



جمهوری اسلامی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

مشاره استاندارد ایران

۷۳۸۱



کیفیت آب - اندازه گیری روغن و گریس
و هیدروکربنهای نفتی موجود در آب و فاضلاب
به روش بیناب سنجی مادون قرمز - روش آزمون

چاپ اول

آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب قانون، تنها مرجع رسمی کشور است که عهده دار وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) میباشد.

تدوین استاندارد در رشته های مختلف توسط کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط با موضوع صورت میگیرد. سعی بر این است که



استانداردهای ملی، در جهت مطلوبیت ها و مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فنی و فن آوری حاصل از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع شامل: تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، بازرگانان، مراکز علمی و تخصصی و نهادها و سازمانهای دولتی باشد. پیش نویس استانداردهای ملی جهت نظرخواهی برای مراجع ذینفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال میشود و پس از دریافت نظرات و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که توسط مؤسسات و سازمانهای علاقمند و ذیصلاح و با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می شود نیز پس از طرح و بررسی در کمیته ملی مربوط و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی چاپ و منتشر می گردد. بدین ترتیب استانداردهایی ملی تلقی می شود که بر اساس مفاد مندرج در استاندارد ملی شماره ((۵)) تدوین و در کمیته ملی مربوط که توسط مؤسسه تشکیل میگردد به تصویب رسیده باشد.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد میباشد که در تدوین استانداردهای ملی ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندیهای خاص کشور، از آخرین پیشرفتهای علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی استفاده می نماید.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون به منظور 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 استانداردها را با تصویب شورای عالی استاندارد اجباری نماید. مؤسسه می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آنرا اجباری نماید.

همچنین بمنظور اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمانها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و گواهی کنندگان سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاهها و کالیبره کنندگان



وسایل سنجش، مؤسسه استاندارد اینگونه سازمانها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران مورد ارزیابی قرار داده و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آنها اعطا نموده و بر عملکرد آنها نظارت می نماید. ترویج سیستم بین المللی یکاها ، کالیبراسیون وسایل سنجش تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی از دیگر وظایف این مؤسسه می باشد.

کمیسیون استاندارد کیفیت آب- اندازه گیری روغن و گریس و هیدرو کربنهای نفتی موجود در آب و فاضلاب به روش بیناب

سنجی مادون قرمز- روش آزمون

رئیس	سمت یا نمایندگی
فرهادی، خلیل (دکتری شیمی تجزیه)	دانشگاه ارومیه
اعضاء	
احمدزاده، مجمن (لیسانس شیمی)	سازمان آب منطقه ای آذربایجان غربی
جباری، حجت (فوق لیسانس محیط زیست)	اداره کل محیط زیست آذربایجان غربی
جلیلی فرد، مجید (لیسانس مهندسی صنایع)	سازمان آب منطقه ای آذربایجان غربی
رضایی، حمید (لیسانس شیمی)	آزمایشگاه آب و خاک شهرستان ارومیه
مویدزاده، ندا (لیسانس پرستاری)	بیمارستان امام رضا (ع) شهرستان ارومیه
نمازی، علی (فوق لیسانس شیمی)	اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی



	دبیر
اداره کل استاندارد آذربایجان غربی	قندیلی، علی (فوق لیسانس شیمی)

فهرست مندرجات صفحه

پیشگفتار

ب

مقدمه

پ

هدف

ا

کاربرد

دامنه

ا

الزامی

مراجع

ا

تعاریف

و

اصطلاحات

۲

اساس روش آزمون

۲



مزااحم

عوامل

۲

وسایل لازم

۳

مواد لازم

۳

نمونه برداری

۵

رسم منحنی استاندارد

۵

روش آزمون

۹

محاسبات

۱۲

انحراف

و

دقت

۱۳

۱۳

۱۴ گزارش آزمون

پیشگفتار

استاندارد « کیفیت آب- اندازه گیری روغن و گریس و هیدروکربنهای نفتی موجود در آب و فاضلاب به روش بیناب سنجی مادون قرمز- روش آزمون » که توسط کمیسیون های مربوط تهیه و تدوین شده در سیصد و یازدهمین جلسه کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ ۸۳/۴/۲۰ مورد تأیید

قرار گرفته است . اینک به استناد بند يك ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ بعنوان استاندارد ملی ایران منتشر می شود .

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 هرگونه پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استاندارد ارائه شود ، در هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد نظر مورد توجه قرار خواهد گرفت . بنابراین برای مراجعه به استانداردهای ایران باید همواره از آخرین تجدید نظر آنها استفاده کرد .

در تهیه و تدوین این استاندارد سعی شده است که ضمن توجه به شرایط موجود و نیازهای جامعه، در حد امکان بین این استاندارد و استانداردهای ملی کشورهای صنعتی و پیشرفته هماهنگی ایجاد شود .

منابع و ماخذی که برای تهیه این استاندارد بکار رفته بشرح زیر است :

1- ASTM D 3921: 1996 Standard Test Method for Oil and Grease and Petroleum

Hydrocarbons in Water

مقدمه

اندازه گیری میزان روغن و گریس موجود در آب و فاضلاب خانگی و صنعتی به دلیل اثر مخرب آن در حیات موجودات



آبزی ضرورت دارد. این استاندارد برای اندازه گیری روغن و گریس موجود در آب و فاضلاب روش تجزیه ای ارائه می کند.

کیفیت آب - اندازه گیری روغن و گریس و هیدروکربنهای نفتی موجود در آب و فاضلاب به روش بیناب سنجی مادون قرمز- روش آزمون

۱ هدف

هدف از تدوین این استاندارد تعیین روش اندازه گیری روغن و گریس و هیدروکربنهای نفتی قابل استخراج با حلال فلئوئوروکربن در نمونه آب یا فاضلاب به روش جذب مادون قرمزا است .

۲ دامنه کاربرد

این استاندارد در موردنمونه های آب یا فاضلابی که دارای ۰/۵ تا ۱۰۰ میلی گرم در لیتر روغن و گریس و هیدروکربنهای نفتی قابل استخراج با حلال فلئوئوروکربن می باشند، به کار می رود^۱ .

۳ مراجع الزامی

مدارك الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد به آن ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات، جزئی از این استاندارد محسوب می شود. در مورد مراجع دارای تاریخ چاپ و/ یا تجدید نظر، اصلاحیه ها و تجدیدنظرهای بعدی این مدارك مورد نظر نیست. معهدا

۱ - برای اندازه گیری روغن و گریس در آب و فاضلاب در محدوده ۴ الی ۲۰۰ میلی گرم در لیتر به استاندارد ملی شماره مراجعه نمایید.



بهتر است کاربران ذینفع این استاندارد، امکان کاربرد آخرین اصلاحیه ها و تجدیدنظرهای مدارک الزامی زیر را مورد بررسی قرار دهند. در مورد مراجع بدون تاریخ چاپ و / یا تجدیدنظر، آخرین چاپ و / یا تجدیدنظر آن مدارک الزامی ارجاع داده شده مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

استاندارد ملی ۲۴۴۷ - سال ۱۳۶۳ نمونه برداری آب

۴ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات/ و یا واژه ها با تعاریف زیر به کار می رود .

۴ - ۱ روغن و گریس

ماده آلی که با روش آزمون مشروحه در این استاندارد از آب یا فاضلاب استخراج شده و مورد اندازه گیری قرار می گیرد، روغن و گریس نامیده می شود .

۴ - ۲ هیدروکربنهای نفتی

روغن و گریسی که پس از مجاورت با سیلیکاژل در محلول باقی می ماند و با روش آزمون مشروحه در این استاندارد اندازه گیری می شود ، هیدروکربنهای نفتی نامیده می شود .

۵ اساس روش آزمون

پس از اسیدی کردن نمونه آب یا فاضلاب ماده آلی موجود در آب سه بار به طور متوالی با ۳۰ میلی لیتر از حلال ۲،۱،۱-تری کلرو-۲،۲،۱-تری فلئورواتان استخراج می شود. ماده استخراج شده را به حجم ۱۰۰ میلی لیتر رسانده و بخشی از آن را برای اندازه گیری مقدار روغن و گریس نمونه اصلی با استفاده از بیناب سنج مادون قرمز مورد بررسی قرار می دهند. بخش عمده باقی مانده استخراج شده را با سیلیکاژل مخلوط می کنند تا مواد قطبی آن خارج گردد و بدین طریق محلولی از هیدروکربنهای نفتی تهیه می شود. این ماده استخراج شده سپس به طور مشابهی با بیناب سنج مادون قرمز بررسی می شود.

۶ عوامل مزاحم

۶ - ۱ چون اجزاء روغن و گریس و هیدروکربنهای نفتی به عنوان نتایج این روش آزمون تعریف می شوند، عوامل مزاحم طبق تعریف از بین می روند. با این همه، به دلیل تنوع موادی که با این روش اندازه گیری می شوند باید تفسیر نتایج آزمون بر اساس ساختار شیمیایی، میزان آلودگی یا قابلیت جداسازی روغن و گریس و هیدروکربنهای نفتی از یکدیگر با احتیاط صورت بگیرد.

۶ - ۲ حلالها و ترکیبات آلی که بر اساس ساختار شیمیایی آنها به عنوان روغن و گریس در نظر گرفته نمی شوند، ممکن است طبق این روش آزمون استخراج و مورد



اندازه گیری قرار گیرند. برخی از این قبیل ترکیبات توسط سیلیکاژل جذب می شوند. آن دسته از ترکیبات که جذب سیلیکاژل نمی شوند به عنوان هیدروکربنهای نفتی اندازه گیری می شوند.

۷ وسایل لازم

۷ - ۱ بیناب سنج مادون قرمز، دو پرتوی یا تک پرتوی پاشنده

۷ - ۲ سل های کوارتزی ۱۰ میلی متری

۷ - ۳ کاغذ صافی بدون خاکستر، مخصوص کارهای کمی به قطر ۱۱ سانتیمتر

۷ - ۴ بطری شیشه ای یک لیتری دارای در پیچی با

روکش تترا فلئورواتیلن (TFE)

۷ - ۵ استوانه مدرج یک لیتری

۷ - ۶ همزن مغناطیسی و میله مغناطیسی با روکش تترا فلئورواتیلن

۷ - ۷ قیف جداکننده دو لیتری دارای شیر TFE-

فلئوروکربن، در طی آزمون برای هر نمونه یک قیف جداکننده مورد نیاز است.

۸ مواد لازم

در تمامی آزمونها خلوص مواد شیمیایی مورد استفاده باید به اندازه ای باشد که به دقت آزمون صدمه نزند.



۸ - ۱ آب مقطر

حداکثر هدایت الکتریکی آب مورد استفاده در ۲۵ درجه سلسیوس نباید بیش از $1 \mu\text{s/cm}$ باشد. این نوع آب باید با استفاده از دستگاه تقطیر تهیه شود. در صورتی که خلوص مورد نظر با استفاده از تقطیر بدست نیاید می توان پیش از تقطیر از رزینهای تبادل یونی یا اسمز معکوس و جذب کننده های ترکیبات آلی استفاده کرد.

۸ - ۲ روغن و گریس برای تهیه محلولهای

استاندارد

ترکیبات مشابه روغن و گریس که طبق این استاندارد مورد اندازه گیری قرار می گیرند، برای تهیه محلولهای استاندارد استفاده می شوند.

۸ - ۳ ستان (هگزا دکان نرمال) با خلوص ۹۹ %

۸ - ۴ ایزواکتان (۲،۲،۴-تری متیل پنتان) با خلوص ۹۹ %

٪

۸ - ۵ سیلیکاژل با مش ۱۰۰ الی ۲۰۰ که قبلاً با ۲٪ آب غیر

فعال شده است.

۸ - ۶ سدیم بی سولفات (NaHSO_4)

۸ - ۷ سدیم سولفات (Na_2SO_4) بدون آب و به صورت دانه

ای

۸ - ۸ حلال - ۱،۱،۲ - تری کلرو - ۱،۲،۲ - تری فلوئورو

اتان



یادآوری - این حلال، پلاستی سایزر روکش ظرف خود را استخراج می کند. برای بررسی چنین آلودگی، ۱۰۰ میلی لیتر حلال را در حمام بخار تبخیر کنید و باقیمانده آن را توزین نمایید. اگر مقدار باقیمانده بیش از یک دهم میلی گرم باشد حلال را از نو بررسی کنید. حلال خالص شده را در بطریهای شیشه ای تمیز دارای درهای روکش شده با TFE -فلوئوروکربن ذخیره کنید.

۸ - ۹ سولفوریک اسید (۱+۱)

۹ نمونه برداری

۹ - ۱ با استفاده از بطری شیشه ای دارای در پیچی با روکش TFE - فلوئوروکربن نمونه را مطابق اصولی که در استاندارد ملی ۲۳۴۷ توضیح داده شده است، جمع آوری کنید.

۹ - ۲ نمونه مورد نیاز این آزمون حدود ۷۵۰ میلی لیتر است. کل نمونه را بکار ببرید زیرا هیچ قسمتی از آن در آزمونی دیگر مورد استفاده قرار نمی گیرد.

۹ - ۳ با استفاده از مقدار مناسبی از سولفوریک اسید (۸-۹) یا سدیم بی سولفات (۶-۸) pH نمونه را به ۲ یا پایین تر از آن برسانید (۱-۱-۱۱). مقدار سولفوریک اسید یا سدیم بی سولفات اضافه شده، به pH نمونه در زمان جمع آوری شدن آن بستگی دارد.

۱۰ رسم منحنی استاندارد

یادآوری - دو نوع ماده را برای رسم منحنی استاندارد می توان بکار برد: الف- روغن و گریس یکسانی که می دانیم در نمونه آب



یا فاضلاب موجود است. ب- مخلوط ایزواکتان و ستان . مخلوط اخیر
موقعی مورد استفاده قرار می گیرد که ماده یکسانی از روغن و
گریس در دسترس نباشد.

۱۰ - ۱ اگر مخلوط ایزواکتان و ستان برای تهیه
منحنی استاندارد مورد استفاده قرار می گیرد، ۱۵ میلی
لیتر ایزواکتان و ۱۵ میلی لیتر ستان را با پیپت به درون
بطری دردار شیشه ای منتقل کنید. محتویات ظرف را خوب هم
بزنید و در آن را کاملاً ببندید.

۱۰ - ۲ محلول استاندارد A

۲۰ میلی لیتر حلال را به درون بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری
منتقل کنید، درپوش آن را بگذارید و وزن کنید. سریعاً یک
میلی لیتر روغن و گریس استاندارد یا مخلوط استاندارد
ایزواکتان و ستان را به بالن حجمی اضافه کنید. وزن دقیق
را از تفاضل وزن ها بدست آورید. محتویات بالن حجمی را
با حلال به حجم برسانید و با تکان دادن محتوی بالن را
خوب مخلوط کنید. غلظت دقیق ماده استاندارد را بر حسب
میلی گرم در ۱۰۰ میلی لیتر محاسبه کنید. چنانچه از روغن
و گریس استاندارد استفاده شود، بقیه عملیات را طبق بند
۱۰-۳-۱ ادامه دهید، و در صورتیکه از مخلوط استاندارد
استفاده شود، غلظت محاسبه شده در حدود (۷۳۰ mg/۱۰۰ ml)
را در ۱/۴ ضرب کنید^۱. این غلظت جدید در حدود (mg/۱۰۰ml)

۱- پیش از سال ۱۹۵۱ مخلوط ایزواکتان، ستان و بنزن به عنوان محلول استاندارد برای رسم منحنی استاندارد به کار برده می شد. به دلیل
اثرات سمی، بنزن که جذبی هم در 2930 cm^{-1} نداشت و به عنوان رقیق کننده به کار می رفت، کنار گذاشته شد. برای اینکه ارتباط
میان داده های تجزیه ای قبلی و کنونی حفظ شود از ضریب ۱/۴ استفاده می شود.



۱۰۲۲) در مورد مخلوط A باید در مابقی این روش آزمون مورد استفاده قرار گیرد.

۱۰ - ۳ محلول استاندارد B

۴ میلی لیتر از محلول استاندارد A را در یک بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری با حلال رقیق کنید. (تقریباً ۴۱ mg/ml)

۱۰ - ۴ محلول استاندارد C

۳ میلی لیتر از محلول استاندارد A را در یک بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری با حلال رقیق کنید. (تقریباً ۳۱ mg/ml)

۱۰ - ۵ محلول استاندارد D

۵۰ میلی لیتر از محلول استاندارد B را در یک بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری با حلال رقیق کنید. (تقریباً ۲۰ mg/ml)

۱۰ - ۶ محلول استاندارد E

۳۰ میلی لیتر از محلول استاندارد C را در یک بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری با حلال رقیق کنید. (تقریباً ۹ mg/ml)

۱۰ - ۷ محلول استاندارد F

۱۰ میلی لیتر از محلول استاندارد E را در یک بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری با حلال رقیق کنید. (تقریباً ۱۰۰ ml $mg/100$ /۹).

۸ - ۱۰ سل مرجع و نمونه (دستگاه دو پرتوی) را با حلال پر کنید. از ۳۲۰۰ تا 2700cm^{-1} روبش کنید. باید یک خط راست تقریباً افقی بدست بیاید. در غیر این صورت سلها را خالی و از نظر تمیزی و یکسانی بررسی کنید. در این هنگام داده های طیفی حلال را برای دستگاه های بیناب سنج تک پرتوی بدست آورید. پس از این سل نمونه را خالی و تمیز کنید.

۹ - ۱۰ سل نمونه را با محلول استاندارد B پر کنید. به مانند آنچه در بند ۸-۱۰ شرح داده شد روبش کنید. سپس سل نمونه را خالی و تمیز کنید.

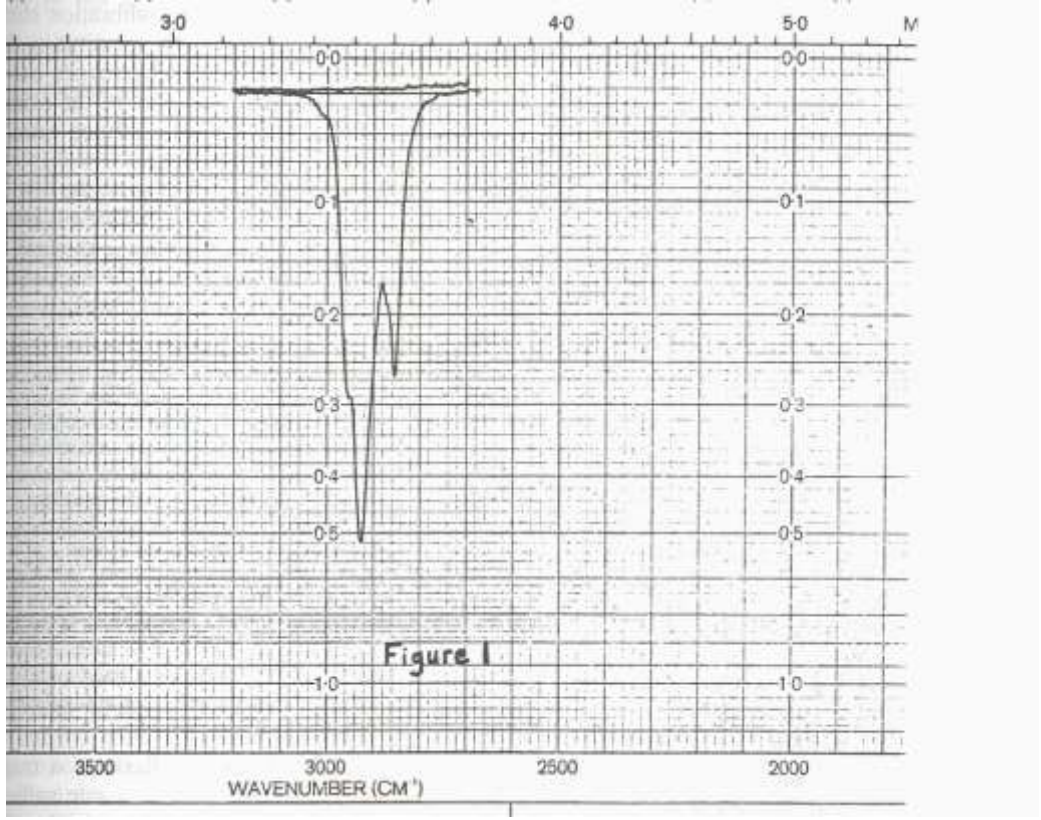
۱۰ - ۱۰ سل نمونه را با محلول استاندارد C پر کنید. به مانند آنچه در بند ۸-۱۰ شرح داده شد روبش کنید. سپس سل نمونه را خالی و تمیز کنید

۱۱ - ۱۰ سل نمونه را با محلول استاندارد D پر کنید. به مانند آنچه در بند ۸-۱۰ شرح داده شد روبش کنید. سپس سل نمونه را خالی و تمیز کنید

۱۲ - ۱۰ سل نمونه را با محلول استاندارد E پر کنید. به مانند آنچه در بند ۸-۱۰ شرح داده شد روبش کنید. سپس سل نمونه را خالی و تمیز کنید

۱۰ - ۱۳ سل نمونه را با محلول استاندارد F پر کنید. به مانند آنچه در بند ۸-۱۰ شرح داده شد روبش کنید. سپس سل نمونه را خالی و تمیز کنید

۱۰ - ۱۴ برای هر طیف دو پرتوی حاصل از بندهای ۹-۱۰ تا ۱۰-۱۳ خط پایه ای مشابه شکل ۱ رسم کنید. جذب خالص مربوط به پیکی که در نزدیک 2930 cm^{-1} صورت می گیرد، بدست آورید. توصیه می شود مقادیر خالص را در دستگاه های بیناب سنج تک پرتوی غیر پاشنده نور مادون قرمز بدست آورید.



شکل ۱ - مقادیر جذب



۱۰ - ۱۵ بر روی کاغذ رسم میلی متری مقادیر جذب جدید را همچنانکه در بند ۱۰-۱۴ توضیح داده شده است نسبت به غلظت محلولهای استاندارد مورد بررسی بر حسب میلی گرم در ۱۰۰ میلی لیتر محلول رسم کنید. نقاط حاصل باید در امتداد خطی مستقیم قرار گیرند. مناسب ترین خط را از میان نقاط رسم کنید.

۱۱ روش آزمون

۱ - ۱۱ استخراج

۱۱ - ۱ - ۱ نمونه را با تکان دادن بطری نمونه اصلی مخلوط

کنید. بوسیله تماس دادن کاغذ pH به درپوش بطری، pH مایع را بررسی کنید. در صورت لزوم، مقدار کافی سولفوریک اسید یا سدیم بی سولفات به آن اضافه کنید تا pH آن به دو یا پایین تر از آن برسد.

۱۱ - ۱ - ۲ مقدار ۳۰ میلی لیتر حلال به نمونه در بطری

اصلی اضافه کنید. بلافاصله در بطری را ببندید و آن را به مدت دو دقیقه شدیداً تکان دهید. بگذارید بطری مدتی در حال سکون بماند تا محتویات آن ته نشین شوند و حبابها از بین بروند. بدقت درپوش بطری را با احتیاط بردارید تا فشار حاصل کاهش یابد و بلافاصله محتویات بطری را به یک قیف جداکننده تمیز منتقل کنید. قیف انتقال را با ۱ الی ۲ میلی لیتر حلال تمیز بشویید و قیف جداکننده را با درپوش ببندید. بگذارید محتویات قیف جداکننده ته نشین



شود. لایه زیرین را با عبور از کاغذ صافی که بر روی آن یک گرم سدیم سولفات مرطوب شده با حلال قرار دارد، به داخل بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری تمیز منتقل کنید.

یادآوری ۱- سدیم سولفات مرطوب شده با حلال هر گونه آلودگی احتمالی نمونه با هر ماده آلی را حذف می کند.

یادآوری ۲ - استفاده از سدیم سولفات برای حفظ سطح فعالیت سیلیکازلی که در مراحل بعدی مورد استفاده قرار می گیرد، کاملاً ضروری است.

۱۱ - ۱ - ۳ ۳۰ میلی لیتر دیگر از حلال را به بطری نمونه اصلی اضافه کنید، در آن را ببندید و برای اینکه میان حلال و کل سطوح داخلی ظرف تماس خوبی ایجاد شود، ظرف را تکان دهید. حاصل این شستشوی جدید را به کیف جداکننده منتقل کنید، درپوش آن را بگذارید و به مدت دو دقیقه شدیداً آن را تکان دهید. پس از ته نشین شدن محتویات ظرف درپوش کیف جداکننده را با احتیاط بردارید تا اگر فشاری ایجاد شده باشد از بین برود. لایه زیرین را با استفاده از مجموعه صافی بند ۱۱-۱-۲ به داخل بالن حجم سنجی ۱۰۰ میلی لیتری منتقل کنید.

یادآوری - اگر سدیم سولفات در اثر مجاورت با محلول استخراجی به صورت توده^۱ درآید. آن را با ۱ الی ۲ میلی لیتر حلال شسته و به بالن حجمی ۱۰۰ میلی لیتری اضافه کنید. سدیم سولفات را با قاشقکی تمیز برداشته و در حدود یک گرم سدیم سولفات



تازه به صافی اضافه کنید. نمک تازه را با حلال شسته و حلال شستشو را دور بریزید.

۱۱ - ۱ - ۴ بند ۱۱-۱-۳ را برای بار سوم با ۳۰ میلی لیتر حلال تکرار کنید. قبل از اینکه جزء استخراج شده را از آن خارج کنید تا آنجایی که ممکن است امولسیون داخل قیف جداکننده را از بین ببرید. از ورود امولسیون به داخل بالن حجم سنجی ۱۰۰ میلی لیتری جلوگیری کنید.

یادآوری - بعضی از انواع نمونه ها، مانند آنهایی که دارای مقدار زیادی پاک کننده هستند، امولسیون سفتی^۲ در طی فرآیند استخراج تشکیل می دهند. در صورتی که چنین امولسیونی به هیچ طریقه ای شکسته نشود، روش آزمون در مورد این گونه نمونه ها قابل اجرا نخواهد بود. در صورت وقوع چنین موارد سعی نکنید روش آزمون را ادامه دهید زیرا نتایج دقیق و کمی بدست نخواهد آمد.

۱۱ - ۱ - ۵ مجموعه صافی را با حلال تازه بشویید و سطح مایع بالن حجمی را به خط نشانه برسانید. برای اینکه محتویات استخراج شده کاملاً مخلوط شود بالن را تکان دهید و بدقت فشار ایجاد شده را از بین ببرید.

۱۱ - ۱ - ۶ محتویات بافیمانده قیف جداکننده را به داخل یک استوانه مدرج ۱۰۰۰ میلی لیتری منتقل کنید و حجم آن را برای محاسبات بعدی در بندهای ۱۲-۳ و ۱۲-۴ یادداشت کنید.

² - Thick emulsion resembling mayonnaise

۱۱ - ۲ اولین اندازه گیری جذب مادون قرمز

طبق روشی که در مورد محلولهای استاندارد به کار رفت (بند ۱۰-۸ ، ۱۰-۹ و ۱۰-۱۴) جذب مادون قرمز جزء استخراج شده را اندازه گیری کنید. اگر جذب کل بیش از ۰/۸ (۱۶% عبور) باشد، جزء استخراج شده را با حلال به میزان ده برابر رقیق کنید و محلول حاصل را روبش کنید. میزان رقت را برای استفاده در محاسبه (بند ۱۲-۳) یادداشت کنید.

۱۱ - ۳ جداسازی با سیلیکاژل

۱۱ - ۳ - ۱ برای اینکه سطح مایع داخل بالن حجم سنجی ۱۰۰ میلی لیتری را حدود ۲۰ میلی متر پایین تر از پایه گردن بالن بیاورید، به مقدار کافی جزء استخراج شده را از بالن خارج کنید. حدود سه گرم سیلیکاژل به مایع اضافه کنید و سپس یک میله همزن مغناطیسی در آن وارد کنید. یادآوری - سیلیکاژل ممکن است در هر درجه فعالیتی وجود داشته باشد. در این روش آزمون سیلیکاژلی که ۲% غیر فعال شده مورد نیاز است. برای تهیه سیلیکاژل تازه ابتدا مقداری از آن را در ظرفی تمیز و وزن شده که دارای در پیچی روکش دار آلومینیومی یا از جنس فلئوروکربن است توزین نمایید. به این سیلیکاژل حلال اضافه کنید تا محلولی آبی تهیه شود و سپس خوب آن را مخلوط کنید. پس از ته نشین شدن سیلیکاژل تا آنجایی که ممکن است مایع را جدا کنید. ظرف را در آونی تمیز در دمای ۱۰۰ درجه سلسیوس یا کمتر از آن قرار دهید تا باقیمانده حلال خارج



شود. پس از آن دما را تا ۱۵۰ درجه سلسیوس بالا ببرید و سیلیکاژل را حداقل به مدت ۲ ساعت حرارت دهید. ظرف را از داخل آون خارج کنید و فوراً در آن را ببندید و در محیطی خشک به مدت چند ساعت بگذارید تا به آرامی سرد شود. سپس معادل ۲٪ وزن سیلیکاژل آب اضافه کنید و دوباره بلافاصله در آن را ببندید. ظرف را تکان دهید تا سطح میان آب و سیلیکاژل افزایش یابد. بگذارید ظرف چند ساعتی بماند تا به تعادل برسد. سیلیکاژل را بیش از حد لزوم در معرض هوا قرار ندهید.

۱۱ - ۳ - ۲ ظرف را بر روی همزن مغناطیسی قرار دهید و جزء استخراج شده را به مدت ده دقیقه با سرعتی مناسب هم بزنید بطوریکه جریان همرفتی پیوسته ای از سیلیکاژل ایجاد شود.

۱۱ - ۳ - ۳ بگذارید سیلیکاژل کاملاً ته نشین شود. یادآوری - حائز اهمیت است که هیچ سیلیکاژلی وارد سل نشود. این موضوع موقعی که از دستگاه تجزیه مادون قرمز غیر پاشنده استفاده می شود مهم است.

۱۱ - ۴ جذب ماده استخراج شده بند ۱۱-۳-۳ را به طریق مشابه بند ۱۰-۲ اندازه گیری کنید. در صورت رقیق سازی جزء استخراج شده، میزان رقت را برای استفاده در محاسبه (بند ۱۲-۳) یادداشت کنید.

۱۲

محاسبات

۱-۱۲ با استفاده از منحنی استاندارد یا معادله خط مستقیم (۱۰-۱۵) با وارد کردن جذبی که در بند ۱۱-۲ بدست آمده است، مقدار روغن و گریس را تعیین کنید.

۱۲ - ۲ با استفاده از منحنی استاندارد یا معادله خط مستقیم (۱۰-۱۵) با وارد کردن جذبی که در بند ۱۱-۴ بدست آمده است مقدار هیدروکربنهای نفتی را تعیین کنید.

۱۲ - ۳ غلظت روغن و گریس نمونه اصلی آب یا فاضلاب را با دقت یک دهم میلی گرم در لیتر به صورت ذیل محاسبه کنید:

$$\text{غلظت روغن و گریس (mg/liter)} = (R \times D) / V$$

که در آن :

R = مقدار روغن و گریس بر حسب mg در ۱۰۰ میلی لیتر جزء استخراج شده تصفیه نشده است بصورتی که در بند ۱۲-۱ بدست می آید.

D = میزان رقت که در بند ۱۱-۲ به کار می رود و برابر است با

(حجم استخراج شده اولیه) / (حجم استخراج شده رقیق)

V = حجم آب استخراج شده بر حسب لیتر که در بند ۱۱-۱-۶ بدست می آید.



۱۲ - ۴

غلظت هیدروکربنهای نفتی نمونه اصلی آب یا

فاضلاب را با دقت یک دهم میلی گرم در لیتر به صورت ذیل محاسبه کنید :

$$\text{غلظت هیدروکربنهای نفتی (mg/liter)} = (R \times D) / V$$

که در آن

R = مقدار روغن و گریس بر حسب mg در جزء استخراج شده تصفیه نشده است و در بند ۱۲-۲ بدست می آید.

D = میزان رقت که در بند ۱۱-۴ به کار می رود و برابر است با

(حجم استخراج شده اولیه) / (حجم استخراج شده رقیق)

V = حجم آب استخراج شده بر حسب لیتر که در بند ۱۱-۱-۶ بدست می آید.

دقت و انحراف

۱۳

دقت حاصل از نتایج تجزیه ای مربوط به این روش آزمون به عوامل گوناگونی از قبیل دقت نمونه برداری، انتقال نمونه ها، مرحله استخراج، تجربه و مهارت آزمایشگر، غلظت ماده مورد آزمون و بافت نمونه بستگی دارد.

گزارش آزمون ۱۴

گزارش آزمون باید شامل اطلاعات زیر باشد:

- شماره استاندارد ملی ایران که بر اساس آن آزمون انجام می شود.
- تاریخ انجام آزمون
- کلیه جزئیات ضروری برای شناسایی کامل نمونه مورد آزمون



- جزییات مربوط به نگهداری نمونه های آزمایشگاهی قبل از تجزیه، شامل مدت زمان بین نمونه برداری و تجزیه
- اقدامات اولیه بر روی نمونه (زمان ته نشینی، فیلتراسیون)
- غلظت روغن و گریس و یا هیدروکربنهای نفتی نمونه بر حسب میلی گرم در لیتر
- جزییات هر انحرافی از روش توصیف شده در این استاندارد یا هر شرایطی که در نتایج ممکن است موثر باشد.



ISLAMIC REPUBLIC OF IRAN

Institute of Standards and Industrial Research of Iran

ISIRI NUMBER

7381



**Water quality - Measurement of
oil and grease and petroleum
hydrocarbons in water and waste water
by IR spectroscopy**

1st. Revision