

## روش نمونه برداری از پساب صنعتی

### دکتر سعید ناظمی

#### 1 - هدف و دامنه کاربرد

هدف از ارائه این استاندارد تعیین روشی جهت نمونه گیری از پساب های صنعتی است که در آن اصول مشخصی برای یکنواخت کردن روشهای مختلف نمونه گیری تدوین شده و این روش در مقیاس عمومی قابل اجراء بوده و در موارد خاص نیز احتمالاً کاربرد خواهد داشت .

#### 2 - اصطلاحات و تعاریف

1-2 نمونه گیری: واژه نمونه گیری که در این استاندارد بکار می رود عبارتست از برداشتن قسمتی از پساب که نمایانگر کل پس آب مورد نظر باشد .

2-2 فاضلاب خام : عبارتست از آبی که پس از ورود به واحد صنعتی و گردش در مراحل مورد نظر به مواد موجود آلوده می گردد .

2-3 پس آب صنعتی: فاضلابی است که عمل پالایش جهت کاهش آلودگی در مورد آن انجام گرفته است.

#### 3 - نکات مهم در نمونه برداری<sup>3</sup>

1-3 هدف اصلی نمونه گیری بدست آوردن قسمت کوچکی از پس آب صنعتی است که نمایانگر خصوصیات واقعی پس آب باشد و مهمترین عوامل اساسی برای رسیدن باین مقصود عبارتند از :

" نقطه نمونه گیری " , " زمان و تناوب نمونه گیری " , " حفظ ترکیبات نمونه تا زمان اجرای آزمایش " .

2-3 در هر روش نمونه برداری قواعد عمومی زیر باید بکار رود :

1-2-3 نمونه ها باید نشان دهنده وضعیت موجود در نقطه ای باشد که از آن محل برداشت انجام گرفته است .

2-2-3 نمونه ها باید دارای حجم مناسب به نحوی باشد که امکان تجدیدپذیری آزمون به تعداد مورد نظر در روش آزمون مربوطه فراهم گردد .

3-2-3 نمونه ها باید طبق روشی جمع آوری , بسته بندی و حمل و نقل گردد که مراقبتهای لازم جهت تأمین عدم تغییر در ترکیبات و خصوصیات ویژه آن تا مرحله تجزیه در آزمایشگاه درباره آن اعمال شده باشد .

#### 4 - نقطه نمونه گیری

نمونه گیری از پس آب یک واحد صنعتی تنها در یک نقطه مخصوص باید انجام پذیرد و آن نقطه ای است که پس آب از محوطه کارخانه خارج و به بیرون تخلیه می گردد .

#### 5 - تناوب نمونه گیری

1-5 در صورت نیاز به شناخت تغییر در ترکیبات پس آب صنعتی در حین دوره مشخص مثلاً زمانی که تخلیه پس آب به حداکثر مقدار خود می رسد , نمونه گیری باید در تناوبهای متناسب و کوتاه مانند هر پنج , ده , پانزده و یا 30 دقیقه انجام پذیرفته و سپس مورد آزمون قرار گیرد .

2-5 برای مطالعه میانگین وضعیت ها , نمونه مرکب<sup>4</sup> برای یک دوره کار روزانه واحد صنعتی و یا یک دوره معمول 24 ساعته و یا یک دوره تولید باید جمع آوری گردد .

چنین نمونه مرکبی باید با تناوب مشخص از کانال عمومی تخلیه پس آب واحد صنعتی جمع آوری و مخلوط شده و حجم نمونه‌های انفرادی باید متناسب با حجم پس آب جاری در لحظه نمونه‌گیری انتخاب گردد .

3-5- تناوب نمونه‌گیریستگی به تکرار تغییرات در ماهیت پس آب و حجم جریان آن دارد و در چنین مواردی باید دقت کافی به نحوی مبذول گردد که نمونه برداشته شده معرف مقدار حقیقی مواد جامد معلق نیز باشد .

4-5- در هر صورت در بیشتر موارد ، نمونه‌گیری با تناوب یک ساعته توصیه می‌گردد .

6 - وسیله نمونه‌گیری

1-6- سطل با آستر داخلی لعابی و یا چینی که پوشش آن سالم و بدون شکستگی باشد و یا هر ظرف شیشه‌ای دیگر برای نمونه‌گیری مناسب می‌باشد .

2-6- ظرف نمونه‌گیری باید دارای دهانه گشاد بوده و حجم آن به اندازه‌ای باشد که محتوی آن را براحتی بتوان بداخل ظرف نمونه منتقل کرد بدون اینکه سرریز شده و یا قسمتی از آن خالی بماند .

3-6- در صورت موجود بودن ، از وسایل خودکار نمونه‌گیر نیز می‌توان استفاده کرد .

7 - ظروف نگهداری نمونه

1-7- بطری‌های درب‌دار شیشه‌ای با دهانه گشاد به حجم دو تا سه لیتر جهت نگهداری نمونه مناسب است .

2-7- بطری‌های نگهداری نمونه باید ابتدا با اسید شستشو و سپس با آب مقطر آبکش گردد .

3-7- در صورت حمل نمونه به مسافتات دور باید کلیه مراقبتهای لازم برای جلوگیری از شکستن بطریها در حین انتقال انجام پذیرد .

8 - روش کار

1-8- در نمونه‌گیری از پس آبی که دارای مواد جامد معلق است باید نهایت دقت بنحوی بعمل آید که نمونه برداشته شده معرف مقدار حقیقی این گونه مواد در زمان نمونه‌گیری باشد .

2-8- نمونه‌گیری نباید از کتاب پس آب و یا با خراشیدن رسوبات کف کانال انجام گیرد .

3-8- نمونه باید به آرامی و بدون ایجاد حبابهای هوا برداشته شود .

4-8- وسیله نمونه‌گیر را وارد جریان پس آب کرده و آن را در نقطه‌ای که به فاصله از کف کانال قرار دارد ، پر کنید .

5-8- نمونه‌های انفرادی را باید در ظرفی شیشه‌ای و یا لعابی تمیز و خشک که گنجایش آن متناسب با حجم نمونه مرکب است خالی کرد . مقدار نمونه مورد نیاز برای آزمون از این ظرف برداشته شده و در حین عمل لازم است نمونه مرکب کاملاً مخلوط شود تا مواد جامد آن بحالت معلق در آید .

6-8- بطری‌های نگهدارنده نمونه را قبلاً یا پس آب شستشو داده و سپس به کمک وسیله نمونه‌گیر بطوری پر کنید که در بالای آن حباب کوچکی جهت جلوگیری از شکستن بطری در اثر انبساط نمونه ( ناشی از تغییرات بعدی حرارت ) خالی بماند .

7-8- در صورت نیاز مقدار لازم از مواد محافظت‌کننده ترکیبات نمونه را بر روی آن ریخته و درب بطری را ببندید .

یادآوری: در صورتیکه باید از محافظت کننده های شیمیائی مشخص شده در روش آزمون استفاده گردد, لازم است مقدار تعیین شده محافظت کننده را فقط به آن قسمت از نمونه که برای آن آزمون در نظر گرفته شده است اضافه و بقیه نمونه دست نخورده باقی بماند.

8-8 هر بطری نمونه باید برچسب گذاری شده و اطلاعات زیر بر روی آن نوشته شود:

1-8-8 محل نمونه گیری

2-8-8 زمان نمونه گیری روز و ساعت

3-8-8 نام مواد شیمیائی محافظت کننده افزوده شده

4-8-8 درجه حرارت نمونه در حین برداشت

یادآوری: آزمونهای درجه حرارت, رنگ و بو, سولفیدهای نامحلول و کلر باقیمانده باید در صورت نیاز به آزمون در محل انجام گرفته و نتیجه آن بر روی برچسب قید گردد.

حفظ ترکیبات نمونه

1-9 روش یکسانی برای نگهداری آزمون جهت تمام آزمونها موجود نبوده و بستگی به نوع آزمون مورد نظر دارد ولی اغلب نمونهها را می توان برای حفظ ترکیبات موجود در داخل جعبه ای با جدار عایق بندی شده که محتوی یخ است در حرارت 3 تا 4 ساعت قبل نگهداری خواهد بود.

2-9 به نمونه برداشته شده جهت آزمون مجموع سولفیدها مقدار دو میلی لیتر محلول 22 درصد استات روی بازا هر لیتر نمونه اضافه کنید.

3-9 نمونه برداشته شده جهت آزمون فنل را به وسیله اسید اورتوفسفریک در مجاورت معرف متیل اورانژ به PH پائین تر از چهار رسانیده و بازا هر لیتر نمونه مقدار یک گرم سولفات مس افزوده و در حرارت 10-5 درجه سانتیگراد نگهداری نمایید.

این نمونه باید حداکثر طی 24 ساعت پس از زمان جمع آوری در معرض آزمون قرار گیرد.

4-9 نمونه برداشت شده جهت آزمون سیانید را به وسیله تیدراکسید سدیم به PH بالاتر از 11/0 رسانیده و در محل سرد نگهداری کنید.

5-9 جهت تثبیت فلزات سنگین در صورتیکه نمونه اسیدی قوی نباشد, مقدار 5 میلی لیتر اسید نیتریک غلیظ بازا هر لیتر اضافه کنید.

6-9 به نمونه های برداشته شده جهت آزمون روغن و چربی برای جلوگیری از فعالیت باکتریها مقدار 5 میلی لیتر اسید سولفوریک (یک به یک بازا هر لیتر اضافه نمائید).

اندازه گیری اکسیژن مورد نیاز واکنشهای شیمیایی (C . O . D)

اندازه گیری اکسیژن مورد نیاز واکنشهای شیمیایی: (C . O . D)

روش: A

آزمایش پرمنگنات یک طریقه برای تعیین مقدار اکسیژن مورد نیاز مواد آلی و معدنی موجود در آب یا فاضلاب می باشد که مخففاً C . O . D نامیده می شود.

مواد مورد نیاز:

1- اسید سولفوریک ۲۵٪

25 CC اسید سولفوریک غلیظ را به حجم 100 CC برسانید.

2- پرمنگنات ۰/۰۱ نرمال:

100 CC پرمنگنات پتاسیم تیترازول ۰/۱ نرمال را به حجم یک لیتر برسانید.

3- اسید اگزالیك ۰/۰۱ نرمال:

100 CC اسید اگزالیك تیترازول ۰/۱ نرمال را به حجم یک لیتر برسانید.

روش آزمایش:

100 CC-1 از آب مورد آزمایش برداشته چند دانه پرل (سنگ جوش) داخل آن بیاندازید.

2- سپس 5 CC اسید سولفوریک ۲۵٪ به آن افزوده و روی چراغ گرم کنید.

3- بعد از اینکه آب جوش آمد 15 CC پرمنگنات ۰/۰۱ نرمال بیافزایید و ۱۰ دقیقه حرارت دهید.

15 CC 4- اسید اگزالیك ۰/۰۱ نرمال بیافزایید تا محلول بیرنگ شود.

5- بوسیله پرمنگنات ۰/۰۱ نرمال تیترا کنید تا رنگ صورتی کم رنگ پایدار ظاهر شود.

حجم مصرفی پرمنگنات ۰/۰۱ نرمال \* ۰/۳۱۶ \* ۱۰ mg / C.O.D =

\* اگر میزان کلر آب زیاد باشد ابتدا 5/0 cc سود ۳۲٪ و سپس 15/0 cc پرمنگنات بیافزایید بعد از جوشیدن آب 15 cc اسید اگزالیک و 5 cc اسید سولفوریک اضافه کرده و با پرمنگنات تیترا کنید.

روش: B

مواد مورد نیاز:

1- دی کرومات پتاسیم استاندارد ۰/۲۵ نرمال:

دی کرومات پتاسیم را به مدت ۲ ساعت در حرارت ۱۰۳ درجه سانتیگراد خشک کرده سپس مقدار ۱۲/۲۵۹ گرم آنرا وزن نموده در آب مقطر حل کنید و حجم را به یک لیتر برسانید.

2- اسید سولفوریک مخصوص: C.O.D

15 گرم پودر سولفات نقره را در 300 cc اسید سولفوریک غلیظ حل کرده و حجم آن را با همین اسید به یک لیتر برسانید.

3- فروئین: (Ferrouin)

48/1 گرم پودر ۱ و ۱۰ فنانترویلین منو هیدراته و ۰/۷ گرم  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$  را در 100 cc آب مقطر حل کنید.

4- سولفات مضاعف آهن و آمونیوم ۰/۱ نرمال:

39 گرم  $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$  را در آب مقطر حل کرده و 20 cc اسید سولفوریک غلیظ به آن اضافه کنید بعد از خنک شدن با آب مقطر حجم آن را به یک لیتر برسانید.

تعیین فاکتور محلول فوق قبل از شروع آزمایش برای یکبار ضرورت دارد.

\* میتوان بجای تهیه محلول اسید سولفوریک مخصوص در مرحله دوم آزمایش ۰/۱۲۵ گرم سولفات نقره به محلول افزود و در مرحله پنجم به جای استفاده از اسید سولفوریک مخصوص از اسید سولفوریک استفاده شود.

## اندازه گیری جامدات در آب و فاضلاب

جامدات

مقدمه:

واژه های «جامدات»، «مواد معلق» و «مواد محلول» به عنوان معادل واژه های «باقیمانده»، «مواد صاف نشدنی»، و «مواد صاف شدنی» به کار می روند. جامدات، ذرات معلق یا مواد محلول موجود در آب با فاضلاب می توانند بر کیفیت آب تأثیر منفی بگذارند. آبهایی که میزان مواد محلول آنها بالاست عموماً طعم نامطلوبی داشته و استفاده از آن برای مصرف کننده ناخوشایند است. به همین دلیل مقدار ۵۰۰ میلیگرم در لیتر از جامدات محلول برای آبهای آشامیدنی مطلوب شناخته شده است. آبهایی که میزان املاح معدنی آنها بالاست در اکثر صنایع غیرقابل

استفاده اند. آبهایی با ذرات معلق زیاد نیز از نظر ظاهر و مصارفی نظیر شستشو و استحمام نامنا سبند. به منظور کنترل فرآیندهای تصفیه فیزیکی و بیولوژیکی فاضلاب و برای رعایت غلظت مجاز جامدات در پساب خروجی، اندازه گیری جامدات در فاضلاب ها اهمیت زیاد دارد.

۱- تعاریف :

جامدات کل اصطلاحاً به مواد باقیمانده پس از تبخیر حجم مشخصی از نمونه که در یک کوزه با دمای معین خشک شده باشد اطلاق می شود. جامدات کل شامل «جامدات محلول»، بخشی که از صافی با تخلخل ۲/۵ میکرون (یا کوچکتر) عبور می کند و «جامدات معلق»، جزئی که به وسیله صافی نگه داشته می شود، می باشد. نوع صافی میزان تخلخل آن، سطح مقطع و ضخامت صافی به علاوه ویژگی های فیزیکی ذرات و مقدار مواد ته نشین شده روی صافی از عوامل اصلی و مؤثر بر فرایند جداسازی مواد معلق و محلول توسط صافی می باشند.

«کل جامدات ثابت»، عبارتی است که اصطلاحاً برای بیان کل جامدات محلول و معلق باقیمانده پس از حرارت دادن نمونه تا خشک شدن کامل در کوره ای با دمای زیاد (۵۰۰ تا ۶۰۰ درجه سانتیگراد) به کار می رود. کاهش وزن در اثر سوزاندن نمونه در دمای بالا مربوط به «جامدات فرار» است.

هر چند در این دما نه تنها ترکیبات آلی بلکه برخی مواد معدنی نیز تجزیه می شوند. به همین جهت تمایز واقعی بین مواد آلی فرار از ترکیبات معدنی فرار امکان پذیر نیست. میزان دقیق مواد آلی با انجام آزمایش هایی مانند اندازه گیری کل کربن آلی، تعیین COD و BOD بهتر مشخص می شود.

«جامدات قابل ته نشینی» به مواد معلقی که پس از مدت زمان معینی ته نشین می شوند اشاره دارد و ممکن است، بسته به روش جداسازی شامل مواد شناور هم باشد.

## ۲- منابع خطا :

نحوه نمونه برداری اولیه یا مرحله بعدی برداشت نمونه برداری آزمایش به ویژه از نمونه های شامل دو یا سه فاز می تواند خطاهای اساسی در کار ایجاد کند. چنین نمونه هایی را هنگام انتقال از ظرفی به ظرف دیگر می بایست کاملاً مخلوط و همگن نمود. برای اطمینان از یکنواختی نمونه وقتی از نمونه اصلی برداشت می شود باید طبق دستورالعمل ویژه رفتار کرد. مثلاً نمونه ها را به همزن مغناطیسی خوب مخلوط نمود. اگر جامدات معلق وجود دارد. نمونه را می بایست با پیپت های دهان گشاد برداشت. اگر مقداری از نمونه به ظرف چسبیده باشد آن را در محاسبات و نتایج منظور داشت. در مورد نمونه هائی که هنگام تبخیر یا خشک شدن پوسته یا قشری بر سطح مایع تشکیل داده و از تبخیر آب جلوگیری می کنند نیز باید روش های پیشگیری از این مسئله را بکار برد. در نمونه های حاوی ذرات مغناطیسی نمی بایست از همزن مغناطیسی استفاده نمود.

دمایی که نمونه در آن خشک می شود اثر مهمی روی نتایج دارد، چون مواردی نظیر کاهش وزن در اثر خروج مواد آلی فرار، میزان آبی که به شکل فیزیکی بین ذرات رسوب گیر می افتد، آب تبلور، گازهای حاصل از تجزیه شیمیایی مواد در اثر گرما و همچنین افزایش وزن ناشی از اکسیداسیون برخی ترکیبات، وابسته به دما و مدت زمان حرارت دادن نمونه است. هر نمونه باید پس از خشک شدن با دقت و توجه زیاد در دسیکاتور قرار داده شده و برای پیشگیری از تماس با رطوبت هوا درپوش دسیکاتور زیاد باز و بسته نشود. برخی از نمونه ها ممکن است وقتی در دسیکاتور قرار می گیرند به خشک کننده های قویتر نیاز داشته باشند.

رسوبات خشک شده در دمای ۱۰۳ تا ۱۰۵ درجه سانتیگراد ممکن است علاوه بر آب تبلورشان، آبی که بین ذرات رسوب گیر می افتد را هم نگه دارند. در دمای اشاره شده، آزاد شدن CO<sub>2</sub> منجر به تبدیل بی کربنات به کربنات می شود. در این دما، معمولاً کاهش مواد آلی فرار در اثر تبخیر، بسیار کم است و چون حذف آب بین ذرات در این دما به گندی صورت می گیرد، دستیابی به یک وزن ثابت ممکن است زمان زیادی نیاز داشته باشد.

در دمای 180۲ °C تقریباً همهٔ آب بین ذرات تبخیر می شود. ولی مقداری از آب تبلور، بویژه اگر سولفات در نمونه باشد، باقی می ماند. در دمای اشاره شده، مواد آلی احتمالاً در اثر تبخیر کاهش یافته، اما کاملاً از بین نمی روند. در اثر تبدیل بی کربنات ها به کربنات ها CO2 کاهش می یابد و بخشی از کربنات ها نیز ممکن است به اکسیدها یا نمکهای بازی تجزیه شوند. در این دما مقداری از نمکهای کلرید و نیترات نیز می توانند از بین بروند. عموماً نتیجه تعیین میزان مواد محلول با روش تبخیر و خشک کردن در دمای 180 °C نسبت به دماهای پائین تر، به نتایج حاصل از اندازه گیری یکایک مواد معدنی و سپس محاسبه مجموع آنها نزدیکتر است.

برای شستن صافی ها و مواد صاف شده و تمیز کردن وسایل آزمایشگاهی می بایست از آب نوع III استفاده شود. برخی نمونه ها ممکن است به آبی با کیفیت بالاتر نیاز داشته باشند.

در نمونه های حاوی روغن یا چربی و مواد مشابه، به علت مشکلات خشک کردن تا وزن ثابت در یک مدت زمان قابل قبول، نتایج مطمئنی به دست نمی آید.

برای بالا بردن کیفیت کار بهتر است نمونه ها چند بار آزمایش شوند. نمونه ها باید حتی الامکان تا رسیدن به وزن ثابت خشک شوند. به این ترتیب که مراحل خشک کردن، سرد کردن و توزین برای هر نمونه چند بار تکرار شود. در برخی موارد به منظور اندازه گیری یک جزء غیرممتعارف در جامدات تغییراتی در روش های تشریح شده صورت می گیرد. این تغییرات می بایست همراه نتایج گزارش شوند.

### ۳- جابجائی و محافظت نمونه ها :

بهتر است از بطری های پلاستیکی یا شیشه ای مقاوم که مواد معلق به دیواره آن نمی چسبند استفاده گردد. چون تثبیت نمونه ها امکان پذیر نیست آزمایش باید سریعاً انجام شود.

نمونه ها تا زمان آزمایش در دمای C4 نگهداری می شود تا تجزیه میکروبیولوژیکی جامدات به حداقل ممکن برسد. باید سعی گردد که نمونه ها تا ۲۴ ساعت پس از نمونه برداری آزمایش شوند، در هیچ شرایطی نباید نمونه را بیش از ۷ روز نگه داشت. نمونه ها را می بایست پیش از آزمایش به دمای اتاق برسانند.

### ۴- انتخاب روش :

روش های ۱ تا ۵ برای تعیین جامدات در آبهای آشامیدنی، سطحی، شور و همچنین فاضلاب های خانگی و صنعتی که تا ۲۰۰۰۰ میلیگرم در لیتر مواد جامد دارند، مناسب می باشند.

روش ۶ برای تعیین جامدات در رسوبات و نیز باقیمانده های جامد و نیمه جامد تولید شده طی فرآیندهای تصفیه آب و فاضلاب مناسب است.

## ۱- تعیین کل جامدات خشک شده در ۱۰۳ تا ۱۰۵ C

### کلیات :

**الف - ۱ اصول :** یک نمونه همگن در یک ظرف توزین شده تبخیر می شود و تا رسیدن به وزن ثابت در کوره در دمای ۱۰۳ تا ۱۰۵ درجه سانتیگراد خشک می گردد. اضافه وزن ظرف حاوی باقیمانده خشک نسبت به ظرف خالی، جامدات کل را نشان می دهد. نتایج این روش به دلیلی که در مقدمه اشاره شد ممکن است وزن واقعی جامدات معلق و محلول را در نمونه های فاضلاب نشان ندهد.

**ب - عوامل مداخله گر :** نمونه های معدنی حاوی مقادیر زیاد کلسیم، منیزیم، کلرید یا سولفات می تواند جاذب الرطوبه بوده و در نتیجه به زمان بیشتری برای خشک کردن، روش مناسبتری برای خنک شدن و سرعت در توزین نیاز دارند، در صورتی که مشخص شود ذرات شناور بزرگ، لخته ها و مواد منعقد شده غیرهمگن، در نتایج نهائی نامطلوب دارند، می بایست آنها را از داخل نمونه خارج کرد. روغن و چربی شناور در سطح مایع را پیش از آغاز آزمایش می بایست به وسیله یک مخلوط کن برقی در نمونه پخش نمود. از آنجائی که زیاد بودن میزان جامدات باقیمانده در ظرف می تواند پوسته ای بر سطح نمونه تشکیل داده و مانع از تبخیر آب شود، بهتر است همواره حجمی از نمونه انتخاب شود که حداکثر ۲۰۰ میلیگرم باقیمانده داشته باشد.

## روش کار :

الف - دستگاه ها و وسایل :

الف (۱) ظروف تبخیر : ظروفی با حجم ۱۰۰ میلی لیتر ساخته شده از یکی از موارد زیر :

- بوته چینی با قطر ۹۰ میلی متر .

- بوته پلاتینی معمولاً برای همه مقاصد مناسب است.

- بوته شیشه ای از سیلیس مرغوب.

الف (۲) کوره : برای تولید دمای ۵۰ تا ۵۰۰ درجه سانتیگراد.

الف (۳) حمام بخار

الف (۴) دسیکاتور حاوی ماده نمک گیری که رنگ آن با رطوبت تغییر می کند.

الف (۵) کوره خشک کن : برای ایجاد دمای ۱۰۳ تا ۱۰۵ درجه سانتیگراد.

الف (۶) ترازوی دقیق با دقت ۰/۱ میلی گرم.

الف (۷) همزن مغناطیسی با میله ای از جنس TFE

الف (۸) پیپت های دهان گشاد.

ب - روش انجام آزمایش :

**ب (۱) آماده سازی ظرف تبخیر :**

اگر جامدات فرار اندازه گیری می شوند، ظرف تبخیر تمیز را در دمای  $50 \pm 500$  درجه سانتیگراد به مدت یک ساعت در کوره قرار دهید. در صورتی که فقط جامدات کل اندازه گیری می شوند، ظرف را که در دمای ۱۰۳ تا ۱۰۵ درجه سانتیگراد به مدت یک ساعت خشک کنید. ظرف ها را تا زمان استفاده در دسیکاتور خنک و نگهداری کنید و بلافاصله پیش از استفاده آنها را توزین نمائید.

**ب (۲) آزمایش نمونه :** حجم معینی از نمونه همگن شده را که بین ۱۰ تا ۲۰۰ میلیگرم باقیمانده خشک دارد با پیپت برداشته و به ظرفی که قبلاً توزین شده انتقال دهید (نمونه را طی انتقال با همزن مغناطیسی هم بزنید). سپس نمونه را تا نزدیک خشک شدن روی حمام یا در



کوره خشک کن تبخیر کنید. اگر حجم نمونه انتخابی بیش از گنجایش ظرف تبخیر است، طی چند مرحله تبخیر را انجام دهید. در صورتی که از کوره جهت تبخیر استفاده می کنید، دما را تقریباً تا ۲درجه زیر نقطه جوش تنظیم نمایید. نمونه تبخیر شده را حداقل یک ساعت در کوره ۱۰۳ تا ۱۰۵ درجه سانتیگراد خشک و پس از آن در دسیکاتور به دمای محیط برسانید، سپس آن را وزن کنید. مراحل خشک کردن، خنک کردن و توزین را تا زمانی که به وزن ثابت نرسیده اید تکرار کنید، یا اینکه این کار را تا زمانی که تغییر وزن کمتر از ۰.۴٪ وزن مرحله قبل (یا ۰/۵ میلی گرم) شود ادامه دهید. هنگام توزین نمونه خشک به خطاهای ناشی از تغییر وزن به دلیل تماس نمونه با هوا و یا تجزیه آن توجه داشته باشید. تکرار آزمایش نباید بیش از ۵٪ نسبت به میانگین نتایج تفاوت داشته باشد. محاسبه :

$$\text{mg/L جامدات کل} = (A-B) \times 1000$$

حجم نمونه (میلی لیتر)

که در آن :

A = وزن باقیمانده خشک + ظرف (میلی گرم)

B = وزن ظرف (میلی گرم)

### دقت و صحت :

یک آزمایشگاه ۴۱ نمونه آب و فاضلاب را با انحراف معیار ۶/۰ میلی گرم در لیتر آزمایش کرده است.

## ۲- تعیین کل جامدات محلول خشک شده در ۱۸۰ °C

### کلیات :

**الف - اصول :** نمونه ای که خوب مخلوط شده از میان صافی پشم شیشه استاندارد عبور داده می شود و محلول زیرصافی در یک ظرف با وزن معلوم تا نزدیک به خشک شدن تبخیر گشته و در دمای ۱۸۰°C تا رسیدن به یک وزن ثابت خشک می شود. اضافه وزن ظرف، کل جامدات محلول را نشان می دهد. این روش برای خشک کردن نمونه ها در دماهای دیگر نیز قابل استفاده می باشد.

نتایج ممکن است با مقدار تئوری حاصل از اندازه گیری شیمیایی نمونه مطابقت نداشته باشد. با این حال، روش های تقریبی برای هماهنگ کردن نتایج آزمایش های شیمیایی با غلظت جامدات محلول وجود دارد. در این روش از محلول زیر صافی می توان برای تعیین کل جامدات محلول استفاده کرد. میزان جامدات تعیین شده توسط این روش را باقیمانده تبخیر در ۱۸۰°C نیز می خوانند.

**ب - عوامل مداخله گر :** به این عوامل در مقدمه و روش ۱ اشاره شده است. در مورد نمونه های معدنی حاوی مقدار زیاد املاح کلسیم، منیزیم، کلرید و سولفات که جاذب الر صوبه اند، در مراحل خشک کردن، خشک نمودن و توزین باید دقت بیشتری شود. نمونه هایی با میزان بیکربنات زیاد را می بایست به مدت بیشتری در معرض حرارت قرار داد تا تمام بیکربنات آن کاملاً به کربنات تبدیل شود. از آنجائی که مقدار زیاد باقیمانده خشک در ظرف ممکن است با تشکیل پوسته ای بر سطح نمونه مانع از تبخیر کامل آب شود، بنابراین می بایست میزان باقیمانده خشک در نمونه حداکثر ۲۰۰ میلیگرم باشد.

### روش کار :

**الف - دستگاه ها و وسایل :**

دستگاه هایی که در روش ۱ فهرست شده، بانضمام موارد زیر مورد نیاز می باشند:

الف - (۱) صافی پشم شیشه فاقد مواد آلی.

الف - (۲) دستگاه صاف کننده: برای صاف کردن، یکی از وسایل زیر مورد نیاز است.

الف - (۱-۲) قیف صافی غشایی.

الف - (۲-۲) قیف شیشه ای : با گنجایش ۲۵ تا ۴۰ میلی لیتر با رابطه مخصوص خود.

الف - (۳-۲) دستگاه صافی با مخزن و صفحه نگهدارنده صافی، با منافذ درشت (۴۰ تا ۶۰ میکرومتر).

الف - (۳) ارلن خلاء: با گنجایش مناسب براساس مقدار نمونه.

الف - (۴) کوره : برای کار در دکای ۲ ۱۸۰ درجه سانتیگراد.

### ب - روش انجام آزمایش :

ب - (۱) آماده سازی کاغذ صافی پشم شیشه : کناره کاغذ را جمع کرده و داخل دستگاه صافی قرار دهید. با استفاده از خلاء صافی را با سه حجم ۲۰ میلی لیتری آب مقطر بشوئید. مکش را ادامه دهید تا تمام آب کشیده شود. محلول شستشو را دور بریزید.

ب - (۲) آماده سازی ظرف تبخیر : اگر جامدات فرار اندازه گیری می شوند، ظرف تبخیر را مدت یک ساعت در کوره ای با دمای 50 °C حرارت دهید. اگر فقط کل جامدات محلول اندازه گیری می شوند، ظرف تمیزی را در کوره ای با دمای ۲ ۱۸۰ درجه سانتیگراد حرارت دهید. ظروف را تا موقع استفاده در دسیکاتور گذاشته و قبل از انجام آزمایش آنها را سریعاً وزن کنید.

ب - (۳) انتخاب صافی مناسب و حجم نمونه : حجم نمونه را طوری انتخاب کنید که باقیمانده خشک آن بین ۱۰ تا ۲۰۰ میلیگرم باشد. در صورتی که صاف کردن بیش از ده دقیقه طول بکشد، یا صافی بزرگتری انتخاب کنید و یا حجم نمونه را کاهش دهید. وقتی میزان کل جامدات معلق کم باشد (کمتر از ۱۰ میلیگرم در لیتر) ممکن است مقدار باقیمانده خشک جمع آوری شده خیلی کم شود. در این صورت از یک ترازوی دقیق با حساسیت زیاد (تا ۰/۰۰۲ میلیگرم) استفاده کنید.

ب - (۴) آزمایش نمونه : نمونه اولیه را به همزن مغناطیسی هم بزنید و در حین هم زدن حجم معینی را با پیپت بردارید و در صافی پشم شیشه که به پمپ خلاء متصل شده بریزید. سپس جامدات صاف شده روی صافی را سه بار و هر بار با ۱۰ میلی لیتر آب مقطر بشوئید. مکش را حدود ۳ دقیقه پس از اتمام صاف کردن ادامه دهید تا آب شستشو کاملاً خارج شود. کل محلول (شامل آب شستشو) را به یک ظرف تبخیر که قبلاً خشک و وزن شده انتقال و تا نزدیک خشک شدن روی حمام بخار حرارت دهید. اگر حجم محلول زیرصافی بیش از گنجایش ظرف است. هر بار مقدار مناسبی از محلول را در ظرف تبخیر بریزید و پس از تبخیر این جزء، حجم دیگری را به آن بیفزائید. بعد از اتمام کل محلول، ظرف را حداقل مدت یک ساعت در کوره در دمای ۲ ۱۸۰ درجه سانتیگراد خشک کنید و به منظور برقراری تعادل دمایی آن را در دسیکاتور سرد و سپس وزن نمائید. چرخه خشک کردن، سردکردن در دسیکاتور و توزین را تا رسیدن به یک وزن ثابت یا تا زمانی که تغییر وزن کمتر از ۰/۴٪ وزن قبلی (یا کمتر از ۰/۵ میلی گرم) باشد، تکرار کنید. نتایج تکرار اندازه گیری ها نباید بیش از ۵٪ با میانگین نتایج تفاوت داشته باشد. در صورتی که جامدات فرار اندازه گیری می شوند روش ۴ را دنبال کنید.

### محاسبه :

$$\frac{(A-B) \times 1000}{\text{میلی گرم در لیتر کل جامدات محلول}}$$

حجم نمونه (میلی گرم)

که در آن :

A = وزن باقیمانده خشک + ظرف، (میلی گرم)

B = وزن ظرف (میلی گرم)

### دقت و صحت :

بر اساس آزمایشات انجام شده بر روی ۷۷ نمونه با غلظت معلوم ۲۹۳ میلی گرم در لیتر، توسط آزمایشگاه، میزان خطا نسبت به مقدار واقعی ۲۱/۲۰ میلی گرم در لیتر گزارش شده است.

### **۳- تعیین کل جامدات معلق خشک شده در ۱۰۳ تا ۱۰۵ °C**

#### کلیات :

**الف - اصول :** نمونه ای که خوب مخلوط شده از میان یک صافی پشم شیشه استاندارد با وزن معلوم عبور داده می شود و باقیمانده روی صافی تا رسیدن به یک وزن ثابت در ۱۰۳ تا ۱۰۵ درجه سانتیگراد خشک می گردد. افزایش وزن صافی، کل جامدات معلق را نشان می دهد. در صورتی که میزان مواد معلق آنقدر زیاد باشد که روی صافی انباشته گردد و در نتیجه زمان صاف کردن را افزایش دهد، می توان با محاسبه تفاوت وزن جامدات کل و جامدات محلول میزان جامدات معلق را به صورت تقریبی تعیین کرد.

**ب - عوامل مداخله گر :** به این عوامل در مقدمه و روش ۱ اشاره شده است. در صورتی که مشخص شود ذرات شناور بزرگ و توده ای از مواد غیرهمگن غوطه ور در نمونه در نتایج نهایی تأثیر ناخواسته دارند، می بایست آنها را از نمونه حذف کرد. از آنجائی که مقدار زیاد باقیمانده ممکن است با تشکیل پوسته ای روی صافی مانع از تبخیر کامل آب از نمونه شود می بایست داشته باشد. در نمونه هایی که جامدات محلول آنها بالاست جهت اطمینان از حذف مواد محلول صافی را باید کاملاً شستشو داد. بسته شدن منافذ صافی در اثر تجمع ذرات موجب طولانی شدن زمان صاف کردن و بروز نتایج، بیشتر از میزان واقعی می شود که علت آن گیر افتادن ذرات کلوئیدی در منافذ بسته شده صافی است.

#### روش کار :

#### **الف - دستگاه ها و وسایل :**

همه وسایلی که در روش های ۱ و ۲ فهرست شده به جزء ظروف تبخیر، حمام بخار و کوره ۱۸۰ درجه سانتیگراد، مورد نیاز می باشند به انضمام:

شیشه ساعت یا بشقابک از جنس آلومینیم یا فولاد ضدزنگ با قطر ۶۵ میلیمتر.

#### **ب - روش انجام آزمایش :**

**ب - ۱) آماده سازی کاغذ صافی پشم شیشه :** کناره های صافی را جمع کرده و داخل قیف مخصوص قرار دهید. با استفاده از خلاء، صافی را به سه حجم ۲۰ میلی لیتری آب مقطر بشوئید. به منظور حذف کامل آب، مکش را ادامه دهید. محلول شستشو را دور بریزید. صافی را از دستگاه جدا کرده و به شیشه ساعت انتقال دهید و مراقب باشید که صافی به آن نچسبید. شیشه ساعت و صافی خشک شده را قبل و بعد از صاف کردن چندبار وزن کنید تا اگر قیف شیشه ای استفاده ظرف چسبیده باشد، مشخص شده و ایجاد خطا نکند. اگر قیف شیشه ای استفاده می شود، مجموعه کاغذ صافی و قیف را با هم در کوره ۱۰۳ تا ۱۰۵ درجه سانتیگراد مدت یک ساعت خشک کنید. چنانچه قرار است جامدات

فرار اندازه گیری شوند صافی را در کوره با دمای  $50 + 500$  درجه به مدت ۱۵ دقیقه قرار دهید. سپس در دسیکاتور تا دمای محیط سرد کرده و وزن کنید. مراحل خشک کردن یا سوزاندن، سرد کردن در دسیکاتور و توزین را تکرار کنید تا وزن ثابتی با اختلافی کمتر از ۰.۴٪ وزن قبلی (یا ۰/۵ میلی گرن، هر کدام کمتر است) به دست آید. صافیها را زمانی که نیاز ندارید در دسیکاتور نگهداری کنید.

**ب - ۲) انتخاب صافی مناسب و حجم نمونه :** روش ۲ را ببینید. برای نمونه های غیرهمگن مثل فاضلاب خام از صافی بزرگی استفاده کنید که بتوان یک مقدار مناسب از نمونه را در آن صاف نمود.

**ب - ۳) آزمایش نمونه :** دستگاه صافی را سوار کرده و مکش را شروع کنید. صافی را با حجم کوچکی از آب مقطر مرطوب کنید تا خوب روی قیف بندشیند. نمونه را با همزن مغناطیسی هم بزنید و در حال هم زدن، حجم معلومی را با پیپت برداشته و در صافی بریزید. با سه جم ۱۰ میلی لیتری از آب مقطر آن را بشوئید و آب شستشو را کاملاً خارج نمایید. مکش را سه دقیقه پس از اینکه صاف کردن کامل شد، ادامه دهید. نمونه ای که جامدات محلول آن بالاست، ممکن است به آب شستشوی بیشتری نیاز داشته باشد. صافی را به دقت از دستگاه جدا کنید و به یک شیشه ساعت و یا بشقابک از جنب آلومینیوم یا فولاد ضدزنگ انتقال دهید. در صورتی که از قیف شیشه ای استفاده می کنید مجموعه صافی و قیف را با هم از نگهدارنده قیف جدا کنید. صافی را به مدت یک ساعت در کوره ای با دمای  $103$  تا  $105$  درجه سانتیگراد خشک کنید و پس از سرد کردن در دسیکاتور، آن را وزن نمایید. چرخه خشک کردن و سرد کردن در دسیکاتور و توزین را تا زمانی که وزن ثابتی به دست آید با تغییر وزنی کمتر از ۰.۴٪ وزن قبلی (یا ۰/۵ میلیگرم، هر کدام کمتر است) به دست آید، تکرار کنید. این مقادیر باید حداکثر ۰.۵٪ با میانگین نتایج تفاوت داشته باشد. اگر جامدات فرار اندازه گیری می شود، روش ۴ را دنبال کنید.

#### محاسبه :

$$\text{mg/L} = (A - B) \times 1000$$

حجم نمونه (میلی لیتر)

که در آن :

A = وزن صافی + باقیمانده خشک (میلی گرم)

B = وزن صافی (میلی گرم)

#### دقت و صحت :

در مطالعات انجام شده توسط ۲ آزمایشگر بر روی چهار گروه ۱۰ تایی از نمونه. انحراف معیارهایی برابر ۵/۲ میلی گرم در لیتر (با ضریب پراکنش ۰.۲۳٪) برای نمونه های ۱۵ میلی گرم در لیتری، ۲۴ میلی گرم در لیتر (۱۰٪) برای نمونه های ۲۴۲ میلی گرم در لیتری و ۱۳ میلی گرم در لیتر (۰.۷۶٪) برای نمونه های ۱۷۰۷ میلی گرم در لیتری به دست آمده اند.

یک آزمایشگاه ۵۰ نمونه آب و فاضلاب را در دو نوبت با انحراف معیار ۲/۸ میلی گرم در لیتر آزمایش کرده است.

#### **۴- تعیین جامدات ثابت و فرار سوزانده شده در $500^{\circ}\text{C}$**

#### کلیات :

**الف - اصول :** باقیمانده به دست آمده از روش ۱ و ۲ و یا ۳ تا یک وزن ثابت در دمای ۵۰۰ ۵۰ درجه سانتیگراد سوزانده می شود. آنچه باقی می ماند، مجموع جامدات ثابت محلول و معلق می باشد و کاهش وزن، جامدات فرار را نشان می دهد. این اندازه گیری به علت اینکه میزان تقریبی مواد آلی موجود در فاز جامد فاضلاب، لجن فعال و پسابهای صنعتی را نشان می دهد. برای کنترل عملکرد تصفیه خانه های فاضلاب مناسب می باشد.

**ب - عوامل مداخله گر :** در اثر از بین رفتن مواد فرار طی مراحل خشک کردن خطای منفی حاصل می شود. تعیین غلظت های کم جامدات فرار در حضور مقادیر زیاد جامدات ثابت می تواند خطای قابل توجهی ایجاد کند. در چنین شرایطی، به کمک روش های دیگری مثل کل کربن آلی می توان ترکیبات فرار را اندازه گرفت.

### روش کار :

#### **الف - دستگاه ها :**

دستگاه و وسایل مورد نیاز همانند تجهیزات روش های ۱ و ۲ و ۳ می باشند.

#### **ب - روش انجام آزمایش :**

باقیمانده ای را که توسط یکی از روش های ۱ و ۲ و یا ۳ حاصل شده تا وزن ثابت، در کوره ای با دمای ۵۰۰ ۵۰ درجه سانتیگراد بسوزانید. (کوره را قبل از قرار دادن نمونه به دمای مورد نظر برسانید). معمولاً ۱۵ تا ۲۰ دقیقه حرارت دادن در دمای ۵۰۰ ۵۰ درجه برای اینکه ۲۰۰ میلی گرم باقیمانده کاملاً بسوزد کافی است. (در صورتی که تعداد نمونه ها بیش از یکی بوده یا میزان باقیمانده خشک از ۲۰۰ میلی گرم بیشتر باشد، به علت افزایش بار کوره ممکن است این زمان افزایش یابد). پس از مرحله سوزاندن اجازه دهید ظرف یا صافی در معرض هوای آزاد گرمای زیادی خود را از دست داده و کمی خنک شود. سپس به منظور خنک شدن در یک محیط خشک، آن را به دسیکاتور انتقال دهید. ظرف یا صافی را فوراً پس از آنکه به دمای محیط رسید وزن کنید، (مراحل سوزاندن، سرد کردن در دسیکاتور و توزین را تا رسیدن به یک وزن ثابت یا تا تغییر وزنی کمتر از ۰.۴٪ (یا ۰/۵ میلی گرم یا کمتر) تکرار کنید. این مقادیر نباید با میانگین به دست آمده از تکرار توزین بیش از ۰.۵٪ تفاوت داشته باشد.

#### محاسبه :

$$\text{mg/L جامدات فرار} = \frac{(A - B) \times 1000}{\text{حجم نمونه (میلی لیتر)}}$$

حجم نمونه (میلی لیتر)

-

$$\text{mg/L جامدات ثابت} = \frac{(B - C) \times 1000}{\text{حجم نمونه (میلی لیتر)}}$$

حجم نمونه (میلی لیتر)

که در آن :

A = وزن باقیمانده + وزن ظرف قبل از احتراق (میلی گرم)

B = وزن باقیمانده + وزن ظرف یا صافی پس از سوزاندن (میلی گرم)

C = وزن ظرف یا صافی (میلی گرم)

## دقت و صحت :

در آزمایش ۴ نمونه منفرد و ۱۰ نمونه تکراری توسط ۳ آزمایشگاه انحراف معیاری به اندازه 11 mg/L برای کل جامدات فرار معادل mg/L 170 محاسبه شده ولی میزان خطا و سوگیری قابل تعیین نبوده است.

## **۵- تعیین جامدات قابل ته نشینی :**

### کلیات :

جامدات قابل ته نشینی در آبهای سطحی و شور و همچنین فاضلاب های صنعتی می توانند به دو صورت حجمی (m1/L) و یا وزنی (mg/L) تعیین و گزارش شوند.

### روش کار :

#### **الف - دستگاه ها و وسایل :**

آزمایش حجم سنجی فقط یک قیف ایمهوف نیاز دارد. آزمایش وزن سنجی همه دستگاه های روش ۲ به علاوه یک ظرف شیشه ای با حداقل قطر ۹ سانتیمتر نیاز دارد.

#### **ب - روش انجام آزمایش :**

**ب - ۱) حجم سنجی :** یک قیف ایمهوف را تا خط نشانه یک لیتر از نمونه ای که خوب مخلوط شده پر کنید، مدت ۴۵ دقیقه اجازه دهید تا ته نشین شود در این مدت نمونه اطراف دیواره قیف را با میله همزن یا با چرخاندن آرام هم بزنید و بگذارید ۱۵ دقیقه دیگر نیز بماند. حجم جامدات ته نشین شده در قیف را برحسب میلی لیتر در لیتر یادداشت کنید. اگر در لابلای مواد ته نشین شده مقدار زیادی آب گیر افتاده باشد حجم آن را تخمین بزنید و از حجم جامدات ته نشین شده کم کنید. حداقل دامنه اندازه گیری بستگی به ترکیب نمونه داشته و معمولاً حدود ۰/۱ تا ۱/۰ میلی لیتر در لیتر است. اگر هدف تنها اندازه گیری جامدات قابل ته نشینی باشد مواد شناور را به عنوان مواد قابل ته نشینی در نظر نگیرید. در این آزمایش معمولاً تکرار عمل ضرورتی ندارد.

#### **ب - ۲) وزن سنجی :**

#### **ب - ۲-۱) کل جامدات معلق را از روش ۳ تعیین کنید.**

**ب - ۲-۲)** در یک ظرف شیشه ای که قطر آن کمتر از ۹ سانتیمتر و حجم آن کمتر از یک لیتر نباشد حجمی از نمونه که عمقی حدود ۲۰ سانتیمتر داشته باشد بریزید. در صورتی که نیاز به حجم بیشتری از نمونه دارید. از ظرف شیشه ای با قطر بزرگتر استفاده کنید. بدون اینکه مواد شناور یا مواد ته نشین شده را حذف کنید مدت یک ساعت نمونه را به حال خود بگذارید. سپس به آرامی ۲۵۰ میلی لیتر از آب بالای نمونه را از محلی واقع در مرکز ظرف و در فاصله بین سطح مواد ته نشین شده و سطح مایه سیفون کنید. کل جامدات معلق (میلی گرم در لیتر) این محلول جدا شده را (با روش ۳) تعیین کنید. این مقدار کل جامدات غیرقابل ته نشینی می باشد. میزان جامدات قابل ته نشینی به روش زیر محاسبه می شود.

### محاسبه :

جامدات غیرقابل ته نشینی - جامدات معلق کل = (mg/L) جامدات قابل ته نشینی .

## دقت و صحت :

اطلاعات دقت و صحت برای روش موجود نمی باشد.