



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۱۱۵۱

چاپ اول

۱۳۹۴

INSO

21151

1st.Edition

2016

خصوصیات پسماند - اندازه گیری اتلاف جرم
پسماند، لجن و رسوبات در اثر اشتعال

**Characterization of waste —
Determination of loss on ignition
in waste, sludge and sediments**

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 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 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
« خصوصیات پسماند - اندازه گیری اتلاف جرم پسماند، لجن و رسوبات در اثر اشتعال »

رئیس:

زرگر، بهروز
(دکتری شیمی)

دبیر:

پولادزاده، اعظم
(فوق لیسانس شیمی)

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

احمدپور، الهام
(فوق لیسانس محیط زیست)

آذریان، علیرضا
(فوق لیسانس محیط زیست)

چرم زاده، مهرناز
(فوق لیسانس شیمی)

خوشنام، فرزانه
(دکتری شیمی)

دایی، مینا
(فوق لیسانس شیمی)

زرگر، مهناز
(فوق لیسانس کشاورزی)

سعادت، سجاد
(فوق لیسانس محیط زیست)

سمت و / یا نمایندگی

هیات علمی دانشگاه شهید چمران اهواز

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

کارشناس معاونت بهداشت دانشگاه

کارشناس مسئول آزمایشگاه اداره حفاظت
محیط زیست

کارشناس شرکت کیمیا کنکاش جندی
شاپور

معاون اداره کل استاندارد استان خوزستان

کارشناس اداره کل استاندارد استان
خوزستان

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

کارشناس شهرداری اهواز

سرپرست آزمایشگاه شیمی پژوهشکده
تکنولوژی تولید جهاد دانشگاهی

سقانژاد، سید جعفر
(دکترای شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد استان
خوزستان

فتاحی نیا، مهناز
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

قمی، متینه
(فوق لیسانس شیمی)

هیئت علمی جهاد دانشگاهی خوزستان

گل محمدی قانع، حامد
(دکتری شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ه	پیش گفتار
ز	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ اصول آزمون
۲	۵ مزاحمت‌ها
۳	۶ محافظت و آماده‌سازی نمونه
۴	۷ وسایل
۴	۸ روش انجام آزمون
۶	۹ بیان نتایج
۷	۱۰ مشخصه‌های عملکردی
۸	۱۱ گزارش آزمون
۹	پیوست الف (اطلاعاتی) خلاصه الزامات عمومی و توصیه‌ها
۱۰	پیوست ب (اطلاعاتی) داده‌های اعتبار سنجی اضافی
۱۳	پیوست پ (اطلاعاتی) کتاب‌نامه

پیش گفتار

استاندارد " خصوصیات پسماند- اندازه گیری اتلاف جرم پسماند، لجن و رسوبات در اثر اشتعال " که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط شرکت زرگستر روبینا تهیه و تدوین شده است و در یکصد و سیزدهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد محیط زیست مورخ ۹۴/۱۲/۱۵ 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 مآخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است :

BS EN 15169: 2007, Characterization of waste — Determination of loss on ignition in waste, sludge and sediments

مقدمه

در مورد پسماند، آنالیز آب معمولاً به عنوان قسمتی از نمونه در نظر گرفته نمی شود و نتایجی که عموماً به ماده خشک مربوط می شوند را می توان از طریق مقدار باقی مانده خشک (کسر ماده خشک) محاسبه کرد. برای این منظور و برای اندازه گیری مقدار آب دو روش در این استاندارد شرح داده شده است. انتخاب روش به نوع نمونه و مقدار مواد فرار آن به استثنای آب بستگی دارد.

در نتیجه مطالعه اعتبارسنجی، اندازه گیری مقدار آب به روش تقطیر آزنوتروپ^۱ با روش تیتراسیون کارل-فیشر^۲ جایگزین شده است. با این وجود ممکن است تقطیر در موارد معینی کاربرد داشته باشد. این روش در پیوست ب شرح داده شده است

1- Azeotropic distillation

2- Karl-Fisher titration

خصوصیات پسماند- اندازه‌گیری اتلاف جرم پسماند، لجن و رسوبات در اثر اشتعال

هشدار- در این استاندارد تمام موارد ایمنی نوشته نشده است. در صورت وجود چنین مواردی مسئولیت برقراری شرایط ایمنی و سلامتی مناسب و تعیین قابلیت اجرای محدودیت‌ها قبل از استفاده بر عهده کاربر این استاندارد است.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین روشی برای اندازه‌گیری اتلاف جرم در اثر اشتعال می‌باشد این روش برای اندازه‌گیری اتلاف جرم انواع لجن، پسماند و رسوب در اثر اشتعال کاربرد دارد. اتلاف جرم در اثر اشتعال به عنوان تخمینی برای مواد آلی غیر فرار در پسماند، لجن و رسوبات استفاده می‌شود. توصیه می‌شود ذکر شود که هر نوع کربن عنصری، تبخیر مواد آلی یا واکنش‌های شیمیایی توسط ترکیبات معدنی شامل مقدار اتلاف جرم در اثر اشتعال خواهند بود.

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 تجدیدنظرهای 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 تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است. استفاده از مرجع زیر برای این استاندارد الزامی است :

2-1 EN 14346, Characterisation of waste — Calculation of dry matter by determination of dry residue or water content

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود:

۱-۳

اتلاف جرم در اثر اشتعال

تغییر در جرم در اثر حرارت دادن نمونه تحت شرایط مشخص که برحسب درصد جرم خشک بیان می‌شود.

۲-۳

باقی‌مانده اشتعال

قسمتی از جرم باقی‌مانده بعد از حرارت دادن نمونه تحت شرایط مشخص که بر حسب درصد جرم خشک بیان

می‌شود.

۳-۳

باقی‌مانده خشک (wdr)

کسر جرمی باقی‌مانده نمونه بعد از فرایند خشک کردن در دمای 105°C مطابق با استاندارد EN 14346 می‌باشد.

۴-۳

مقدار آب (ww)

کسر جرمی آب در نمونه اندازه‌گیری شده به روش تیتراسیون کارل مطابق با استاندارد EN 14346 می‌باشد.

۵-۳

جرم خشک (ماده خشک) (wdr)

کسر جرمی نمونه به جز آب محاسبه شده با اندازه‌گیری باقی‌مانده خشک یا مقدار آب مطابق با استاندارد EN 14346 که بر حسب درصد جرمی بیان می‌شود

۶-۳

جرم ثابت

هنگامی که در طول فرایند اشتعال، اختلاف بین دو توزین متوالی نمونه که با فاصله زمانی یک ساعت ابتدا حرارت داده شده و سپس تا دمای اتاق خنک شده است، در محدوده 0.5% کسر جرمی آخرین جرم اندازه‌گیری شده یا 2 mg (هرکدام که بزرگتر است) باشد، جرم ثابت در نظر گرفته می‌شود.

۴ اصول آزمون

آزمونه در یک کوره در دمای $(55 \pm 25)^{\circ}\text{C}$ حرارت داده می‌شوند. اختلاف جرم قبل و بعد از فرایند اشتعال برای محاسبه اتلاف جرم در اثر اشتعال استفاده می‌شود. اندازه‌گیری روی نمونه خشک شده مطابق استاندارد EN 14346 یا مستقیماً روی نمونه خشک نشده شامل یک مرحله خشک کردن یا با ارجاع دادن به نمونه خشک انجام می‌شود.

۵ مزاحمت‌ها

اتلاف جرم در اثر اشتعال یک پارامتر تجربی است بنابراین معمولاً مزاحمتی برای اندازه‌گیری اتلاف جرم در اثر اشتعال وجود ندارد. بنابراین برای بعضی اهداف از این اندازه‌گیری به عنوان ارزیابی مقدار ماده آلی در نمونه استفاده می‌شود. توصیه می‌شود ذکر شود که کربن عنصری در نمونه شامل اتلاف جرم در اثر اشتعال خواهد بود.

علاوه بر این هر گونه واکنش شیمیایی یا تبخیری ترکیبات معدنی شامل مقدار اتلاف جرم در اثر اشتعال خواهند بود.

یادآوری ۱- آب‌های پیوند یافته شیمیایی یا فلزات فرار (برای مثال هیدروکسیدهای حاصل از فرایندهای تمیز کردن گاز) در طی گرم کردن ممکن است آزاد شوند. بنابراین در اتلاف جرم در اثر اشتعال با یک مقدار مثبت سهم خواهد بود.

یادآوری ۲- نمونه‌های حاوی آهن یا فلزات دیگر در حالت فلزی، ممکن است در طی گرم کردن اکسید شوند، بنابراین در اتلاف جرم در اثر اشتعال با یک مقدار منفی، سهم خواهد بود.

یادآوری ۳- سولفیدهای موجود در نمونه، ممکن است در طی گرم کردن به سولفات اکسید شوند، بنابراین در اتلاف جرم در اثر اشتعال با یک مقدار منفی، سهم خواهد بود.

هشدار - توصیه می‌شود نمونه‌ها در آزمایشگاه باز نگه‌داری نشوند. در صورتی که نمونه‌ها باید نگه‌داری شوند، آن‌ها در محل با تهویه مناسب نگه‌داری کنید.

۶ محافظت و آماده‌سازی نمونه

۶-۱ محافظت

هنگامی که نمونه‌ها بلافاصله آنالیز نمی‌شوند، توصیه می‌شود در ظروف درزبندی شده نگه‌داشته شوند. برای نمونه‌های سست^۱ برای اجتناب از فشار گاز ایجاد شده، باشد. در صورتی که نمونه‌ها به عنوان فعال بیولوژیکی شناخته شده باشند، توصیه می‌شود با روش‌هایی مانند یخ زدن یا خشک کردن در هوا، غیر فعال شوند.

۶-۲ آماده‌سازی

توصیه می‌شود نمونه‌های آماده شده برای تجزیه تا حد ممکن همگن و خشک شده باشند. بر اساس ماهیت و ظاهر نمونه، دستورکارهای متفاوتی را مطابق با استاندارد EN 15002 می‌توان بکار برد،

الف - نمونه‌های جامد ممکن است بطور مستقیم (بدون حرارت) خرد شده و به پودرهای دانه‌ای با اندازه ذرات ترجیحا کمتر از $200 \mu\text{m}$ تبدیل شوند. در صورت فرار نبودن نمونه‌های موجود، می‌توان آن‌ها را قبل از خرد کردن در هوا خشک کرد. دمای خشک کردن نباید از 40°C بیشتر شود.

ب - نمونه‌های مرطوب یا خمیر مانند ممکن است با آلومینیم اکسید مخلوط شده تا مواد دانه‌ای شکلی حاصل شود و سپس با اندازه ذرات ترجیحا کمتر از $200 \mu\text{m}$ خرد شوند. در این مورد نسبت آلومینیم اکسید به نمونه باید در محاسبه اتلاف در اثر اشتعال در نظر گرفته شود.

پ - نمونه‌های مایع بلافاصله قبل از توزین باید همگن شوند.

1-loosened

۷ وسایل

علاوه بر وسایل آزمایشگاهی معمول از وسایل زیر استفاده کنید:

۱-۷ بوتله، ترجیحا نوع ته صاف به قطر ۵۰ mm تا ۷۰ mm مناسب برای اشتعال در دمای °C ۵۵۰ به عنوان

مثال چینی، سیلیکا، نیکل یا پلاتینی

۲-۷ کوره مافل، یا وسیله معادل با قابلیت تثبیت دمای °C (۵۵۰±۲۵)

۳-۷ دسیکاتور، با یک عامل خشک کننده فعال مانند سیلیکاژل یا دی فسفر پنتا اکسید

۴-۷ ترازوی تجزیه‌ای، با درستی ۱ mg یا بهتر

۵-۷ صفحه فلزی

۸ روش انجام آزمون

۱-۸ نمونه‌های بدون مواد فرار

اندازه‌گیری اتلاف جرم در اثر اشتعال و اندازه‌گیری ماده خشک به عنوان عملیات جداگانه روی قسمت‌های متفاوتی از نمونه یکسان انجام می‌شود. اما، برای بعضی از مواد، بهتر است اندازه‌گیری کسر ماده خشک و اندازه‌گیری اتلاف جرم در اثر اشتعال در یک عملیات متوالی در همان بوتله انجام می‌شود. به استاندارد EN 15934 برای روش باقی‌مانده خشک مراجعه کنید.

به منظور جلوگیری از جذب رطوبت اتمسفر با نمونه باید همه اقدامات احتیاطی لازم تا زمان توزین نمونه رعایت شود.

بوتله (بند ۸-۱) را در کوره (بند ۸-۲) قرار داده و به مدت حداقل ۲۰ دقیقه در دمای °C (۵۵۰±۲۵) حرارت دهید، تا آماده شود. بوتله را از کوره بعد از سرد کردن ابتدایی روی صفحه فلزی (بند ۸-۵) به دسیکاتور (بند ۸-۳) منتقل کرده و تا دمای محیط خنک کنید. بوتله خالی (m_a) را با استفاده از ترازوی دقیق (بند ۸-۴)، با تقریب ۱ mg وزن کنید.

۰/۵ g تا ۵ g آزمونه را با تقریب ۱ mg درون بوتله وزن کنید (m_b). جرم‌های بیشتری ممکن است در صورت نیاز، برداشته شوند.

یادآوری ۱- توصیه می‌شود جرم‌های بیشتر از ۵ g استفاده نشوند، مگر این که ثابت شود که احتراق کامل مواد نمونه در بارگذاری‌های بیشتر، می‌تواند حاصل شود.

در صورتی که اندازه‌گیری ماده خشک و اندازه‌گیری اتلاف جرم در اثر اشتعال در یک عملیات متوالی انجام می‌شود، بوتله را با نمونه خشک شده با تقریب ۱ mg وزن کنید (m_d). بوتله را در کوره (بند ۸-۲) قرار داده و به مدت حداقل ۱۲۰ دقیقه در دمای °C (۵۵۰±۲۵) حرارت دهید.

یادآوری ۲- در صورتی که جرم خشک، مقدار مواد آلی بالایی دارد، اتلاف می‌تواند در اثر اشتعال و سوزاندن سریع نمونه رخ دهد. در این مورد نمونه را تا زمان اشتعال به آرامی حرارت دهید.

بوته داغ را از کوره خارج کرده و اجازه دهید روی یک صفحه فلزی (بند ۸-۵) به مدت چند دقیقه خنک شود. در حالی که هنوز گرم است بوته را در دسیکاتور (بند ۸-۳) قرار داده و بگذارید تا دمای محیط خنک شود. به محض خنک شدن در دسیکاتور تا دمای محیط، بوته حاوی باقی‌مانده اشتعال را با تقریب ۱ mg وزن کنید (m_c). اشتعال می‌تواند ثابت در نظر گرفته شود، زمانی که جرم ثابت شود. در مواردی که حتی بعد از دوره سوم گرمایش تا دمای $^{\circ}\text{C}$ (55.0 ± 2.5) ، رسیدن به جرم ثابت امکان پذیر نباشد، مقدار تعیین شده را به صورت اندازه‌گیری آخر ثبت کنید. این مقدار باید به همراه نتیجه گزارش شود.

یادآوری ۳- در صورتی که هنوز ذرات کربن سیاه وجود دارد (بعضی مواد آلی به آرامی در دمای $^{\circ}\text{C}$ 55.0 می‌سوزند)، باقی‌مانده را با استفاده از چند قطره محلول آمونیوم نیترات تر کنید. بوته را درون کوره قرار داده و به منظور جلوگیری از اتلاف در اثر پیشرفت جریان به آرامی حرارت دهید. حرارت دادن باقی‌مانده را در دمای $^{\circ}\text{C}$ (55.0 ± 2.5) ادامه دهید. محلول آمونیوم نیترات را با انحلال ۱۰ آمونیوم نیترات درجه تجزیه‌ای در ۱۰۰ ml آب مقطر تهیه کنید.

۸-۲ نمونه‌های حاوی مواد فرار

برای نمونه‌های حاوی مقدار قابل توجه از مواد فرار، جرم خشک نمی‌تواند بر حسب باقی‌مانده خشک اندازه‌گیری شود. در این مورد، ماده خشک باید از مقدار آب مطابق با روش ب استاندارد EN 15934 و اتلاف جرم در اثر اشتعال همیشه به طور مستقیم از نمونه خشک نشده محاسبه شود.

بوته (بند ۸-۱) را در کوره (بند ۸-۲) قرار داده و به مدت حداقل ۲۰ دقیقه در دمای $^{\circ}\text{C}$ (55.0 ± 2.5) حرارت دهید، تا آماده شود. بوته را از کوره بعد از سرد کردن ابتدایی روی صفحه فلزی (بند ۸-۵) به دسیکاتور (بند ۸-۳) منتقل کرده و تا دمای محیط خنک کنید. بوته خالی (m_a) را با استفاده از ترازوی دقیق (بند ۸-۴)، با تقریب ۱ mg وزن کنید.

۰٫۵ g تا ۵ g نمونه را با تقریب ۱ mg درون بوته وزن کنید. جرم‌های بیشتر را در صورتی که احتراق کامل بتواند تضمین شود، مجاز است برداشته شود. به منظور جلوگیری از اتلاف مواد فرار نمونه‌ها باید همه اقدامات احتیاطی لازم تا زمان توزین نمونه رعایت شود.

یادآوری ۱- توصیه می‌شود جرم‌های بیشتر از ۵ g استفاده نشوند، مگر این که ثابت شود که احتراق کامل مواد نمونه در بارگذاری‌های بیشتر، می‌تواند حاصل شود.

یادآوری ۲- به منظور اجتناب از پاشش ایجاد شده توسط بخارات در حال خروج یا آتش ناگهانی، بیشتر مواد فرار باید از نمونه در دمای محیط در زیر هود قبل از اشتعال حذف شوند.

یادآوری ۳- نمونه‌های حاوی ترکیبات با قابلیت اشتعال بالا، مانند حلال‌ها یا روغن‌های پسماندی باید مشتعل شده و اجازه داده شود در یک هود قبل از قرار دادن در کوره، سوزانده شود.

پس از آماده شدن بوته را درون کوره سرد قرار دهید. دمای کوره را تا دمای $^{\circ}\text{C}$ (550 ± 25) بالا برده و به مدت حداقل ۶۰ دقیقه در این دما نگه دارید.

بوته داغ را از کوره خارج کرده و اجازه دهید روی یک صفحه فلزی (بند ۸-۵) به مدت چند دقیقه خنک شود. در حالی که هنوز گرم است بوته را در دسیکاتور (بند ۸-۳) قرار داده و بگذارید تا دمای محیط خنک شود. به محض خنک شدن در دسیکاتور تا دمای محیط، بوته حاوی باقی‌مانده اشتعال را با تقریب ۱ mg وزن کنید (m_c). اشتعال می‌تواند ثابت در نظر گرفته شود، زمانی که جرم ثابت شود. در مواردی که حتی بعد از دوره سوم گرمایش تا دمای $^{\circ}\text{C}$ (550 ± 25) ، رسیدن به جرم ثابت امکان پذیر نباشد، مقدار تعیین شده را به صورت اندازه‌گیری آخر ثبت کنید. این مقدار باید به همراه نتیجه گزارش شود.

یادآوری ۴- در صورتی که ذرات کربن سیاه هنوز وجود دارد (بعضی مواد آلی به آرامی در دمای $^{\circ}\text{C}$ ۵۵۰ می‌سوزند)، باقی‌مانده را با استفاده از چند قطره محلول آمونیوم نیترات تر کنید. بوته را درون کوره قرار داده و به منظور جلوگیری از اتلاف در اثر پیشرفت جریان به آرامی حرارت دهید. حرارت دادن باقی‌مانده را در دمای $^{\circ}\text{C}$ (550 ± 25) ادامه دهید. محلول آمونیوم نیترات را با انحلال ۱۰ g محلول آمونیوم نیترات درجه تجزیه‌ای در ۱۰۰ ml آب مقطر تهیه کنید.

۹ بیان نتایج

۹-۱ اتلاف جرم در اثر اشتعال نمونه بدون مواد فرار

اتلاف در اثر اشتعال انجام شده روی نمونه خشک نشده را با استفاده از رابطه ۱ و اتلاف در اثر اشتعال انجام شده در عملیات متوالی با اندازه‌گیری باقی‌مانده خشک (در بوته یکسان) را با استفاده از رابطه ۲ بر حسب درصد وزنی ماده خشک محاسبه کنید:

$$w_{LOI} = \left(\frac{m_b - m_c}{m_b - m_a} \times 100 - (100 - w_{dm}) \right) \frac{100}{w_{dm}} \quad (1)$$

$$w_{LOI} = \left(\frac{m_d - m_c}{m_d - m_a} \times 100 \right) \quad (2)$$

که در آن:

w_{LOI} اتلاف جرم در اثر اشتعال باقی‌مانده خشک یا نمونه عاری از آب بر حسب درصد؛

w_{dm} کسر ماده خشک نمونه بر حسب درصد؛

m_a جرم بوته خالی بر حسب گرم؛

m_b جرم بوته حاوی نمونه خشک نشده بر حسب گرم؛

m_c جرم بوته حاوی باقی‌مانده اشتعال بر حسب گرم؛

m_d جرم بوته حاوی نمونه خشک شده بر حسب گرم.

نتیجه باید با تقریب $\pm 0.1\%$ گرد شوند.

۹-۲ اتلاف جرم در اثر اشتعال نمونه حاوی مواد فرار

اتلاف در اثر اشتعال ماده خشک شده را با استفاده از رابطه ۳ بر حسب درصد وزنی ماده خشک محاسبه کنید:

$$w_{LOI} = \left(\frac{m_b - m_c}{m_b - m_a} \times 100 - w_w \right) \frac{100}{100 - w_w} \quad (3)$$

که در آن:

w_{LOI} اتلاف جرم در اثر اشتعال باقی مانده خشک یا نمونه عاری از آب بر حسب درصد؛

w_w مقدار آب نمونه بر حسب درصد؛

m_a جرم بوته خالی بر حسب گرم؛

m_b جرم بوته حاوی نمونه خشک نشده بر حسب گرم؛

m_c جرم بوته حاوی باقی مانده اشتعال بر حسب گرم؛

نتیجه باید با تقریب $\pm 0.1\%$ گرد شوند.

۹-۳ باقی مانده در اثر اشتعال

اتلاف در اثر اشتعال نمونه را با استفاده از رابطه ۴ بر حسب درصد وزنی ماده خشک محاسبه کنید:

$$W_{ROI} = 100 - W_{LOI} \quad (4)$$

که در آن:

W_{LOI} اتلاف جرم در اثر اشتعال نمونه باقی مانده خشک یا نمونه عاری از آب بر حسب درصد؛

W_{ROI} باقی مانده در اثر اشتعال نمونه باقی مانده خشک یا نمونه عاری از آب بر حسب درصد؛

۱۰ مشخصه های عملکردی

مشخصه های عملکردی روش برای دو نوع پسماند و یک نمونه خاک آلوده، ارائه شده در جدول ۱، در یک مطالعه مقایسه ای انجام گرفته در اروپا در سال ۲۰۰۵، به دست آمده است.

اطلاعات اضافی مطالعه مقایسه ای در پیوست ب (ب-۱ تا ب-۳) آورده شده است. همچنین در پیوست ب داده های صحنه گذاری مربوط به اندازه گیری اتلاف در اثر اشتعال در لجن مطابق با استاندارد EN 12879 را می توان یافت.

جدول الف-۱- مشخصه‌های عملکردی برای اندازه‌گیری اتلاف در اثر اشتعال در پسماند

نمونه	p	N	O	x کسر جرمی ماده خشک، LOI/%	s_r %	S_r %	s_R %	S_R %
خاک آلوده شده	۳۳	۹۷	۱۲	۹۳٫۲۶	۰٫۴۵	۰٫۴۸	۰٫۱۰	۰٫۱۰
لجن حاصل از لایروبی	۳۲	۹۴	۰	۶۶٫۴۳	۰٫۶۶	۰٫۹۸	۰٫۲۶	۰٫۳۹
لجن نیکیلی	۳۳	۹۸	۶	۵۲٫۹۵	۱٫۰۸	۲٫۰۴	۰٫۳۴	۰٫۶۰
راهنما: p تعداد آزمایشگاه های شرکت کننده؛ N تعداد نتایج تجزیه‌ای مستقل بدون داده‌های پرت؛ O درصد داده های خارج از محدوده؛ X میانگین مقادیر؛ S_R تخمین انحراف استاندارد تجدیدپذیری؛ s_r تخمین انحراف استاندارد تکرارپذیری؛ S_r تخمین انحراف استاندارد نسبی تکرارپذیری بر حسب درصد؛ S_R تخمین انحراف استاندارد نسبی تجدیدپذیری بر حسب درصد.								

۱۱ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

- ۱-۱۰ روش آزمون استفاده شده با ارجاع به این استاندارد ملی؛
- ۲-۱۰ تمام اطلاعاتی که برای شناسایی نمونه پسماند، لجن یا رسوب ضروری است؛
- ۳-۱۰ بیان نتایج اندازه‌گیری مطابق با بند ۱۰؛
- ۴-۱۰ جزئیات همه مراحل روش کار مشتق شده از این استاندارد با تمام مواردی که ممکن است نتایج را تحت تاثیر قرار دهند؛
- ۵-۱۰ حذف هر جسم خارجی از نمونه؛
- ۶-۱۰ تاریخ انجام آزمون؛
- ۷-۱۰ نام و امضای آزمون‌گر.

پیوست الف

(اطلاعاتی)

خلاصه الزامات عمومی و توصیه‌ها

هدف از این خلاصه، پشتیبانی از نمونه‌برداری و فرایندهای پیش-آماده‌سازی نمونه است. توصیه می‌شود اطلاعات ارائه شده برای آماده‌سازی طرح نمونه‌برداری مفید هستند. الزاماتی که در این استاندارد ملی ذکر نشده‌اند، به‌عنوان توصیه در نظر گرفته می‌شوند.

جدول الف-۱- الزامات کلی و توصیه‌ها

محدودیت بافت	محدودیتی ندارد.
گستره کاری نوعی	بیش‌تر از ۱٪ (جرمی/جرمی) اتلاف جرم در اثر اشتعال
محدودیت نمونه‌برداری	محدودیتی ندارد.
پیش‌آماده‌سازی ظرف نمونه	تمیز و خشک
جنس ظرف نمونه	هر ظرف دربندی شده محکم پلاستیکی یا شیشه کهریابی بدون ایجاد بار مانند پلی پروپیلن یا پلی اتیلن
شرایط انتقال	سرد و تاریک
محافظت	برای نمونه‌های فعال بیولوژیکی ممکن است نیاز به درپوش سست برای جلوگیری از فشار گاز ایجاد شده، باشد. توصیه می‌شود نمونه‌های فعال بیولوژیکی با روش‌هایی مانند یخ زدن یا خشک کردن در هوا، غیر فعال شوند.
شرایط ذخیره‌سازی	در ظروف در بسته محکم
مقدار موردنیاز	حدود ۵۰۰ g از نمونه اصلی. جرم‌های بیش‌تر در صورت نیاز برای اندازه‌گیری‌های مرتبط می‌تواند برداشته شود.
آزمونه	حدود ۵۰۰ mg تا ۵ g. جرم‌های بیش‌تر در صورت نیاز می‌تواند برداشته شود.
روش خشک کردن	عموماً تعیین LOI روی نمونه خشک نشده، انجام می‌شود. برای برخی نمونه‌ها که حاوی مواد فرار نیستند، تعیین باقی‌مانده خشک (دمای ۱۰۵ °C) و اتلاف جرم در اثر اشتعال در عملیات متوالی در بوته نمونه، مناسب است.
الک (اندازه ذرات)	اندازه ذرات کم‌تر از ۲۰۰ μm مطلوب است. توصیه می‌گردد اجسام خارجی یا مواد غیر قابل خرد کردن از نمونه جدا شده و وزن و ماهیت مواد ثبت شوند.
آسیاب کردن	مواد جامد ممکن است به طور مستقیم خرد شده (از حرارت دادن جلوگیری شود) و اندازه ذرات به صورت پودر گرانولی، ترجیحاً کم‌تر از ۲۰۰ μm کاهش یابند. چنانچه هیچ مواد فراری موجود نباشد، نمونه‌ها ممکن است پیش از خشک کردن در دماهای تا حداکثر ۴۰ °C در هوا خشک شوند. نمونه‌های مرطوب یا خمیرمانند ممکن است با تا زمان به دست آوردن یک ماده گرانولی، با آلومینیوم اکسید مخلوط شده و سپس تا اندازه ذرات ترجیحی کم‌تر از ۲۰۰ μm خرد شوند.
سازگاری با	اتلاف جرم در اثر اشتعال (LOI) ممکن است به عنوان مشخصه مواد نمونه به همراه یک مرجع برای پارامترهای دیگر استفاده شده و به عنوان نتیجه پارامترهای دیگر نسبت به باقی‌مانده LOI در اثر اشتعال بیان شود. نگهداری و جابه‌جایی نمونه ممکن است در نتیجه LOI تغییراتی ایجاد کند. بنابراین توصیه می‌شود آزمونه اتلاف جرم در اثر اشتعال با آزمونه استفاده شده برای اندازه‌گیری‌های مرتبط یکسان باشد.

پیوست ب

(اطلاعاتی)

داده‌های اعتبار سنجی اضافی

ب-۱ کلیات

به جز در مورد داده‌های اعتبارسنجی مستقیم، یک مطالعه اعتبارسنجی شامل تعدادی از داده‌های اضافی است که ممکن است برای کاربران این استاندارد ملی مرتبط باشد.

ب-۲ انواع نمونه‌ها و آماده‌سازی نمونه

ب-۲-۱ خاک آلوده

نمونه برداشته شده از یک سایت صنعتی قدیمی می‌باشد. نمونه الک شده (۲ mm) و با زغال چوب فعال (۴٪ کسر جرمی) اسپایک شد تا از داده‌های عملی برای اتلاف در احتراق، اطمینان حاصل شود. سپس، با هم‌زدن در یک بشکه پلاستیکی همگن شد.

ب-۲-۲ لجن حاصل از لایروبی

نمونه از یک ناحیه آب رودخانه‌ای راکد در رودخانه راین گرفته شد. به‌منظور دستیابی به یک نمونه آماده برای همگن‌سازی، از قبل در دمای اتاق به مدت ۳۰ ساعت خشک شده، الک شده (۲ mm) و در یک بشکه پلاستیکی همگن‌سازی شد.

الف-۲-۳ لجن نیکل

این مخلوط مواد پسماند غیرآلی عمدتاً شامل کربنات‌های حاصل از فرایند متالورژیکی بود. ماده از یک الک ۳ mm عبور داده شد. به‌منظور دستیابی به یک نمونه آماده برای همگن‌سازی، از قبل در دمای اتاق به مدت یک شب خشک شده و در یک بشکه پلاستیکی همگن‌سازی شد.

ب-۳ همگنی و پایداری

برای بررسی همگنی، آنالیزهای تکراری روی ظروف نمونه مختلف انجام شد. داده‌های حاصل از آزمون همگنی، در جدول ب-۱ ارائه شده است.

پایداری و همگنی در بطری^۱ نمونه‌ها، توسط ۳ تا ۴ آنالیز تکراری از یک ظرف نمونه، آزمون شد. آنالیزها در طول فاز آزمایشگاهی مطالعه انجام شدند. ویال‌های a, b, c و d در تاریخ‌های مختلفی در طول مطالعه اعتبارسنجی، آنالیز شدند. نتایج نشان داد که نمونه‌ها پایدار بودند.

جدول ب-۱- نتایج حاصل از آزمون همگنی

نمونه	هشت بطری مختلف	سه اندازه‌گیری تکراری در یک بطری
لجن حاصل از لایروبی	میانگین % LOI	۱۲٫۶۸
	انحراف استاندارد	۰٫۱۵
	انحراف استاندارد نسبی %	۱٫۲۴
خاک آلوده	میانگین % LOI	۶٫۰۴
	انحراف استاندارد	۰٫۱۵
	انحراف استاندارد نسبی %	۲٫۵۲
لجن نیکل	میانگین % LOI	۱۴٫۰۳
	انحراف استاندارد	۰٫۷۸
	انحراف استاندارد نسبی %	۵٫۸۷

ب-۴ اعتبارسنجی داده‌ها برای لجن

داده‌های اعتبارسنجی مطابق استاندارد EN 12879 در جدول ب-۲ آورده شده است.

1- In-bottle homogeneity

جدول ب - ۲ - داده‌های اعتبارسنجی

نمونه	p	N	O	x کسر جرمی ماده خشک، % LOI	S_r %	S_R %
لجن ۱	۴	۱۵	۰	۶۳٫۱	۰٫۴۱	۱٫۰۲
لجن ۲	۴	۱۵	۰	۹۰٫۱	۰٫۱۲	۰٫۱۲
لجن ۳	۸	۲۳	۲۵	۶۸٫۱	۰٫۴۵	۱٫۸۹۰
لجن ۴	۸	۲۳	۲۵	۷۹٫۸	۰٫۴۱	۰٫۸۹
لجن ۵	۳	۱۳	۰	۷۳٫۹	۰٫۸۳	۲٫۳۱
لجن ۶	۳	۱۳	۰	۶۱٫۱۵	۰٫۵۵	۳٫۲۴
راهنما: p تعداد آزمایشگاه های شرکت کننده؛ N تعداد نتایج تجزیه‌ای مستقل بدون داده‌های پرت؛ O درصد داده های پرت؛ x میانگین مقادیر؛ S_r تخمین انحراف استاندارد نسبی تکرارپذیری بر حسب درصد؛ S_R تخمین انحراف استاندارد نسبی تجدیدپذیری بر حسب درصد.						

پیوست پ

(اطلاعاتی)

کتابنامه

[1] EN 12879, Characterization of sludges — Determination of the loss on ignition of dry mass

[2] EN 15002, Characterization of waste — Preparation of test portions from the laboratory sample