



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۱۱۵۲

چاپ اول

۱۳۹۴

INSO

21152

1st.Edition

2016

لجن، پسماند زیستی تصفیه شده، خاک و
پسماند - محاسبه کسر ماده خشک پس از
تعیین مقدار باقی مانده خشک یا مقدار آب

**Sludge, treated biowaste, soil and waste —
Calculation of dry matter fraction after
determination of dry residue or
water content**

ICS:13.030.01, 13.080.05

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 حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و موسسات 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 موسسات 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 استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و موسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) و وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و موسسات را بر اساس ضوابط نظام تایید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تایید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) و 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

«لجن، پسماند زیستی تصفیه شده، خاک و پسماند - محاسبه کسر ماده خشک پس از تعیین مقدار باقی مانده خشک یا مقدار آب»

رئیس:

زرگر، بهروز
(دکتری شیمی)

سمت و / یا نمایندگی

هیات علمی دانشگاه شهید چمران اهواز

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

خوشنام، فرزانه
(دکتری شیمی)

معاون استانداردسازی و آموزش اداره کل
استاندارد استان خوزستان

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، مهناز
(فوق لیسانس کشاورزی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

کارشناس شهرداری اهواز

سعادت، سجاد
(فوق لیسانس محیط زیست)

سرپرست آزمایشگاه شیمی پژوهشکده
تکنولوژی تولید جهاد دانشگاهی

سقانزاد، سید جعفر
(دکتری شیمی)

کارشناس مسئول معاونت بهداشت دانشگاه
جندی شاپور

ملتجی، جلال
(فوق لیسانس مهندسی بهداشت محیط)

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
ه		پیش گفتار
۱	۱	هدف و دامنه کاربرد
۱	۲	مراجع الزامی
۱	۳	اصطلاحات و تعاریف
۲	۴	اصول آزمون
۳	۵	آماده سازی نمونه
۵	۶	روش الف- خشک کردن در دمای °C ۱۰۵
۵	۷	روش ب- تیتراسیون کارل- فیشر مستقیم (آشکارسازی حجم‌سنجی و /یا کولن‌سنجی)
۸	۸	محاسبه کسر ماده خشک
۸	۹	دقت
۸	۱۰	گزارش آزمون
۹		پیوست الف (اطلاعاتی) تکرارپذیری و تجدیدپذیری
۱۴		پیوست ب (اطلاعاتی) تقطیر آزنوتروپی با تولوئن
۱۸		پیوست پ (اطلاعاتی) خلاصه الزامات عمومی و توصیه‌ها

پیش گفتار

استاندارد "لجن، پسماند زیستی تصفیه شده، خاک و پسماند- محاسبه کسر ماده خشک پس از تعیین مقدار باقی مانده خشک یا مقدار آب" که پیش نویس آن در کمیسیونهای مربوط توسط 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 می‌شود.

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

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

BS EN 15934: 2012, Sludge, treated biowastesoil and waste — Calculation of dry matter fraction after determination of dry residue or water content

مقدمه

در مورد آنالیز پسماند، آب معمولا به عنوان قسمتی از نمونه در نظر گرفته نمی‌شود و نتایجی که عموما به ماده خشک مربوط می‌شوند را می‌توان از طریق مقدار باقی‌مانده خشک (کسر ماده خشک) محاسبه کرد. برای این منظور و برای اندازه‌گیری 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، اندازه‌گیری مقدار آب به روش تقطیر آزنوتروپ^۱ (هم‌جوش) 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.

این استاندارد برای انواع بافت‌های مشخص شده در جدول ۱ کاربرد داشته و اعتبارسنجی شده است. (برای نتایج اعتبارسنجی پیوست الف را ببینید)

جدول ۱- بافت‌هایی که این استاندارد در مورد آن‌ها کاربرد داشته و اعتبارسنجی شده است

بافت	مواد استفاده شده برای اعتبارسنجی
لجن (فقط روش الف)	لجن شهری
پسماند زیستی (فقط روش الف)	کمپوست تازه
خاک (فقط روش الف)	خاک لجن اصلاح شده
پسماند (فقط روش ب)	خاک آلوده لجن حاصل از لایروبی لجن نیکل کیک تصفیه ^۳ باقی‌مانده تقطیر مخلوط مته‌کاری

هشدار ۱- افرادی که از این استاندارد استفاده می‌کنند باید با آیین کار معمول آزمایشگاهی آشنایی داشته باشند. واکنشگرهای استفاده شده در این استاندارد به شدت خورنده و تا حدودی بسیار سمی هستند. اقدامات ایمنی نه تنها به دلیل واکنشگرهای به شدت خورنده بلکه هم‌چنین به دلیل فشار و دمای بالا قطعاً لازم است.

هشدار ۲- ضروری است که آزمون‌های این استاندارد، توسط کارکنانی که به‌طور مناسب آموزش دیده‌اند انجام شود.

1- Azeotropic distillation

2- Karl-Fisher titration

3- Filtered cake

لجن، پسماند زیستی تصفیه شده، خاک و پسماند- محاسبه کسر ماده خشک پس از تعیین مقدار باقی مانده خشک یا مقدار آب

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 محاسبه کسر ماده خشک لجن، پسماند زیستی تصفیه شده، خاک و پسماند در نمونه‌هایی است که نتایج آنالیز عملکرد آن‌ها باید بر اساس ماده خشک محاسبه شود. بسته به ماهیت و منشا نمونه، محاسبه بر اساس اندازه‌گیری باقی‌مانده خشک (روش الف) یا اندازه‌گیری مقدار آب (روش ب) انجام می‌شود.

این استاندارد برای نمونه‌های حاوی بیش‌تر از ۱٪ (کسر جرمی) باقی‌مانده خشک یا بیش‌تر از ۱٪ (کسر جرمی) آب کاربرد دارد.

روش الف برای لجن پسماند زیستی تصفیه شده خاک و پسماند جامد کاربرد دارد. روش ب برای پسماند مایع و نمونه‌هایی که مشکوک یا معلوم حاوی مواد فرار به جز آب است، کاربرد دارد.

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 مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

2-1 EN 15002, Characterization of waste- Preparation of test portions from the laboratory sample

2-2 EN 16179, Sludge, treated biowaste and soil — Guidance for sample pretreatment

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود.

۱-۳

باقی مانده خشک

کسر جرمی باقی مانده از یک نمونه، بعد از فرایند خشک کردن در دمای 105°C تحت شرایط مشخص شده است.

۲-۳

مقدار آب

کسر جرمی آب در یک نمونه تعیین شده با روشی بعد از خشک کردن در دمای 105°C یا به روش تیتراسیون کارل فیشر، تحت شرایط مشخص شده است.

۳-۳

کسر ماده خشک

کسر جرمی یک نمونه به استثنای آب است که به صورت درصد کسر جرمی بیان شده و به روش اندازه گیری باقی مانده خشک یا مقدار آب، محاسبه می شود.

۴ اصول آزمون

۱-۴ کلیات

بسته به منشا نمونه (لجن، پسماند زیستی، خاک و پسماند) و ماهیت نمونه (مایع، جامد یا چندفازی)، مقدار آب یا باقی مانده خشک اندازه گیری می شود. نتایج حاصل از اندازه گیری مقدار آب یا باقی مانده خشک برای محاسبه کسر ماده خشک استفاده می شوند. در مورد نمونه های چندفازی (پسماند)، این نمونه ها باید همگن شوند. اگر همگن سازی ممکن نیست، جداسازی فاز باید مطابق استاندارد EN 15002 انجام شده و فازها به صورت جداگانه آنالیز شوند.

۲-۴ اصول آزمون روش الف (خشک کردن در دمای 105°C باقی مانده خشک)

نمونه تا رسیدن به یک جرم ثابت در دمای 105°C خشک می شود. این روش برای نمونه های جامد و نمونه هایی که در طول فرایند خشک کردن، جامد می شوند، کاربرد دارد. به طور کلی این روش برای خاک، لجن و پسماند زیستی تصفیه شده کاربرد دارد. نمونه های جامدی که حاوی مقادیری از مواد فرار بوده و انتظار می رود نتایج را تحت تأثیر قرار دهند، باید با روش آنالیز شوند.

۳-۴ اصول آزمون روش ب- تیتراسیون کارل فیشر (مقدار آب)

روش معمولاً برای نمونه های مایع و نمونه های چندفازی همگن، کاربرد دارد. هم چنین می توان برای نمونه های جامد در مواردی که "مقدار آب" مدنظر است و مواردی که انتظار می رود مواد فرار در اندازه گیری به روش الف

مزاحمت ایجاد کنند، از این روش استفاده می‌شود. مقدار آب یک نمونه به روش تیتراسیون مستقیم کارل- فیشر و آشکارسازی حجم‌سنجی و / یا کولومتری تعیین می‌شود. نمونه‌های مایع به صورت مستقیم به سل اضافه می‌شوند، در حالی که نمونه‌های جامد با استفاده از متانول استخراج می‌شوند.

۵ آماده‌سازی نمونه

به جز در موارد ذکر شده، آماده‌سازی مقدماتی نمونه‌ها را، مطابق استاندارد EN 16179 یا EN 15002 انجام دهید.

۶ روش الف - خشک کردن در دمای 105°C

هشدار - گازهای قابل اشتعال یا احتراق ممکن است در فرایند خشک کردن آزاد شوند.

۱-۶ کلیات

هنگام انجام هر نوع آنالیزی بر روی نمونه‌ها، کسر ماده خشک باید به‌طور هم‌زمان روی آزمون‌های یکسان اندازه‌گیری شود تا نتایج آزمون‌های دیگر براساس مقدار ماده خشک اندازه‌گیری شده هر نمونه مجزا، ارائه شوند.

۲-۶ مزاحمت‌ها

نمونه‌ها می‌توانند در طول فرایند خشک کردن، مثلاً به‌وسیله جذب کربن دی‌اکسید در مورد نمونه‌های قلیایی و یا جذب اکسیژن توسط مواد احیا کننده، تغییر کنند. به‌وسیله این روش آزمون، تبخیر ترکیبات فرار در دمای 105°C به‌عنوان آب اندازه‌گیری می‌شوند.

یادآوری - برای نمونه‌های قلیایی یا نمونه‌های مستعد اکسایش، خشک کردن می‌تواند در اتمسفری از نیتروژن انجام شود.

۳-۶ وسایل

۱-۳-۶ سیستم خشک‌کن، کنترل شده با دما یا و با قابلیت تامین دمای $(105 \pm 5)^{\circ}\text{C}$ ؛ مثل گرم‌خانه خشک‌کن، سیستم مادون قرمز، سیستم لامپ هالوژن

۲-۳-۶ دسیکاتور، با یک عامل خشک کننده فعال مانند سیلیکاژل

۳-۳-۶ ترازوی تجزیه‌ای، با درستی ۱ mg یا بهتر

۴-۳-۶ ظرف یا بوتله تبخیر^۱، ظروف آزمایشگاهی مقاوم دمایی با قابلیت تحمل دمای 105°C مواد فلزی یا سرامیکی، شیشه بوروسیلیکات یا کوارتز مناسب می‌باشند.

1- Evaporating dish

یادآوری ۱- در صورتی که نمونه بعد از این روش خاکستر شود، از این روش کار تبعیت کنید. توصیه می‌شود مطمئن شوید که ماده در برابر دماهای بالا رونده مقاوم است.

یادآوری ۲- توصیه می‌شود جنس ظرف تبخیر یا بوته با ماهیت نمونه سازگار باشد تا از مزاحمت توزین به دلیل اکسندده‌های احتمالی جلوگیری شود.

۴-۶ روش انجام آزمون

یک ظرف یا بوته تبخیر (بند ۴-۳-۶) را به مدت حداقل ۳۰ دقیقه در سیستم خشک کن (بند ۱-۳-۶) تنظیم‌شده در دمای $(10.5 \pm 0.5)^\circ\text{C}$ قرار دهید. بعد از خنک‌کردن در دسیکاتور (بند ۲-۳-۶) تا دمای محیط، ظرف یا بوته تبخیر را با تقریب ۱ mg وزن کنید.

بسته به باقی‌مانده خشک مورد انتظار، مقدار مناسبی از ماده را در ظرف یا بوته تبخیر وزن کنید تا وزن باقی‌مانده به دست آمده حداقل ۰٫۵ g شود. ظرف یا بوته تبخیر بارگذاری شده را با تقریب ۱ mg وزن کنید (m_b).

ظرف یا بوته تبخیر (۴-۳-۶) حاوی نمونه را در سیستم خشک کن (۱-۳-۶) تنظیم شده در $(10.5 \pm 0.5)^\circ\text{C}$ قرار دهید (در طول شب) تا باقی‌مانده خشک به نظر برسد.

یادآوری - برای بعضی از نمونه‌ها مثل لجن، خطر تشکیل یک کیک سطحی وجود دارد، که مانع خشک‌کردن یکنواخت می‌شود. به منظور جلوگیری از این عمل، یک میله شیشه‌ای می‌تواند همراه ظرف وزن شود. اگر تشکیل کیک در طول خشک‌کردن، اتفاق بیفتد، میله شیشه‌ای برای هم‌زدن نمونه استفاده می‌شود تا کیک را بشکنند. توصیه می‌شود این کار تا وقتی که نیاز است تکرار شود. توصیه می‌شود میله مجدداً وزن شود.

بعد از خنک‌کردن ظرف یا بوته تبخیر و محتویات آن را در دسیکاتور (بند ۲-۳-۶) برای اولین بار وزن کنید.

اگر جرم به دست آمده بعد از بیش از یک ساعت خشک‌کردن حداکثر به اندازه ۰٫۵٪ مقدار قبلی یا ۲ mg، هرکدام که بزرگ‌تر است، تغییر کند، باقی‌مانده خشک باید به صورت ثابت در نظر گرفته شود. در غیر این صورت فرایند خشک‌کردن را تکرار کنید.

در مورد عدم ثابت بودن وزن، بعد از سه مرحله، می‌توان فرایند خشک‌کردن را متوقف کرد (بعد از حداقل ۱۶ ساعت). توصیه می‌شود نتیجه آخرین توزین، در گزارش آزمون ثبت شود. مدت زمان خشک‌کردن ۱۶ ساعت کافی است.

در مورد سیستم‌های خشک‌کردن لامپ هالوژن یا مادون قرمز، دستورکارهای سازنده مربوطه را به کار ببرید. روش انتخاب باید در گزارش آزمون ذکر شود.

روش‌های دیگری از خشک‌کردن گرم‌خانه مانند مادون قرمز یا لامپ هالوژن مجازند مشروط به این که اثبات شود نتایج قابل مقایسه ارائه می‌دهند.

باقی مانده خشک، با استفاده از رابطه ۱ محاسبه می شود:

$$w_{dr} = \frac{(m_c - m_a)}{(m_b - m_a)} \times f \quad (1)$$

که در آن:

- w_{dr} باقی مانده نمونه خشک، بیان شده به صورت کسر جرمی بر حسب درصد یا گرم بر کیلوگرم؛
- m_a جرم ظرف یا بوته خالی، بر حسب گرم؛
- m_b جرم ظرف یا بوته حاوی نمونه، بر حسب گرم؛
- m_c جرم ظرف یا بوته حاوی نمونه خشک، بر حسب گرم؛
- f ضریب تبدیل ۱۰۰ برای بیان نتایج به صورت کسر جرمی بر حسب درصد و ضریب تبدیل ۱۰۰۰ برای بیان نتایج بر حسب گرم بر کیلوگرم.

۷ روش ب- تیتراسیون کارل- فیشر مستقیم (آشکارسازی حجم سنجی و/یا کولومتری)

۱-۷ مزاحمت ها

موادی از قبیل پروکسیدها، اکسیدها، هیدروکسیدها، آمونیاک، کربنات ها، هیدروژن کربنات ها، دی سولفیت ها، نیتريت، سولفیت، تیوسولفات، هیدرازین و مشتقات آن، آهن (II)، مس (I)، قلع (II)، سیلانول ها، آرسنیت، آرسنات، سلنیت، تلوریت، فنول ها، ترکیبات بوریک، آلدهیدها، استون و دیگر کتون های واکنش پذیر ممکن است مزاحمت ایجاد کنند. به ویژه همه واکنش گرهای اکسایشی و کاهشی به طور بالقوه مزاحمت ایجاد می کنند. در صورت نگرانی درباره مزاحمت ها، می توان نتایج را با تقطیر آزنوتروپی (پیوست ب) تصدیق کرد. در مورد استخراج با متانول، اکثر مزاحمت ها، قبل از آنالیز کاهش می یابند.

۲-۷ مواد و/یا واکنشگرها

به جز موارد مشخص شده در این استاندارد در همه آزمون ها باید از واکنشگرهای خالص شیمیایی با درجه خلوص تجزیه ای استفاده شود. درجات دیگر می توانند مشروط بر دارا بودن خلوص به اندازه کافی بالا و بدون کاهش درستی اندازه گیری استفاده شوند. موادی نم گیر^۱، باید در دسیکاتور نگه داری شوند.

۱-۲-۷ واکنشگر کارل فیشر، به صورتی که توسط ارائه کننده سیستم کارل فیشر توصیه شده است.

۲-۲-۷ متانول، متانول مورد استفاده نباید حاوی آب با کسر جرمی بیش تر از ۰.۰۵٪ باشد.

۳-۲-۷ تولوئن، در صورت نیاز برای انحلال نمونه

۳-۷ وسایل

باید از ظروف شیشه‌ای آزمایشگاهی معمول و تجهیزات زیر استفاده شود.

۱-۳-۷ وسایل مناسب برای تیتراسیون کارل فیشر

۲-۳-۷ وسیله تکان دادن

۳-۳-۷ پی‌پت توزین

۴-۳-۷ بالن‌های مخروطی، با ظرفیت ۲۵۰ ml با گردنه و درپوش از جنس شیشه سنباده‌ای

۴-۷ روش انجام آزمون

۱-۴-۷ تعیین ضریب هم‌ارزی

ظرف تیتراسیون (بند ۱-۳-۷) را با متانول (بند ۲-۲-۷) پر کنید و بدون پاشیدن، هم بزنید. با واکنشگر کارل فیشر (بند ۱-۲-۷) تا نقطه پایانی تیتراسیون کنید. با استفاده از یک پی‌پت توزین (بند ۳-۳-۷)، حدود ۸۰ mg آب (W) را با درستی ۰٫۱٪ اضافه کنید. تا نقطه پایانی تیتراسیون کرده و مقدار مصرفی (V_1) را یادداشت کنید. ضریب هم‌ارزی F ، با استفاده از رابطه ۲ محاسبه می‌شود؛

$$F = \frac{W}{V_1} \quad (2)$$

که در آن:

F ضریب هم‌ارزی، بر حسب میلی گرم آب در میلی لیتر؛

W مقدار آب، بر حسب میلی گرم؛

V_1 حجم تیتراسیون، بر حسب میلی لیتر؛

ضریب هم‌ارزی باید به صورت هفتگی تعیین شود.

به جای آب، استانداردهای دیگر مناسب با مقدار آب تعریف شده قابل کاربرد هستند. در مورد آشکارسازی کولومتری، تنظیمات تیتراسیون^۱، لازم نیست.

۲-۴-۷ آنالیز نمونه‌های مایع

ظرف تیتراسیون (بند ۱-۳-۷) را با متانول (بند ۲-۲-۷) پر کنید. بدون پاشیدن، هم بزنید. با واکنشگر کارل-فیشر (بند ۱-۲-۷) تا نقطه پایانی تیتراسیون کنید. مقداری مناسب از نمونه مایع M را با درستی ۰٫۱٪ اضافه کنید (در مورد مقادیر آب کمتر از ۱۰٪، حدود ۱ g نمونه، مناسب است).

حجم تیتراسیون اضافه شده (V) به نمونه را یادداشت کنید.

مقدار آب نمونه مایع، با استفاده از رابطه ۳ محاسبه می‌شود:

$$w_w = \frac{V \times F}{M \times 1000} \times 100 \quad (3)$$

که در آن:

w_w	مقدار آب، بر حسب کسر جرمی بر حسب درصد؛
V	حجم تیترانت اضافه شده، بر حسب میلی لیتر؛
F	ضریب هم‌ارزی (مطابق رابطه ۲)، بر حسب میلی گرم آب در میلی لیتر؛
M	جرم یک قسمت از نمونه، بر حسب گرم است.

ماده خشک با استفاده از رابطه ۶ محاسبه می‌شود.

۳-۴-۷ آنالیز نمونه‌های جامد

فازهای جامد را به صورت زیر آماده‌سازی کنید:

حدود ۱۰ g نمونه جامد M را با درستی ۰٫۱٪ در یک بالن مخروطی (بند ۳-۴-۷) وزن کنید. ۵۰٫۱۰ ml متانول (بند ۲-۲-۷) را با استفاده از پی‌پت اضافه کنید. به مدت ۱۰ دقیقه در وسیله تکان دهنده (۲-۳-۷)، تکان دهید. ظرف تیتراسیون را با متانول (بند ۲-۲-۷) پر کنید. بدون پاشیدن هم بزنید. با واکنشگر کارل فیشر (بند ۱-۲-۷) تا نقطه پایانی تیترا کنید. حجمی مناسب (V_E) از محصول استخراج را با استفاده از پی‌پت به ظرف نمونه منتقل کنید. (در مورد مقادیر آب کم‌تر از ۵٪، حدود ۱۰ ml از محصول استخراج، مناسب است). حجم تیترانت اضافه شده (V)، به محصول استخراج را یادداشت کنید. هم‌چنین یک آزمون شاهد انجام دهید. حجم تیترانت برای شاهد (V_0) را یادداشت کنید.

مقدار آب نمونه جامد، که به صورت کسر جرمی بر حسب درصد بیان می‌شود، با استفاده از رابطه ۴ محاسبه می‌شود:

$$w_w = \frac{(V - V_0) \times F \times 50}{M \times 1000 \times V_E} \times 100 \quad (4)$$

که در آن:

w_w	مقدار آب فاز i ، بیان شده به صورت کسر جرمی بر حسب درصد؛
V	حجم تیترانت اضافه شده، بر حسب میلی لیتر؛
V_0	حجم تیترانت اضافه شده در آزمون شاهد، بر حسب میلی لیتر؛
V_E	حجم محصول استخراج اضافه شده، بر حسب میلی لیتر؛
F	ضریب هم‌ارزی (مطابق رابطه ۲)، بر حسب میلی گرم آب بر میلی لیتر؛
M	جرم یک قسمت از نمونه، بر حسب گرم است.

ماده خشک را مطابق رابطه ۶ بند ۹ محاسبه کنید.

در مورد نمونه‌های دارای ترکیبات مزاحم، بهتر است با سازنده تماس گرفته شود.

۸ محاسبه کسر ماده خشک

ماده خشک، به صورت کسر جرمی بر حسب درصد، با استفاده از رابطه ۵ یا ۶ محاسبه می شود:

(۵)

$$w_{dm} = w_{dr}$$

که در آن:

w_{dm} کسر ماده خشک، بیان شده به صورت کسر جرمی بر حسب درصد؛

w_{dr} باقی مانده خشک، بیان شده به صورت کسر جرمی بر حسب درصد.

یا

$$w_{dm} = 100 - w_w$$

(۶)

که در آن:

w_{dm} کسر ماده خشک، بیان شده به صورت کسر جرمی بر حسب درصد؛

w_w مقدار آب، بیان شده به صورت کسر جرمی بر حسب درصد.

۹ دقت

مشخصه‌های عملکردی روش‌ها، ارزیابی شده‌اند (پیوست الف را ببینید).

۱۰ 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 ضروری است؛

۳-۱۰ بیان نتایج مطابق با بند ۸؛

۴-۱۰ جزئیات همه مراحل روش کار مشتق شده از این استاندارد با تمام مواردی که ممکن است نتایج را تحت تأثیر قرار دهند؛

۵-۱۰ روش مورد استفاده (روش الف یا ب)؛

۶-۱۰ تاریخ انجام آزمون؛

۷-۱۰ نام و نام خانوادگی و امضای آزمون‌گر.

پیوست الف
(اطلاعاتی)
تکرارپذیری و تجدیدپذیری

الف-۱ مشخصه‌های عملکردی

داده‌های روش الف برای لجن، پسماند زیستی و خاک، ارائه شده در جدول الف-۱، در یک مطالعه مقایسه‌ای انجام گرفته در اروپا در سال ۲۰۰۸، به دست آمده است. داده‌های عملکردی روش‌های الف و ب برای پسماند ارائه شده در جدول ۱ و جدول ۲ در یک مطالعه مقایسه‌ای در اروپا، که در سال ۲۰۰۵ انجام شد، به دست آمده است.

جدول الف-۱- مشخصه‌های عملکردی روش الف- خشک کردن در دمای ۱۰۵ °C، باقی‌مانده خشک

نمونه	l	n	n_0	\bar{x} %	s_R	$C_{V,R}$ %	s_r	$C_{V,r}$ %
لجن ۱	۲۵	۱۰۵	۳	۹۶٫۵۷	۰٫۶۱	۰٫۶۳	۰٫۳۳	۰٫۳۴
لجن ۲	۲۹	۱۳۰	۲	۹۵٫۴۷	۰٫۴۹	۰٫۵۱	۰٫۲۳	۰٫۲۴
کمپوست ۱	۲۸	۱۲۵	۴	۹۳٫۷۲	۰٫۴۷	۰٫۵۱	۰٫۱۴	۰٫۱۵
کمپوست ۲	۲۹	۱۲۳	۵	۹۱٫۷۳	۰٫۵۴	۰٫۵۹	۰٫۳۸	۰٫۴۲
خاک ۴	۲۸	۱۱۲	۴	۹۵٫۲۸	۰٫۳۹	۰٫۴۱	۰٫۱۳	۰٫۱۴
خاک ۵	۲۸	۱۰۶	۶	۹۸٫۳۹	۰٫۱۳	۰٫۱۴	۰٫۰۸	۰٫۰۸
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 نیکل	۳۳	۹۸	۶	۵۲٫۹۵	۱٫۰۸	۲٫۰۴	۰٫۳۴	۰٫۶۰

راهنما:

l	تعداد آزمایشگاه‌های شرکت کننده
n	تعداد نتایج تجزیه‌ای پس از حذف داده‌های پرت
n_0	تعداد داده‌های پرت
\bar{x}	میانگین کلی نتایج، بدون داده‌های پرت
s_R	انحراف استاندارد تجدیدپذیری
$C_{V,R}$	ضریب تغییر تجدیدپذیری
s_r	انحراف استاندارد تکرارپذیری
$C_{V,r}$	ضریب تغییر تکرارپذیری

جدول الف-۲- مشخصه‌های عملکردی روش ب- تیتراسیون کارل- فیشر- مقدار آب

نمونه	l	n	o	\bar{x} %	s_R	$C_{V,R}$ %	s_r	$C_{V,r}$ %
خاک آلوده	۱۸	۵۴	۱۱	۶٫۴۴	۱٫۰۷	۱۶٫۶۳	۰٫۲۳	۳٫۵۴
باقی‌مانده تقطیر	۲۲	۶۶	۰	۹٫۰۴	۰٫۸۴	۹٫۳۴	۰٫۲۰	۲٫۱۷
لجن حاصل از لایروبی	۱۷	۵۱	۱۸	۳۰٫۶۹	۳٫۴۸	۱۱٫۳۲	۰٫۷۸	۲٫۵۵
محلول مته‌کاری	۲۲	۶۶	۰	۹۷٫۴۴	۱٫۸۸	۱٫۹۳	۱٫۰۳	۱٫۰۵
لجن نیکل	۱۸	۵۴	۱۲	۳۸٫۳۸	۴٫۹۵	۱۲٫۵۸	۰٫۷۶	۱٫۹۲
روغن پسماند ^۱	۲۱	۶۳	۱۴	۶۹٫۱۹	۱٫۹۶	۲٫۸۳	۰٫۸۳	۱٫۲۰

راهنما:

l تعداد آزمایشگاه‌های شرکت کننده

n تعداد نتایج تجزیه‌ای پس از حذف داده‌های پرت

o درصد داده‌های پرت

\bar{x} میانگین کلی نتایج، بدون داده‌های پرت (کسر جرمی)

s_R انحراف استاندارد تجدیدپذیری

$C_{V,R}$ ضریب تغییر تجدیدپذیری

s_r انحراف استاندارد تکرارپذیری

$C_{V,r}$ ضریب تغییر تکرارپذیری

الف-۲ انواع نمونه‌ها و آماده‌سازی نمونه

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

الف-۲-۱ لجن ۱ و لجن ۲

مخلوطی از لجن شهری (با اندازه ذرات کمتر از ۰٫۵ mm) از پساب تصفیه شده کارخانجات آلمان

الف-۲-۲ کمپوست ۱

کمپوست تازه کاملاً خرد شده با اندازه ذرات کمتر از ۲ mm از اتریش

الف-۲-۳ کمپوست ۲

کمپوست تازه کاملاً خرد شده با اندازه ذرات کمتر از ۲ mm از آلمان

الف-۲-۴ خاک ۴

خاک کاملاً خرد شده اصلاح شده با لجن، اندازه ذرات کمتر از ۲ mm از آلمان

الف-۲-۵ خاک ۵

خاک کاملاً خرد شده کشاورزی، با اندازه ذرات کمتر از ۲ mm از انگلستان

الف-۲-۶ 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 اشتعال، اطمینان حاصل شود. سپس، با تکان دادن در یک بشکه پلاستیکی همگن شد.

الف-۲-۷ لجن حاصل از لایروبی

نمونه از یک ناحیه آب رودخانه‌ای راکد در رودخانه راین گرفته شد. به منظور 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-۲-۸ لجن نیکل

این مخلوط از مواد پسماند غیرآلی عمدتاً شامل کربنات‌های حاصل از فرایند متالورژیکی بود. ماده از یک الک ۳ mm عبور داده شد. به منظور 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.

الف-۲-۹ محلول مته کاری

این نمونه یک امولسیون آب-روغن بود که برای مته کاری در فرایندهای فلزکاری استفاده می‌شد. نمونه‌های آزمایشگاهی در حالی آماده‌سازی شدند که نمونه (حدود ۷ لیتر) در یک ظرف شیشه‌ای ۱۰ لیتری به وسیله هم‌زدن شدید همگن‌سازی شد.

الف-۲-۱۰ روغن پسماند

این نمونه از یک واحد صنعتی بازسازی روغن گرفته شد. نمونه، مخلوطی از روغن موتور و سیال هیدرولیک پسماند بود. نمونه به همان روشی که در مورد محلول مته کاری عمل شد، همگن‌سازی شد.

الف-۲-۱۱ باقی‌مانده تقطیر

مخلوطی از ترکیبات آلی، حاصل از یک فرایند تولید دارو، شامل الکل‌ها و کتون‌های دارای دمای جوش پایین، مثل متانول و استون، بود.

الف-۳ همگنی و پایداری

برای بررسی همگنی، آنالیزهای تکراری حاصل از هشت ظرف نمونه مختلف انجام شد. داده‌های حاصل از آزمون همگنی، در جدول الف-۳ ارائه شده است.

پایداری و همگنی در بطری^۱ نمونه‌ها، توسط سه تا چهار 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 الف-۳- نتایج حاصل از آزمون همگنی

مقدار آب (تیتراسیون کارل-فیشر) (%)	باقی‌مانده خشک (105 °C) (%)		نمونه
-	۹۲٫۹۴	میانگین	خاک آلوده
-	۰٫۰۵	انحراف استاندارد	
-	۰٫۰۶	انحراف استاندارد نسبی	
-	۶۶٫۸۵	میانگین	لجن حاصل از لایروبی
-	۰٫۱۸	انحراف استاندارد	
-	۰٫۲۷	انحراف استاندارد نسبی	
-	۵۳٫۳۹	میانگین	لجن نیکل
-	۰٫۵۷	انحراف استاندارد	
-	۱٫۰۸	انحراف استاندارد نسبی	
۹۸٫۰۳	-	میانگین	امولسیون مته‌کاری
۰٫۷۱	-	انحراف استاندارد	
۰٫۷۲	-	انحراف استاندارد نسبی	
۶۹٫۸۳	-	میانگین	روغن پسماند
۰٫۲۲	-	انحراف استاندارد	
۰٫۳۱	-	انحراف استاندارد نسبی	
۹٫۱۶	-	میانگین	باقی‌مانده تقطیر
۰٫۰۷	-	انحراف استاندارد	
۰٫۸۱	-	انحراف استاندارد نسبی	

1- In-bottle homogeneity

الف-۴ نتایج کسر ماده خشک به روش‌های مختلف

داده‌های ماده خشک محاسبه شده از مقدار میانگین مواد مختلف در جدول الف-۴ فهرست شده‌اند. این جدول امکان مقایسه نتایج حاصل از روش‌های مختلف را میسر می‌سازد. به جز برای لجن نیکل، داده‌ها قابل مقایسه هستند.

جدول الف-۴ - کسر ماده خشک محاسبه شده حاصل از روش‌های مختلف

کسر ماده خشک (w/w %)			نمونه
تقطیر آزنوتروپی	تیتراسیون کارل فیشر	خشک‌سازی در دمای ۱۰۵ °C	
۹۳٫۲	۹۳٫۶	۹۳٫۳	خاک آلوده
۶۷٫۶	۶۹٫۳	۶۶٫۴	لجن حاصل از لایروبی
۵۶٫۸	۶۱٫۲	۵۳٫۰	لجن نیکل
۲٫۶	۲٫۵	-	امولسیون مته‌کاری
۳۰٫۹	۳۰٫۸	-	روغن پسماند
- ^a	۹۱٫۰	-	باقی‌مانده تقطیر

^a بیشتر آزمایشگاه‌ها قادر به اندازه‌گیری مقدار آب باقی‌مانده تقطیر به روش تقطیر آزنوتروپی نبودند.

پیوست ب
(اطلاعاتی)
تقطیر آزنوتروپی با تولوئن

ب-۱ کلیات

در نتیجه مطالعه اعتبارسنجی، اندازه‌گیری مقدار آب به روش تقطیر آزنوتروپی با روش تیتراسیون کارل فیشر جایگزین شد. با این وجود ممکن است تقطیر در موارد معینی مفید باشد. پیوست الف را برای مقایسه داده‌ها ببینید.

ب-۲ مزاحمت‌ها

ترکیبات فرار محلول در آب، به عنوان آب اندازه‌گیری می‌شوند. اگر اعتقاد بر این است که این ترکیبات وجود دارند، ممکن است محصول تقطیر برای مقدار آب، به روش کارل فیشر مناسب آنالیز شود.

ب-۳ خطرات

تولوئن و بخار تولوئن سمی و اشتعال‌پذیر است. از استنشاق و تماس با چشم و پوست اجتناب کنید.

ب-۴ مواد و/یا واکنشگرها

ب-۴-۱ تولوئن، C_7H_8 ، حداقل با خلوص تجزیه‌ای

حلال‌های دیگر (مثل اتر نفتی با گستره دمای جوش: $100^{\circ}C$ تا $140^{\circ}C$) در صورتی قابل کاربرد هستند که منجر به نتایج قابل مقایسه شوند.

ب-۵ تجهیزات

باید از وسایل شیشه‌ای آزمایشگاهی به همراه وسایل دیگر استفاده شود.

ب-۵-۱ وسایل تقطیر آزنوتروپی

وسایل شامل یک ظرف تقطیر شیشه‌ای ۵۰۰ ml تا ۲۰۰۰ ml، یک عدد گرم‌کن، یک عدد خنک‌ساز تقطیر برگشتی^۱ با طول حداقل ۴۰۰ mm و ظرف تقطیر مقیاس‌دار است. شکل ب-۱ را ببینید.

1- Reflux

ب-۵-۲ عوامل ضد غلیان^۱ (مانند سنگ جوش‌های شیشه‌ای^۲، حلقه راشینگ)

ب-۵-۳ میله‌های شیشه‌ای

ب-۶ روش انجام آزمون

یک قسمت حدود $g (100 \pm 1)$ از نمونه را در یک ظرف تقطیر به‌درستی وزن کرده و سپس 100 ml تولوئن (بند ب-۴-۱) به آن اضافه کنید. سنگ جوش‌های شیشه‌ای یا حلقه‌های راشینگ و غیره را در صورت نیاز برای جلوگیری از غلیان اضافه کنید.

تقطیر را آغاز کرده و تا زمانی که هیچ آبی در قسمت‌های وسیله به استثنای لوله جمع‌آوری مشاهده نشود و زمانی که حجم آب در لوله جمع‌آوری حدود ۵ دقیقه تغییر نکند، تقطیر کنید. اجازه دهید لوله جمع‌آوری تا دمای محیط خنک شود. قطرات آب احتمالی را با استفاده از یک وسیله مناسب (مانند میله شیشه‌ای) به سمت پایین هل دهید. حجم آب را با قرائت مقیاس اندازه‌گیری کنید.

ب-۷ محاسبه نتایج

مقدار آب نمونه، که به‌صورت کسر جرمی برحسب درصد یا گرم در کیلوگرم بیان می‌شود، با استفاده از رابطه ب-۱ محاسبه می‌شود:

$$w_w = \frac{V \times \delta \times f}{m_i} \quad (\text{ب-۱})$$

w_w مقدار آب نمونه، بیان شده به‌صورت کسر جرمی بر حسب درصد یا گرم در کیلوگرم؛

V حجم موجود در لوله جمع‌آوری، بر حسب میلی‌لیتر؛

δ چگالی آب، بر حسب گرم در میلی‌لیتر؛

m_i جرم نمونه، بر حسب گرم؛

f ضریب تبدیل $f=100$ برای بیان نتایج به‌صورت کسر جرمی بر حسب درصد و ضریب تبدیل $f=1000$ برای بیان نتایج بر حسب گرم در کیلوگرم.

یادآوری - برای اهداف این استاندارد ملی، چگالی آب را می‌توان تقریباً 1.0 g/ml در نظر گرفت.

1- Anti-bumping
2- Glass pearls

ب-۸ بررسی عملکرد سیستم

بررسی سیستم با استفاده از آب به صورت یک نمونه یا ماده مرجع با مقدار آب معلوم انجام می شود. نتایج باید الزامات ارائه شده در جدول ب-۱ را برآورده کنند. انحراف از این الزامات ممکن است به دلیل اتلاف های بخار، تقطیر سریع و رطوبت محیط باشد. جدول ب-۱- معیارهای عملکردی سیستم

مقادیر برحسب میلی لیتر است.

حجم لوله جمع آوری	حجم آب افزوده شده در دمای ۲۰ °C	بازیابی در دمای ۲۰ °C
۵	۱	۱±۰٫۱
۱۰	۱	۱±۰٫۱
۱۰	۵	۵±۰٫۲
۲۵	۱۲	۱۲±۰٫۲

ب-۹ داده های عملکرد

به خاطر عدم سهیم بودن، روش تقطیر معیارهای اعتبارسنجی را ندارد. داده های عملکرد موجود در جدول ب-۲ برای آگاهی ارائه شده است.

جدول ب-۲- داده های عملکردی روش تقطیر آزئوتروپی

نمونه	l	n	o	\bar{x}	s_R	$C_{v,r}$	S_r	$C_{v,r}$
			%	%		%		%
خاک آلوده	۸	۲۴	۰	۶٫۷۷	۱٫۱۲	۱۶٫۵۲	۰٫۴۴	۶٫۵۱
لجن حاصل از لایروبی	۸	۲۴	۰	۳۲٫۴۴	۲٫۲۹	۷٫۰۷	۱٫۸۳	۵٫۶۵
محلول مته کاری	۷	۲۱	۱۴	۹۷٫۳۷	۲٫۱۲	۲٫۱۸	۱٫۸۰	۱٫۸۵
لجن نیکل	۷	۲۱	۰	۴۳٫۲۱	۲٫۷۳	۶٫۳۲	۱٫۳۶	۳٫۱۴
روغن پسماند	۷	۲۱	۱۴	۶۹٫۳۰	۲٫۳۹	۳٫۴۴	۲٫۰۴	۲٫۹۴

راهنما:

l تعداد آزمایشگاه های شرکت کننده

n تعداد نتایج تجزیه ای پس از حذف داده های پرت

o درصد داده های پرت

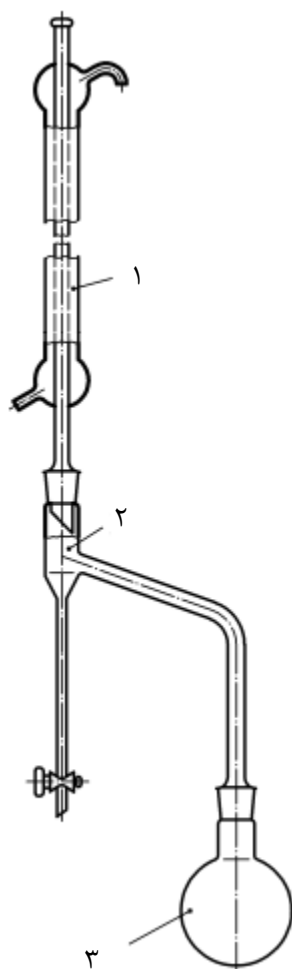
\bar{x} میانگین کلی نتایج، بدون داده های پرت (کسر جرمی)

s_R انحراف استاندارد تجدیدپذیری

$C_{v,r}$ ضریب تغییر تجدیدپذیری

S_r انحراف استاندارد تکرارپذیری

$C_{V,r}$ ضریب تغییر تکرارپذیری



راهنما:

- | | |
|---|------------------|
| ۱ | خنک کننده |
| ۲ | ظرف دریافت کننده |
| ۳ | ظرف تقطیر |

شکل ب-۱- وسیله تقطیر آزنوتروپی

پیوست پ

(اطلاعاتی)

خلاصه الزامات عمومی و توصیه‌ها

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

جدول پ-۱- الزامات کلی و توصیه‌ها

محدودیت بافت	محدودیتی ندارد.
گستره کاری نوعی	بیش‌تر از ۱٪ (کسر جرمی) ماده خشک یا مقدار آب
محدودیت نمونه‌برداری	محدودیتی ندارد.
پیش‌آماده‌سازی ظرف نمونه	تمیز و خشک؛ عاری از حلال
ظرف نمونه	شیشه کهربایی دهانه گشاد با درپوش سنباده‌ای
شرایط انتقال	سرد و تاریک
محافظت	خنک کردن در دمای 4°C
شرایط ذخیره‌سازی	در دمای 4°C در محل تاریک و به مدت حداکثر یک هفته که برای نگهداری طولانی‌تر در دمای حدود 18°C -
مقدار موردنیاز	حدود ۲۰۰ g از نمونه اصلی
آزمونه	حدود ۲۰ g از نمونه همگن شده