



جمهوری اسلامی ایران

Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۷۱۷۹-۱

چاپ اول

اسفند ۱۳۹۲

INSO

17179-1

1st.Edition

Mar.2014

کیفیت خاک - پارامترهای مدل سازی
ژئوشیمی سنگ شویی و گونه‌زایی اجزا
تشکیل دهنده در خاک و مواد - قسمت ۱:
استخراج اکسیدها و هیدروکسیدهای
بی شکل آهن با اسکوربیک اسید

**Soil quality - Parameters for geochemical
modelling of leaching and speciation of
constituents in soils and materials - Part 1:
Extraction of amorphous iron oxides and
hydroxides with ascorbic acid**

ICS: 13.080.05

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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.

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است. تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (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 of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

" کیفیت خاک - پارامترهای مدل سازی ژئوشیمی سنگ شویی و گونه‌زایی اجزا تشکیل دهنده در

خاک و مواد - قسمت ۱: استخراج اکسیدها و هیدروکسیدهای بی‌شکل آهن با اسکوربیک اسید"

رئیس:

حسینی، حمید

(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

سمت و/یا نمایندگی

اداره کل استاندارد استان کردستان

دبیر:

یزدانی، ژیلا

(کارشناس ارشد شیمی فیزیک)

اداره کل استاندارد استان کردستان

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

آغه‌میری، اسرین

(کارشناس مهندسی کشاورزی - صنایع غذایی)

اداره کل استاندارد استان کردستان

احسنی، نبی

(کارشناس ارشد

سازمان صنعت، معدن و تجارت استان کردستان

بذرافکن، سروه

(کارشناس مهندسی شیمی پلیمر)

اداره کل استاندارد استان کردستان

بطی، فرید

(کارشناس شیمی محض)

اداره کل استاندارد استان کردستان

جهانگیر، علی

(کارشناس شیمی)

دانشگاه آزاد اسلامی واحد سنندج

جوهری، هومن

(کارشناس ارشد مهندسی شیمی)

اداره کل استاندارد استان کردستان

حسن‌زاده، شهناز

(کارشناس میکروبیولوژی)

دانشگاه کردستان

حسینی، محمد طاهر

(کارشناس ارشد خاک شناسی)

اداره کل استاندارد استان کردستان

حنفی، قربانمحمد
(کارشناس ارشد علوم و صنایع غذایی)

شرکت مشاور زانا پژوه

شاه‌اویسی، تحسین
(کارشناس مهندسی عمران - عمران)

شریعتی، ستار
(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

اداره کل راه و شهرسازی استان کردستان

قریشی، صلاح‌الدین
(کارشناس مهندسی عمران - عمران)

آزمایشگاه فنی و مکانیک خاک استان کردستان

واحدی، شیما
(کارشناس شیمی کاربردی)

شرکت کاشت پرور غرب

احمدپناه، ژبان
(کارشناس مهندسی کشاورزی - زراعت اصلاح و نباتات)

اداره کل استاندارد استان کردستان

راه‌هدایت، فیروزه
(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

اداره کل استاندارد استان کردستان

لطفی، فرشید
(کارشناس شیمی کاربردی)

دانشگاه تهران

یزدانی، نوید
(دکترای مهندسی کشاورزی - باغبانی)

مهندسین مشاور هرم پی

یزدانی، نیما
(کارشناس ارشد مدیریت پروژه)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ج	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
د	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ز	پیش‌گفتار
ح	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعریف
۴	۴ اصول آزمون
۴	۵ وسایل
۶	۶ واکنشگرها
۶	۷ آماده‌سازی نمونه
۸	۸ روش انجام آزمون
۹	۹ روش محاسبه
۱۰	۱۰ بیان نتایج
۱۰	۱۱ گزارش آزمون
۱۱	پیوست الف (اطلاعاتی) شرایط مربوط به سانتریفیوژ
۱۴	پیوست ب (اطلاعاتی) کتابنامه

پیش‌گفتار

استاندارد "کیفیت خاک- پارامترهای مدل‌سازی ژئوشیمی سنگ‌شویی و گونه‌زایی اجزا تشکیل دهنده در خاک و مواد- قسمت ۱: استخراج اکسیدها و هیدروکسیدهای بی‌شکل آهن با اسکوربیک اسید" که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده و در پانزدهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد محیط زیست مورخ ۹۲/۱۱/۲۷ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

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

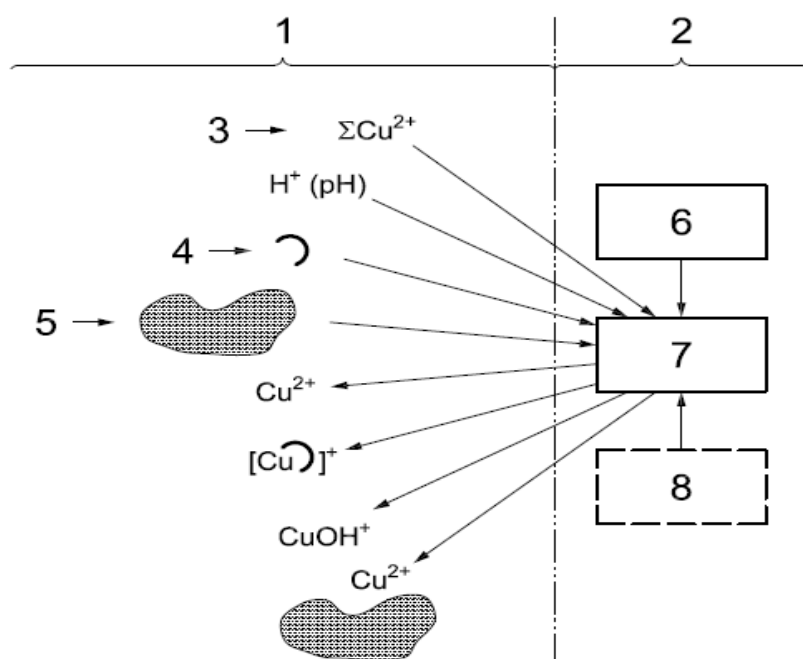
منبع و ماخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ISO 12782-1:2012, Soil quality - Parameters for geochemical modelling of leaching and speciation of constituents in soils and materials - Part 1: Extraction of amorphous iron oxides and hydroxides with ascorbic acid

مقدمه

علاوه بر روش‌های سنگ‌شویی برای مواد شیمیایی و آزمون‌های سم‌شناسی محیطی در خاک و سایر مواد شامل پسماند، مدل‌های پیش‌بینی در حال تبدیل شدن به ابزارهایی ضروری برای ارزیابی خطرات زیست محیطی این مواد هستند. با توجه به ارزیابی ریسک مهاجرت آلودگی و دسترسی زیستی^۱، مدل‌ها مخصوصاً تا زمانی که نتایج آزمون‌های سنگ‌شویی آزمایشگاهی به سناریوی ویژه‌ای در این زمینه تبدیل می‌شوند، مورد نیاز هستند.

در چند سال گذشته، مدل‌های ژئوشیمیایی نشان داده‌اند که در ترکیب با خصوصیات به دست آمده از استانداردهای خصوصیات سنگ‌شویی از قبیل وابستگی به pH و آزمون‌های نفوذ، ابزارهای ارزشمندی هستند. مزیتی که این مدل‌ها دارند این است که بر اساس پارامترهای پایه‌ای ترمودینامیکی دارای اعتبار کلی هستند. در این مدل‌ها به منظور برون‌یابی داده‌های سنگ‌شویی آزمایشگاهی به تحرک و/یا در دسترس بودن زیستی اجزای سازنده در یک سناریوی ویژه، به پارامترهای ورودی اضافی برای خواص ویژه خاک نیاز است (به شکل ۱ مراجعه شود).



راهنما:

- ۱ محیط آزمایش
- ۲ مدل‌سازی گونه‌زایی ژئوشیمی
- ۳ غلظت فلز در دسترس
- ۴ مواد هیومیک محلول
- ۵ سطوح (جامد) واکنشی
- ۶ پایگاه داده‌ها با ثابت‌های پایداری
- ۷ برنامه کامپیوتری
- ۸ فرضیات

شکل ۱- ارتباط میان داده‌های تجربی به دست آمده از آزمون‌های سنگ‌شویی/استخراج آزمایشگاهی و مدل‌سازی ژئوشیمیایی گونه‌زایی یک فلز سنگین در محیط زیست

استاندارد خصوصیات سنگ‌شویی اطلاعاتی از غلظت آلودگی موردنظر به عنوان تابعی از مخصوصاً pH و نسبت مایع/جامد (L/S) فراهم می‌کند. به علاوه با آنالیز کامل‌تر شستشوها اطلاعاتی از ترکیب اصلی یونی و کربن آلی محلول (DOC)، پارامترهایی که به ویژه برای گونه‌زایی شیمیایی اجزای سازنده طی فرایندهایی از قبیل رسوب‌گذاری، تشکیل کمپلکس و رقابت جذب بر روی سطوح واکنشی معدنی و آلی موجود در سطح خاک مهم هستند، به دست می‌آید. همانطور که در شکل ۱ نشان داده شده است برای مثال در مورد مس، مدل‌سازی ژئوشیمی می‌تواند توزیع فلز در میان اجزای شیمیایی مختلف موجود در سیستم مورد نظر را محاسبه کند. با توجه به اینکه ترکیبات شیمیایی مختلف نقش متمایزی در تحرک و در دسترسی زیستی فلزات موجود در خاک دارند، این مدل می‌تواند اطلاعاتی ضروری برای ارزیابی خطر را فراهم کند. همچنین علاوه بر اطلاعاتی که از استانداردهای سنگ‌شویی بدست آمده‌اند دو نوع دیگر از اطلاعات که در زیر به آن‌ها اشاره شده است؛ نیاز می‌باشد.

الف- برخلاف غلظت کل که از تخریب اسیدی ماتریس خاک بدست می‌آید، غلظت در دسترس^۱ اجزای سازنده در فاز جامد می‌تواند با سنگ‌شویی در pH پایین بدست آید. شرایطی که با گسترش دامنه pH، از pH تقریباً ۰/۵ تا تقریباً ۱ در فرایند سنگ‌شویی وابسته به pH بدست می‌آید (به بند ۴ کتابنامه مراجعه شود).

ب- غلظت سطوح واکنش‌پذیر آلی و معدنی موجود در خاک، که سایت‌های اصلی پیوندی (جذبی) موجود در ماتریس خاک را تشکیل می‌دهند.

قسمت عمده سطوح واکنش‌پذیر که پیوند اجزا را طی یک فرایند جذبی در ماتریس خاک کنترل می‌کنند، ذرات مواد آلی و اکسیدها (هیدروکسیدهای آهن و آلومینیم هستند. به طور کلی پذیرفته شده است که واکنش‌پذیری این سطوح آلی و معدنی می‌تواند به عنوان تابعی از مساحت سطح ویژه/ تبلور [اکسیدها (هیدروکسیدها) آهن و آلومینیم] و ترکیب (مواد آلی)، به شدت متغیر باشد. زمانی که نتایج برای استفاده در فرایند مدل‌سازی ژئوشیمیایی مرتبط با آزمون‌های سنگ‌شویی شرح داده شده در بالا آماده شد، برای تشخیص این که کدامیک از پارامترهای ترمودینامیکی جذبی برای عناصر اصلی و جزئی در دسترس هستند، انتخاب‌پذیر بودن روش‌ها برای سطوح واکنشی از اهمیت بسزایی برخوردار است.

اهداف این استاندارد تعیین مقدار آهن واکنش‌پذیر به صورت اکسیدها و هیدروکسیدهای بی‌شکل آهن موجود در خاک و مواد دیگر توسط استخراج با اسکوربیک اسید است. روش اجرایی استخراج بر اساس بند ۵ کتابنامه، که در بند ۶ کتابنامه توضیح داده شده و نوع پارامترهای ترمودینامیکی جذبی برای اکسید (هیدروکسید) آهن در بند ۷ کتابنامه در دسترس است.

به غیر از پارامترهای ترمودینامیکی مدل‌های جذبی استفاده شده مطابق با بند ۷ کتابنامه، پارامترهای دیگری نیز در منابع علمی در دسترس هستند که در مدل پیوند اجزای سازنده با اکسید (هیدروکسید) بی‌شکل آهن می‌توانند استفاده شوند.

۱- گاهی اوقات منظور غلظت فعال یا غلظت قابل تغییر است.

آهن موجود در خاکها به چندین شکل وجود دارد، که از مهمترین آنها برای پیوند با اجزای ناچیز عبارتند از، هیدروکسیدها و اکسیدهای نامحلول و به خوبی کریستاله شده (به عنوان مثال گوئیت^۱، هماتیت^۲، مگنتیت^۳)، و اکسیدها وهیدروکسیدهای با حلالیت بیشتر و نظم کمتر (به عنوان مثال فری هیدریت^۴، هیدروس فریک اکسید^۵) است. اشکال کریستاله و بی شکل به دلیل تفاوت هایی که در مساحت سطح ویژه و ویژگی های سایت های پیوندی موجود در سطح دارند، واکنش پذیری متفاوتی با اجزای ناچیز دارند.

-
- 1- Goethite
 - 2- Haematite
 - 3- Magnetite
 - 4- Ferrihydrite
 - 5- Hydrus ferric oxide

کیفیت خاک - پارامترهای مدل سازی ژئوشیمی سنگ شویی و گونه‌زایی اجزا تشکیل دهنده در خاک و مواد - قسمت ۱: استخراج اکسیدها و هیدروکسیدهای بی‌شکل آهن با اسکوربیک اسید

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، اندازه‌گیری مقدار آهن واکنش‌پذیر به صورت اکسیدها و هیدروکسیدهای بی‌شکل^۱ آهن موجود در خاک و سایر مواد است که توسط اسکوربیک اسید استخراج می‌شود. سایر مواد شامل پسماند نیز می‌شود. میزان آهن واکنش‌پذیر می‌تواند برای نشان دادن میزان اکسیدهای (هیدروکسیدهای) آهن بی‌شکل به عنوان ورودی در مدل‌های ژئوشیمی استفاده شود.

یادآوری - اگرچه برای تخمین مقدار آهن واکنش‌پذیر در اکسیدها یا هیدروکسیدهای آهن، معمولاً از روش استخراجی آمونیوم اگزالات/اگزالیک اسید (قسمت سوم این استاندارد) استفاده می‌شود، مشخص شده است که این قسمت از استاندارد و قسمت دوم به ترتیب برای استخراج اکسیدها (هیدروکسیدهای) آهن به صورت بی‌شکل و بلوری تخصصی‌تر هستند.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می‌شود.

در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

- ۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۹۸۸۶: آب- حفاظت و جابجایی نمونه‌های آب- آیین کار.
- ۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۹۶۲-۲: کیفیت خاک- نمونه‌برداری- قسمت دوم- راهنمای روش‌های نمونه‌برداری.
- ۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۹۶۲-۳: کیفیت خاک- نمونه‌برداری- قسمت سوم- راهنمای دستورالعمل‌های ایمنی.
- ۴-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۹۶۲-۵: کیفیت خاک- نمونه‌برداری- قسمت پنجم- روش اجرایی بررسی مناطق شهری و صنعتی در ارتباط با آلودگی خاک- آیین کار.

1- Amorphous

۵-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۶-۱۰۹۶۲: کیفیت خاک- نمونه برداری- قسمت ششم- راهنمای جمع‌آوری، جابجایی و نگهداری خاک تحت شرایط هوایی برای ارزیابی فرایندهای میکروبیولوژیکی، توده میکروبی و تنوع آن‌ها در آزمایشگاه.

۶-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۷۸۳۵: خاک- تعیین ماده خشک و آب همراه بر مبنای جرم پایه- روش وزن‌سنجی.

۷-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۰۹۶۲: کیفیت خاک- نمونه برداری- قسمت ۱: راهنمای طراحی برنامه‌های نمونه برداری

- 2-8 ISO 3696, Water for analytical laboratory use - Specification and test methods.
- 2-9 ISO 10381-4, Soil quality - Sampling - Part 4: Guidance on the procedure for investigation of natural, nearnatural and cultivated sites.
- 2-10 ISO 11464, Soil quality - Pretreatment of samples for physico-chemical analysis.
- 2-11 EN 14899, Characterization of waste - Sampling of waste materials - Framework for the preparation and application of a sampling plan.
- 2-12 EN 15002, Characterization of waste - Preparation of test portions from the laboratory sample.
- 2-13 CEN/TR 15310-3, Characterization of waste - Sampling of waste materials - Part 3: Guidance on procedures for sub-sampling in the field.

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود:

۱-۳

محتوای آب^۱

کسر جرمی^۲ W_w

جرم آب تبخیر شده از یک نمونه خاک تا زمانی که در دمای 105°C به یک جرم ثابت برسد، تقسیم بر جرم نمونه خاک خشک شده (به بند ۱ کتابنامه مراجعه شود).

1- Water content

2- Mass fraction

نمونه آزمایشگاهی^۱

نمونه‌ای که برای آزمون یا بررسی آزمایشگاهی آورده می‌شود.

یادآوری ۱- زمانی که نمونه آزمایشگاهی با تقسیم بندی کردن، مخلوط کردن، آسیاب کردن، یا با ترکیبی از این اعمال آماده‌سازی (احیا) می‌شود، حاصل آن آزمایش است. زمانی که هیچ‌گونه آماده‌سازی برای نمونه آزمایشگاهی نیاز نباشد، نمونه آزمایشگاهی همان آزمایش است. برای انجام آزمون یا آنالیز یک آزمون از آزمایش برداشته می‌شود.

یادآوری ۲- نمونه آزمایشگاهی از دیدگاه مجموعه‌ی نمونه‌ها به عنوان آخرین نمونه، اما از دیدگاه آزمایشگاهی اولین نمونه محسوب می‌شود.

یادآوری ۳- ممکن است چندین نمونه آزمایشگاهی برای اهداف متفاوتی آماده شده و به آزمایشگاه‌های یکسان یا مختلفی فرستاده شوند (به بند ۱ کتابنامه مراجعه شوند).

آزمایه^۲

آزمایه از نمونه آزمایشگاهی تهیه می‌شود و آزمون برای آزمون یا آنالیز از آزمایه برداشته می‌شود. آزمایه با روش آماده‌سازی مناسب از نمونه آزمایشگاهی حاصل می‌شود و مقدار (حجم/جرم) آن به اندازه لازم برای آزمون یا آنالیز مورد نظر است.

یادآوری- از بند ۱ کتابنامه گرفته شده است.

آزمون^۳

مقدار مناسبی از ماده است که برای اندازه‌گیری غلظت یا خاصیت مورد نظر دیگری، از آزمایه برداشته می‌شود.

یادآوری ۱- اگر آزمایه هیچ‌گونه آماده‌سازی نیاز نداشته باشد ممکن است مستقیماً از نمونه اولیه یا نمونه آزمایشگاهی گرفته شود (مانند مایعات)، اما معمولاً آزمون از نمونه آماده‌سازی شده برداشته می‌شود.

1- Laboratory sample
2- Test sample
3- Test portion / Analytical portion

یادآوری ۲- نمونه‌های یکدست که دارای خواص همگنی، اندازه و نرمی مناسبی هستند و نیاز به آماده‌سازی ندارند می‌توانند آزمون باشند.

۵-۳

ماده^۱

ماده ممکن است خاک حفاری شده، مواد لاروب شده، خاک تولید شده، خاک عمل آمده، مواد انباشته شده و دیگر مواد مرتبط شامل خاک اصلاح شده و مواد پسماند باشد.

۴ اصول آزمون

اصول استخراج عمدتاً بر اساس کاهش فاز آهن (III) به فاز انحلال‌پذیرتر آهن (II)، همانند قدرت تشکیل کمپلکس اسکوربات برای استخراج آهن از مواد با درجات پایین نظم می‌باشد. آنالیز با استفاده از روش ICO-AES مطابق با بند ۳ کتابنامه انجام شود.

۵ وسایل

در این استاندارد وسایل زیر باید مورد استفاده قرار بگیرند. همه مواد در تماس با نمونه (مواد یا واکنشگرها)، برای تعیین یا جذب ترکیبات مورد نظر، باید عاری از آلودگی با هر ترکیب دیگری باشند.

۱-۵ لوله‌های سانتریفیوژ

از لوله‌های پلی کربنات با اندازه مناسب استفاده شود و مطابق با بند ۲-۱ شستشو داده شود.

۲-۵ سانتریفیوژ

ترجیحاً توانایی کار در قدرت g^2 ۳۰۰۰ را داشته باشد. برای سایر شرایط به پیوست الف مراجعه شود.

۳-۵ ماشین لرزاننده^۳ end-over-end

(5 min^{-1} تا 10 min^{-1})

یادآوری - سایر روش‌های تکان دادن که بتوانند نتیجه یکسانی را بدهند نیز مورد استفاده قرار می‌گیرند.

1- Material
2- Gravity
3- Shaking

۴-۵ فیلترهای نگه‌دارنده سرنگ‌ها

فیلترهای با اندازه $0.2 \mu\text{m}$ ، از جنس سلولزاستات و با قطر 30 mm استفاده می‌شود. قبل از استفاده، با 10 ml آب مقطر تمیز شوند.

۵-۵ ظروف پلاستیکی یا شیشه‌ای معمولی آزمایشگاه

مطابق با بند ۲-۱ شستشو داده شوند.

۶-۵ سرنگ پلاستیکی

50 ml و مطابق با بند ۲-۱ شستشو داده شوند.

۷-۵ ترازو

دقت حداقل 1 میلی‌گرم داشته باشد.

۸-۵ تجهیزات غربالگری

با اندازه اجزای توری 2 mm یا 4 mm .

یادآوری - به دلیل غربالگری ممکن است نمونه شسته شده آلوده شود و در مقدار اجزای تشکیل دهنده اثر داشته باشد. برای مثال در رابطه با کبالت و تنگستن از تجهیزات تنگستن کاربرد و در رابطه با نیکل و مولیبدن از تجهیزات استیلی-ضد زنگ، آلودگی ایجاد می‌شود.

۹-۵ تقسیم کننده نمونه

وسیله‌ای برای تقسیم نمودن نمونه‌های آزمایشگاهی است (اختیاری).

۱۰-۵ تجهیزات خرد کننده

خرد کننده فکی یا وسایل برش دهنده.

یادآوری - به دلیل خرد شدن ممکن است نمونه شسته شده آلوده شود و در مقدار اجزای تشکیل دهنده اثر داشته باشد. برای مثال در رابطه با کبالت و تنگستن از تجهیزات تنگستن کاربرد و در رابطه با نیکل و مولیبدن از تجهیزات استیلی-ضد زنگ، آلودگی ایجاد می‌شود.

۱۱-۵ تجهیزات برای هوازدایی با گاز نیتروژن

N_2 با خلوص 99.999% و O_2 کمتر از 0.0003% که نیتروژن به عنوان جریان ثابت، مثلاً با استفاده از شیر کنترل فشار، به کار برده می‌شود.

۵-۱۲ pH متر

با دقت اندازه‌گیری حداقل ± 0.05 واحد pH.

۶ واکنشگرها

واکنشگرهای استفاده شده باید دارای درجه تجزیه‌ای و همچنین آب مورد استفاده باید دارای درجه ۳ مطابق با بند ۲-۸ باشد.

۱-۶ آب

از آب مقطر بدون مواد معدنی با هدایت ویژه تقریباً 0.2 mS/cm در دمای 25°C و pH بیشتر از ۵/۶ استفاده شود.

۲-۶ سدیم هیدروژن کربنات

$$M(\text{NaHCO}_3) = 84.01 \text{ gr/mol}$$

۳-۶ تری سدیم سیترات دو آبه

$$M(\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 294.1 \text{ gr/mol}$$

۴-۶ اسکوربیک اسید (L+)

$$M(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6) = 176.13 \text{ gr/mol}$$
 مناسب برای بیوشیمی،

۵-۶ نیتریک اسید

$$c(\text{HNO}_3) = 0.1 \text{ mol/l}$$

۷ آماده‌سازی نمونه

۱-۷ اندازه نمونه

نمونه‌برداری باید مطابق با راهنمایی‌هایی که برای نمونه‌برداری آماده شده‌اند انجام شوند. به منظور بدست آوردن نماینده نمونه‌های آزمایشگاهی، برای مواد خاکی مطابق با بندهای ۲-۲ الی ۲-۵ و بندهای ۲-۷ و ۲-۹ و برای مواد پسماند مطابق با بند ۲-۱۱ عمل می‌شود. مقدار نماینده نمونه آزمایشگاهی باید حداقل 200 gr

(در حالت خشک) برای نمونه‌های خاک و مواد خاکی و ۲ kg (در حالت خشک) برای مواد پسماند باشد. دستورالعمل‌های زیر برای آماده‌سازی نمونه آورده شده‌اند:

- برای خاک و مواد خاکی مطابق با بند ۲-۱۰

- برای مواد پسماند مطابق با بندهای ۲-۱۲ و ۲-۱۳

از تقسیم کننده نمونه (طبق بند ۵-۹) یا مخروط کردن نمونه برای نمونه‌برداری به روش چهار قسمتی استفاده شود.

یادآوری - مقدار نمونه آزمایشگاهی مورد نیاز وابسته به توزیع اندازه ذرات خاک یا مواد آنالیز شده دارد (به بند ۲ کتابنامه مراجعه شود). مقدار نمونه اشاره شده معمولاً مناسب است. در موارد ویژه مقادیر کمتر نمونه نیز پذیرفته می‌شود؛ برای مثال اگر به دلایل خاصی مقدار ماده در دسترس کم باشد به شرطی که این آزمون همان طور که در بخش‌های ۲-۷ و ۳-۷ مشخص شده‌اند، انجام شود.

هرگونه انحراف (انحرافات) مرتبط با مقدار یا حجم نمونه مورد نیاز باید در گزارش آزمون ثبت شود.

۲-۷ کاهش اندازه ذرات

۱-۲-۷ کلیات

آزمون‌ها باید ترجیحاً روی ماده دریافت شده انجام شوند.

۲-۲-۷ کاهش اندازه ذرات خاک و ماده خاکی

اندازه دانه‌های آماده شده برای آزمون خاک و ماده خاکی باید کوچکتر یا مساوی ۲ mm باشد. اگر بزرگی ذرات ماده منشاء طبیعی نداشته باشد و از ۵٪ (کسر جرمی) تجاوز کند، باید توسط غربال (طبق بند ۵-۸) جدا شده و با استفاده از تجهیزات خرد کننده (طبق بند ۵-۱۰) مناسب خرد شوند. به هیچ‌وجه ماده نباید خیلی نرم شود. ماده با اندازه ذرات بزرگتر موجود در نمونه و با منشاء طبیعی (مانند سنگ‌ها، سنگریزه‌ها، شاخه‌های کوچک) باید جدا شده و دور ریخته شوند. صرف نظر از هرگونه کاهش اندازه مورد نیاز، قسمت جدا شده، به استثنای ماده غیرقابل خرد شدن و دور ریختنی، باید برای تشکیل آزمایش با هم مخلوط شوند. اگر نمونه آزمایشگاهی به دلیل میزان آب موجود در آن قابل خرد شدن یا غربالگری نباشد، تنها در این حالت می‌توان نمونه آزمایشگاهی را تا زمانی که آب آن کاسته شود برای غربالگری خشک کرد. دمای خشک شدن نباید از ۲۵ °C تجاوز کند.

۷-۲-۳ کاهش اندازه ذرات مواد پسماند

برای نمونه مواد پسماند، آزمون باید روی ماده‌ای انجام شود که اندازه ذرات آن حداقل ۹۵٪ (کسر جرمی) کمتر از ۴ mm باشد. بنابراین نمونه آزمایشگاهی باید غربال (طبق بند ۵-۸) شود. اگر اندازه ذرات ماده از ۵٪ (کسر جرمی) تجاوز کند، باید تمام قسمت‌های با اندازه بزرگتر با استفاده از تجهیزات خردکننده (طبق بند ۵-۱۰) مناسب خرد شوند. به هیچ‌وجه نباید ماده خیلی نرم شود. ماده غیر قابل خرد شدن (شامل قسمت‌های فلزی، مانند پیچ‌ها، مهره‌ها و قراضه‌ها) موجود در نمونه باید جدا شوند و همچنین جرم و طبیعت مواد باید ثبت شوند. روش به کار رفته برای کاهش ذرات باید مستند باشد و در گزارش آزمون ذکر شود. صرف نظر از هرگونه کاهش اندازه مورد نیاز، قسمت جدا شده، به استثنای ماده غیر قابل خرد شدن و ماده استفاده شده مطابق پاراگراف دوم بعد از یادآوری ۱، باید برای تشکیل آزمایش با هم مخلوط شوند. اگر نمونه آزمایشگاهی به دلیل میزان آب موجود در آن قابل خرد شدن یا غربالگری نباشد، تنها در این حالت می‌توان نمونه آزمایشگاهی را تا زمانی که آب آن کاسته شود، برای غربالگری خشک کرد. دمای خشک شدن نباید از ۲۵°C تجاوز کند. هرگونه انحراف لازم از روش اجرایی خشک شدن باید در گزارش آزمون ذکر شود.

یادآوری ۱- اندازه مواد فیبری و پلاستیک‌ها معمولاً پس از عملیات سرمایشی کاهش می‌یابد.

هرگونه مرحله خشک کردن می‌تواند خواص دیگری از مواد پسماند را تغییر دهد. باید دقت شود که این چنین تغییراتی به حداقل برسد.

به منظور کاهش آلودگی‌هایی که ممکن است طی غربالگری، تکه تکه کردن و تقسیم کردن ایجاد شود، توصیه می‌شود؛ که قبل از آماده‌سازی آزمایش، قسمتی از نمونه آزمایشگاهی با تجهیزات غربالگری، تکه تکه شدن، تقسیم شدن فراوری شود و بعد از آن دور ریخته شود. این پیشنهاد، آلودگی‌های توصیف شده در یادآوری‌های ذکر شده در بندهای ۵-۸ و ۵-۱۰ را پوشش نمی‌دهد.

یادآوری ۲- تفاوت‌های مهمی که ممکن است در نتایج آزمون سنگ‌شویی برای ماده داده شده اتفاق بیفتد، به روش اجرایی خرد کردن و مواد پسماندی که خرد می‌شود بستگی دارد. تفاوت‌های مربوط به اندازه ذرات با تعیین توزیع اندازه ذرات آشکار می‌شود. باید دقت شود در مورد یک محدوده باریک از توزیع اندازه ذرات، به ویژه در قسمت فوقانی دامنه ذرات، تفاوت‌های سنگ‌شویی ممکن است افزایش یابد.

۳-۷ اندازه‌گیری میزان آب

میزان آب موجود در نمونه مطابق با بند ۲-۶ در دمای °C (5 ± 10.5) بر روی آزمونه جدا شده اندازه‌گیری می‌شود. اگر نمونه خاک قبل از انجام آزمون در هوا خشک شود، میزان ماده خشک در نمونه خشک شده در هوا نیز باید اندازه‌گیری شود.

۸ روش انجام آزمون

۱-۸ آماده‌سازی محلول استخراج کننده

محلولی از ۵۰ gr سدیم هیدروژن کربنات (طبق بند ۶-۲) و ۵۰ gr تری سدیم سیترات دو آب (طبق بند ۶-۳) در یک لیتر آب آماده شود. با استفاده از گاز نیتروژن (طبق بند ۵-۱۱) به مدت ۴ ساعت هوازدایی شود. به ازای هر لیتر، ۲۰ gr از اسکوربیک اسید (L+) (طبق بند ۶-۴) به محلول اضافه شود و دوباره با استفاده از گاز نیتروژن (طبق بند ۵-۱۱) تا زمانی که pH نهایی به ۸ برسد، هوازدایی شود. این محلول نمی‌تواند ذخیره شود باید برای هر آزمون به تازگی تهیه شود.

۲-۸ استخراج

با استفاده از ترازو (طبق بند ۵-۷)، مقدار ۱۰ gr (برای مواد کوچکتر یا مساوی ۲ mm) یا مقدار ۲۵ gr (برای مواد کوچکتر از ۴ mm) از ماده خشک شده را توزین و درون یک بطری خشک منتقل شود. مقدار ۲۰۰ ml (برای مواد کوچکتر یا مساوی ۲ mm) یا ۵۰۰ ml (برای مواد کوچکتر از ۴ mm) از محلول استخراجی (طبق بند ۱-۸) به بطری اضافه کرده و درب آن محکم بسته شود. برای ۲۴ ساعت در دمای اتاق تکان داده شود (به بند ۵-۳ مراجعه شود). حجم مشخصی را برای آنالیز برداشته و به مدت ۳۰ دقیقه و با قدرت ۳۰۰۰ g، یا شرایط سانتریفیوژی مناسب دیگری که در پیوست الف شرح داده شده است، سانتریفیوژ شود.

توسط یک سرنگ مواد شناور را برداشته و با استفاده از یک توری $0.2 \mu\text{m}$ (طبق بند ۵-۴) فیلتر شود. ۳ ml اولیه محلول فیلتر شده را دور ریخته و مابقی درون یک بطری جمع‌آوری شود. باقیمانده فیلتراسیون مطابق بند ۲-۱ نگهداری و آنالیز شود.

یادآوری - اگر مشخص شود که ماده خیلی ناهمگن است، برای بدست آوردن نتایجی با تکرارپذیری مناسب می‌توان از مقدار بیشتری آزمونه استفاده شود. اگر از مقدار بیشتری آزمونه استفاده شود، ضروریست که متناسب با آن مقدار حجم محلول استخراجی (طبق بند ۱-۸) استفاده شده نیز افزایش یابد.

استخراج نمونه‌های شاهد نیز باید انجام شود.

۳-۸ تعیین تجزیه‌ای

نمونه اسیدی فیلتر شده (به بند ۲-۸ مراجعه شود). با استفاده از روش ICP-AES، مطابق با بند ۳ کتابنامه آنالیز شود.

۹ روش محاسبه

غلظت آهن با استفاده از معادله (۱) برحسب میلی‌مول بر کیلوگرم (mmol/kg) از نمونه خاک خشک، محاسبه می‌شود.

$$c_{Fe} = \left(\rho_{Fe} - \rho_{Fe,b} \right) \times \frac{V}{m} \times \frac{(100 + w_w)}{100} \times \frac{1}{55.85} \quad (1)$$

که در آن:

c_{Fe} غلظت آهن استخراج شده از نمونه براساس ماده خشک برحسب میلی‌مول بر کیلوگرم (mmol/kg)؛

ρ_{Fe} غلظت جرمی آهن بعد از فیلتراسیون برحسب میلی‌گرم بر لیتر (mg/l)؛

$\rho_{Fe,b}$ غلظت جرمی آهن در نمونه شاهد برحسب میلی‌گرم بر لیتر (mg/l)؛

V حجم محلول استفاده شده برای استخراج بر حسب میلی‌لیتر (ml)؛

m جرم آزمون برحسب گرم (gr)؛

w_w میزان آب تعیین شده مطابق با بند ۲-۶، بر اساس درصد جرمی.

۱۰ بیان نتایج

غلظت آهن استخراج شده موجود در نمونه بر اساس ماده خشک برحسب میلی‌مول بر کیلوگرم (mmol/kg) گزارش شود.

۱۱ گزارش آزمون

گزارش آزمون حداقل باید شامل جزئیات زیر باشد:

۱-۱۱ ارجاع به این استاندارد ملی؛

۲-۱۱ هرگونه اطلاعات لازم برای شناسایی کامل نمونه؛

- ۳-۱۱ ارجاع به روش استفاده شده برای اندازه‌گیری تجزیه‌ای برای مثال طبق بند ۳ کتابنامه؛
- ۴-۱۱ نتایج بدست آمده؛
- ۵-۱۱ هرگونه جزئیات اختیاری یا انحرافی از ویژگی‌های اشاره شده در این استاندارد ملی و هرگونه اثرات
تاثیرگذار بر نتایج؛
- ۶-۱۱ تاریخ انجام آزمون؛
- ۷-۱۱ نام و نام خانوادگی و امضا آزمون کننده.

پیوست الف

(اطلاعاتی)

شرایط مربوط به سانتریفیوژ

الف-۱ کلیات

مطابق این استاندارد، اولین مرحله جداسازی جامد/مایع باید توسط سانتریفیوژ کردن انجام شود. توصیه می‌شود که سانتریفیوژ به مدت ۳۰ دقیقه و با قدرت g ۳۰۰۰ انجام شود.

با این وجود ممکن است در شرایط دیگر سانتریفیوژ (زمان کوتاه‌تر و سرعت بالاتر سانتریفیوژ یا زمان طولانی‌تر و سرعت کمتر سانتریفیوژ) به همان راندمان جداسازی دست یافت. به منظور اطمینان از تکرارپذیر بودن نتایج کار سانتریفیوژ، هنگامی که از روش توصیه شده برای سانتریفیوژ، انحرافی پیدا شد باید موارد زیر در نظر گرفته شود.

به طور کلی نیروی گریز از مرکز نسبی ($F_{c,r}$ برحسب g) وابسته به سرعت چرخش، n (بر حسب دور بر دقیقه min^{-1}) و شعاع چرخش، r (بر حسب cm) و توسط معادله (الف-۱) محاسبه می‌شود:

$$F_{c,r} = 0.00001118 \times (n)^2 \times r \quad (\text{الف-۱})$$

علاوه بر موارد ذکر شده، هر چرخنده یک فاکتور k ویژه دارد که راندمان تجمع آن را نشان می‌دهد. فاکتور k پایین‌تر، به تجمع کاراتر منجر خواهد شد.

این فاکتور می‌تواند در تعیین زمان مورد نیاز برای عمل سانتریفیوژ تکرارپذیر در سرعت‌های چرخش متفاوت نیز استفاده شود. فاکتور k می‌تواند با استفاده از معادله (الف-۲) محاسبه شود:

$$k = \frac{2.53 \times (\ln r_{\max} - \ln r_{\min})}{(n)^2} \times 10^{11} \quad (\text{الف-۲})$$

که در آن:

k فاکتور ویژه چرخش؛

r_{\max} بیشینه شعاع از مرکز برحسب سانتیمتر (cm)؛

r_{\min} کمینه شعاع از محور برحسب سانتیمتر (cm)؛

n سرعت چرخش برحسب دور بر دقیقه (min^{-1}) است.

برای محاسبه زمان مورد نیاز در سرعت‌های چرخش متفاوت و داشتن نتایج سانتیفریوز یکسان، باید فاکتورهای k برای هر دو سرعت محاسبه شوند. با استفاده از معادله (الف-۳) زمان‌های مورد نیاز تعیین می‌شوند:

$$t_a = t_b \cdot \frac{k_a}{k_b} \quad (\text{الف-۳})$$

که در آن:

k_a فاکتور ویژه چرخش در سرعت چرخش a؛

k_b فاکتور ویژه چرخش در سرعت چرخش b؛

t_a زمان سانتیفریوز برای سرعت چرخش a بر حسب دقیقه (min)، در این زمان لازم است به یک

راندمان جداسازی یکسان، همانند سرعت چرخش b در زمان t_b دست یافت؛

t_b زمان سانتیفریوز برای سرعت چرخش b بر حسب دقیقه (min) است.

الف-۲ مثالی برای نحوه محاسبه

ابعاد چرخنده $r = 6 \text{ cm}$ ، $r_{\min} = 3 \text{ cm}$ ، $r_{\max} = 9 \text{ cm}$

n مورد نیاز برای نیروی گریز از مرکز $F_{c,r} = 3000 \text{ g}$ (به معادله

(الف-۱) مراجعه شود):

$$n = \sqrt{\frac{3000}{0.00001118 \times 6}} = 6694 \text{ min}^{-1}$$

n مطلوب: 3000 min^{-1}

سوال: برای سرعت چرخش $n = 6694 \text{ min}^{-1}$ به 30 دقیقه زمان نیاز است حال زمان مورد نیاز برای سرعت

چرخش 3000 min^{-1} را بدست آورید؟

ابتدا باید فاکتورهای k_a و k_b محاسبه شوند (به معادله (الف-۲) مراجعه شود):

الف- 6694 min^{-1}

$$k_{6694} = \frac{2.53 \times (\ln 9 - \ln 3)}{(6694)^2} \times 10^{11} = 6203$$

ب- 3000 min^{-1}

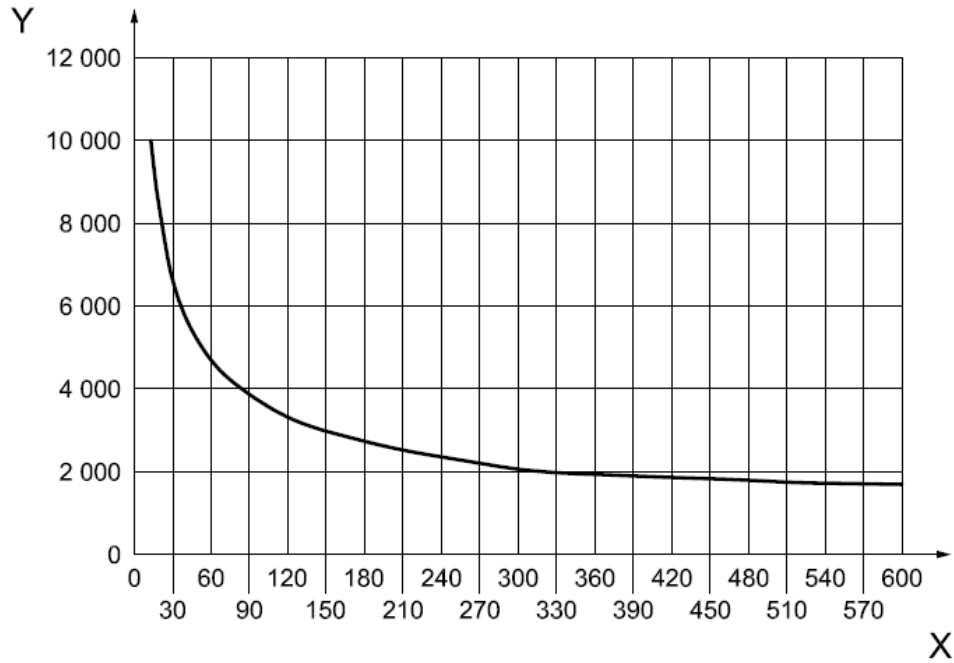
$$k_{3000} = \frac{2.53 \times (\ln 9 - \ln 3)}{(3000)^2} \times 10^{11} = 30883$$

زمان مورد نیاز برای سرعت چرخش 3000 min^{-1} (به معادله (الف-۳) مراجعه شود):

$$t_{3000} = 30 \times \frac{30883}{6203} = 149.4 \text{ min}$$

جواب: در سرعت چرخش 3000 min^{-1} زمان سانتریفیوژ باید ۱۴۹ دقیقه باشد.

برای ابعاد چرخش که در بالا توصیف شده است شکل الف-۱ زمان سانتریفیوژ (t) را بر حسب سرعت چرخش (n) نشان می‌دهد (بر اساس g برای ۳۰ دقیقه):



راهنما:

X زمان سانتریفیوژ بر حسب دقیقه (min)

Y سرعت چرخنده بر حسب دور بر دقیقه (r/min)

شکل الف-۱- نمودار زمان سانتریفیوژ (t) بر حسب سرعت چرخش (n) برای ابعاد توصیف شده در بالا

پيوسٽ ب

(اطلاعاتي)

ڪتابنامہ

- [1] ISO 11074:2005, Soil quality – Vocabulary.
- [2] ISO 11277, Soil quality - Determination of particle size distribution in mineral soil material - Method by sieving and sedimentation.
- [3] ISO 11885, Water quality - Determination of selected elements by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES).
- [4] ISO/TS 21268-4, Soil quality - Leaching procedures for subsequent chemical and ecotoxicological testing of soil and soil materials - Part 4: Influence of pH on leaching with initial acid/base addition.
- [5] Ferdelman, D.G. The distribution of sulphur, iron, manganese, copper, and uranium in a saltmarsh sediment core as determined by a sequential extraction method. MSc thesis, University of Delaware, 1988.
- [6] Kostka, J.E., Luther III, G.W., 1994. Partitioning and speciation of solid phase iron in saltmarsh sediments. *Geochimica et cosmochimica acta*, Vol 58 (7), pp. 1701-1710.
- [7] Dzombak, D.A., Morel, F.M.M. Surface complexation modelling: hydrous ferric oxide; John Wiley & Sons: New York, 1990.
- [8] Gfeller, M., Schulin, R., ETH Zürich, <http://www.randomdots.net>