاده از معادله زیر محاسبه کنید:

(۸)

$$M_d = M_v - M_{v1} - M_w$$

۵-۱۰ جرم مایع چسبیده به جامد در مخزن استخراج، M_L ، را با استفاده از معادله زیر محاسبه کنید:

$$M_l = M_d - M_s \quad (۹)$$

۱۰-۶ حجم آب آزمون جدید بر حسب میلی‌لیتر، که به مخزن استخراج افزوده شده است، حجم آب آزمون، TWV، را با استفاده از معادله زیر محاسبه کنید:

$$TWV = [(M_s)(20)] - M_i - M_w \quad (10)$$

۱۰-۷ مقداری آب آزمون تازه که در بند ۱۰-۶ تعیین شده به مخزن استخراج بیفزایید و مراحل بند ۹-۳-۴ تا ۱۰-۷ را تکرار کنید تا ۱۰ استخراج متوالی انجام شود.

یادآوری ۱۱- در این روش فرض بر این است که مقدار پسماندی که پس از شستشو به دام افتاده ناچیز است.

۱۰-۸ محصولات استخراج را برای تشخیص اجزاء تشکیل دهنده یا خواص ویژه آنالیز کنید یا محصولات استخراج را برای انجام روش‌های آزمون بیولوژیکی استفاده کنید. مواقعی که هیچ روش آزمون استاندارد مناسبی وجود نداشت از روش‌های دیگر می‌توان استفاده کرد که باید در گزارش ثبت شوند. هنگامی که در مدت ذخیره-سازی محصولات استخراج، جدایی فاز روی دهد، برای اطمینان از همگن بودن محصولات استخراج قبل از استفاده آنها در چنین آنالیز یا آزمون‌هایی، باید از روش مخلوط‌سازی مناسبی استفاده شود.

۱۰-۹ تصحیح مازاد انتقال، برای هر جزء در هر یک از محصولات استخراج تولید شده در مراحل استخراج، سهم غلظت مایع باقی مانده از مرحله استخراج قبلی، C_j ، می‌تواند با استفاده از معادله زیر محاسبه شود:

$$C_j = [M_w/20(M_s^{e-1})][C_i] \quad (11)$$

که در آن:

C_i غلظت یک جزء در محلول زیر صافی از مرحله استخراج قبلی،

M_i M_{ii} حاصل شده از مرحله استخراج قبلی،

M_s^{e-1} جرم پسماند جامد استخراج شده در مرحله استخراج فعلی (به یادآوری ۱۰ مراجعه شود).

۱۱ تعریف متغیرها

۱۱-۱ هنگام انجام روش‌های استخراج متوالی متغیرهای زیر باید تعیین شوند:

۱۱-۱-۱ مقدار مواد جامد:

A جرم نمونه پس از خشک شدن در تعیین مواد جامد پسماندی که قرار است استخراج شود، بر حسب گرم،
 B جرم اصلی نمونه قبل از خشک کردن برای تعیین پسماند جامد که قرار است استخراج شود، بر حسب گرم،
 S مقدار پسماند جامد که قرار است استخراج شود، بر حسب گرم بر گرم.

۱۱-۱-۲ مرحله استخراج اول:

M جرم پسماند دریافتی اضافه شده به مخزن استخراج برای رسیدن به ۱۰۰ گرم (توزین شده با دقت ۰٫۱ گرم) مواد جامد بر اساس وزن خشک، برای مرحله استخراج اول بر حسب گرم،
 V_{vl} حجم آب آزمون اضافه شده برای مرحله اول در روش استخراج، بر حسب میلی لیتر،
 M_{sw} جرم رطوبت موجود در نمونه که در مرحله اول استخراج، استخراج می شود، بر حسب گرم.

۱۱-۱-۳ TDS:

TDS کل مواد جامد حل شده در محلول صاف شده، بر حسب میلی گرم بر لیتر،
 M_c جرم بوته استفاده شده برای تعیین TDS، بر حسب میلی گرم،
 M_{sc} جرم بوته و پسماند جامد خشک شده در تعیین TDS، بر حسب میلی گرم.

۱۱-۱-۴ مراحل استخراج:

M_d جرم پسماند جامد از دست رفته با انحلال در مدت استخراج، بر حسب گرم،
 V حجم زیر صافی جمع آوری شده در یک استخراج، بر حسب لیتر،
 M_s جرم مواد جامد باقی مانده برای مرحله استخراج بعدی، بر حسب گرم،
 M_s^{e-1} جرم مواد جامد استخراج شده در مرحله استخراج فعلی، بر حسب گرم،
 M_{vl} جرم ظرف استخراج خالی، بر حسب گرم،
 M_w جرم آب شستشو، بر حسب گرم،
 M_v جرم ترکیب مخزن استخراج، آب شستشو، پسماند جامد و رطوبت موجود در پسماند جامد، و مواد جامد و مایع باقی مانده در مخزن استخراج پس از انتقال به دستگاه فیلتراسیون، بر حسب گرم،

M_{SL} جرم ترکیب مواد جامد و مایع باقی مانده در مخزن استخراج پس از انتقال کیک نمونه مرطوب به مخزن استخراج، بر حسب گرم،

M_I جرم مایع چسبیده به مواد جامد در مخزن استخراج در پی انتقال کیک نمونه مرطوب به مخزن استخراج، بر حسب گرم،

TWV حجمی از آب آزمون برای اضافه شدن به مرحله استخراج بعدی، بر حسب میلی لیتر.

۱۱-۵ تصحیح مازاد انتقال:

C_j سهم غلظت یک جزء در این مرحله از مایع باقی مانده از مرحله استخراج قبلی بر حسب میلی گرم بر لیتر،

M_{li} M_i از مرحله استخراج قبلی، بر حسب گرم،

M_s^{e-1} جرم مواد جامد استخراج شده در مرحله جاری، بر حسب گرم،

C_i غلظت یک جزء در محلول صاف شده از مرحله استخراج قبلی، بر حسب میلی گرم بر لیتر.

۱۲ گزارش

گزارش آزمون باید حاوی حداقل اطلاعات زیر باشد:

۱-۱۲ منبع پسماند، تاریخ نمونه برداری، روش نمونه برداری، روش نگهداری نمونه، شرایط ذخیره سازی، روش جابجایی، فاصله زمانی بین جمع آوری نمونه و استخراج آن،

۲-۱۲ توصیف پسماند، شامل مشخصات فیزیکی و اندازه ذرات، در صورتی که معلوم باشند (به بند ۹-۱ مراجعه کنید)،

۳-۱۲ محتویات پسماند جامد (بند ۹-۲) (به روش آزمون ASTM D 2216 مراجعه کنید)،

۴-۱۲ جرم پسماند جامد استخراج شده، در صورتی که غیر از ۱۰۰ گرم باشد (به بند ۸-۱-۸ مراجعه کنید)،

۵-۱۲ زمان و دمای مورد استفاده در تعیین مقدار مواد جامد و TDS،

۶-۱۲ دما و زمان اختلاط،

۷-۱۲ اندازه منافذ و اجزاء سازنده فیلتر استفاده شده؛ پیش‌فیلتر، اندازه منافذ و ترکیبات پیش‌فیلتر استفاده شده،

۸-۱۲ هرگونه تغییر مشاهده شده در مواد آزمون یا محلول‌های فروشویی (به بند ۹-۳-۵ مراجعه کنید)،

۹-۱۲ ذخیره‌سازی پسماند جامد به همراه آب شستشو در مخزن استخراج برای دوره‌های بیش از ۶ ساعت،

۱۰-۱۲ pH قبل و پس از فیلتراسیون و نتایج آنالیزهای معین محاسبه شده با یکاهای مناسب و در صورت نیاز مازاد انتقال تصحیح شده،

۱۱-۱۲ تاریخ آغاز و پایان استخراج متوالی پسماند، موارد اعمال شده برای نگهداری محصولات استخراج و تاریخ آنالیزها.

یادآوری ۱۲- شکل ۲ یک فرم گزارش برای ثبت برخی از داده‌های تجربی را نشان می‌دهد.

شماره نمونه:

شماره استخراج انجام شده	TDS (mg/L)	V (L)	M _d (g)	M _s (g)	M _v (g)	M _{v1} (g)	M _w (g)	M _{s1} (g)	M ₁ (g)	TWV (mL)
1										
2										
3										
4										
5										
6										
7										
8										
9										
10										

شکل ۲- برگه اطلاعاتی آزمون استخراج متوالی

۱۳ دقت واریبی

۱-۱۳ دقت

۱-۱-۱۳ این یک مطالعه گروهی بوده که توسط هشت آزمایشگاه انجام شده است. هر آزمایشگاه یک نمونه را دو مرتبه استخراج کرده است. محصولات استخراج تولید شده در مراحل استخراج اول، سوم، پنجم، هفتم و دهم توسط هر شرکت کننده و یک آزمایشگاه مرجع مورد آزمون قرار گرفت. علاوه بر این، سه استاندارد حاوی غلظت‌های زیاد، متوسط و کم از عناصر مورد بررسی شامل آلومینیوم، کلسیم، مس، آهن، منیزیم، نیکل و روی توسط هر شرکت کننده، به منظور تعیین دقت تجزیه‌ای سه بار آنالیز شد. محاسبات از روی داده‌های ایجاد شده، با استفاده از روش استاندارد ASTM D 2777 به عنوان یک راهنما، انجام شد.

۱-۱-۲ از داده‌های حاصل، سه نوع دقت می‌توان تعیین کرد که عبارتند از انحراف استاندارد کل، S_{It} ، انحراف استاندارد تجزیه‌ای، S_{Ia} ، و انحراف استاندارد تخمینی روش استخراج، S_{Ie} . انحراف استاندارد محاسبه شده با استفاده از داده‌های حاصل از آنالیز محصولات استخراج توسط تک‌تک آزمایشگاه‌ها، سبب ترکیب هر دو خطاهای روش استخراج و آنالیز (S_{It}) شد. داده‌های دقت تعیین شده از آنالیز استانداردهای حاوی مقادیر نشان دهنده غلظت‌های زیاد، متوسط، و پایین آنها، تنها به سبب خطای تجزیه‌ای (S_{Ia}) بوده و انحراف استاندارد روش استخراج، نشان دهنده خطای تخمینی بوده ناشی از روش استخراج (S_{Ie}) می‌باشد. انحراف استاندارد تخمینی روش استخراج، برای هر عنصر مورد نظر موجود در محصولات استخراج ۱، ۳، ۵، ۷ و ۱۰ با استفاده از فرمول زیر محاسبه می‌شود.

$$S_{Ie} = (S_{It}^2 - S_{Ia}^2)^{1/2} \quad (12)$$

این مقادیر، همراه با مقادیر میانگین کل و تجزیه‌ای (\bar{X}_a و \square) و انحراف استانداردها، در جدول ۱ بیان شده است.

۱-۱-۳ همچنین می‌توان سه نوع مقادیر دقت مورد بحث در بند ۱-۱-۲ یعنی دقت کل، تجزیه‌ای و روش استخراج را بر اساس آزمونگر واحد محاسبه کرد. محاسبات برای تعیین دقت کل آزمونگر واحد، S_{ot} ، انحراف استاندارد تجزیه‌ای آزمونگر واحد، S_{oa} ، انحراف استاندارد تخمینی آزمونگر واحد روش استخراج، S_{oe} انجام شد. انحراف استاندارد تخمینی با یک آزمونگر واحد برای روش استخراج، با استفاده از فرمول زیر محاسبه شد:

$$S_{oe} = (S_{ot}^2 - S_{oa}^2)^{1/2} \quad (13)$$

جدول ۱- داده‌های آماری خلاصه شده مطالعه دوره‌ای استخراج متوالی - دقت کل تخمینی روش استخراج (میکروگرم بر گرم)

روى	نيكل	منيزيم	آهن	مس	كلسيم	آلومينيوم	حاصل استخراج ۱
۲۳۷,۰	۶۳,۳	۱۸۹,۰	۶۸,۲	۱۲,۳	۹۸۲,۰	۷۵,۴	\bar{X}_i
۲۵,۳	۶,۵۲	۱۹,۶	۹,۴۹	۲,۶۹	۲۸۶,۰	۱۰,۱	S_{tt}
۱۸۶,۰	۵۵,۳	۱۹۰,۰	۵۵,۲	۲,۲۵	۱۰۷۲,۰	۵۴,۲	\bar{X}_a
۲۰,۱	۴,۵۶	۱۶,۴	۴,۲۴	۰,۲۶۰	۳۲۶,۰	۵,۰۳	S_{ta}
۱۵,۴	۴,۶۶	۱۰,۷	۸,۴۹	۲,۶۵ ^A	۸,۷۵	S_{te}
حاصل استخراج ۳							
۱۱,۳	۲,۷۴	۷,۷۸	۱,۸۷	۰,۹۹۰	۷۲,۱	۱۰,۵	\bar{X}_i
۵,۲۴	۱,۰۵	۲,۳۲	۰,۴۰۴	۱,۰۶	۳۰,۶	۹,۲۰	S_{tt}
۲,۲۸	۲,۲۲	۲,۳۳	۲,۷۰	۲,۲۵	۱۹,۹	۲,۵۰	\bar{X}_a
۰,۱۸۳	۰,۳۳۱	۰,۳۲۷	۰,۴۵۰	۰,۲۶۰	۱,۶۷	۰,۷۶۵	S_{ta}
۵,۲۴	۰,۹۹۶	۲,۳۰ ^A	۰,۹۵۰	۳۰,۶	۹,۱۷	S_{te}
حاصل استخراج ۵							
۸,۴۶	۲,۰۱	۴,۷۳	۱,۸۵	۰,۳۲۲	۵۲,۸	۶,۲۳	\bar{X}_i
۲,۳۸	۰,۴۷۰	۱,۰۹	۰,۵۱۶	۰,۱۰۰	۱۲,۴	۲,۱۷	S_{tt}
۲,۲۸	۲,۲۲	۲,۳۳	۲,۷۰	۲,۲۵	۱۹,۹	۲,۵۰	\bar{X}_a
۰,۱۸۳	۰,۳۳۱	۰,۳۲۷	۰,۴۵۰	۰,۲۶۰	۱,۶۷	۰,۷۶۵	S_{ta}
۲,۳۷	۰,۳۳۳	۱,۰۴	۰,۲۵۲ ^A	۱۲,۳	۲,۰۳	S_{te}
حاصل استخراج ۷							
۶,۵۵	۱,۵۹	۳,۹۵	۱,۵۳	۰,۴۱۶	۵۲,۷	۵,۱۳	\bar{X}_i
۰,۶۵۲	۰,۲۷۰	۱,۴۷	۰,۷۳۰	۰,۰۸۹	۴,۸۶	۱,۹۰	S_{tt}
۲,۲۸	۲,۲۲	۲,۳۳	۲,۷۰	۲,۲۵	۱۹,۹	۲,۵۰	\bar{X}_a
۰,۱۸۳	۰,۳۳۱	۰,۳۲۷	۰,۴۵۰	۰,۲۶۰	۱,۶۷	۰,۷۶۵	S_{ta}
۰,۶۲۶ ^A	۱,۴۳	۰,۴۵۵ ^A	۴,۵۶	۱,۷۴	S_{te}
حاصل استخراج ۱۰							
۶,۷۱	۱,۳۶	۲,۷۲	۱,۵۶	۰,۴۴۴	۶۲,۳	۱,۴۶	\bar{X}_i
۱,۸۹	۰,۲۳۹	۰,۶۷۹	۰,۴۶۷	۰,۰۶۷	۲۱,۷	۰,۸۶۶	S_{tt}
۲,۲۸	۲,۲۲	۲,۳۳	۲,۷۰	۲,۲۵	۱۹,۹	۲,۵۰	\bar{X}_a
۰,۱۸۳	۰,۳۳۱	۰,۳۲۷	۰,۴۵۰	۰,۲۶۰	۱,۶۷	۰,۷۶۵	S_{ta}
۱,۸۸ ^A	۰,۵۵۶	۰,۱۲۵ ^A	۲۱,۶	۰,۴۰۶	S_{te}

^A به بند ۱۳-۱-۴ مراجعه کنید.

مقادیر دقت با آزمونگر واحد در جدول ۲ بیان شده است.

۱۳-۱-۴ می‌توان انحراف استاندارد روش استخراج را فقط با یک تقریب در محدوده مقادیر غلظت‌های کم متوسط و زیاد استانداردهای تجزیه‌ای محاسبه کرد.

برای محاسبه دقت روش استخراج برای یک عنصر خاص، انحراف استاندارد تجزیه‌ای برای آنالیز استاندارد تجزیه‌ای حاوی نزدیک‌ترین غلظت عنصر به غلظت آن در محصول استخراج استفاده شده است. برای برخی محصولات استخراج، غلظت عنصری به طور چشمگیری از نزدیک‌ترین غلظت این عنصر در میان استانداردهای تجزیه‌ای متفاوت است. همچنین در برخی موارد، مقادیر انحراف استاندارد تجزیه‌ای، S_{oa} و S_{ta} در جدول ۱ و جدول ۲، بزرگتر از مقدار انحراف استاندارد کل، S_{tt} و S_{ot} هستند. در این موارد خاص، انحراف استاندارد روش استخراج را نمی‌توان تعیین کرد.

۱۳-۱-۵ دقت تخمینی این روش استخراج بچ متوالی با غلظت هر هفت جزء مورد نظر در مطالعه گروهی مطابق شکل‌های ۳ تا ۹ متفاوت است. این‌ها نمودارهای درصد انحراف استاندارد نسبی محاسبه شده روش‌های استخراج در برابر غلظت میانگین کل اجزا می‌باشد (داده‌ها در جدول ۱ آورده شده است).

۱۳-۱-۶ برای مقادیر غلظت تعیین شده برای محصولات استخراج سوم، پنجم، هفتم و دهم، ارتباطی میان غلظت عنصری و دقت برآورد شده برای روش استخراج وجود ندارد. به دلیل اینکه داده‌های مربوط به غلظت‌های بالاتر بسیار محدود می‌باشد، نمی‌توان چنین روندی را در سطوح بالاتر غلظتی تعیین کرد؛ با وجود این، عموماً دقت تخمینی روش استخراج برای مقادیر غلظت عناصر تعیین شده در محصول استخراج، بهترین است.

جدول ۲- داده‌های آماری خلاصه شده مطالعه دوره‌ای استخراج متوالی - دقت تخمینی یک آزمونگر واحد در روش استخراج (میکروگرم / گرم)

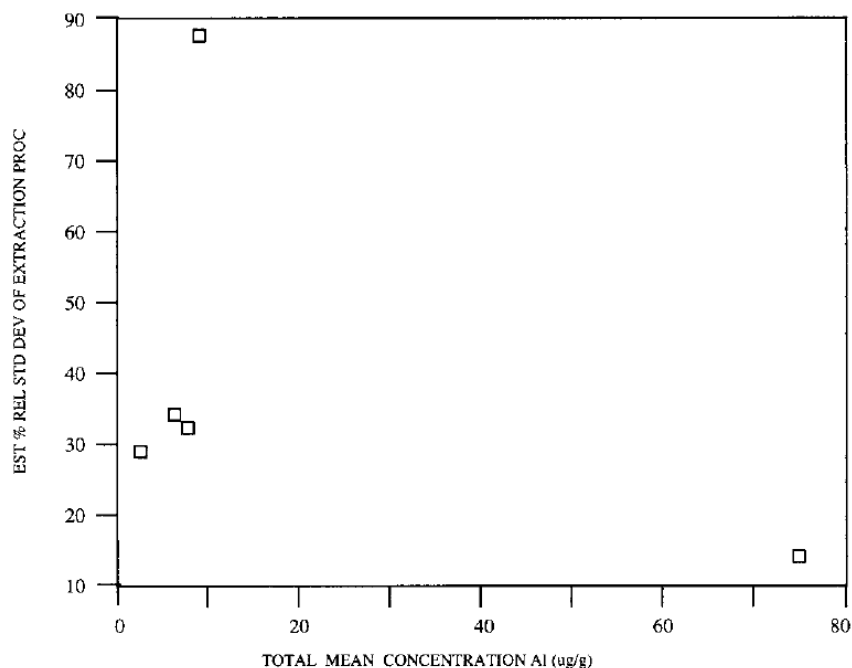
روى	نيكل	منيزيم	آهن	مس	كلسيم	آلومينيوم	حاصل استخراج ۱
۲۳۷,۰	۶۳,۳	۱۸۹,۰	۶۸,۲	۱۲,۳	۹۸۲,۰	۷۵,۴	\bar{X}_t
۷,۱۹	۲,۰۳	۷,۹۰	۰,۸۷۷	۰,۶۸۷	۲۸,۰	۲,۳۱	S_{tt}
۱۸۶,۰	۵۵,۳	۱۹۰,۰	۵۵,۲	۲,۲۵	۱۰۷۲,۰	۵۴,۲	\bar{X}_a
۳,۸۴	۲,۳۰	۵,۰۵	۱,۸۳	۰,۲۶۰	۲۶,۲	۱,۸۲	S_{ta}
۶,۰۸	A ^۴	۶,۰۷	A ^۴	۰,۶۳۶	۹,۸۸	۱,۴۲	S_{te}
حاصل استخراج ۳							
۱۱,۳	۲,۷۴	۷,۷۸	۱,۸۷	۰,۹۹۰	۷۲,۱	۱۰,۵	\bar{X}_t
۰,۶۲۲	۰,۰۹۴	۱,۰۷	۰,۴۳۷	۰,۰۸۰	۵,۲۶	۰,۶۷۸	S_{tt}
۲,۲۸	۲,۲۲	۲,۳۳	۲,۷۰	۲,۲۵	۱۹,۹	۲,۵۰	\bar{X}_a
۰,۰۹۷	۰,۱۱۰	۰,۲۸۸	۰,۴۵۰	۰,۲۶۰	۰,۶۶۶	۰,۰۹۸	S_{ta}
۰,۶۱۴	A ^۴	۱,۰۳	A ^۴	A ^۴	۵,۲۲	۰,۶۷۱	S_{te}
حاصل استخراج ۵							
۸,۴۶	۲,۰۱	۴,۷۳	۱,۸۵	۰,۳۲۲	۵۲,۸	۶,۲۳	\bar{X}_t
۰,۸۱۰	۰,۱۶۰	۰,۹۸۷	۰,۲۶۶	۰,۰۰۰	۱۲,۷	۱,۴۶	S_{tt}
۲,۲۸	۲,۲۲	۲,۳۳	۲,۷۰	۲,۲۵	۱۹,۹	۲,۵۰	\bar{X}_a
۰,۰۹۷	۰,۱۱۰	۰,۲۸۸	۰,۴۵۰	۰,۲۶۰	۰,۶۶۶	۰,۰۹۸	S_{ta}
۰,۸۰۴	۰,۱۱۶	۰,۹۴۴	A ^۴	A ^۴	۱۲,۷	۱,۴۶	S_{te}
حاصل استخراج ۷							
۶,۶۵	۱,۵۹	۳,۹۵	۱,۵۳	۰,۴۱۶	۵۲,۷	۵,۱۳	\bar{X}_t
۰,۵۳۵	۰,۳۱۹	۰,۳۸۵	۰,۲۵۵	۰,۱۰۰	۲,۱۷	۰,۱۸۶۵	S_{tt}
۲,۲۸	۲,۲۲	۲,۳۳	۲,۷۰	۲,۲۵	۱۹,۹	۲,۵۰	\bar{X}_a
۰,۰۹۷	۰,۱۱۰	۰,۲۸۸	۰,۴۵۰	۰,۲۶۰	۰,۶۶۶	۰,۰۹۸	S_{ta}
۰,۵۲۶	۰,۲۹۹	۰,۲۵۵	A ^۴	A ^۴	۲,۰۶	۰,۱۸۵۹	S_{te}
حاصل استخراج ۱۰							
۶,۷۱	۱,۳۶	۲,۷۲	۱,۵۶	۰,۴۴۴	۶۲,۳	۱,۴۶	\bar{X}_t
۰,۹۶۸	۰,۲۳۵	۰,۱۸۸	۰,۳۰۸	۰,۰۳۲	۸,۴۰	۰,۹۵۵	S_{tt}
۲,۲۸	۲,۲۲	۲,۳۳	۲,۷۰	۲,۲۵	۱۹,۹	۲,۵۰	\bar{X}_a
۰,۰۹۷	۰,۱۱۰	۰,۲۸۸	۰,۴۵۰	۰,۲۶۰	۰,۶۶۶	۰,۰۹۸	S_{ta}
۰,۹۶۳	۰,۲۰۸	A ^۴	A ^۴	A ^۴	۸,۳۷	۰,۹۵۰	S_{te}

A به بند ۱۳-۱-۴ مراجعه کنید.

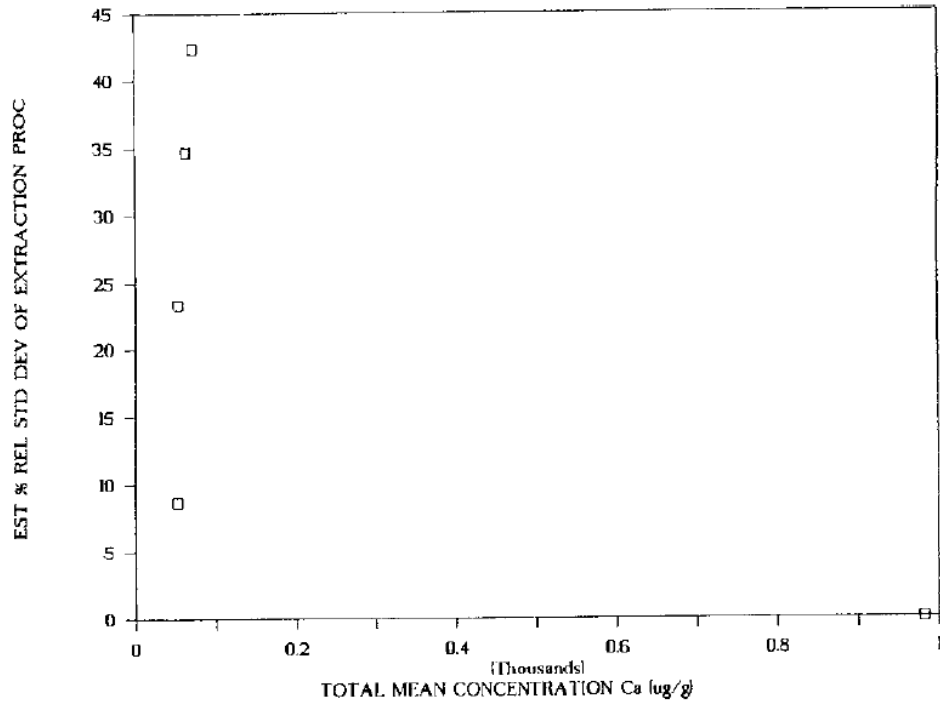
۱۳-۱-۷ این داده‌های آزمون مشترک آزمایشگاهی، از استخراج یک نمونه سنگ نفت خام به دست آمده است. تمامی آزمایشگاه‌ها در این کار مشترک برای فیلتراسیون بیان شده در بند ۹-۴ از فیلترهای نیتروسولوزی با منافذ ۰٫۴۵ میکرومتر استفاده کرده‌اند. این اطلاعات برای واکنشگرهای دیگر و انواع فیلترهای دیگر ممکن است صدق نکند.

۱۳-۱-۸ دقت تخمینی روش استخراج شامل افزایش تغییرپذیری است که این افزایش ممکن است مربوط به حوزه جمع‌آوری، خردکردن آزمایشگاهی و یا تقسیم نمونه، و توزیع نمونه‌های تقسیم شده به آزمایشگاه‌های مختلف باشد. دقت تجزیه‌ای با استفاده از داده‌های تعیین شده برای محلول‌های استاندارد محاسبه شد، و به عنوان یک نتیجه به سبب استفاده از ماتریس‌های مختلف مایع، دارای تغییر پذیری نبود.

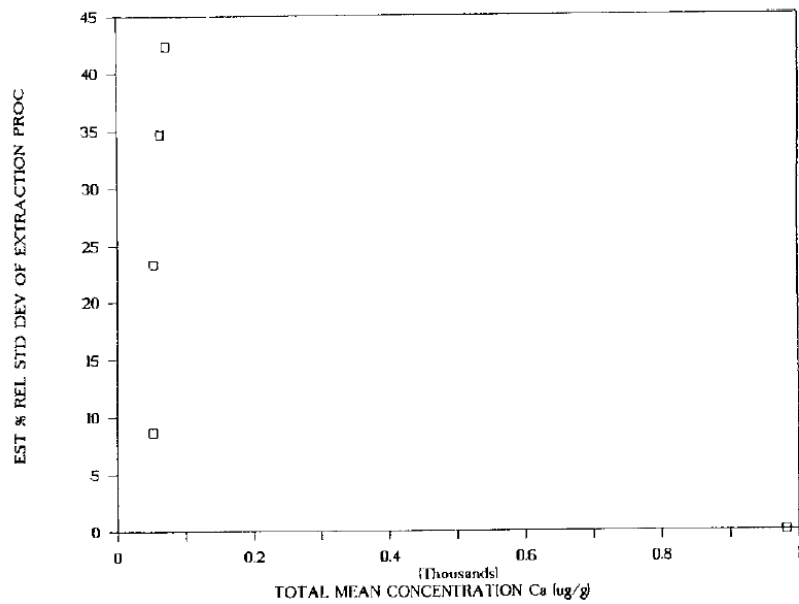
۱۳-۲ بایاس، با توجه به عدم وجود هیچ گونه ماده مرجع استاندارد، تعیین اریبی این روش آزمون امکان پذیر نیست. اطلاعات مربوط به اریبی تجزیه‌ای تعیین شده از مطالعات مشترک، در استاندارد RR: D341005 موجود می‌باشد.



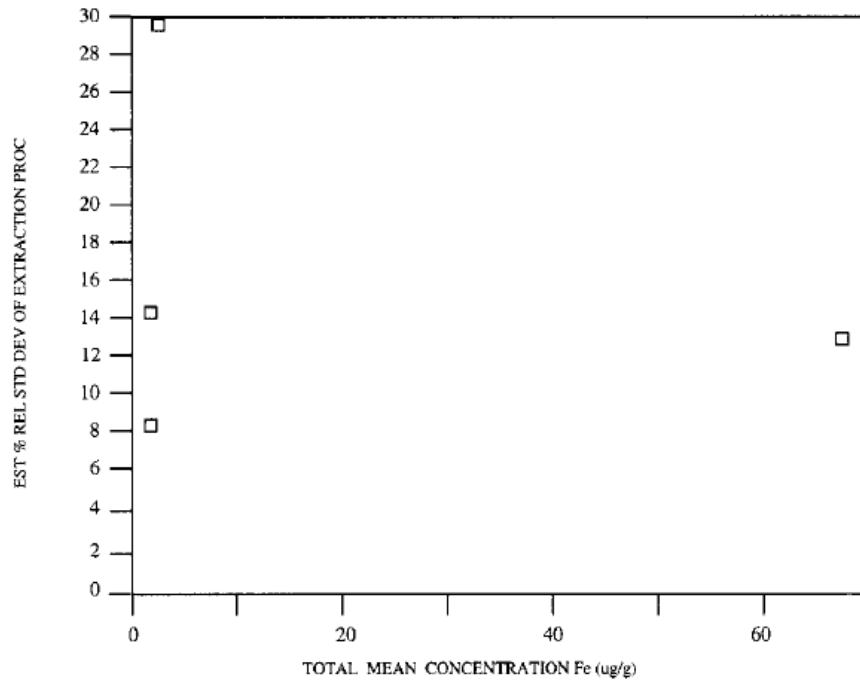
شکل ۳- دقت تخمینی روش استخراج - آلومینیوم



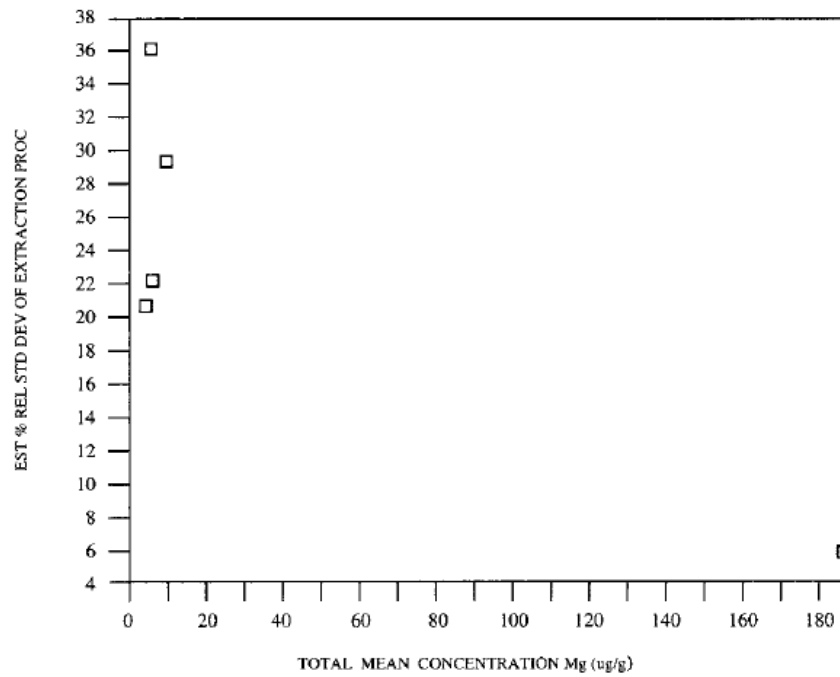
شکل ۴- دقت تخمینی روش استخراج - کلسیم



شکل ۵- دقت تخمینی روش استخراج - مس



شکل ۶- دقت تخمینی روش استخراج - آهن



شکل ۷- دقت تخمینی روش استخراج - منگنز