



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۱۳۵۶

چاپ اول

۱۳۹۵

INSO

21356

1st.Edition

2017

پسماند - استخراج ناپیوسته متوالی با سیال
استخراج کننده اسیدی - روش آزمون

Waste - Sequential batch extraction with
acidic fluid - Test method

ICS: 13.060.50 ; 19.040

استاندارد ملی ایران شماره ۲۱۳۵۶ : ۱۳۹۵

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.2592 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 استانداردهای 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 صدور گواهی 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

« پسماند - استخراج ناپیوسته متوالی با سیال استخراج کننده اسیدی - روش آزمون »

رئیس:

عدل نسب، لاله
(دکتری شیمی تجزیه)

سمت و/یا محل اشتغال:

پژوهشگاه استاندارد

دبیر:

افتخاری دافچاهی، سمیه
(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

شرکت رویان پژوهان سینا

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اسدی، ایرج
(دکتری آلودگی محیط زیست)

سازمان محیط زیست استان همدان

اسمعیلی طارمسری، معصومه
(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

شرکت رویان پژوهان سینا

بیگدلی، داوود
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

شرکت کیمیا زیست بهسازان

حسینی، مرضیه
(کارشناسی آب و خاک)

آزمایشگاه پیرایه زیست قزوین

ردائی، احسان
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

اداره کل استاندارد استان همدان

صنعتگر دلشاد، الهام
(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

شرکت رویان پژوهان سینا

قاسملو، رقیه
(کارشناسی ارشد مهندسی منابع طبیعی، محیط زیست)

شرکت آب منطقه‌ای استان همدان

نجفی، امیر
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

آزمایشگاه فنی و مکانیک خاک همدان

دانشگاه بوعلی سینا همدان

هاشمی، مهدی
(دکتری شیمی تجزیه)

ویراستار:

پژوهشگاه استاندارد

عدل‌نسب، لاله
(دکتری شیمی تجزیه)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
	پیش‌گفتار
ز	
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف، نمادها
۲	۴ وسایل
۵	۵ واکنشگرها
۵	۶ نمونه‌برداری
۶	۷ آماده‌سازی نمونه
۷	۸ روش اجرای آزمون
۱۱	۹ روش محاسبه
۱۲	۱۰ تعاریف متغیرها
۱۴	۱۱ گزارش آزمون
۱۵	۱۲ دقت و اریبی
۳۱	پیوست الف (آگاهی‌دهنده) اصول هم‌زدن و سرعت و نسبت مایع به جامد

پیش‌گفتار

استاندارد « پسماند- استخراج ناپیوسته متوالی با سیال استخراج کننده اسیدی - روش آزمون » که پیش-نویس آن در کمیسیون‌های مربوط تهیه و تدوین شده است، در یکصد و سی و یکمین اجلاس کمیته ملی استاندارد محیط زیست مورخ ۱۳۹۵/۱۱/۱۰ 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 D5284: 2009, Standard Test Method for Sequential Batch Extraction of Waste with Acidic Extraction Fluid

مقدمه

این استاندارد به عنوان ابزاری جهت دست آوردن محصولات استخراج‌های متوالی پسماند در نظر گرفته شده است. محصولات استخراج ممکن است جهت تخمین میزان آزاد شدن برخی ترکیبات پسماند، تحت شرایط آزمایشگاهی شرح داده شده در این استاندارد استفاده شوند. pH سیال استخراج کننده مورد استفاده در این روش آزمون، منعکس کننده pH رسوب اسیدی در منطقه‌ای است که پسماند مورد آزمون در آن دفع می‌شود. در این استاندارد، pH نهایی هر یک از محصولات استخراج، برهمکنش استخراج کننده با ظرفیت بافوری پسماند را نشان می‌دهد. این روش آزمون برای ایجاد محصولات استخراجی که نماینده شیرابه^۱ واقعی ایجاد شده از پسماند در محل یا جهت ایجاد محصولات استخراج مورد استفاده برای طراحی مهندسی می‌باشند، در نظر گرفته نشده است. این روش آزمون برای شبیه سازی شرایط فروشویی در یک محل خاص و شبیه سازی شرایط محل دفع واقعی فروشویی در نظر گرفته نشده است. 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 جابه‌جایی نمونه بسیار حائز اهمیت است تا از آلودگی احتمالی نمونه‌ها اجتناب شود. 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. 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 پیوست الف مراجعه شود).

پسماند - استخراج ناپیوسته متوالی با سیال استخراج کننده اسیدی - روش آزمون
هشدار - در این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی درج نشده است. در صورت مواجهه با چنین مواردی، مسئولیت برقراری شرایط بهداشت و ایمنی مناسب و اجرای آن بر عهده کاربر این استاندارد است.

۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد، ارائه روش فروشویی (استخراج مایع - جامد)^۱ متوالی پسماندهای حاوی حداقل ۵٪ مواد جامد خشک است که برای تهیه محلول‌های مورد استفاده جهت اندازه‌گیری مواد فروشویی شده تحت شرایط آزمون مشخص استفاده می‌شود.

۲-۱ در این استاندارد وزن معلومی از پسماند با سیال استخراج کننده اسیدی با ترکیب مشخص مخلوط و تکان داده می‌شود، سپس فاز مایع برای آنالیز جداسازی می‌شود. pH سیال استخراج کننده بیانگر pH رسوب اسیدی در منطقه‌ای می‌باشد که پسماند مورد آزمون در آن دفع می‌شود. این روش ۱۰ مرتبه به صورت متوالی بر روی نمونه‌های پسماند یکسان انجام شده که در نتیجه آن ۱۰ محلول ایجاد می‌شود.

۳-۱ این استاندارد تنها برای توصیف روش انجام استخراج ناپیوسته متوالی در نظر گرفته شده است. این استاندارد همه انواع الزامات نمونه‌برداری و تجزیه‌ای را که ممکن است با به کارگیری آن در ارتباط باشند شرح نمی‌دهد.

۴-۱ برای استخراج ناپیوسته متوالی پسماند با استفاده از سیال استخراج کننده غیراسیدی به استاندارد ASTM D4793 مراجعه شود.

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 مرجعی 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 D1193, Specification for Reagent Water

۱- استخراج مایع - جامد (leaching)، فرایندی است در شیمی و صنایع شیمیایی که طی آن ماده‌ای مشخص، به وسیله یک حلال از ماده جامد جداسازی می‌شود.

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸: سال ۱۳۸۱، آب- مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگی‌ها و روش‌های آزمون، با استفاده از استاندارد ISO 3696:1987 تدوین شده است.

2-2 ASTM D75, Practice for Sampling Aggregates

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۱۲۶۷: سال ۱۳۹۴، سنگدانه - نمونه‌برداری از سنگدانه‌ها- آیین کار، با استفاده از استاندارد ASTM D75/75M:2014 تدوین شده است.

2-3 ASTM D420, Guide to Site Characterization for Engineering Design and Construction Purposes

2-4 ASTM D653, Terminology Relating to Soil, Rock, and Contained Fluids

2-5 ASTM D1129, Terminology Relating to Water

2-6 ASTM D2234/D 2234M, Practice for Collection of a Gross Sample of Coal

2-7 ASTM D3370, Practices for Sampling Water from Closed Conduits

2-8 ASTM D4793, Test Method for Sequential Batch Extraction of Waste with Water

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۲۰۸۲۸: سال ۱۳۹۴، پسماندها- استخراج ناپیوسته متوالی با آب - روش آزمون، با استفاده از استاندارد ASTM D4793:2009 تدوین شده است.

۳ اصطلاحات و تعاریف، نمادها

۱-۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف ارائه شده در استاندارد ASTM D1129 به کار می‌رود.

۲-۳ نمادها

متغیرهای بیان شده در این استاندارد در بندهای مستقلی که مورد بحث قرار گرفته‌اند، تعریف شده است. همچنین فهرستی از متغیرهای تعریف شده در بند ۱۰ ارائه شده است.

۴ وسایل

۱-۴ خط‌کش، مانند یک خط‌کش چوبی لبه صاف.

۲-۴ صفحه نفوذناپذیر، از جنس کاغذ براق، پارچه روغنی یا دیگر مواد انعطاف‌پذیر با یک ترکیب مناسب نسبت به آنالیت مورد نظر.

۳-۴ صفحات یا سینی خشک‌کن (برای مثال، تشتک آلومینیومی، ظروف چینی، صفحات توزین شیشه‌ای)، دو عدد برای هر پسماند، مناسب برای پسماند مورد آزمون و دستورالعمل‌های ارائه شده در زیربند ۲-۸.

۴-۴ گرمخانه خشک‌کن، هر نوع گرمخانه خشک‌کن کنترل شده دمای پای با قابلیت نگهداری دما بین 100°C و 110°C در گستره $\pm 2^{\circ}\text{C}$.

۵-۴ خشکانه، با دارا بودن ظرفیت مناسب برای نگهداری صفحات خشک‌کن مذکور در زیربند ۳-۴ و بوته‌های مذکور در زیربند ۴-۱۶.

۶-۴ ترازوی آزمایشگاهی، با قابلیت توزین با دقت 0.1 g .

۷-۴ ارلن مایر، با گنجایش ۲۱ و مجهز به میله هم‌زن مغناطیسی.

۸-۴ همزن مغناطیسی

۹-۴ استوانه مدرج، با گنجایش ۱۱ یا ۲۱.

۱۰-۴ پیپت، با گنجایش 1 ml .

۱۱-۴ بالن حجمی، با گنجایش ۱۱.

۱۲-۴ پیپت، با گنجایش 10 ml (پیپت‌هایی با سایر اندازه‌ها شامل میکروپیپت‌ها برای استفاده در زیربند ۸-۳-۲ لازم می‌باشند).

۱۳-۴ PH متر، با قابلیت قرائت 0.1 واحد و درستی ± 0.05 واحد در دمای 25°C .

۱۴-۴ ظرف از نوع دهان گشاد، با گنجایش ۲۰ الی ۵۰ دارای ترکیب مناسب با ماهیت آزمون‌هایی که انجام می‌شود (به استاندارد ASTM D3370 مراجعه شود).

۱۵-۴ کیف شیشه‌ای بزرگ

۱۶-۴ بوته‌ها، چینی، با گنجایش 20 ml ، دو عدد برای هر پسماند.

۱۷-۴ ترازوی تجزیه‌ای، با قابلیت توزین تا 0.1 mg .

۱۸-۴ بطری شستشو، با گنجایش 500 ml .

۱۹-۴ دستگاه همزن، هر نوع همزنی که با سرعت $(0.3 \pm 0.5)\text{ Hz}$ ظرف استخراج‌کننده با دو انتهای بسته را بچرخاند به گونه‌ای که محور چرخشی آن افقی بوده و به مرکز ظرف اعمال شود (به شکل ۱ در پیوست الف مراجعه شود).

یادآوری- در صورتی که بتوان همترازی را اثبات کرد، می‌توان از وسایل مشابه با آرایش محوری مختلف استفاده کرد.

۲۰-۴ سامانه صاف کردن فشاری، وسیله صاف کردن فشاری با ترکیب مناسب با ماهیت آنالیز انجام شده و مجهز به صافی با اندازه حفره $0.45\text{ }\mu\text{m}$ یا $0.8\text{ }\mu\text{m}$ (به یادآوری زیربند ۸-۵ مراجعه شود).

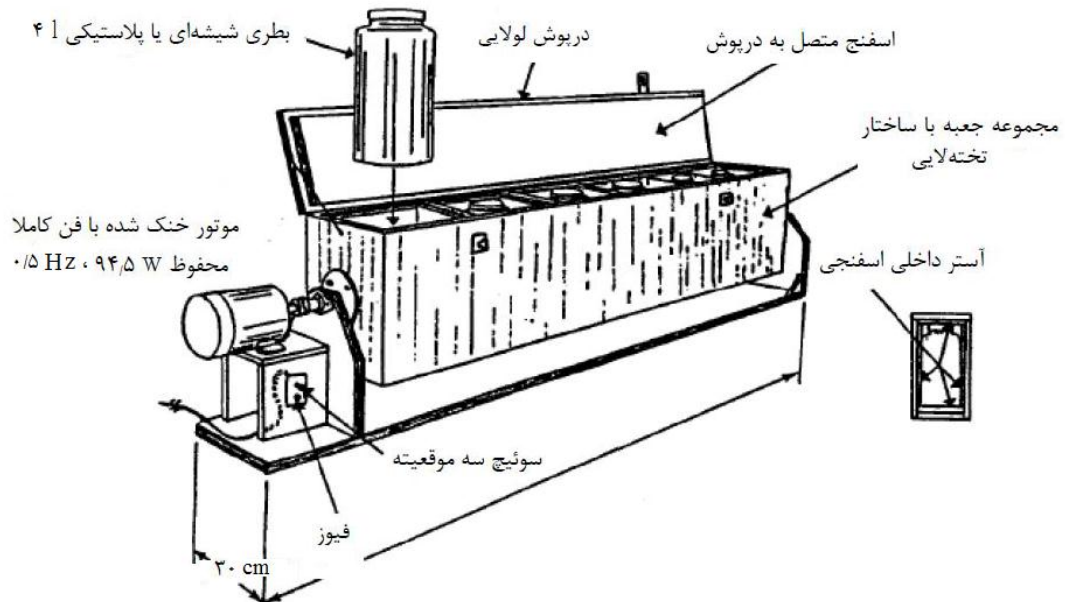
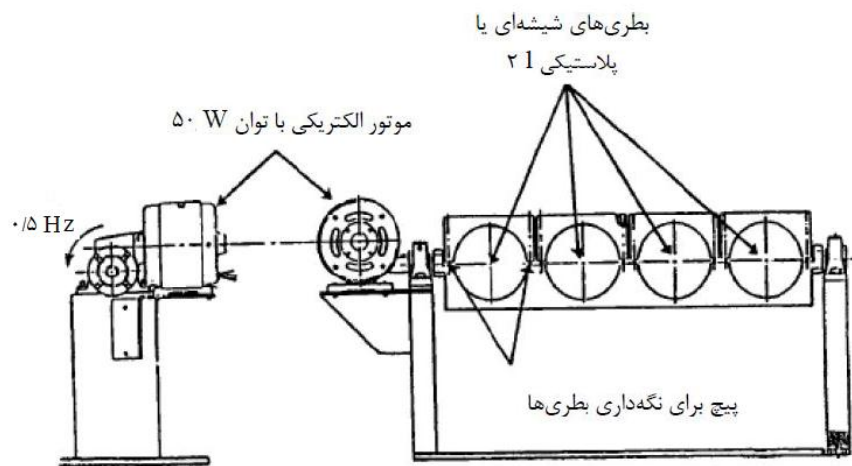
۲۱-۴ ظرف استخراج، استوانه‌ای، دهان گشاد، دارای ترکیب مناسب با ماهیت پسماند و آنالیز انجام شده، همچنین ساخته شده از موادی که دارای جذب ترکیبات مورد آزمون نمی‌باشند و به اندازه کافی در برابر

ضربه ناشی از برخورد اجزا مقاوم باشند. توصیه می‌شود اندازه ظروف به نحوی انتخاب شود که نمونه همراه با سیال استخراج حدود ۹۵٪ ظرف را اشغال کند. ظروف باید در پوش آب‌بند داشته باشند. ظرف نمونه‌هایی که ممکن است در آن گاز آزاد شود باید دارای یک مکانیسم تخلیه مناسب باشد.

یادآوری ۱- اندازه قطر ظرف مناسب در گستره ۱۰ cm تا ۱۱ cm و ارتفاع آن‌ها ۲۲ cm تا ۳۳ cm می‌باشد.

یادآوری ۲- تخلیه ظرف، باید توانایی لازم برای مقاومت در برابر ترکیبات فرار غلیظ موجود در محصولات استخراج را داشته باشد.

۴-۲۱-۱ توصیه می‌شود ظرف استخراج متناسب با آنالیز انجام شده، تمیز شوند (به استاندارد ASTM D3370 مراجعه شود).



شکل ۱- استخراج‌کننده

۵ مواد و/ یا واکنشگرها

۱-۵ خلوص واکنشگرها، در طول آنالیز، فقط از واکنشگرهایی با خلوص تجزیه‌ای استفاده کنید، مگر اینکه نوع دیگری مشخص شده باشد. موادی با خلوص دیگر نیز ممکن است استفاده شوند، مشروط بر آنکه ابتدا معلوم شود که این مواد دارای خلوص کافی هستند تا کاربرد آن‌ها، بدون کاهش صحت اندازه‌گیری‌ها مجاز گردد.

۲-۵ خلوص آب، در طول آنالیز، به غیر از موارد مشخص شده، از آب درجه ۴ مطابق با ویژگی‌های استاندارد ASTM D 1193 استفاده شود.

۳-۵ محلول سولفوریک اسید/ نیتریک اسید، مخلوط (۴۰:۶۰) سولفوریک اسید/نیتریک اسید را با استفاده از سولفوریک اسید % ۹۵ وزنی تا % ۹۸ وزنی و نیتریک اسید % ۶۹ وزنی تا % ۷۱ وزنی آماده کنید. به دستورالعمل‌های ارائه شده در زیربند ۳-۸ برای آماده‌سازی این محلول مراجعه شود.

۶ نمونه‌برداری

۱-۶ نمونه نماینده‌ای از پسماند مورد آزمون را با استفاده از روش‌های نمونه‌برداری ارائه شده برای هر صنعت (به استانداردهای ASTM D75، ASTM D420، ASTM D653 و ASTM D2234/D2234M مراجعه شود) به دست آورید.

۲-۶ در مواردی که روش خاصی در دسترس نباشد، برای مواد با شکل فیزیکی مشابه باید از یک روش نمونه‌برداری استفاده شود.

۳-۶ مقدار نمونه ارسال شده به آزمایشگاه برای انجام تعیین محتوای مواد جامد مطابق با زیربند ۸-۲، باید به میزان کافی باشد. g ۱۰۰ نمونه بر اساس وزن خشک برای هر استخراج لازم می‌باشد.

۴-۶ از آنجایی که تغییرات مساحت سطح، تاثیر مستقیمی بر مشخصه‌های فروشویی نمونه دارد، نماینده بودن نمونه پسماند با توجه به مساحت سطح حائز اهمیت است. توزیع اندازه ذرات نمونه‌های پسماند باید گویا باشد.

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

۵-۶ به منظور جلوگیری از آلودگی نمونه یا اتلاف اجزاء سازنده قبل از استخراج، نمونه‌ها را متناسب با نوع نمونه و آنالیز موردنظر در ظروف بسته نگه‌داری کنید (به استاندارد ASTM D3370 مراجعه شود). شرایط نگهداری و روش‌های جایجایی را در گزارش آزمون ثبت کنید.

۶-۶ توصیه می‌شود زمان بین جمع‌آوری و استخراج نمونه با توجه به ماهیت نمونه و اطلاعات مورد نظر تعیین شود (به استاندارد ASTM D3370 مراجعه شود).

۶-۷ مدت زمان بین جمع‌آوری نمونه و استخراج باید گزارش شود.

۷ آماده‌سازی نمونه

۷-۱ برای پسماندهای جامد ذره‌ای روان، نمونه‌ای به اندازه تقریبی یک چهارم نمونه دریافتی (مطابق با بند ۶) به منظور آزمون بر روی ورقه نفوذناپذیر کاغذ روغنی، پارچه روغنی یا دیگر مواد انعطاف‌پذیر که دارای ترکیب مناسب با گونه مورد نظر باشند، به شرح زیر تهیه کنید:

۷-۱-۱ ظرف نمونه را در مرکز ورقه خالی کنید.

۷-۱-۲ نمونه را به آرامی با یک لبه‌ی صاف خط‌کش پهن کنید تا زمانی که به عمق حداقل دو برابر حداکثر قطر ذره به طور یکنواخت پخش شود.

۷-۱-۳ نمونه را با بلند کردن یک گوشه ورقه و کشیدن آن از عرض، رو به پایین به سمت گوشه مقابل شیوه‌ای 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 عمل را ۱۰ بار تکرار کنید.

۷-۱-۴ هر چهار گوشه ورقه را به سمت مرکز بلند کرده و هر چهار گوشه را با هم نگه دارید. کل ورقه را در هوا بالا ببرید تا به شکل پاکتی برای نمونه درآید.

۷-۱-۵ روش مذکور در زیربند ۷-۱-۲ را تکرار کنید.

۷-۱-۶ حداقل تا زمانی که نمونه به شکل یک توده گرد در آید، 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.

۷-۱-۷ قسمت‌های دیگر را دور بریزید.

۷-۱-۸ در صورتی که کاهش بیشتری در اندازه نمونه لازم باشد، زیربندهای ۷-۱-۳ تا ۷-۱-۷ را تکرار کنید. از حجمی از نمونه استفاده کنید که در هر استخراج، g ۱۰۰ ماده جامد بر اساس وزن خشک حاصل شود. برای تعیین مقدار مواد جامد، نمونه‌های بیشتری را تهیه کنید (به زیربند ۸-۲ مراجعه شود). حجمی از نمونه به غیر از g ۱۰۰ جامد بر اساس وزن خشک برای استخراج توصیه نمی‌شود، با این حال در صورتی که حجم نمونه متفاوتی استفاده شود، این مقدار را گزارش نمایید.

یادآوری- برای سایر روش‌های قابل قبول برای مخلوط کردن و نمونه‌گیری از پسماندهای جامد حاوی ذرات روان به تئوری و آیین کار نمونه‌گیری پی‌یرگری^۱، جلد اول و دوم، نوشته شده توسط اف. پیکارد، انتشارات CRC، سال ۱۳۸۹ مراجعه شود. توصیه می‌شود روش نمونه‌برداری با توجه به ویژگی‌های فیزیکی پسماند، آنالیت مورد بررسی و تجهیزات موجود تعیین شود.

- ۲-۷ برای پسماندهای جامد مغزه‌گیری شده میدانی یا قالب‌گیری شده که در آزمایشگاه تولید می‌شوند، برای آزمون به همراه نمونه‌هایی برای تعیین مقدار جامد، یک بخش نماینده از نمونه با وزن تقریبی ۱۰۰ g را برش دهید. نمونه‌ها را به نحوی شکل دهید که محلول فروشویی، مواد فروشویی شونده را پوشش دهد.
- ۳-۷ برای پسماندهای چند فازی، برای اطمینان از نماینده بودن نمونه، به طور کامل مخلوط نمایید. هم‌زمان با آزمایش‌ها، نمونه‌هایی را برای تعیین مقدار جامد بردارید.

۸ روش اجرای آزمون

- ۱-۸ ویژگی‌های فیزیکی نمونه مورد آزمون شامل اندازه ذرات تا حدی که معلوم است را ثبت کنید.
- ۲-۸ مقدار مواد جامد، مقدار مواد جامد را از دو بخش جداگانه نمونه به شرح زیر تعیین کنید:
- ۱-۲-۸ دو ظرف یا دو صفحه با اندازه مناسب با پسماند جامد مورد آزمون را تا رسیدن به وزن ثابت در دمای $C (2 \pm 104)$ خشک کنید، سپس در خشکانه خنک کرده و توزین نمایید. مقادیر به دست آمده را تا $g \pm 0.1$ گزارش کنید.
- ۲-۲-۸ مقدار ۵۰ g پسماند مورد آزمون را در هر صفحه قرار دهید. جرم نمونه را در هر صفحه تا $g \pm 0.1$ گزارش کنید.
- ۳-۲-۸ در دمای $C (2 \pm 104)$ به مدت ۱۶ h الی ۲۰ h خشک کنید. دما و زمان دوره خشک کردن را گزارش کنید.
- ۴-۲-۸ تا دمای اتاق در خشکانه خنک کرده و مجدد وزن کنید. وزن را تا $g \pm 0.1$ ثبت کنید.
- ۵-۲-۸ مراحل ارائه شده در زیربندهای ۳-۲-۸ و ۴-۲-۸ را تا زمانی که وزن ظرف حاوی نمونه به صورت ثابت به دست آید، تکرار کنید. نمونه‌های خشک شده را پس از کامل شدن این مرحله دور بریزید.
- ۶-۲-۸ مقدار مواد جامد نمونه را از داده‌های به دست آمده در زیربند ۱-۲-۸، ۲-۲-۸ و ۴-۲-۸ و با استفاده از معادله ۱ محاسبه کنید.

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

که در آن:

A جرم نمونه پس از خشک کردن، برحسب گرم؛

B جرم اصلی نمونه، برحسب گرم؛

S مقدار مواد جامد، برحسب گرم بر گرم.

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

۳-۸ آماده‌سازی سیال استخراج، مخلوط ۶۰ به ۴۰ درصد وزنی سولفوریک اسید/ نیتریک اسید را آماده کنید. با در نظر گرفتن اقدامات احتیاطی، ۶۰ g سولفوریک اسید غلیظ را با ۴۰ g نیتریک اسید غلیظ مخلوط کنید. آماده‌سازی این مخلوط را در زیر هود انجام دهید.

۱-۳-۸ با استفاده از مخلوط ۶۰ به ۴۰ سولفوریک اسید/ نیتریک اسید دومین محلول را با رقیق کردن ۱ ml مخلوط ۶۰ به ۴۰ تا حجم ۱۰۰۰ ml با استفاده از آب و در یک بالن حجمی ۱ l آماده کنید.

۲-۳-۸ با استفاده از محلول ۱/۱۰۰۰ آماده شده در زیربند ۱-۳-۸، سیال استخراج (دارای $\text{pH} \pm 0.05$ موردنظر) را با منتقل کردن حجمی از محلول ۱/۱۰۰۰ به ۲۰۰۰ ml آب آماده کرده و تا زمانی که $\text{pH} \pm 0.05$ موردنظر، به دست آید، مخلوط کنید. روش پیشنهاد شده برای آماده‌سازی سیال استخراج، اضافه کردن ۲۰۰۰ ml آب به ارلن مایر ۲ l مجهز به همزن مغناطیسی می‌باشد. ارلن مایر را بر روی صفحه همزن مغناطیسی قرار داده و محلول ۱/۱۰۰۰ را با هم‌زدن به ارلن مایر اضافه کنید. مخلوط را به شدت تکان داده و pH آن را در حالی که محلول ساکن است، اندازه‌گیری کنید. این روش را تا زمانی که $\text{pH} \pm 0.05$ محلول موردنظر به دست آید، ادامه دهید. مقدار محلول ۱/۱۰۰۰ اضافه شده به ۲۰۰۰ ml آب برای به دست آمدن $\text{pH} \pm 0.05$ موردنظر را ثبت کنید. مقدار pH محلول را ثبت کنید. بیج‌های ۲ l بیشتری از سیال استخراج را با مخلوط کردن حجم تعیین شده از محلول ۱/۱۰۰۰ به ۲۰۰۰ ml آب آماده کنید. pH سیال استخراج باید در حدود ± 0.05 مقدار مورد نظر برای استفاده در روش استخراج باشد. برای محصولات استخراج پسماندهای مختلف، pH سیال استخراج یکسان یا عملکرد استخراج‌های تکراری موردنیاز می‌باشد. چندین بیج سیال استخراج را می‌توان آماده و برای تصحیح pH اندازه‌گیری کرد و در صورتی که pH در ± 0.05 مقدار مورد نظر باشد، بیج‌ها را می‌توان در یک ظرف دهان گشاد با ترکیب مناسب با ماهیت آنالیز ترکیب کرد. pH محلول حاصل در ظرف دهان گشاد باید مجدد برای بررسی تصحیح pH قبل از استفاده محلول در فرایند استخراج و به عنوان محلول شستشو اندازه‌گیری شود (به روش‌های ارائه شده در زیربندهای ۴-۸ و ۷-۸ مراجعه شود). در صورتی که مقدار pH در گستره مشخص شده نباشد، نباید از این محلول استفاده کرد و باید سیال استخراج جدید آماده شود. مقدار pH هر بیج و محلول درون ظرف دهان گشاد را قبل از استفاده آن‌ها ثبت کنید.

۴-۸ روش 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.

۱-۴-۸ جرم ظرف استخراج مورد استفاده در مراحل استخراج را با دقت ۰.۱ g تعیین کنید. جرم ظرف استخراج، M_{V1} ، را ثبت کنید. برای هر پسماند در طول مراحل متوالی استخراج از یک ظرف استخراج استفاده کنید.

۲-۴-۸ بر اساس وزن خشک، مقدار ۱۰۰ g (وزن شده با دقت ± 0.1 g) پسماند جامد را به ظرف استخراج اضافه کنید. اگر نمونه را به محض دریافت (یعنی نمونه تر را قبل از خشک کردن) به ظرف استخراج اضافه می‌کنید، مقدار آن را با استفاده از معادله ۲ محاسبه کنید.

$$M = \frac{100}{S} \quad (2)$$

که در آن:

S مقدار مواد جامد، برحسب گرم بر گرم، تعیین شده مطابق با زیربند ۸-۲-۶؛

M جرم پسماند دریافتی (توزین شده با دقت ± 0.1 g) که به ظرف استخراج اضافه می‌شود تا مقدار 100 g پسماند جامد بر اساس وزن خشک حاصل شود.

۸-۴-۱ در صورتی که جرمی به غیر از 100 g از پسماند جامد بر اساس وزن خشک استفاده شود، معادله ۲ را با وزن استفاده شده تصحیح نمایید. عدد 100 در این معادله را با جرم مورد استفاده جایگزین نمایید. استفاده از جرمی به غیر از 100 g توصیه نمی‌شود.

۸-۴-۳ جرم سیال استخراج، M_{ef} ، (به زیربند ۸-۳ مراجعه شود) برحسب گرم را که به ظرف استخراج اضافه می‌شود با استفاده از معادلات ۳ و ۴ محاسبه کنید.

$$M_{sw} = M - 100 \quad (3)$$

که در آن:

M_{sw} جرم رطوبت موجود در نمونه اضافه شده به ظرف استخراج، بر حسب گرم.

$$M_{ef} = (20)(100) - M_{sw} \quad (4)$$

معادله ۴، نسبت استخراج جامد به مایع $1:20$ در ظرف استخراج را بیان می‌کند.

۸-۴-۴ به طور مداوم به مدت (18 ± 0.25) h در دمای 18°C تا 27°C هم بزنید. زمان و دمای همزدن را ثبت کنید.

۸-۴-۵ ظرف استخراج را باز کنید. هرگونه تغییر فیزیکی قابل مشاهده در نمونه و محلول فروشویی را مشاهده و ثبت کنید. pH پسماند/محلول دوغاب فروشویی را ثبت کنید.

۸-۵ صاف کردن، تا حد امکان پسماند/محلول فروشویی را از یک صافی $0.45 \mu\text{m}$ یا $0.8 \mu\text{m}$ به وسیله دستگاه فیلتراسیون فشاری مجهز به یک قیف شیشه‌ای بزرگ عبور دهید. دوغاب مخلوط شده را عبور دهید و سرریز نکنید. ظرف استخراج را بر روی دستگاه فیلتراسیون برگردانید و اجازه دهید به مدت یک دقیقه مایع از مواد جامد باقیمانده در ظرف استخراج تخلیه شود. بسیار مهم است که انتقال کامل سیال از ظرف استخراج به دستگاه فیلتراسیون انجام شود. با اعمال فشار و با استفاده از گاز نیتروژن یا گاز خنثی، مایع از فیلتر رد شده و جدا می‌شود. پس از آنکه محصول استخراج از صافی عبور داده شد، اعمال گاز نیتروژن به دستگاه فیلتراسیون را با فشار 30 psi به مدت 30 min ادامه دهید. مایع زیر صافی به دست آمده همان محلول استخراج در این روش آزمون می‌باشد (به زیربند ۸-۶ و ۸-۹ مراجعه شود). جرم مایع زیر صافی جمع‌آوری شده را تعیین کرده و آن را به عنوان M_f برای مرحله استخراج گزارش کنید. pH محصول

استخراج را بلافاصله اندازه‌گیری کرده و برای تعیین مقدار کل مواد جامد محلول در زیربند ۸-۶، مقدار مایع زیر صافی لازم را بردارید و سپس محصول استخراج را در شرایطی مطابق با روش آنالیز شیمیایی یا آزمون بیولوژیکی که انجام می‌شود، نگهداری کنید (به استاندارد ASTM D3370 مراجعه شود).

یادآوری ۱- نتایج تجزیه‌ای ممکن است با توجه به نوع صافی مورد استفاده تحت تاثیر قرار گیرد. در صورتی که اندازه حفرات صافی $0.8 \mu\text{m}$ باشد، محصول استخراج به دست آمده باید قبل از تجزیه عنصری هضم شود. همچنین اجزاء سازنده صافی باید بررسی شوند. در صورتی که صافی از موادی تشکیل شده باشد که محصول استخراج را در طی صاف کردن آلوده کند، توصیه می‌شود صافی در دستگاه فیلتراسیون در شرایطی مطابق با روش آنالیز شیمیایی یا آزمون بیولوژیکی که بر روی محصول استخراج انجام می‌شود، شستشو داده شود. برای مثال، برای انجام آنالیز عنصری محصول استخراج در صورتی که صافی از الیاف شیشه‌ای بوروسیلیکاتی تشکیل شده باشد، به منظور جلوگیری از آلودگی، توصیه می‌شود صافی را قبل از فیلتراسیون در دستگاه فیلتراسیون با محلول اسیدی رقیق شستشو داده و سپس با حجم تقریبی دو لیتر آب آبکشی شود.

یادآوری ۲- به دلیل ائتلاف نمونه و قرار گرفتن آن در حفرات پیش صافی و امکان تخریب پیش صافی در طی آبکشی فقط در مواقع کاملاً ضروری می‌توان از پیش صافی‌ها استفاده کرد.

یادآوری ۳- توصیه می‌شود تمام فرایند صاف کردن در زیر هود انجام شود.

۸-۶ مقدار کل جامدات حل شده (TDS)^۱، مقدار 10 g از محصول استخراج را به درون هر یک از دو بوتله از قبل توزین شده که قبلاً در دمای $(2 \pm 110)^\circ\text{C}$ خشک شده است، بریزید. نمونه‌ها را به مدت 3 h در گرمخانه در دمای $(2 \pm 110)^\circ\text{C}$ قرار دهید. دمای گرمخانه و زمان خشک شدن را ثبت کنید. بوتله‌ها را برداشته و اجازه دهید در خشکانه سرد شوند. مجدد بوتله‌ها را وزن کرده و وزن آن‌ها را با دقت $0.1 \text{ mg} \pm$ ثبت کنید.

یادآوری - به منظور محدود کردن زمان تماس بین مواد جامد و محلول آبکشی در ظرف استخراج، قبل از مرحله استخراج بعدی، فقط یک مرحله خشک کردن را انجام دهید.

۸-۶-۱ در صورتی که جرم مواد جامد از دست رفته از طریق انحلال، M_d (به بند ۹-۲ مراجعه شود)، در اولین محصول استخراج کمتر از 1% جرم مواد جامد مورد استفاده در اولین مرحله استخراج باشد و در صورتی که درصد مواد جامد از دست رفته از طریق انحلال در دومین مرحله استخراج کمتر یا مساوی با درصد مواد جامد از دست رفته از طریق انحلال در اولین مرحله استخراج باشد، تعیین TDS در محصولات استخراج به شرح زیر لازم نمی‌باشد و فرض بر آن است که TDS و M_d معادل با صفر (برای معادلات ۶ و ۷ برای محصولات استخراج ۳ تا ۱۰) می‌باشد.

۸-۷ به طور کامل، مواد جامد مرطوب پشت صافی را به ظرف استخراج اولیه حاوی صافی منتقل کنید. برای کمک به این انتقال و شستشوی دستگاه فیلتراسیون از سیال استخراج آماده شده مطابق با زیربند ۸-۳ داخل بطری شستشو که از قبل وزن شده است، استفاده نمایید. برای شویش نباید بیش از 500 g محلول آبکشی استفاده شود. برای انتقال کامل از کمترین مقدار محلول آبکشی استفاده کنید. با استفاده از انبرک یا

1- Total dissolved solids content

وسایل مشابه، صافی را بازیابی کرده و مواد جامد چسبیده به داخل ظرف استخراج را با سیال استخراج در بطری‌های شستشوی از قبل توزین شده شستشو دهید. هرگز صافی را درون ظرف استخراج رها نکنید. جهت تعیین مقدار محلول آبکشی مورد استفاده برای انتقال، بطری شستشو را مجدد وزن کنید. این مقدار را با نماد M_R ثبت کنید. پس از انتقال، ظرف استخراج را وزن کرده و این مقدار را با نماد M_V ثبت کنید. ظرف استخراج را تا زمان افزودن سیال استخراج جدید درزبندی کنید تا برای فیلتراسیون مراحل بعدی در طول روز آماده باشد. در صورتی که دوغاب ظرف استخراج قبل از افزودن سیال استخراج جدید بیش از ۶ h نگه‌داری شده باشد، داده‌های ایجاد شده با تجزیه و تحلیل محصولات استخراج باید جهت کنترل انحراف منحنی داده‌ها رسم شود.

۹ روش محاسبه

۹-۱ TDS را برحسب میلی‌گرم بر گرم مایع زیر صافی با استفاده از معادله ۵ محاسبه کنید.

$$TDS = (M_{sc} - M_c) / (10 \text{ g}) \quad (5)$$

که در آن:

M_{sc} جرم بوته و مواد جامد خشک شده، برحسب میلی‌گرم؛

M_c جرم بوته برحسب میلی‌گرم.

۹-۲ جرم مواد جامد از دست رفته، از طریق انحلال، M_d ، را با استفاده از معادله ۶ و برحسب گرم محاسبه کنید.

$$M_d = (TDS)(M_f)(0,001) \quad (6)$$

که در آن:

M_f جرم مایع زیر صافی جمع‌آوری شده در استخراج، برحسب گرم؛

M_d جرم از دست رفته از طریق انحلال.

۹-۳ جرم مواد جامد تصحیح شده برای TDS باقیمانده برای مرحله استخراج بعدی، M_s ، را با استفاده از معادله ۷ و برحسب گرم محاسبه کنید.

$$M_s = M_s^{e-1} - M_d \quad (7)$$

که در آن:

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

یادآوری- برای مثال در آغاز استخراج اول، M_s^{e-1} برابر با ۱۰۰ g می‌باشد و برای محاسبه جرم مواد جامد باقیمانده برای مرحله استخراج دوم، M_s ، برابر با $M_d - 100 \text{ g}$ می‌باشد.

۴-۹ جرم مواد جامد و مایع باقیمانده در ظرف استخراج، M_{sl} ، را با استفاده از معادله ۸ محاسبه کنید.

$$M_{sl} = M_v - M_{vl} - M_R \quad (۸)$$

۵-۹ جرم مایعات چسبیده به مواد جامد در ظرف استخراج، M_l ، را با استفاده از معادله ۹ محاسبه کنید.

$$M_l = M_{sl} - M_s \quad (۹)$$

۶-۹ جرم سیال استخراج، EFM، اضافه شده به ظرف استخراج را با استفاده از معادله ۱۰ محاسبه کنید.

$$EFM = [(M_s)(20)] - M_l - M_R \quad (۱۰)$$

۷-۹ مقدار سیال استخراج، EFM، تعیین شده در زیربند ۹-۶، را به ظرف استخراج اضافه کرده و روش‌های مذکور در زیربندهای ۸-۴-۳ الی ۹-۷ را تکرار کنید تا ۱۰ استخراج متوالی انجام شود.

یادآوری - در این روش فرض بر آن است که مقدار پسماند قرار گرفته در صافی‌ها پس از شستشو ناچیز است.

۸-۹ محصولات استخراج را برای تشخیص اجزای تشکیل‌دهنده یا خواص ویژه آنالیز کنید یا محصولات استخراج را برای انجام روش‌های آزمون بیولوژیکی استفاده کنید. روش‌های آزمون بیولوژیکی را مطابق با روش‌های آزمون ASTM انجام دهید، در صورت استفاده از سایر روش‌ها، روش‌های استفاده شده را در گزارش آزمون ثبت کنید. در صورت مشاهده جدایی فاز در طی نگهداری محصولات استخراج، برای اطمینان از همگن بودن محصولات استخراج قبل از استفاده آن‌ها در چنین آنالیز یا آزمون‌هایی باید از روش مخلوط‌سازی مناسبی استفاده شود.

۹-۹ تصحیح مازاد انتقال، برای هر جزء در هر یک از محصولات استخراج ایجاد شده در مراحل استخراج، سهم غلظت مایع باقی مانده از مرحله استخراج قبلی، C_j ، را با استفاده از معادله ۱۱ محاسبه کنید.

$$C_j = [M_{ii} / 20 (M_s^{e-1})][C_i] \quad (۱۱)$$

که در آن:

C_i غلظت یک جزء در مایع زیر صافی از مرحله استخراج قبلی؛

M_{li} حاصل شده از مرحله استخراج قبلی؛

M_s^{e-1} جرم مواد جامد استخراج شده در مراحل استخراج فعلی (به یادآوری زیربند ۸-۵ مراجعه شود).

۱۰ تعاریف متغیرها

۱-۱۰ هنگام انجام روش‌های استخراج متوالی متغیرهای زیر باید تعیین شوند:

۲-۱۰ مقدار مواد جامد

A جرم نمونه پس از خشک شدن در تعیین مواد جامد پسماند مورد استفاده در استخراج، برحسب گرم؛

B جرم اصلی نمونه قبل از خشک کردن برای تعیین مواد جامد پسماند مورد استفاده در استخراج، برحسب گرم؛

S مقدار مواد جامد پسماند مورد استفاده در استخراج، برحسب گرم بر گرم؛

۱۰-۱-۲ مرحله استخراج اول

M جرم پسماند دریافتی اضافه شده به ظرف استخراج برای رسیدن به 100 g (وزن شده تا 0.1 g) مواد جامد بر اساس وزن خشک، برای مرحله استخراج اول، برحسب گرم؛

M_{ef} جرم سیال استخراج اضافه شده برای مرحله اول در روش استخراج، برحسب گرم؛

M_{sw} جرم رطوبت موجود در نمونه که در مرحله اول استخراج، استخراج می‌شود، برحسب گرم؛

۱۰-۱-۳ تعیین TDS

TDS^1 کل مواد جامد حل شده در مایع زیر صافی، برحسب میلی‌گرم بر گرم؛

M_C جرم بوته مورد استفاده در تعیین TDS، برحسب میلی‌گرم؛

M_{sc} جرم بوته و مواد جامد خشک شده در تعیین TDS، برحسب میلی‌گرم.

۱۰-۱-۴ استخراج متوالی

M_d جرم مواد جامد از دست رفته با انحلال در مدت استخراج، برحسب گرم؛

M_f جرم مایع زیر صافی جمع‌آوری شده در استخراج، برحسب گرم؛

M_s جرم مواد جامد باقی‌مانده برای مرحله استخراج بعدی، برحسب گرم؛

M_s^{e-1} جرم مواد جامد استخراج شده در مرحله استخراج فعلی، برحسب گرم؛

M_{vl} جرم ظرف استخراج خالی، برحسب گرم؛

M_R جرم محلول شستشو، برحسب گرم؛

M_v جرم ترکیب ظرف استخراج، محلول شستشو، مواد جامد و رطوبت موجود در مواد جامد و مواد جامد و مایع باقی‌مانده در ظرف استخراج پس از انتقال به دستگاه فیلتراسیون، برحسب گرم؛

M_{st} جرم ترکیب مواد جامد و مایع باقیمانده در ظرف استخراج پس از انتقال نمونه کیک نمونه به ظرف استخراج، برحسب گرم؛

M_t جرم مایع چسبیده به مواد جامد در ظرف استخراج در پی انتقال کیک نمونه مرطوب به ظرف استخراج، برحسب گرم؛

EFM جرم سیال استخراج برای اضافه شدن به مرحله استخراج بعدی، برحسب گرم.

۱۰-۱-۵ تصحیح مازاد انتقال

C_j سهم غلظت یک جزء در این مرحله از مایع باقیمانده از مرحله استخراج قبلی، برحسب میلی گرم بر لیتر؛

M_{li} M_1 از مرحله استخراج قبلی، برحسب گرم؛

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

C_i غلظت یک جزء در مایع زیر صافی از مرحله استخراج قبلی، برحسب میلی گرم بر لیتر.

۱۱ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل دارای اطلاعات زیر باشد:

- ارجاع به این استاندارد ملی ایران؛
- منبع اطلاعاتی مربوط به مقدار pH رسوب در منطقه موردنظر؛
- منبع پسماند، تاریخ نمونه برداری، روش نمونه برداری، روش نگهداری نمونه، شرایط ذخیره سازی، روش جابه جایی و مدت زمان بین جمع آوری نمونه و استخراج آن؛
- توصیف پسماند شامل مشخصه های فیزیکی و اندازه ذرات (در صورت مشخص بودن)؛
- محتویات مواد جامد (زیربند ۹-۲)؛
- جرم پسماند جامد استخراج شده، بر اساس وزن خشک، در صورت استفاده از جرمی به غیر از ۱۰۰ g؛
- pH سیال استخراج مورد استفاده برای هر استخراج متوالی و محلول شستشو برای هر انتقال؛
- زمان و دمای مورد استفاده در تعیین مقدار مواد جامد و TDS؛
- زمان و دمای همزدن؛
- اندازه منافذ و اجزاء سازنده صافی مورد استفاده؛
- استفاده از پیش صافی، اندازه حفره و ترکیبات پیش صافی مورد استفاده؛
- هرگونه تغییر مشاهده شده در مواد آزمون یا محلول های فرسویی؛
- ذخیره سازی مواد جامد به همراه محلول آبکشی در ظرف استخراج برای دوره های بیش از ۶ ساعت؛
- مقدار pH قبل و بعد از فیلتراسیون و نتایج آنالیزهای معین محاسبه شده با یکاهای مناسب و در صورت نیاز مازاد انتقال تصحیح شده؛

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

یادآوری - در شکل ۲، یک فرم گزارش برای ثبت برخی از داده‌های تجربی و در شکل ۳ جزئیات کاربرد آزمایشگاهی در اجرای روش آزمون ارائه شده است.

شماره نمونه:

EFM (g)	M _l (g)	M _{sl} (g)	M _R (g)	M _{Vl} (g)	M _V (g)	M _s (g)	M _d (g)	M _f (g)	TDS (mg/g)	شماره استخراج انجام شده
										۱
										۲
										۳
										۴
										۵
										۶
										۷
										۸
										۹
										۱۰

شکل ۲- برگه اطلاعاتی آزمون استخراج متوالی

۱۲ دقت و اریبی

۱-۱۲ دقت

۱-۱۲-۱ یک مطالعه گروهی در مورد این روش آزمون با مشارکت ۱۰ آزمایشگاه انجام شده است. پسماند حاصل از خشک‌کن پاششی و پسماند حاصل از عملیات معدن‌کاری ۱۰ مرتبه به صورت تکراری با استفاده از این روش آزمون استخراج شده‌اند. پسماند حاصل از خشک‌کن پاششی با استفاده از یک سیال استخراج با دارا بودن pH 4.3 ± 0.05 و پسماند حاصل از عملیات معدن‌کاری با استفاده از سیال استخراج دارای pH 5.0 ± 0.05 استخراج شده‌اند. در این مطالعه گروهی، تمامی آزمایشگاه‌ها برای فیلتراسیون بیان شده در بند ۵-۸ از فیلترهای نیتروسولوزی با منافذ $0.45 \mu m$ استفاده کرده‌اند. محصولات استخراج حاصل برای آنالیت‌های معدنی خاص آنالیز شده‌اند. در این مطالعه، شش استاندارد تجزیه‌ای جهت محاسبه دقت تجزیه‌ای سه بار آزمون شده‌اند. این استانداردها محتوی غلظت‌های بالا، متوسط و کم عناصر مورد بررسی در

محصولات استخراج می‌باشند. همچنین هشت نمونه به وسیله آزمایشگاه‌ها به منظور ارزیابی اثرات اندازه منافذ صافی و هضم در برابر عدم انجام هضم بر روی مقادیر تجزیه‌ای تعیین شده در محصولات استخراج آنالیز شده‌اند. برای آماده‌سازی نمونه‌ها، استخراج چهار نمونه هر پسماند حاصل از خشک‌کن پاششی و پسماند حاصل از عملیات معدن‌کاری با استفاده از مرحله استخراج اول انجام شده است. دو محصول استخراج از هر پسماند با صاف کردن دوغاب استخراج از صافی‌هایی با اندازه حفره $0.45 \mu\text{m}$ به دست آمده و دو محصول استخراج از هر پسماند با صاف کردن دوغاب استخراج با صافی‌هایی با اندازه حفره $0.8 \mu\text{m}$ ایجاد شده است. یکی از محصولات استخراج حاصل از صافی‌های با اندازه منافذ $0.45 \mu\text{m}$ و یکی از محصولات استخراج حاصل از صافی‌های با اندازه منافذ $0.8 \mu\text{m}$ از هر پسماند با استفاده از روش EPA، 3010 هضم شده‌اند. بخشی از مایعات زیر صافی حاصل از صافی‌هایی با اندازه منافذ $0.8 \mu\text{m}$ و $0.45 \mu\text{m}$ برای تجزیه استفاده شده‌اند. همه مشارکت‌کنندگان در این مطالعه، محصولات استخراج، استانداردهای تجزیه‌ای و نمونه‌های تجزیه‌ای را با استفاده از طیف‌سنج پلاسمای جفت شده القایی تجزیه نموده‌اند. دو آزمایشگاه، محصولات استخراج و استانداردهای تجزیه‌ای را قبل از آنالیز هضم نموده‌اند، سایر آزمایشگاه‌های مشارکت‌کننده، محصولات استخراج و استانداردها را هضم نکرده‌اند.

۱۲-۱-۲ در این مطالعه، محاسبات از روی داده‌های ایجاد شده با استفاده از استاندارد ASTM D2777 به عنوان یک راهنما انجام شده است.

۱۲-۱-۳ داده‌های ایجاد شده در این مطالعه را می‌توان به سه دسته تقسیم نمود: (۱) داده‌های حاصل از استخراج مواد آزمون و آنالیز محصولات استخراج حاصل که برای تعیین غلظت میانگین هر عنصر در هر محصول استخراج، \bar{x} و انحراف استاندارد کلی روش استخراج بعلاوه آنالیز محصولات استخراج، S ، استفاده می‌شود؛ (۲) داده‌های حاصل از تجزیه استانداردهای تجزیه‌ای که برای تعیین غلظت میانگین هر سطح استاندارد تجزیه‌ای، \bar{x}_a و انحراف استاندارد برای آنالیز استانداردهای تجزیه‌ای، S_a استفاده می‌شود و (۳) داده‌های حاصل از آنالیز نمونه‌های تجزیه‌ای که برای محاسبه غلظت میانگین هر نوع نمونه و انحراف استاندارد جهت ارزیابی اثرات اندازه منافذ صافی و هضم در برابر عدم هضم بر روی غلظت‌های تجزیه‌ای در محصولات استخراج استفاده می‌شود.

۱۲-۱-۴ از داده‌های حاصل در این مطالعه، سه نوع دقت را می‌توان تعیین کرد که عبارتند از: انحراف استاندارد کل (S)، انحراف استاندارد تجزیه‌ای (S_a) و انحراف استاندارد تخمینی روش استخراج (S_e). انحراف استاندارد تخمینی روش استخراج، S_e ، برای هر عنصر موردنظر در دو ماده آزمون با استفاده از معادله ۱۲ محاسبه شده است.

$$S_e = [S^2 - S_a^2]^{1/2} \quad (12)$$

که در آن:

S انحراف استاندارد روش استخراج بعلاوه آنالیز محصولات استخراج؛

S_a انحراف استاندارد برای آنالیز استاندارد تجزیه‌ای حاوی نزدیک‌ترین غلظت عنصر به غلظت آن در محصولات استخراج.

مقادیر تخمینی از چند آزمایشگاه برای عناصر مورد بررسی در محصولات استخراج ۱، ۳، ۵، ۷ و ۱۰ پسماند حاصل از خشک‌کن پاششی و پسماند حاصل از عملیات معدن‌کاری همراه با مقادیر میانگین غلظت کل (\bar{x}) و تجزیه‌ای (\bar{x}_a) در جداول ۱ و ۲ ارائه شده است.

۱۲-۱-۵ همچنین می‌توان سه نوع مقادیر دقت ارائه شده در زیربندهای ۱۲-۱-۳ و ۱۲-۱-۴ یعنی دقت کل، تجزیه‌ای و روش‌های استخراج را بر اساس آزمونگر واحد محاسبه کرد. محاسبات برای تعیین دقت کل آزمونگر واحد، S_o ، انحراف استاندارد تجزیه‌ای آزمونگر واحد، S_{oa} و دقت تخمینی با یک آزمونگر واحد برای روش استخراج، S_{oe} انجام شده است. دقت تخمینی با یک آزمونگر واحد برای روش استخراج، با استفاده از معادله ۱۳ محاسبه شده است.

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

که در آن:

S_o انحراف استاندارد با یک آزمونگر واحد برای روش استخراج بعلاوه آنالیز محصولات استخراج؛

S_{oa} انحراف استاندارد با یک آزمونگر واحد برای تجزیه استاندارد تجزیه‌ای حاوی نزدیک‌ترین غلظت عنصر به غلظت آن در محصولات استخراج.

مقادیر دقت تخمینی با یک آزمونگر واحد برای روش استخراج عناصر مورد بررسی در محصولات استخراج ۱، ۳، ۵، ۷ و ۱۰ پسماند حاصل از خشک‌کن پاششی و پسماند حاصل از عملیات معدن‌کاری در جداول ۳ و ۴ ارائه شده است.

۱۲-۱-۶ تعیین دقت تجزیه‌ای با استفاده از محصولات استخراج واقعی پسماندها به دلیل تعداد زیاد آنالیزهایی که مورد نیاز می‌باشد، از لحاظ اقتصادی عملی نیست. بنابراین استانداردهای تجزیه‌ای، جهت تعیین دقت تجزیه‌ای استفاده شده‌اند. به دلیل آنکه استانداردهای تجزیه‌ای، حاوی ماتریس حاصل از برهمکنش سیال استخراج و پسماند مواد جامد نمی‌باشند، محاسبه انحراف استاندارد روش استخراج تنها به صورت تقریبی ارائه شده است. همچنین استانداردهای تجزیه‌ای به سه سطح غلظت برای هر عنصر محدود شده‌اند. جهت محاسبه دقت روش استخراج برای یک عنصر خاص، انحراف استاندارد تجزیه‌ای برای آنالیز استاندارد تجزیه‌ای حاوی نزدیک‌ترین غلظت عنصر به غلظت آن در محصولات استخراج استفاده شده است. برای برخی از محصولات استخراج، غلظت عنصری به طور چشمگیری از نزدیک‌ترین غلظت این عنصر در

میان استانداردهای تجزیه‌ای، متفاوت است. از آنجایی که دقت کلی و دقت تجزیه‌ای تعیین شده است، در برخی موارد مقادیر انحراف استاندارد تجزیه‌ای، S_a و S_{oa} ، بزرگتر از مقادیر انحراف استاندارد کل، S و S_o ، می‌باشد. در این موارد خاص، دقت روش استخراج را نمی‌توان تعیین کرد.

۷-۱-۱۲ دقت تخمینی روش استخراج متوالی با غلظت آلومینیوم، باریم، سیلیسیم، سدیم و استرانسیم در محصولات استخراج پسماند حاصل از خشک‌کن پاششی مطابق با اشکال ۴ تا ۸ متفاوت می‌باشد. همچنین دقت تخمینی روش استخراج متوالی با غلظت کلسیم، منیزیم، منگنز و سیلیسیم در محصولات استخراج پسماند حاصل از عملیات معدن‌کاری مطابق با اشکال ۹ تا ۱۲ متفاوت می‌باشد. در اشکال ۴ تا ۱۲ نمودار درصد انحراف استاندارد نسبی روش استخراج در برابر غلظت میانگین جزء سازنده در محصولات استخراج ارائه شده است. نمودارهای میله‌ای سه بعدی در تخمین روند و تفسیر داده‌ها مفید می‌باشند. همانگونه که مورد انتظار است، دقت‌های نسبی مقادیر یک آزمونگر واحد بهتر از مقادیر چند آزمونگر بوده و دقت‌های نسبی آزمونگر واحد مناسب می‌باشند.

۸-۱-۱۲ داده‌های حاصل از مطالعه گروهی از آنالیز نمونه‌های تجزیه‌ای نشان می‌دهد که صافی با اندازه منافذ $0.45 \mu m$ در برابر صافی با اندازه منافذ $0.8 \mu m$ و هضم در برابر عدم انجام هضم، غلظت‌های عنصری تعیین شده در محصولات استخراج پسماند حاصل از خشک‌کن پاششی و پسماند حاصل از عملیات معدن‌کاری تحت‌تاثیر قرار می‌دهد.

۲-۱۲ اریبی، به دلیل نبود مواد مرجع استاندارد، تعیین اریبی استخراج برای این روش آزمون امکان‌پذیر نمی‌باشد. با این حال، محاسبات با استفاده از داده‌های مطالعه گروهی برای ارزیابی اریبی تجزیه‌ای مطابق با استاندارد ASTM D2777 انجام شده است.

۳-۱۲ ارزیابی داده‌های مقایسه‌ای، محاسبات با استفاده از داده‌های مطالعات گروهی جهت ارزیابی اثر استخراج‌کننده مواد آزمون با استفاده از آب یون‌زدایی شده در برابر سیال استخراج اسیدی ارائه شده است. قابلیت انحلال عناصر در محصولات استخراج حاصل از استخراج متوالی با آب در برابر محصولات استخراج محلول اسیدی به خواص شیمیایی محلول دوغاب استخراج بستگی دارد. به عنوان یک نتیجه، اثر استفاده از سیال استخراج اسیدی در برابر آب به مواد مورد آزمون، pH سیال استخراج، عنصر یا پارامترهای موردنظر و تعداد استخراج در استخراج‌های متوالی بستگی دارد.

کاربرگ آزمایشگاهی استخراج متوالی

نمونه: -----

تعیین مقدار مواد جامد:

جرم ظرف #1 پس از خشک شدن: -----

جرم ظرف #2 پس از خشک شدن: -----

جرم نمونه #1 قبل از خشک شدن (B#1): -----

جرم نمونه #2 قبل از خشک شدن (B#2): -----

دمای خشک شدن: -----

زمان خشک شدن: -----

جرم نمونه #1 پس از خشک شدن (A#1): -----

جرم نمونه #2 پس از خشک شدن (A#2): -----

مقدار مواد جامد #1 (S#1): $S = A\#1 / B\#1$ برابر با: -----

مقدار مواد جامد #2 (S#2): $S = A\#2 / B\#2$ برابر با: -----

میانگین مقدار مواد جامد (S) = -----

استخراج #: 1-----

جرم ظرف استخراج خالی (M_{vi}): -----

جرم نمونه استخراج شده (M): $M = 100/S$ برابر با: -----

جرم رطوبت موجود در نمونه استخراج شده (M_{sw}): $M_{sw} = M - 100$ برابر با: -----

جرم سیال استخراج اضافه شده (M_{ef}): $M_{ef} = (100 - M_{sw}) - 20$ برابر با: -----

pH سیال استخراج: -----

زمان و دمای استخراج: -----

نوع و اندازه منافذ صافی: -----

جرم مایع زیرصافی جمع‌آوری شده (M_f): -----

pH محصول استخراج: -----

جرم ظرف شستشو قبل از انتقال: -----

جرم ظرف استخراج پس از برگشت انتقال مواد جامد (M_v): -----

جرم ظرف شستشو پس از انتقال: -----

جرم محلول شستشو مورد استفاده در انتقال (M_R): -----

مقدار مواد جامد کل حاصل از استخراج # 1

جرم بوته # 1 ($M_c \#1$): -----

جرم بوته # 2 ($M_c \#2$): -----

جرم زیرنمونه # 1 -----

- جرم زیرنمونه # 2 -----
- دمای خشک شدن: -----
- زمان خشک شدن: -----
- بوته 1 # بعلاوه جرم باقی مانده ($M_{sc} \#1$): -----
- بوته 2 # بعلاوه جرم باقی مانده ($M_{sc} \#2$): -----
- مقدار مواد جامد حل شده کل (TDS): -----
- $TDS \#1 = (M_{sc} \#1 - M_c \#1) / (10 \text{ g})$ برابر با:
- $TDS \#2 = (M_{sc} \#2 - M_c \#2) / (10 \text{ g})$ برابر با:
- میانگین مقدار TDS: -----
- جرم مواد جامد از دست رفته از طریق انحلال (M_d): $(M_d) (0,001) (TDS) (M_f)$ برابر با: -----
- جرم مواد جامد باقی مانده برای مرحله استخراج دوم (M_s): $M_s = 100 - M_d$ برابر با: -----
- جرم مواد جامد و مایع باقی مانده در ظرف استخراج (M_{sl}): $M_{sl} = M_v - M_{vl} - M_R$ برابر با: -----
- جرم مایع چسبیده به مواد جامد در ظرف استخراج (M_l): $M_l = M_{sl} - M_s$ برابر با: -----
- جرم سیال استخراج اضافه شده برای مرحله استخراج دوم (EFM): $(EFM) - M_l - M_R$ برابر با: $EFM = (M_s) (20) - M_l - M_R$ -----
- استخراج #: ----- (2-10)
- pH سیال استخراج: -----
- زمان و دمای استخراج: -----
- نوع و اندازه منافذ صافی: -----
- جرم مایع زیرصافی جمع آوری شده (M_f): -----
- pH محصول استخراج: -----
- جرم ظرف شستشو قبل از انتقال: -----
- جرم ظرف استخراج پس از برگشت انتقال مواد جامد (M_v): -----
- جرم ظرف شستشو پس از انتقال: -----
- جرم محلول شستشو مورد استفاده در انتقال (M_R): -----
- مقدار مواد جامد کل حاصل از استخراج (در صورت لزوم)
- جرم بوته 1 ($M_c \#1$): -----
- جرم بوته 2 ($M_c \#2$): -----
- جرم زیرنمونه # 1 -----
- جرم زیرنمونه # 2: -----
- دمای خشک شدن: -----
- زمان خشک شدن: -----
- بوته 1 # بعلاوه جرم باقی مانده ($M_{sc} \#1$): -----
- بوته 2 # بعلاوه جرم باقی مانده ($M_{sc} \#2$): -----
- مقدار مواد جامد حل شده کل (TDS): -----

----- TDS #1 = $(M_{SC} \#1 - M_C \#1) / (10 \text{ g})$ برابر با:

----- TDS #2 = $(M_{SC} \#2 - M_C \#2) / (10 \text{ g})$ برابر با:

----- میانگین مقدار TDS:

----- جرم مواد جامد از دست رفته از طریق انحلال (M_d): $M_d = (TDS) (M_f) (0,001)$ برابر با:

----- جرم مواد جامد باقی مانده برای مرحله استخراج بعدی (M_s): $M_s = M_s^{e-1} - M_d$ برابر با:

----- جرم مواد جامد و مایع باقی مانده در ظرف استخراج (M_{sl}): $M_{sl} = M_v - M_{vl} - M_R$ برابر با:

----- جرم مایع چسبیده به مواد جامد در ظرف استخراج (M_l): $M_l = M_{sl} - M_s$ برابر با:

----- جرم سیال استخراج اضافه شده برای مرحله استخراج بعدی (EFM): $EFM = (M_s) (20) - M_l - M_R$ برابر با:

شکل

۳- برگه اطلاعاتی آزمون استخراج متوالی

جدول ۱- دقت تخمینی روش استخراج ناپیوسته متوالی با استفاده از سیال استخراج اسیدی برای پسماند حاصل از خشک‌کن پاششی، $\mu\text{g/g}$

استرانسیم	سدیم	سیلیسیم	کروم	کلسیم	بور	باریم	آلومینیوم	
محصول استخراج ۱								
۲۱۴	۳۵۱۵	۱۸۱	۲٫۸	۳۷۵۵	۱٫۸	۱۴	۲۵٫۵	\bar{X}
۱۸۸	۳۶۶۹	۱۷۱	۲٫۸	۳۹۲۷	۴	۷	۲۹	\bar{X}_a
۱۸	۳۴۲	۱۵	۰٫۳	۲۶۱	۰٫۴	۷	۳٫۲	s
۱۰	۳۹۷	۹	۰٫۲	۱۸۲	۳	۴	۳	s_a
۱۵	a...	۱۲	۰٫۲	۱۸۷	a...	۶	۱	s_e
محصول استخراج ۳								
۶۱٫۹	۱۰۰	۱۰۶	b...	۲۷۹۵	۲٫۳	۴۵	۱۰٫۸	\bar{X}
۴۶٫۷	۱۱۶	۱۰۷	b...	۲۶۱۱	۴	۵۰	۱۱۸	\bar{X}_a
۵٫۳	۱۱	۸	b...	۱۱۱	۰٫۹	۱۹	۱۰	s
۲٫۷	۲۸	۸	b...	۲۱۲	۳	۴	۹	s_a
۴٫۶	a...	۰	b...	a...	a...	۱۹	۴	s_e
محصول استخراج ۵								
۴۲٫۷	۹۸	۹۷	b...	۲۳۰۱	۳٫۲	۴۱٫۳	۱۴۵	\bar{X}
۴۶٫۷	۱۱۶	۱۰۷	b...	۲۶۱۱	۴	۵۰	۱۱۸	\bar{X}_a
۳٫۴	۲۴	۸	b...	۷۹	۱٫۰	۵٫۴	۱۰	s
۲٫۷	۲۸	۸	b...	۲۱۲	۳	۴	۹	s_a
۲٫۱	a...	۰	b...	a...	a...	۴	۴	s_e
محصول استخراج ۷								
۲۶٫۸	۵۰	۸۰٫۱	b...	۲۱۱۹	۴٫۵	۲۶٫۸	۱۶۴	\bar{X}
۱۹	۴۸	۷۵	b...	۱۹۸۳	۴	۳۱	۱۷۲	\bar{X}_a
۱٫۷	۱۱	۶٫۸	b...	۷۹	۱٫۰	۲٫۴	۱۴	s
۱	۲۸	۶	b...	۱۴۹	۳	۵	۱۱	s_a
۱	a...	۳	b...	a...	a...	a...	۹	s_e
محصول استخراج ۱۰								
۱۹	۵۱	۶۴٫۸	b...	۱۸۳۱	۵٫۳	۱۹	۱۸۳	\bar{X}
۱۹	۴۸	۷۵	b...	۱۹۸۳	۵	۳۱	۱۷۲	\bar{X}_a
۱	۲۵	۵٫۹	b...	۳۹۵	۱٫۳	۳	۱۲	s
۱	۲۸	۶	b...	۱۴۹	۳	۵	۱۱	s_a
۰	a...	a...	b...	۳۶۶	a...	a...	۵	s_e
<p>^a انحراف استاندارد چند آزمایشگاهی روش استخراج را نمی‌توان تعیین کرد. به زیربند ۱۲-۱-۶ مراجعه شود.</p> <p>^b از آنجایی که مجموعه داده‌ها حاوی مقادیر "کمتر از" می‌باشند، مقادیر برای محصولات استخراج ۳ تا ۱۰ را نمی‌توان محاسبه کرد.</p>								

جدول ۲- دقت تخمینی روش استخراج ناپیوسته متوالی با استفاده از سیال استخراج اسیدی برای پسماند حاصل از عملیات معدن کاری، $\mu\text{g/g}$

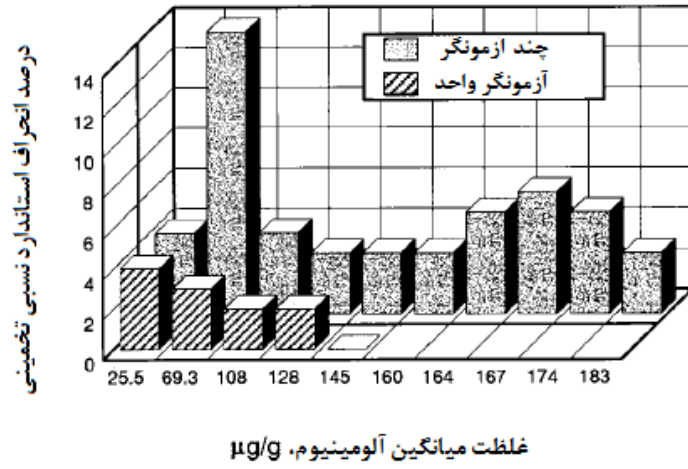
روی	سیلیسیم	منگنز	منیزیم	سرب	کلسیم	باریم	
محصول استخراج ۱							
۲۹۷	۵۵	۳۶۷	۱۰۷	۶۳	۱۸۱۵	۱٫۹	\bar{X}
۳۱۲	۴۴	۳۹٫۹	۱۰۲	۹۱	۱۶۱۴	۳	\bar{X}_a
۳۵	۲۱	۵٫۵	۱۲	۸	۲۳۸	۰٫۳	s
۱۱	۳	۱٫۷	۵	۴	۱۱۰	۴	s_a
۳۳	۲۱	۵٫۲	۱۱	۷	۲۱۱	a...	s_e
محصول استخراج ۳							
۱۳	۳۵	۳٫۶	۱۲	b...	۴۴۸	۲٫۳	\bar{X}
۳٫۶	۳۴	۶٫۱	۱۴	b...	۶۲۲	۳	\bar{X}_a
۱۰	۶	۱٫۳	۲	b...	۶۴	۰٫۳	s
۴٫۸	۳	۰٫۳	۱	b...	۴۲	۴	s_a
۹	۵	۱٫۳	۲	b...	۴۸	a...	s_e
محصول استخراج ۵							
c...	۲۰	۰٫۶۵	۱۰	b...	۲۶۸	۶	\bar{X}
c...	۱۳	۱٫۰	۱۴	b...	۲۴۸	۷	\bar{X}_a
c...	۳	۰٫۱۵	۲	b...	۱۶	۲	s
c...	۲	۰٫۱	۱	b...	۱۱	۵	s_a
c...	۲	۰٫۱	۲	b...	۱۲	a...	s_e
محصول استخراج ۷							
c...	۱۴	d...	۵	b...	۲۲۸	۱۵	\bar{X}
c...	۱۳	d...	۶	b...	۲۴۸	۲۰	\bar{X}_a
c...	۲	d...	۰٫۵	b...	۲۶	۱	s
c...	۲	d...	۱	b...	۱۱	۵	s_a
c...	۰	d...	a...	b...	۲۴	a...	s_e
محصول استخراج ۱۰							
c...	۱۴	d...	۵	b...	۲۱۴	۱۵	\bar{X}
c...	۱۳	d...	۶	b...	۲۴۸	۲۰	\bar{X}_a
c...	۳	d...	۲	b...	۲۶	۱	s
c...	۲	d...	۱	b...	۱۱	۵	s_a
c...	۲	d...	۲	b...	۲۴	a...	s_e
<p>^a انحراف استاندارد چند آزمایشگاهی روش استخراج را نمی توان تعیین کرد. به زیربند ۱۲-۱-۶ مراجعه شود.</p> <p>^b از آنجایی که مجموعه داده ها حاوی مقادیر "کمتر از" می باشند، مقادیر برای محصولات استخراج ۳ تا ۱۰ را نمی توان محاسبه کرد.</p> <p>^c از آنجایی که مجموعه داده ها حاوی مقادیر "کمتر از" می باشند، مقادیر برای محصولات استخراج ۴ تا ۱۰ را نمی توان محاسبه کرد.</p> <p>^d از آنجایی که مجموعه داده ها حاوی مقادیر "کمتر از" می باشند، مقادیر برای محصولات استخراج ۶ تا ۱۰ را نمی توان محاسبه کرد.</p> <p>^b از آنجایی که مجموعه داده ها حاوی مقادیر "کمتر از" می باشند، مقادیر برای محصولات استخراج ۳ تا ۱۰ را نمی توان محاسبه کرد.</p>							

جدول ۳- دقت تخمینی روش استخراج ناپیوسته متوالی با آزمونگر واحد و با استفاده از سیال استخراج اسیدی برای پسماند حاصل از خشک کن پاششی، $\mu\text{g/g}$

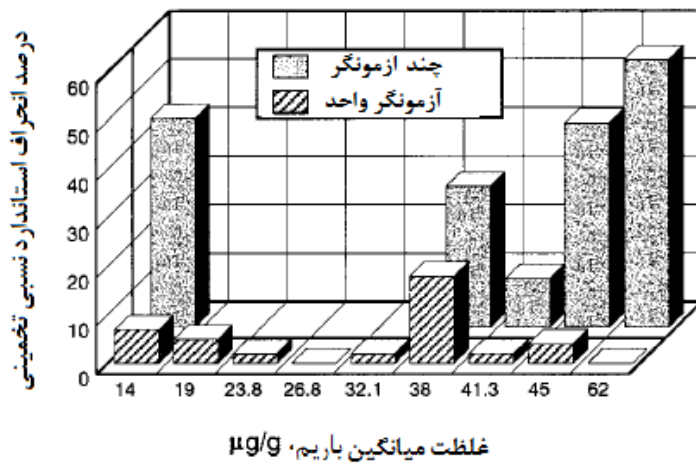
استرانسیم	سدیم	سیلیسیم	کروم	کلسیم	بور	باریم	آلومینیوم	
حاصل استخراج ۱								
۲۱۴	۳۵۱۵	۱۸۱	۲٫۸	۳۷۵۵	۱٫۸	۱۴	۲۵٫۵	\bar{X}
۱۸۸	۳۶۶۹	۱۷۱	۲٫۸	۳۹۲۷	۴	۷	۲۹	\bar{X}_a
۶	۵۰	۶	۰٫۲	۱۵۴	۰٫۳	۱	۱٫۸	s_o
۳	۱۶۱	۸	۰٫۱	۱۲۰	۰٫۲	۰٫۱	۱	s_{oa}
۵	a...	a...	۰٫۲	۹۷	۰٫۲	۱	۱	s_{oe}
محصول استخراج ۳								
۶۱٫۹	۱۰۰	۱۰۶	b...	۲۷۹۵	۲٫۳	۴۵	۱۰٫۸	\bar{X}
۴۶٫۷	۱۱۶	۱۰۷	b...	۲۶۱۱	۴	۵۰	۱۱۸	\bar{X}_a
۴٫۱	۵	۲	b...	۵۵	۰٫۶	۲	۳	s_o
۱	۶	۳	b...	۶۲	۰٫۲	۱	۲	s_{oa}
۴	a...	a...	b...	a...	۰٫۶	۲	۲	s_{oe}
محصول استخراج ۵								
۴۲٫۷	۹۸	۹۷	b...	۲۳۰۱	۳٫۲	۴۱٫۳	۱۴۵	\bar{X}
۴۶٫۷	۱۱۶	۱۰۷	b...	۲۶۱۱	۴	۵۰	۱۱۸	\bar{X}_a
۱٫۵	۵	۳	b...	۳۷	۰٫۵	۱٫۲	۲	s_o
۱	۶	۳	b...	۶۲	۰٫۲	۱	۲	s_{oa}
۱	a...	.	b...	a...	۰٫۵	۱	.	s_{oe}
محصول استخراج ۷								
۲۶٫۸	۵۰	۸۰٫۱	b...	۲۱۱۹	۴٫۵	۲۶٫۸	۱۶۴	\bar{X}
۱۹	۴۸	۷۵	b...	۱۹۸۳	۴	۳۱	۱۷۲	\bar{X}_a
۱٫۲	۲	۲٫۶	b...	۳۲	۰٫۴	۰٫۵	۲	s_o
۰٫۲	۳	۳	b...	۴۳	۰٫۲	۰٫۵	۹	s_{oa}
۱٫۲	a...	a...	b...	a...	۰٫۳	.	a...	s_{oe}
محصول استخراج ۱۰								
۱۹	۵۱	۶۴٫۸	b...	۱۸۳۱	۵٫۳	۱۹	۱۸۳	\bar{X}
۱۹	۴۸	۷۵	b...	۱۹۸۳	۵	۳۱	۱۷۲	\bar{X}_a
۱	۴	۳٫۵	b...	۱۸۵	۰٫۵	۱	۲	s_o
۰٫۲	۳	۳	b...	۴۳	۰٫۳	۰٫۵	۹	s_{oa}
۱	۳	۲	b...	۱۸۰	۰٫۴	۱	a...	s_{oe}
<p>^a انحراف استاندارد چند آزمایشگاهی روش استخراج را نمی‌توان تعیین کرد. به زیربند ۱۲-۱-۶ مراجعه شود.</p> <p>^b از آنجایی که مجموعه داده‌ها حاوی مقادیر "کمتر از" می‌باشند، مقادیر برای محصولات استخراج ۳ تا ۱۰ را نمی‌توان محاسبه کرد.</p> <p>^b از آنجایی که مجموعه داده‌ها حاوی مقادیر "کمتر از" می‌باشند، مقادیر برای محصولات استخراج ۳ تا ۱۰ را نمی‌توان محاسبه کرد.</p>								

جدول ۴- دقت تخمینی روش استخراج ناپیوسته متوالی با آزمونگر واحد و با استفاده از سیال استخراج اسیدی برای پسماند حاصل از عملیات معدن کاری، $\mu\text{g/g}$

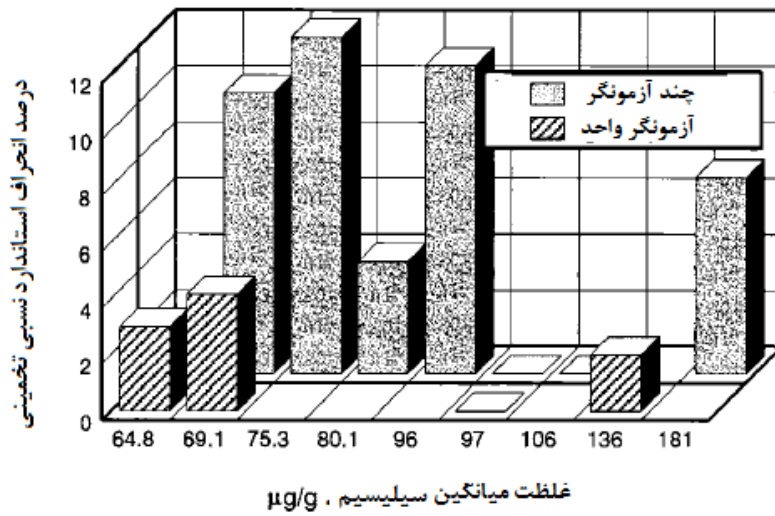
باریم	کلسیم	سرب	منیزیم	منگنز	سیلیسیم	روی	
محصول استخراج ۱							
۱٫۹	۱۸۱۵	۶۳	۱۰٫۷	۳۶٫۷	۵۵	۲۹۷	\bar{X}
۳	۱۶۱۴	۹۱	۱۰٫۲	۳۹٫۹	۴۴	۳۱۲	\bar{X}_a
۰٫۲	۱۳۹	۳	۷	۱٫۱	۲	۳۱	S_o
۰٫۲	۳۳	۳	۱	۰٫۵	۱	۶	S_{oa}
۰	۱۳۵	۰	۷	۱٫۰	۲	۳۰	S_{oe}
محصول استخراج ۳							
۲٫۳	۴۴۸	a...	۱۲	۳٫۶	۳۵	۱۳	\bar{X}
۳	۶۲۲	a...	۱۴	۶٫۱	۳۴	۳٫۶	\bar{X}_a
۰٫۲	۲۲	a...	۱	۰٫۳	۳	۱	S_o
۰٫۲	۹	a...	۰٫۴	۰٫۲	۱	۱٫۰	S_{oa}
۰	۲۰	a...	۱	۰٫۲	۳	۰	S_{oe}
محصول استخراج ۵							
۶	۲۶۸	a...	۱۰	۰٫۶۵	۲۰	b...	\bar{X}
۷	۲۴۸	a...	۱۴	۱٫۰	۱۳	b...	\bar{X}_a
۱	۱۴	a...	۱	۰٫۱۲	۲	b...	S_o
۰٫۰۵	۵	a...	۰٫۴	۰٫۰۳	۱	b...	S_{oa}
۱	۱۳	a...	۱	۰٫۱	۲	b...	S_{oe}
محصول استخراج ۷							
۱۵	۲۲۸	a...	۵	c...	۱۴	b...	\bar{X}
۲۰	۲۴۸	a...	۶	c...	۱۳	b...	\bar{X}_a
۰٫۲	۹	a...	۰٫۳	c...	۱	b...	S_o
۰٫۴	۵	a...	۰٫۲	c...	۱	b...	S_{oa}
d...	۷	a...	۰٫۲	c...	۰	b...	S_{oe}
محصول استخراج ۱۰							
۱۵	۲۱۴	a...	۵	c...	۱۴	b...	\bar{X}
۲۰	۲۴۸	a...	۶	c...	۱۳	b...	\bar{X}_a
۱	۱۲	a...	۰٫۳	c...	۱	b...	S_o
۰٫۴	۵	a...	۰٫۲	c...	۱	b...	S_{oa}
۱	۱۱	a...	۰٫۲	c...	۰	b...	S_{oe}
<p>a از آنجایی که مجموعه داده‌ها حاوی مقادیر "کمتر از" می‌باشند، مقادیر برای محصولات استخراج ۳ تا ۱۰ را نمی‌توان محاسبه کرد.</p> <p>b از آنجایی که مجموعه داده‌ها حاوی مقادیر "کمتر از" می‌باشند، مقادیر برای محصولات استخراج ۴ تا ۱۰ را نمی‌توان محاسبه کرد.</p> <p>c از آنجایی که مجموعه داده‌ها حاوی مقادیر "کمتر از" می‌باشند، مقادیر برای محصولات استخراج ۶ تا ۱۰ را نمی‌توان محاسبه کرد.</p> <p>d انحراف استاندارد چند آزمایشگاهی روش استخراج را نمی‌توان تعیین کرد. به زیربند ۱۲-۱-۶ مراجعه شود.</p>							



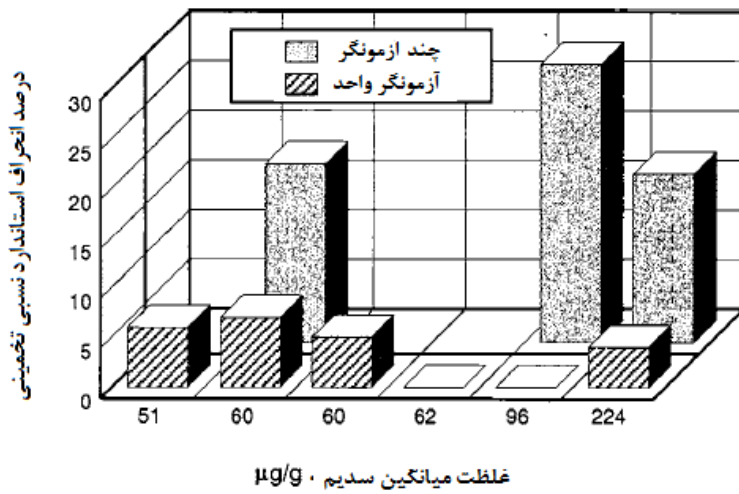
شکل ۴- دقت تخمینی روش استخراج ناپیوسته متوالی برای آلومینیوم در پسماند حاصل از خشک‌کن پاششی



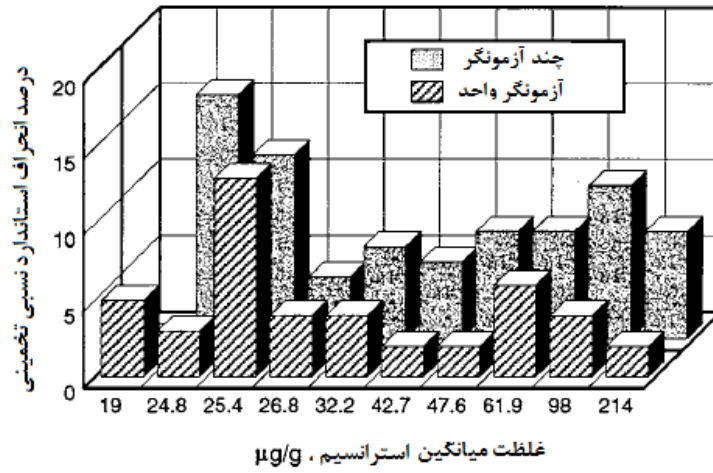
شکل ۵- دقت تخمینی روش استخراج ناپیوسته متوالی برای باریم در پسماند حاصل از خشک‌کن پاششی



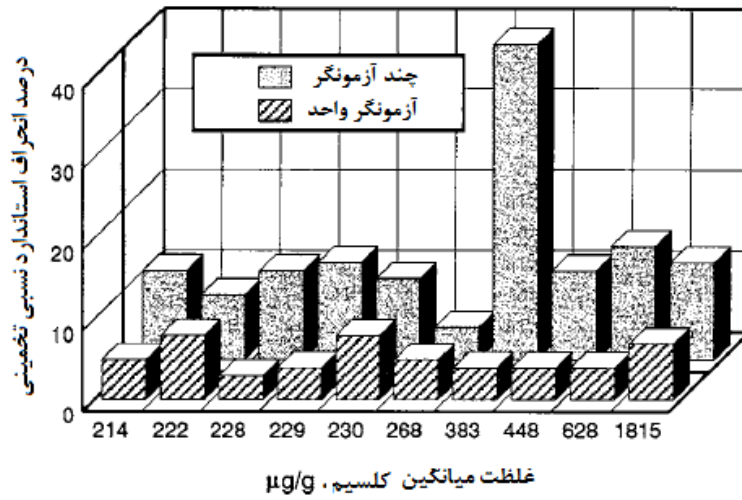
شکل ۶- دقت تخمینی روش استخراج ناپیوسته متوالی برای سلیسیم در پسماند حاصل از خشک کن پاششی



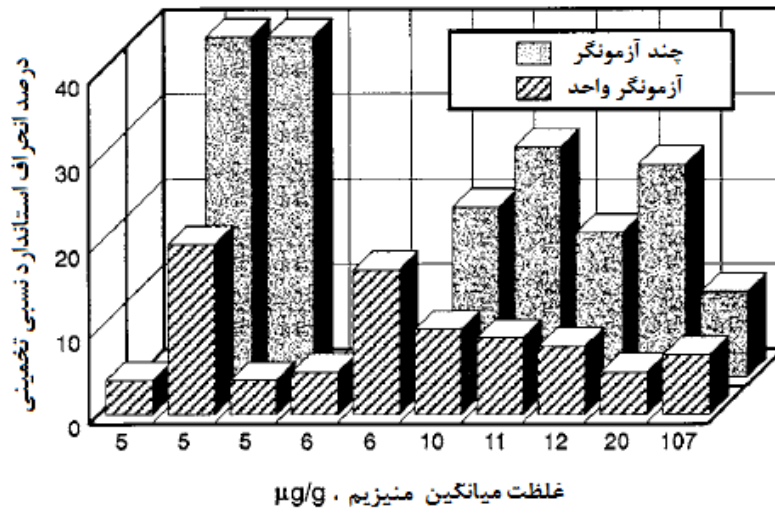
شکل ۷- دقت تخمینی روش استخراج ناپیوسته متوالی برای سدیم در پسماند حاصل از خشک کن پاششی



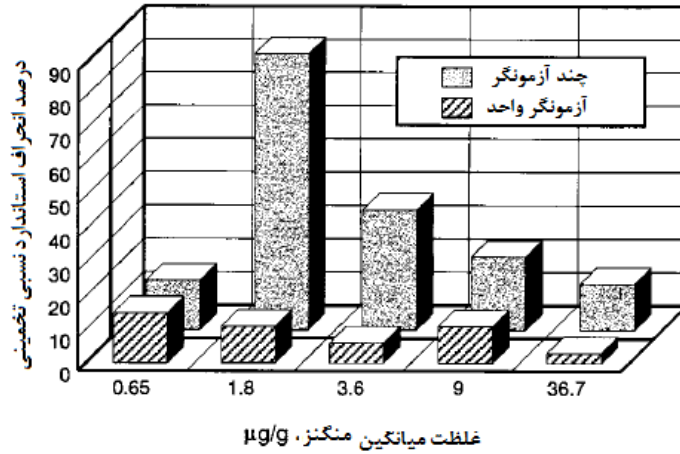
شکل ۸- دقت تخمینی روش استخراج ناپیوسته متوالی برای استرانسیم در پسماند حاصل از خشک‌کن پاششی



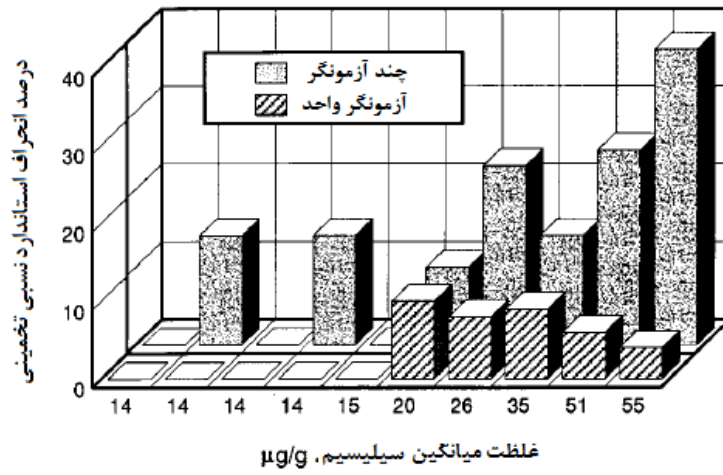
شکل ۹- دقت تخمینی روش استخراج ناپیوسته متوالی برای کلسیم در پسماند حاصل از عملیات معدن‌کاری



شکل ۱۰- دقت تخمینی روش استخراج ناپیوسته متوالی برای منیزیم در پسماند حاصل از عملیات معدن کاری



شکل ۱۱- دقت تخمینی روش استخراج ناپیوسته متوالی برای منگنز در پسماند حاصل از عملیات معدن کاری



شکل ۱۲- دقت تخمینی روش استخراج ناپیوسته متوالی برای سلیسیم در پسماند حاصل از عملیات معدن کاری

پیوست الف

(آگاهی‌دهنده)

اصول همزدن و سرعت و نسبت مایع به جامد

الف-۱ سرعت همزدن، تجهیزات و نسبت مایع به جامد مشخص شده در این روش آزمون بر روی نتایج پسماندهای جامد دارای اثر قابل توجهی بوده و برای پسماندهای جامد خاص مانند پسماندهای یکپارچه، جامدسازی شده یا پسماندهای آلی به میزان قابل توجهی نمی‌باشد.

الف-۲ اثرات احتمالی، تغییر اصول همزدن و سرعت شامل درجه مخلوط کردن، سرعت آزاد شدن اجزاء و اثرات سایش ذرات است که دقت این روش آزمون را تحت‌تاثیر قرار می‌دهند.

الف-۳ اثرات احتمالی، تغییر نسبت مایع به جامد شامل درجه مخلوط کردن، سرعت آزاد شدن اجزاء (اثرات غلظت، بسته به قابلیت دسترسی) و اثرات سایش ذرات، می‌باشند.