جمهوری اسلامی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

شمارهٔ استاندارد ایران

۷۳۸۰

کیفیت آب ـ اندازه گيري روغن و گريس در آب و فاضلاب به روش وزن سنجي ـ روش آزمون

چاپ اول

آشنايي با مؤسسه استاندارد و تحقيقات صنعتي ايران

مؤسسه استاندارد و تحقيقات صنعتي ايران به موجب قانون، تنها مرجع رسمي كشور است كه عهده دار وظيفه تعيين، تدوين و نشر استانداردهاي ملي (رسمي) ميباشد.

تدوين استاندارد در رشته هاي مختلف توسط كميسيون هاي فني مركب از كارشناسان مؤسسه، صاحبنظران مراكز و مؤسسات علمي، پژوهشي، توليدي واقتصادي آگاه ومرتبط با موضوع صورت ميگيرد. سعي بر اين است كه استانداردهاي ملي، در جهت مطلوبيت ها و مصالح ملي وبا توجه به شرايط توليدي، فني و فن آوري حاصل از مشاركت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع شامل: توليدكنندگان ،مصرف كنندگان، بازرگانان، مراكز علمي و تخصصي و نهادها و سازمانهاي دولتي باشد.پيش نويس استانداردهاي ملي جهت نظرخواهي براي مراجع ذينفع واعضاي كميسيون هاي فني مربوط ارسال ميشود و پس از دريافت نظرات وپيشنهادها در كميته ملي مرتبط با

آن رشته طرح ودر صورت تصويب به عنوان استاندارد ملي (رسمي) چاپ و منتشر مي شود.
پيش نويس استانداردهايي كه توسط مؤسسات و سازمانهاي علاقمند و ذيصلاح و با رعايت ضوابط تعيين شده تهيه مي شود نيز پس از طرح و بررسي در كميته ملي مربوط و در صورت تصويب، به عنوان استاندارد ملي چاپ ومنتشرمي گردد. بدين ترتيب استانداردهايي ملي تلقي مي شود كه بر اساس مفاد مندرج در استاندارد ملي شماره ((۵)) تدوين و در كميته ملي مربوط كه توسط مؤسسه تشكيل ميگردد به تصويب رسيده باشد.
مؤسسه استاندارد و تحقيقات صنعتي ايران از اعضاي اصلي سازمان بين المللي استاندارد ميباشد كه در تدوين استانداردهاي ملي ضمن توجه به شرايط كلي ونيازمنديهاي خاص كشور، از آخرين پيشرفتهاي علمي، فني و صنعتي جهان و استانداردهاي بين المللي استفاده مي نمايد.
مؤسسه استاندارد و تحقيقات صنعتي ايران مي تواند با رعايت موازين پيش بيني شده در قانون به منظور حمايت از مصرف كنندگان، حفظ سلامت و ايمني فردي وعمومي، حصول اطمينان از كيفيت محصولات و ملاحظات زيست محيطي و اقتصادي، اجراي بعضي از استانداردها را با تصويب شوراي عالي استاندارد اجباري نمايد. مؤسسه مي تواند به منظور حفظ بازارهاي بين المللي براي محصولات كشور، اجراي استاندارد كالاهاي صادراتي و درجه بندي آنرا اجباري نمايد.
همچنين بمنظور اطمينان بخشيدن به استفاده كنندگان از خدمات سازمانها و مؤسسات فعال در زمينه مشاوره، آموزش، بازرسي، مميزي و گواهي كنندكان سيستم هاي مديريت كيفيت ومديريت زيست محيطي، آزمايشگاهها و كاليبره كنندگان وسايل سنجش، مؤسسه استاندارد اينگونه سازمانها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأييد صلاحيت ايران مورد ارزيابي قرار داده و در صورت احراز شرايط لازم، گواهينامه تأييد صلاحيت به آنها اعطا نموده و بر عملكرد آنها نظارت مي نمايد. ترويج سيستم بين المللي يكاها ، كاليبراسيون وسايل سنجش تعيين عيار فلزات گرانبها و انجام تحقيقات كاربردي براي ارتقاي سطح استانداردهاي ملي از ديگر وظايف اين مؤسسه مي باشد.

كميسيون استاندارد كيفيت آب – اندازه گيري روغن و گريس در آب و فاضلاب به روش وزن سنجي – روش آزمون

رئيس	**سمت يا نمايندگي**
فرهادي،خليل (دكتري شيمي تجزيه)	دانشگاه ارومیه
اعضاء	
احمدزاده،بهمن (ليسانس شيمي)	سازمان آب منطقه اي آذربايجان غربي

جباري،حجت (فوق ليسانس محيط زيست)	اداره كل محيط زيست آذربايجان غربي
جليلي فرد،مجيد (ليسانس مهندسي صنايع)	سازمان آب منطقه اي آذربايجان غربي
رضايي،حميد (ليسانس شيمي)	آزما يشگاه آب و خاك شهرستان اروميه
مويدزاده،ندا (ليسانس پرستاري)	بيمارستان امام رضا (ع) شهرستان اروميه
نمازي،علي (فوق ليسانس شيمي)	اداره كل استاندارد آذربايجان شرقي
دبير	
قنديلي،علي (فوق ليسانس شيمي)	اداره كل استاندارد آذربايجان غربي

فهرست مندرجات .....صفحه

پيشگفتار ب

مقدمه پ

۷ هدف و دامنه كاربرد ۱

۸ مراجع الزامي ۱

۹ اصطلاحات و تعاريف ۱

۱۰ عوامل مزاحم ۲

۱ نمونه برداري ۳

۱۱ روشهاي آزمون ۴

۱۲ روش آزمون استخراج مايع-مايع ۴

۱۳ روش آزمون استخراج سوكسله ۹

۱۴ دقت و انحراف ۱۳

۲ تضمين و كنترل كيفيت روش آزمون ۱۴

پيشگفتار

استاندارد « كيفيت آب- اندازه گيري روغن و گريس در آب و فاضلاب به روش وزن سنجي- روش آزمون » كه توسط كمسيون هاي مربوط تهيه و تدوين شده درسيصد و يازدهمين جلسه كميته ملي استاندارد شيميايي و پليمر مورخ ۸۳/۴/۲۰ مورد تائيد قرار گرفته است . اينك به استناد بند يك ماده ۳ قانون اصلاح قوانين و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقيقات صنعتي ايران مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ بعنوان استاندارد ملي منتشر مي شود.

براي حفظ همگامي و هماهنگي با تحولات و پيشرفتهاي ملي و جهاني در زمينه صنايع ، علوم و خدمات استانداردهاي ملي ايران در مواقع لزوم تجديد نظر خواهد شد و هرگونه پيشنهادي كه براي اصلاح يا تكميل اين استاندارد ارائه شود ، در هنگام تجديد نظر در كميسيون فني مربوط مورد نظر مورد توجه قرار خواهد گرفت . بنابراين براي مراجعه به استانداردهاي ايران بايد همواره از آخرين تجديد نظر آنها استفاده كرد .

در تهيه و تدوين اين استاندارد سعي شده است كه ضمن توجه به شرايط موجود و نيازهاي جامعه، در حد امكان بين اين استاندارد و استانداردهاي ملي كشورهاي صنعتي و پيشرفته هماهنگي ايجاد شود .

منابع و ماخذي كه براي تهيه اين استاندارد بكار رفته بشرح زير است :

۱- ASTM D ۴۲۸۱ :۱۹۹۵ Standard Test Method for Oil and Grease (Fluorocarbon Extractable Substances) by Gravimetric Determination

مقدمه

براي تعيين ميزان روغن و گريس در آب و فاضلاب مقدار دقيقي از يك ماده بخصوص اندازه گيري نمي شود، بلكه گروهي از مواد كه داراي خواص فيزيكي مشابه هستند بر اساس حلاليت آنها در حلال خاصي از فلوئوروكربن بطور كمي تعيين مي شوند. بنابراين ممكن است روغن وگريس حاوي هيدروكربنها، اسيدهاي چرب، صابونها، چربيها، مومها، روغنها و هر ماده ديگر قابل استخراج با حلال از نمونه هاي اسيدي شده باشد. درك اين محدوديت بسيار حائز اهميت است كه بر خلاف بعضي

از اجزاء كه عناصر شيميايي، يونها، تركيبات يا گروه هايي از تركيبات مشخصي را بيان مي كنند، روغن و گريس بر اساس روش مورد استفاده تعريف مي شوند.

آگاهي از ميزان روغن و گريس موجود در فاضلاب در غلبه بر مشكلات عمليات واحد تصفيه فاضلاب، تعيين كارايي تصفيه خانه ها و كنترل تخليه اين گونه مواد در آينده، براي حفظ رودخانه ها بسيار مفيد است.

كيفيت آب ـ اندازه گيري روغن و گريس در آب و فاضلاب به روش وزن سنجي ـ روش آزمون

۱ هدف و دامنه كاربرد

۱ ـ ۱ هدف از تدوين اين استاندارد اندازه گيري روغن و گريس موجود در آب و فاضلاب و تعيين وزن مواد قابل استخراج با حلال فلوئوروكربن از يك نمونه اسيدي است.

۲ مراجع الزامي

مدارك الزامي زير حاوي مقرراتي است كه در متن اين استاندارد به آن ها ارجاع داده شده است. بدين ترتيب آن مقررات،جزئي از اين استاندارد محسوب مي شود. در مورد مراجع داراي تاريخ چاپ و/ يا تجديد نظر،اصلاحيه هاوتجديدنظرهاي بعدي اين مدارك مورد نظر نيست.معهذا بهتر است كاربران ذينفع اين استاندارد،امكان كاربرد آخرين اصلاحيه ها وتجديدنظرهاي مدارك الزامي زير را مورد بررسي قرار دهند.درمورد مراجع بدون تاريخ چاپ و/ يا تجديدنظر،آخرين چاپ و/ يا تجديدنظر آن مدارك الزامي ارجاع داده شده مورد نظر است.

استفاده از مراجع زير براي كاربرد اين استاندارد الزامي است:

استاندارد ملي ۲۴۴۷ - سال ۱۳۶۳ نمونه برداري آب

۳ تعاريف و اصطلاحات

در اين استاندارد اصطلاحات/ و يا واژه ها با تعاريف زير به كار مي رود .

۳ ـ ۱ روغن و گريس

ماده آلي و هر ماده ديگري كه توسط حلال از آب و فاضلاب استخراج شده و با روشهاي آزمون اين استاندارد مورد اندازه گيري قرار مي گيرد، روغن و گريس ناميده مي شود.

۴ عوامل مزاحم

۴ ـ ۱ هر تركيبي كه در كلروفلوئوروكربن-۱۱۳ محلول بوده و تحت شرايط آزمون غير فرار باشد، در ميزان روغن و گريس اندازه گيري شده موثر خواهد بود.

۴ ـ ۲ روشهاي آزمون اين استاندارد كاملاً تجربي است و حصول نتايج تكرار پذير تنها با رعايت كامل جزييات ممكن است حاصل شود. طبق تعريف، هر ماده بازيابي شده اي روغن و گريس ناميده مي شود كه ممكن است حاوي موادي مانند گوگرد عنصري و برخي رنگهاي آلي باشد. علاوه براين باقيمانده هاي سنگين نفتي ممكن است بخش مهمي از ماده غير محلول در حلال به كار رفته را تشكيل دهند.

۴ ـ ۳ به دليل تغيير حلاليت روغنها و گريسهاي مختلف، سرعت و مدت استخراج در دستگاه سوكسله بايد طبق دستورالعمل باشد. علاوه بر اين،با تغيير طول مدت لازم براي خشك و خنك كردن ماده استخراج شده امكان افزايش يا كاهش تدريجي وزن وجود دارد.

۴ ـ ۴ صنعت جديد تعدادي از تركيبات داراي زنجير طويل را به عنوان روان كننده[۱]و امولسيون كننده[۲] يا براي مقاصد ديگر به كار مي برد. اغلب تركيب اين مواد متفاوت از روغن و گريس طبيعي است و ممكن است به آنها حلاليت بيشتري در آب بدهد يا به سادگي بيش از محصولات طبيعي به صورت امولسيون درآيند و در نتيجه در فرآيندهاي تصفيه آب به صورت روغن و گريس رفتار كنند. روشهايي كه در اين استاندارد توضيح داده مي شوند ممكن است قادر به بازيابي كامل اين گونه مواد نباشند.

---

۱ - Lubricants

۲ – Emulsifiers

۴ ـ ۵ ترکیبات آلي مورد استفاده در دیگ بخار و آب سردکن مانند پحش کننده ها[۱]، کي لیت هاي پلیمري، ضدکف ها، آمینهاي خنثي کننده و اکسیژن زداها[۲] ممکن است به هنگام کاربرد این روشهاي آزمون براي چنین آبهایي به عنوان روغن و گریس بازیابي شوند.

۴ ـ ۶ ترکیباتي که نقطه جوش پایینی دارند در مراحل استخراج با حلال از بین مي روند. حتي روغنهاي روان کننده در دماي لازم براي خارج نمودن آخرین مقادیر کم حلال با سرعت زیادي تبخیر مي شوند. نفت سفید و بنزین را نمي توان به روش وزن سنجي تعیین کرد.

۵ نمونه برداري

نمونه ها را مطابق استاندارد ملي ۲۳۴۷ [۳] جمع آوري کنید.

۵ ـ ۱ نمونه هاي موجود را فقط داخل بطري نمونه جمع آوري کنید. بطري هاي نمونه را پیش از پر کردن با نمونه شستشو ندهید چون ممکن است روغنها به داخل بطري چسبیده و منجر به حصول نتایج بالایي شوند.

۵ ـ ۲ چون بخشي از روغنها و گریسهاي جمع آوري شده ممکن است به بطري نمونه بچسبند، تمام نمونه را به عنوان یك نمونه مورد آزمون قرار دهید. معمولاً از نمونه هاي یك لیتري استفاده مي شود. هر چند ممکن است بسته به غلظت قابل استخراج، نمونه هاي بزرگتر یا کوچکتر مورد استفاده قرار بگیرد.

۵ ـ ۳ براي سهولت کار طي آزمون بطري نمونه را کاملاً پر نکنید.

۵ ـ ۴ تمامي نمونه ها را در بطري هاي شیشه اي مجهز به درپوشهاي غیر قابل حل جمع آوري کنید.

۵ ـ ۵ نمونه را تا pH پایین تر از ۲ با کلریدریك اسید یا سولفوریك اسید (یك به یك) اسیدي کنید تا تمامیت نمونه حفظ شود.

---

۱ - Dispersants

۲ – Oxygen scavengers

۳– براي مطالعه بیشتر مي توانید به استانداردهاي ASTM D ۳۳۷۰ و ASTM ۱۱۹۲ مراجعه کنید.

۶ روشهاي آزمون

۶ ــ ۱ این استاندارد از دو روش آزمون زیر متشکل است:

۶ ــ ۱ ــ ۱ روش آزمون استخراج مایع-مایع

۶ ــ ۱ ــ ۲ روش آزمون استخراج سوکسله

۶ ــ ۲ این روشهاي آزمون گروهي از مواد را اندازه گیري مي کنند که موسوم به روغن و گریس هستند و توسط حلال کلروفلوئوروکربن-۱۱۳ از نمونه جدا شده و تحت شرایط آزمون تبخیر نمي شوند. این گروه مواد ممکن است داراي منشاء حیاتي یا معدني باشند یا اینکه قطبي یا غیر قطبي، محلول یا غیر محلول باشند.

۶ ــ ۳ ازآنجایي که دراین روشهاي آزمون مرحله اسیدي کردن پیش از استخراج صورت مي گیرد، صابونهاي فلزي هیدرولیز شده و به صورت اسیدهاي چرب در مرحله استخراج بازیابي مي شوند.

۱۵ روش آزمون استخراج مایع-مایع

۷ ــ ۱ دامنه کاربرد

۷ ــ ۱ - ۱ با استفاده از این روش آزمون مي توان روغن و گریس آب و فاضلاب را در محدوده ۴ الي ۱۰۰ میلي گرم در لیتر اندازه گیري نمود.

۷ ــ ۱ - ۲ این روش آزمون را مي توان براي نمونه هاي حاوي مواد قابل استخراج به کار برد.

۷ ــ ۲ خلاصه روش آزمون

۷ ــ ۲ ــ ۱ در این روش آزمون روغن و گریس نمونه آب اسیدي شده با حلال فلوئوروکربن در قیف جداکننده استخراج مي شود.

۷ – ۲ – ۲ در بخش وزن سنجي روش كار، حلال فلوئوروكربن حاوي مواد قابل استخراج شده تبخير مي شود.

۷ – ۳ خلوص مواد شيميايي

۷ – ۳ – ۱ در تمام آزمونها بايد از مواد شيميايي خالص استفاده شود. در حالتي مي توان از مواد شيميايي با درجه خلوص ديگر استفاده كرد كه معلوم شود خلوص اين مواد به اندازه كافي بالاست و ناخالصي هاي موجود در آنها موجب كاهش دقت اندازه گيري نمي شود.

۷ – ۳ – ۲ خلوص آب

هدايت الكتريكي آب بايد كمتر از ۵ ميكروزيمنس بر سانتيمترباشد.

۷ – ۴ مواد لازم

۷ – ۴ – ۱ كاغذ صافي واتمن شماره ۴۰ يا ۴۱

۷ – ۴ – ۲ حلال فلوئوروكربن (۱،۲،۱-تري كلرو-۱،۲،۲-تري فلوئورواتان)

يادآوري- ***معمولاً حلال در طول زمان ،پلاستي سايزر را از لوله پلاستيكي كه براي انتقال از ظرفي به ظرفي ديگر به كار مي رود، استخراج مي كند. براي بررسي ميزان آلودگي ۱۸۰ ميلي ليتر حلال را در حمام بخار تبخير كرده و باقيمانده را وزن كنيد. حلال نبايد باقيمانده اي بيش از يك دهم ميلي گرم داشته باشد. در صورت بيشتر بودن مقدار باقيمانده، حلال را تقطير كنيد و باقيمانده حاصل تقطير را مورد بررسي قرار دهيد.***

۷ – ۴ – ۳ هيدروكلريك اسيد (HCl) با چگالي ۱/۱۹

۷ – ۴ - ۴ سديم بي سولفات ($NaHSO_4,H_2O$)

۷ – ۴ – ۵ سديم كلريد ($NaCl$)

۷ – ۴ – ۶ سديم سولفات بدون آب (Na_2SO_4)

۷ – ۴ – ۷ سولفوريك اسيد (H_2SO_4) با چگالي ۱/۸۴

۷ – ۵ وسايل لازم

۷ – ۵ – ۱ آون خشك كن ، ۱۰۳ درجه سلسيوس

۷ ـ ۵ ـ ۲ بالن تبخير به حجم ۲۵۰ ميلي ليتر

۷ ـ ۵ ـ ۳ دستگاه تقطير شامل مبرد و ديگر لوازم مورد نياز آزمايشگاهي

۷ ـ ۵ ـ ۴ قيف هاي جداكننده- قيف هاي دو ليتري با درهايي از جنس TFE-فلوئوروكربن

۷ ـ ۵ ـ ۵ حمام بخار

۷ ـ ۵ ـ ۶ خشكانه [۱]

۷ ـ ۶ روش اجراي آزمون

۷ ـ ۶ ـ ۱ بالن تبخير را در دماي ۱۰۳ درجه سلسيوس به مدت يك ساعت خشك نموده و تا رسيدن به دماي محيط آزمايشگاه در دسيكاتور قرار دهيد. سپس با دقت يك دهم ميلي گرم آن را توزين كنيد.

يادآوري ۱ ***-براي جلوگيري از باقي ماندن اثرات روغن و چربي دست بر روي بالن تيخير از گيره فلزي يا دستكش مخصوص توزين استفاده كنيد.***

يادآوري ۲- ***واكنشگرها و مواد مربوط به نمونه شاهد را براي نشان دادن اينكه حاوي باقيمانده قابل توجهي نسبت به دقت آزمون نمي باشند، مورد آزمايش قرار دهيد.***

۷ ـ ۶ ـ ۲ بطري نمونه را با توجه به سطح آب داخل آن براي تعيين حجم نمونه علامت گذاري كنيد.

۷ ـ ۶ ـ ۳ ۶۰ ميلي ليتر حلال فلوئوروكربن به بطري نمونه اضافه كنيد، در آن را ببنديد و بطري را خوب تكان دهيد. حلال را به قيف جداكننده منتقل كنيد و به مدت دو دقيقه شديداً آن را تكان دهيد تا نمونه استخراج شود. قيف جداكننده را وارونه كرده و با باز كردن شير آن فشار حاصل طي استخراج را از بين ببريد. پس از جدا شدن لايه ها، لايه حلال را با استفاده از كاغذ صافي و قيف كوچك به درون بالن جوش وزن شده منتقل كنيد.

۷ ـ ۶ ـ ۴ با پيش بيني يا مشاهده پديده امولسيون يك گرم سديم سولفات به كاغذ صافي روي قيف اضافه كنيد. در صورت زلال و شفاف نبودن لايه حلال ۱۰۰ گرم سديم كلريد به قيف جداكننده

---

[۱] –Desiccator

اضافه نموده و آن را به خوبي تكان دهيد. با انحلال نمك امولسيون كاملاً شكسته و محلول زلال مي شود. در غير اين صورت نمونه را به روش سوكسله مورد آزمون قرار دهيد.

۷ ـ ۶ ـ ۵ شستشوي بطري و استخراج را با دو بار اضافه كردن ۶۰ ميلي ليتر حلال تكرار كنيد و همه حلال را به درون بالن جوش منتقل كنيد، صافي را با ۲۰ ميلي ليتر حلال بشويد و به داخل بالن جوش منتقل كنيد.

۷ ـ ۷ وزن سنجي

۷ ـ ۷ ـ ۱ حلال بالن جوش(بند ۷-۶-۵، ۸-۵-۷) را با حمام آب داغ يا بخار تبخير كنيد.

يادآوري- ***براي كاهش هزينه آزمون و پيش گيري از تخريب لايه ازن توصيه مي شود كه حلال را با استفاده از سيستم مبرد بازيابي كنيد. حلال بازيابي شده را مي توان بدون تقطير مجدداً به كار برد.***

۷ ـ ۷ ـ ۲ موقعي كه فقط چند ميلي ليتر (حدود ۱۰ ميلي ليتر) حلال باقيمانده است بالن را بر روي حمام بخار قرار دهيد و با استفاده از خلاء هواي داخل ظرف را به مدت پنج دقيقه تخليه كنيد تا آخرين مقادير كم حلال يا آب نيز خارج شود. سطح بيروني بالن جوش را به طور كامل خشك كنيد.

۷ ـ ۷ ـ ۳ بالن جوش را به مدت يك ساعت در درون دسيكاتور قرار دهيد، سپس آن را خارج كرده و بلافاصله با دقت يك دهم ميلي گرم وزن كنيد.

۷ ـ ۷ ـ ۴ براي اندازه گيري حجم نمونه اصلي، بطري را با آب ۲۰ درجه سلسيوس تا خط نشانه پر كنيد و حجم آب را با استوانه مدرج با دقت ۵ ميلي ليتر اندازه گيري كنيد.

۷ ـ ۸ محاسبه

۷ ـ ۸ ـ ۱ نتايج اندازه گيري را بر حسب ميلي گرم بر ليتر از رابطه زير بدست آوريد:

باقيمانده قابل استخراج (mg/lit) =[(B-A)/C]× ۱۰۰۰

كه در اين رابطه:

A= وزن بالن جوش بر حسب گرم

B= وزن بالن جوش پس از خروج حلال استخراج بر حسب گرم

C= حجم نمونه بر حسب ليتر

نتايج را بر حسب ميلي گرم در ليتر گزارش كنيد.

۱۶ روش آزمون استخراج سوكسله

۸ ــ ۱ دامنه كاربرد

۸ ـ ۱ ـ ۱ اين روش آزمون شامل تخمين روغن و گريس از ۲۰ الي ۲۰۰ ميلي گرم بر ليتر در آب و فاضلاب است كه به روش وزن سنجي مواد قابل استخراج با حلال فلوئوروكربن از يك نمونه اسيدي شده تعيين مي شود.

۸ ــ ۱ ـ ۲ اين روش آزمون بايد براي نمونه آبهايي به كار برده شود كه امولسيون دارند و نمي توان از قيف جداكننده براي استخراج استفاده كرد.

۸ ــ ۱ ـ ۳ در صورت وجود فاز دومي از ماده روغني در نمونه به دليل دشواري بازيابي تمام فاز روغني، نبايد از اين روش آزمون استفاده كرد.

۸ ــ ۲ خلاصه روش آزمون

۸ ــ ۲ ــ ۱ در اين روش آزمون يك نمونه آب اسيدي شده را بر روي كاغذ صافي و با استفاده ازخاك دياتومه صاف مي كنند و سپس خاك حاوي روغن را خشك كرده و به مدت چهار ساعت در دستگاه سوكسله باحلال فلوئوروكربن استخراج نموده و طي فرايند تقطير حلال باقيمانده را توزين مي كنند.

۸ ــ ۳ وسايل لازم

۸ ــ ۳ ــ۱ قيف بوخنر چيني به قطر ۱۲۰ ميليمتر

۸ ـ ۳ ـ ۲ آون با قابليت تنظيم در ۱۰۳ درجه سلسيوس

۸ ـ ۳ ـ ۳ دستگاه استخراج شامل استخراج كننده سوكسله ، مبرد و بالن جوش

۸ ـ ۳ ـ ۴ منبع حرارتي

اغلب اجاق هاي برقي يا منتل[۱] هاي موجود تجارتي براي اين كار مناسب هستند.

۸ - ۳ - ۵ حمام آب داغ يا حمام بخار

۸ - ۳ - ۶ پمپ خلاء يا ديگر وسايل ايجاد خلاء

۸ - ۳ - ۷ دسيكاتور

۸ - ۳ - ۸ انگشتانه استخراج[۲] به ابعاد ۳۳ ميليمتر در ۹۴ ميليمتر

۸ - ۳ ـ ۹ كاغذ صافي به قطر ۱۱ سانتيمتر

۸ ـ ۳ ـ ۱۰ دانه هاي شيشه اي به قطر ۲ تا ۳ ميليمتر يا سنگ جوش TFE

۸ ـ ۳ ـ ۱۱ صفحه هاي پارچه موصلين[۳] به قطر ۱۰/۵ سانتيمتركه با حلال شسته و سفيد شده است.

۸ - ۴ مواد لازم

۸ - ۴ - ۱ سوسپانسيون سيليكاي دياتومه (ده گرم كمك صافي را به آب اضافه كنيد و به حجم يك ليتر برسانيد.)

۸ ـ ۴ ـ ۲ حلال فلوئوروكربن (۱،۱،۲-تري كلرو-۱،۲،۲-تري فلوئورواتان).

اين حلال بايد فاقد باقيمانده باشد و در صورت نياز مجدداً تقطير شود.

۸ ـ ۴ ـ ۳ هيدروكلريك اسيد با چگالي ويژه ۱/۱۹ .

با آب (۷-۳-۲) به نسبت حجمي يك به يك رقيق كنيد

۱- Mantel

۲ -Extraction Thimble

۳ -Muslin Cloth Disks

۸ ـ ۴ ـ ۴ سولفوريك اسيد با چگالي ۱/۸۴.

با آب (۷-۳-۲) به نسبت حجمي يك به يك رقيق كنيد.

۸ ـ ۴ ـ ۵ سيليكاژل

۸ ـ ۵ روش كار

۸ ـ ۵ ـ ۱ بالن جوش را به مدت يك ساعت در دماي ۱۰۳ درجه سلسيوس خشك كنيد. دماي آن را در داخل دسيكاتور به دماي اتاق برسانيد و سپس وزن كنيد.

يادآوري ۱- ***براي جلوگيري از چسبيدن روغن و چربي دست بر روي بالن جوش هميشه از گيره هاي فلزي يا دست كش مخصوص توزين استفاده كنيد.***

يادآوري ۲- ***مواد و واكنشگرهاي شاهد را بايد امتحان كنيد تا باقيمانده قابل توجهي نسبت به دقت روش اندازه گيري وجود نداشته باشد. در صورت معني دار بودن مقدار باقيمانده، جزييات كار را بررسي نموده و منبع آلاينده را برطرف كنيد.***

۸ ـ ۵ ـ ۲ بطري نمونه را با توجه به سطح آب داخل آن براي تعيين حجم نمونه علامت گذاري كنيد.

۸ ـ ۵ ـ ۳ سيستم صافي را كه شامل صفحه پارچه اي موصلين واقع بر روي كاغذ صافي در داخل قيف بوخنر است، آماده كنيد. كاغذ و پارچه را با آب خيس كنيد و با استفاده از خلاء كاغذ صافي را كاملاً در جاي خود قرار دهيد. مطمئن شويد كه كاغذ صافي كاملاً صاف و هموار بر سطح قيف قرار گرفته است. ۱۰۰ ميلي ليتر از سوسپانسيون كمك صافي را از صافي تهيه شده عبور داده با يك ليتر آب مقطر آن را شستشو دهيد. با اضافه كردن دقيق آب شستشو مي توان كنارهاي كاغذ صافي را شست. اين عمل بعداً سبب تسهيل در امر برداشتن كاغذ صافي و مانع از گرفتگي سوراخ هاي قيف بوخنر توسط كمك صافي مي شود.

۸ ـ ۵ ـ ۴ كل نمونه اسيدي شده را با استفاده از صافي تهيه شده صاف كنيد.

يادآوري – ***اگر تمامي نمونه جمع آوري شده را نمي توان با يك فيلتر آماده شده صاف كرد، نمونه را مي توان در چند قسمت مجزا صاف و استخراج نمود و مجموع وزن هاي حاصل نتيجه نهايي را معين مي كند. موقعي كه تمامي نمونه از صافي عبور داده شد، خلاء را قطع كنيد. با استفاده از انبرك كاغذ صافي را به طور مناسب تا كرده و در داخل انگشتانه استخراج قرار دهيد.***

۸ – ۵ – ۵ داخل ظرف نمونه و قيف بوخنر را با تكه هاي كاغذ صافي كه با حلال فلوئوروكربن خيس كرده ايد، پاك كنيد. در ضمن به خاطر داشته باشيد كه علاوه بر تمامي لايه هاي ناشي از روغن و گريس ، تمامي مواد جامد را نيز جمع آوري كنيد. تكه هاي كاغذ را به انگشتانه استخراج اضافه كنيد.

يادآوري- ***براي اينكه حلال فلوئوروكربن با دست شما تماس نداشته باشد از دست كش لاستيكي استفاده كنيد. همچنين يك بخش از حلال را كه در دستگاه استخراج مورد استفاده قرار مي گيرد مي توانيد براي شستشوي بطري نمونه و درپوش آن به كار ببريد و سپس آن را به بالن جوش سوكسله اضافه كنيد.***

۸ – ۵ – ۶ انگشتانه استخراج را در آون در دماي ۱۰۳ درجه سلسيوس به مدت ۳۰ دقيقه خشك كنيد.

۸ – ۵ – ۷ انگشتانه استخراج را با دانه هاي شيشه اي پر كنيد و آن را در درون دستگاه استخراج سوكسله قرار دهيد. حلال فلوئوروكربن را به بالن جوش وزن شده اضافه كنيد. به داخل بالن چند دانه شيشه اي يا سنگ جوش تفلون بريزيد و بالن را به دستگاه سوكسله وصل كنيد. با استفاده از حرارت عمل استخراج را به مدت ۴ ساعت از شروع اولين چرخه بازرواني[۱] ادامه دهيد.

يادآوري – ***قبل از كار با دستگاه سوكسله آن را با حلال فلوئوروكربن شستشو دهيد تا از تميز بودن آن اطمينان حاصل كنيد. علاوه بر اين، براي جلوگيري از ورود گرد و غبار به بالاي مبرد مي توانيد از يك درپوش شل استفاده كنيد. مواظب باشيد تا هيچ دانه شيشه اي به هنگام اتصال به لوله سيفون به داخل محفظه استخراج وارد نشود.***

---

۱ – Refluxing

۸ ـ ۵ ـ ۸ بعداز ۴ ساعت رفلاکس انگشتانه استخراج را سرد کرده و بردارید. باقیمانده حلال اتاقك استخراج را داخل بالن جوش بریزید. دانه هاي شیشه اي و انگشتانه استخراج را تا موقعي که سوراخي در آن ایجاد نشده است و بخش بیروني آن عاري از غبار است مي توان دوباره استفاده کرد.

۸ ـ ۶ روش وزن سنجي

۸ ـ ۶ ـ۱ به بند ۷-۷ مراجعه کنید.

۸ ـ ۷ محاسبه

۸ ـ ۷ ـ ۱ به بند ۷-۸ مراجعه کنید.

۹ دقت و انحراف

۹ ـ ۱ بازیابي مقادیر معلوم روغن و گریس در یك سري استاندارد تهیه شده در جدول شماره ۱ نشان داده شده است .

۹ ـ ۲ داده هاي مربوط به جدول شماره ۱ مربوط به محیط هاي آبي مختلف نمي باشند و فقط در مورد آب طبق بند ۷-۳-۲ صحت دارند.

جدول ۱ ـ داده هاي مربوط به دقت و بازیابي روش آزمون استخراج با سوکسله

مقدار افزوده شده mg/l	مقدار بدست آمده mg/l	انحراف ±%	دقت آزمایشگر $S_.$ mg/l	دقت کل S_T mg/l
۲۰/۷	۱۸/۸	-۹/۰	۱/۳	۱/۶
۷۳/۶	۶۴/۴	-۱۲/۶	۴/۸	۵/۸
۱۵۱/۰	۱۳۵/۰	-۱۰/۶	۳/۳	۵/۹

۱۰ تضمین و کنترل کیفیت روش آزمون

حداقل الزامات كنترل كيفيت عبارتند از اثبات اوليه كارآيي، تجزيه شاهدهاي روش آزمون و نمونه هاي كنترل كيفيت.

۱۰ ــ ۱ روش آزمون شاهد

قبل از كار با نمونه ها شخص آزمايش كننده بايد اثبات كند كه لوازم شيشه اي و واكنشگرهاي مورد استفاده تحت كنترل هستند. هرگاه مجموعه اي از نمونه ها استخراج مي شوند يا واكنشگرها تغيير مي يابند، روش آزمون شاهد را اجرا كنيد. نتيجه شاهد بايد كمتر از ۵ ميلي گرم در ليتر باشد.

۱۰ ــ ۲ نمايش اوليه كارآيي

۱۰ ــ ۲ ــ ۱ يك غلظت معيني را انتخاب كنيد. براي روش۶-۱-۱ و۶-۱-۲ به ترتيب ۲۱/۹ و ۲۰/۷ ميلي گرم در ليتر را توصيه مي كنيم. از موادي استفاده كنيد كه انتظار مي رود در نمونه هاي واقعي وجود داشته باشند. مواد انتخاب شده را به هفت قسمت آب يك ليتري اضافه كنيد و هر نمونه را طبق روش هاي ۶-۱-۱ و ۶-۱-۲ تجزيه كنيد. مقدار متوسط و انحراف معيار مقادير حاصل را محاسبه كنيد و با محدوده قابل قبول دقت و انحراف جدول شماره ۲ مقايسه كنيد.

۱۰ ــ ۲ ــ ۲ اين مطالعه بايد تا آنجايي تكرار شود كه دقت آزمايشگر و مقدار متوسط در محدوده قابل قبول باشند.

۱۰ ــ ۲- ۳ آزمايشگر مجاز است روش را اصلاح كند، حلالهاي ديگري را به كار برد و يا روش استخراج ديگري را به كار ببندد ، مانند استخراج فاز جامد ، تا روش بهتري با هزينه كمتري حاصل شود . در درجه دوم هگزان به عنوان حلال توصيه مي شود. آزمايش كنندگان بايد توجه داشته باشند كه هگزان از آب سبكتر است و فاز آب بايد براي جمع آوري لايه هگزان دور ريخته شود. هر گاه چنين اصلاحاتي به كار رود، نمايش اوليه كارآيي بايد به طور موفقيت آميزي تكرار شود.

۱۰ ــ ۳ نمونه كنترل كيفيت پيوسته

براي اطمينان يافتن از اينكه روش آزمون تحت كنترل است ، يك نمونه كنترل كيفيت كه حاوي ۲۱/۹ ميلي گرم در ليتر روغن و گريس است روزانه يا با هر گروه از نمونه هاي بيش از ۲۰ عدد تجزيه

كنيد. در صورتي كه آزمون تحت كنترل باشد مقدار حاصل بايد در داخل محدوده فهرست شده جدول شماره ۲ باشد.

جدول ۲ – معيارهاي ويژگي هاي كنترل كيفيت

غلظت مواد افزوده برحسب mg/l	نمايش كارآيي		**كنترل كيفيت**
	ماكزيمم انحراف معيار قابل قبول mg/l	دامنه پذيرش براي بازيابي متوسط mg/l	دامنه پذيرش براي كنترل كيفيت mg/l
۲۱/۹ (روش ۶-۱-۱)	۳/۸	۳۰/۰-۱۳/۸	۲۸/۸-۱۵/۰
۲۰/۷ (روش ۶-۱-۲)	۲/۸	۲۶/۴-۱۵/۰	۲۵/۵-۱۵/۹

ISLAMIC REPUBLIC OF IRAN

Institute of Standards and Industrial Research of Iran

ISIRI NUMBER

۷۳۸۰

Water quality - Measurement of oil and grease in water and waste water by gravimetric determination

1st. Revision