



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۰۰۸۳

چاپ اول

۱۳۹۴

INSO

20083

1st.Edition

2016

لجن، پسماند زیستی تصفیه شده و خاک -
هضم عناصر محلول در تیزاب سلطانی

**Sludge, treated biowaste and
soil — Digestion of aqua regia
soluble fractions of elements**

ICS:13.030.01;13.080.10

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 حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های فنی مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به‌عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شوند 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 می‌دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به‌عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی‌شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، 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

« لجن، پسماند زیستی تصفیه شده و خاک - هضم عناصر محلول در تیزاب سلطانی »

رئیس:

جرفی، سهند
(دکتری بهداشت محیط)

سمت و / یا نمایندگی

هیات علمی دانشگاه علوم پزشکی جندی
شاپور اهواز

دبیر:

پولاد زاده، اعظم
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

آذریان، علیرضا
(فوق لیسانس محیط زیست)

اداره کل محیط زیست استان خوزستان

بابائی، علی اکبر
(دکتری مهندسی بهداشت محیط)

هیات علمی دانشگاه جندی شاپور اهواز

بورد، لیلا
(لیسانس میکروبیولوژی)

کارشناس آزمایشگاه میکروبیولوژی
پژوهشکده تکنولوژی تولید جهاد دانشگاهی
خوزستان

جلال زاده اصفهانی، مهرانوش
(لیسانس شیمی کاربردی)

کارشناس

دایی، مینا
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد خوزستان

سعادت، سجاد
(فوق لیسانس محیط زیست)

کارشناس پسماند شهرداری اهواز

سقانژاد، سید جعفر
(دکتری شیمی آلی)

سرپرست مرکز خدمات تخصصی شیمی،
پژوهشکده تکنولوژی تولید جهاد دانشگاهی

کارشناس اداره کل استاندارد خوزستان

فتاحی نیا، مهناز
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس معاونت بهداشت دانشگاه جندی
شاپور

فیلیان، فرشته
(فوق لیسانس مهندسی بهداشت محیط)

کارشناس اداره کل استاندارد خوزستان

مهرمولایی، فاطمه
(فوق لیسانس شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ه	پیش گفتار
و	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۳	۴ اصول آزمون
۴	۵ مزاحمت ها و منابع خطا
۴	۶ مواد و واکنشگرها
۵	۷ وسایل
۵	۸ روش انجام آزمون
۸	۹ گزارش آزمون
۹	پیوست الف (اطلاعاتی) کتابنامه

پیش گفتار

استاندارد " لجن، پسماند زیستی تصفیه شده و خاک - هضم عناصر محلول در تیزاب سلطانی" که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت زرگستر روبینا تهیه و تدوین شده است و در نود و ششمین اجلاس کمیته ملی استاندارد محیط زیست مورخ ۹۴/۱۱/۱۹ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن‌ماه 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 تجدیدنظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر 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:

BS EN 16174 : 2012, Sludge, treated biowaste and soil — Digestion of aqua regia soluble fractions of elements

مقدمه

این روش برای هضم چندعنصری لجن، پسماند زیستی تصفیه شده و خاک توسط تیزاب سلطانی، قبل از آنالیز در نظر گرفته شده است. مشخص شده که هضم نمونه‌های زیست محیطی با تیزاب سلطانی لزوماً منجر به تجزیه کامل نشده و عصاره نمونه ممکن است غلظت کل آنالیت‌های هدف را منعکس نکند. با این وجود برای اغلب کاربردهای زیست محیطی، نتیجه حاصله مناسب می باشد.

این استاندارد برای انواع بافت‌های مشخص شده در جدول ۱ (برای نتایج اعتبارسنجی مرجع [۱۹] را ببینید) کاربرد داشته و اعتبارسنجی شده است.

جدول ۱- بافت‌هایی که این استاندارد در مورد آنها کاربرد داشته و اعتبارسنجی شده است.

مواد استفاده شده در اعتبارسنجی	بافت
لجن شهری لجن صنعتی لجن حاصل از صنایع الکترونیک لجن پسماند جوهر لجن فاضلاب	لجن
کمپوست لجن کمپوست شده	پسماند زیستی (روش الف)
خاک کشاورزی خاک‌های اصلاح شده با لجن	خاک

هشدار- افرادی که از این استاندارد استفاده می‌کنند باید با آیین کار معمول آزمایشگاهی آشنایی داشته باشند. واکنشگرهای استفاده شده در این استاندارد به شدت خورنده و تا حدودی بسیار سمی هستند. اقدامات ایمنی نه تنها به دلیل واکنشگرهای به شدت خورنده بلکه به دلیل فشار و دمای بالا، قطعاً لازم است.

استفاده از دستگاه ریزموج آزمایشگاهی با وسایل ایمنی ایزوله مقاوم در برابر خوردگی نیاز است. ریزموج از نوع خانگی نباید استفاده شود، زیرا خوردگی با بخارات اسیدی ممکن است عملکرد وسایل ایمنی را به خطر انداخته و مانع خاموش شدن ماگنترون هنگام باز بودن در ریزموج شده که در نتیجه باعث قرارگیری کاربر در معرض انرژی ریزموج می‌شود.

تمام روش‌های انجام آزمون باید زیر هود بخار یا تجهیزات با تهویه اجباری در بسته، انجام شوند. با استفاده از واکنشگرهای اکسند قوی، خصوصاً در مورد نمونه‌های با مقدار مواد آلی زیاد، احتمال تشکیل حدواسط‌های آلی منفجره وجود دارد. از باز کردن ظروف تحت فشار، قبل از سرد شدن اجتناب کنید. از تماس با مواد شیمیایی و محصولات گازی واکنش خودداری نمایید.

ضروری است که آزمون‌های این استاندارد ملی، توسط کارکنانی که به طور مناسب آموزش دیده‌اند، انجام شود.

لجن، پسماند زیستی تصفیه شده و خاک - هضم عناصر محلول در تیزاب سلطانی

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین دو روش برای هضم لجن، پسماند زیستی تصفیه شده و خاک توسط تیزاب سلطانی می باشد.

این استاندارد ملی برای عناصر زیر کاربرد دارد.

آلومینیم (Al)، آنتیموان (Sb)، آرسنیک (As)، باریوم (Ba)، برلیوم (Be)، بیسموت (Bi)، بور (B)، کادمیم (Cd)، کلسیم (Ca)، سزیم (Ce)، سزیم (Cs)، کروم (Cr)، کبالت (Co)، مس (Cu)، دیسپروزیوم (Dy)، اربیم (Er)، یوروپیم (Eu)، گادولینیم (Gd)، گالیم (Ga)، ژرمانیم (Ge)، طلا (Au)، هافنیم (Hf)، هولمیم (Ho)، ایندیم (In)، ایریدیم (Ir)، آهن (Fe)، لانتان (La)، سرب (Pb)، لیتیم (Li)، لوتسیم (Lu)، منیزیم (Mg)، منگنز (Mn)، جیوه (Hg)، مولیبدن (Mo)، نئودیمیم (Nd)، نیکل (Ni)، پالادیم (Pd)، فسفر (P)، پلاتین (Pt)، پتاسیم (K)، پرازئودیمیم (Pr)، روییدیم (Rb)، رنیم (Re)، رودیم (Rh)، روتنیم (Ru)، ساماریوم (Sm)، اسکاندیم (Sc)، سلنیم (Se)، سیلیسیم (Si)، نقره (Ag)، سدیم (Na)، استرانسیم (Sr)، گوگرد (S)، تلوریم (Te)، تربیم (Tb)، تالیوم (Tl)، توریم (Th)، تولیم (Tm)، قلع (Sn)، تیتانیوم (Ti)، تنگستن (W)، اورانیم (U)، وانادیم (V)، ایتریم (Yb)، ایتریم (Y)، روی (Zn) و زیرکونیم (Zr).

این استاندارد ممکن است برای هضم عناصر دیگر نیز کاربرد داشته باشد.

هضم با تیزاب سلطانی ضرورتاً با تجزیه کل نمونه همراه نخواهد بود. غلظت‌های آنالیت استخراج شده ممکن است لزوماً کل مقدار در نمونه را منعکس نکند.

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 ۱۷۲۸، آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه، ویژگی‌ها و روش‌های آزمون

2-2 EN 15936, Sludge, treated biowaste, soil and waste — Determination of total organic carbon (TOC) by dry combustion

2-3 EN 16179, Sludge, treated biowaste and soil — Guidance for sample pretreatment

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود:

۱-۳ تیزاب سلطانی

محلول هضم حاصل از مخلوط کردن یک حجم نیتریک اسید غلیظ و سه حجم هیدروکلریک اسید غلیظ تهیه می باشد.

۴ اصول آزمون

عمل هضم بر روی آزمون با تیزاب سلطانی مطابق یکی از روش‌های گرمایشی زیر انجام می‌شود:
روش الف: جوشاندن تحت تقطیر برگشتی به مدت ۲ ساعت، همراه با صاف کردن و تنظیم حجم در یک بالن حجم سنجی؛
روش ب: هضم توسط ریزموج در دمای $(175 \pm 5)^\circ\text{C}$ به مدت (1 ± 10) دقیقه در یک ظرف دربسته همراه با صاف کردن و تنظیم حجم در یک بالن حجم سنجی.

۵ مزاحمت‌ها و منابع خطا

به دلیل فراریت بعضی از ترکیبات باید توجه کرد که نمونه قبل از هضم حرارت نبیند و هرگونه محصولات واکنش فرار تشکیل شده در طول هضم، رها نشوند.
غلظت‌های زیاد اسید و ماده حل شونده در محلول هضم می‌تواند باعث مزاحمت در اندازه‌گیری شود.
از ایجاد آلودگی باید اجتناب کرد. شیشه حاوی بور، سدیم، پتاسیم و آلومینیوم می‌تواند نمونه‌ها را آلوده کند. اطمینان حاصل کنید که آزمون در ظرف هضم در تماس با مخلوط اسید باشد.
بعضی از عناصر خاص می‌توانند با یون‌های موجود در محلول هضم برای مثال کلریدها، فلئوریدها و سولفات‌های کم محلول، تشکیل رسوب داده و حذف شوند.

۶ مواد و/یا واکنشگرها

در کل آزمون، فقط از اسیدها و واکنشگرهای با درجه خلوص تجزیه‌ای مشخص به منظور جلوگیری از مقادیر زیاد شاهد برای اندازه‌گیری‌های تجزیه‌ای بعدی استفاده کنید. در کل روش کار، از یک محلول شاهد استفاده کرده و تمام مراحل را با همان مقادیر اسید استفاده شده در روش انجام آزمون، ولی بدون نمونه به کار ببرید.

۱-۶ آب، آب درجه ۲ یا بهتر مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸

۲-۶ هیدروکلریک اسید (HCl)، با غلظت 12 mol/l و جرم حجمی 1.18 kg/l

۳-۶ نیتریک اسید (HNO_3)، با غلظت 15 mol/l و جرم حجمی 1.4 kg/l

۴-۶ نیتریک اسید (HNO_3)، با غلظت 0.5 mol/l و جرم حجمی 1.0 kg/l

۳۵ ml از نیتریک اسید (بند ۳-۶) را تا یک لیتر با آب (بند ۱-۶) رقیق کنید.

۵-۶ عامل ضد کف، برای مثال n-دودکان ($\text{C}_{12}\text{H}_{26}$) یا اکتانول ($\text{C}_8\text{H}_{18}\text{O}$) مناسب می‌باشند.

۷ وسایل

از وسایل معمول آزمایشگاهی استفاده کنید. تمام ظرف‌های شیشه‌ای و پلاستیکی باید به منظور اجتناب از آلودگی، به اندازه کافی تمیز شده و نگاه‌داری شوند. بسته به غلظت عنصر مورد نظر، باید نسبت به تمیزکاری ظروف توجه ویژه‌ای نمود.

۱-۷ وسایل مورد استفاده در روش الف

۱-۱-۷ **ظرف هضم**، شکل ۱ را ببینید، ظروف مقاوم در برابر دما و فشار با اندازه مناسب برای جادادن مخلوط نمونه و محلول هضم، برای مثال ظرف شیشه ای ۲۵۰ ml. دیواره داخلی ظرف باید خنثی بوده و نباید موادی را به محلول هضم بیش از خلوص مورد نیاز برای تجزیه نمونه وارد کند.

یادآوری ۱ - ظروف کوارتز را می توان به جای ظروف شیشه ای استفاده کرد.

یادآوری ۲ - ممکن است لازم باشد به طور متناوب ظروف واکنش را با سورفاکتانت مناسب برای خارج ساختن رسوبات چسبیده شستشو داد.

۲-۱-۷ **مبرد تقطیر برگشتی** سازگار با ظرف هضم (بند ۷-۱-۱).

۳-۱-۷ **ظرف جذب**، تله گونه های فرار، در یک سیستم هضم باز با قابلیت به دام اندازی یک یا تعداد بیشتری گونه فرار، سازگار با مبرد تقطیر برگشتی (بند ۷-۱-۲).

۴-۱-۷ **وسیله گرمایش**، برای مثال منتل حرارتی، با کنترل ترمواستاتیک یا یک ترمواستات با قطعه آلومینیومی.

۲-۷ وسایل مورد استفاده در روش ب

۱-۲-۷ **ظرف هضم**، برای هضم با ریزموج تحت فشار، ترجیحا برای حجم ۱۰۰ ml، مقاوم در برابر واکنشگر، دما و فشار، با اندازه مناسب برای جادادن مخلوط نمونه و محلول هضم. ظرف باید برای کاربرد ایمن در بازه مورد کاربرد دما و فشار مناسب بوده و قابلیت تحمل فشارهای تا حداقل ۳۰۰۰ kPa را داشته باشد.

ظروف هضم از جنس پرفلوئورو آلوکسیل آلکان (PFA)^۱، پلی تترا فلئورو اتان (PTFE)^۲ اصلاح شده یا شیشه کوارتز و مجهز به سیستم آزادسازی ایمن فشار، برای اجتناب از انفجار ظرف، باید مورد استفاده قرار گیرد. دیواره داخلی ظرف باید خنثی بوده و نباید موادی را به محلول هضم بیش از خلوص مورد نیاز برای تجزیه نمونه وارد کند.

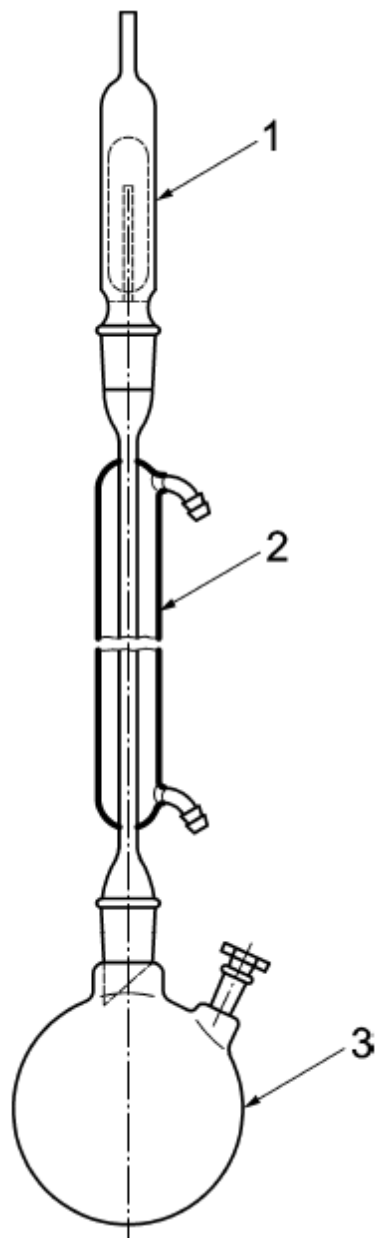
یادآوری - ممکن است لازم باشد به طور متناوب ظروف واکنش را با سورفاکتانت مناسب برای خارج ساختن رسوبات چسبیده شستشو داد.

۲-۲-۷ **سیستم هضم ریزموج**، مقاوم در برابر خوردگی و با تهویه مناسب. تمام بخش‌های الکترونیکی دستگاه به منظور کارکرد ایمن باید در برابر خوردگی محافظت شوند.

از یک گرم‌خانه ریزموج با درجه آزمایشگاهی دارای مکانیسم‌های کنترل بازخورد دمایی استفاده کنید.

1- Perfluoro alkoxy alkane

2- Polytetrafluoroethene



راهنما:

- | | |
|---|-------------------|
| 1 | ظرف جذب داخلی |
| 2 | مبرد تقطیر برگشتی |
| 3 | ظرف هضم |

شکل ۱- ظرف هضم (بند ۱-۷)، مبرد تقطیر برگشتی (بند ۲-۷)، و ظرف جذب (بند ۳-۷) سوار شده

توصیه می شود سیستم هضم ریزموج قادر به کنترل دما با درستی $\pm 5^{\circ}\text{C}$ و تنظیم خودکار توان خروجی زمینه ریزموج با حساسیت دو ثانیه باشد. درستی حسگرهای دمایی باید تا $\pm 2^{\circ}\text{C}$ و دمای واکنش نهایی $^{\circ}\text{C}$ (5 ± 175) باشد. کنترل بازخورد دما مکانیسم عملکرد اولیه روش را فراهم می کند. به دلیل تغییر در انواع

بافت نمونه و تجهیزات هضم ریزموج (یعنی، انواع مختلف ظروف و طرح‌های ریزموج)، کنترل دما در طول هضم برای گرمایش تجدیدپذیر ریزموج و داده‌های قابل مقایسه حائز اهمیت است. درستی سیستم اندازه‌گیری دما بهتر است در یک دمای افزایش یافته طبق دستورکار سازنده به صورت دوره-ای، کنترل شود. چنانچه دما از دمای اندازه‌گیری شده با یک سیستم اندازه‌گیری دمای کالیبره شده خارجی، بیش‌تر از 2°C اختلاف داشته باشد، توصیه می‌شود سیستم اندازه‌گیری دمای ریزموج کالیبره شود.

۳-۲-۷ صفحه چرخان، با سرعت حداقل سه دور در دقیقه

۳-۷ ظروف نمونه، هر دو نوع شیشه‌ای و پلاستیکی مناسب هستند.

تمام ظروف باید به اندازه کافی با اسید تمیز شده و به منظور جلوگیری از آلودگی در اسید نگه‌داری شوند.

۴-۷ کاغذ صافی، مقاوم در برابر تیزاب سلطانی

۵-۷ بالن حجم سنجی، معمولاً با ظرفیت اسمی ۵۰ ml یا ۱۰۰ ml

۶-۷ ترازوی تجزیه‌ای، با درستی 0.1 mg یا بهتر

۷-۷ کمک جوش، گرانول‌های ضد پاشش یا دانه‌های شیشه‌ای با قطر ۲ mm الی ۳ mm که قبلاً اسید

شویی شده‌اند

۸ روش انجام آزمون

۱-۸ کلیات

به جز در موارد ذکر شده، روی نمونه یک پیش آماده‌سازی مطابق استاندارد EN 16179، انجام دهید.

۲-۸ آزمون شاهد

به موازات اندازه‌گیری، یک هضم شاهد واکنشگر، با همان روش و مقدار مشابه همه واکنشگرهای استفاده شده در اندازه‌گیری، اما با حذف آزمون انجام دهید.

یادآوری- اندازه‌گیری شاهد برای تعیین مقدار عددی حاصل از محلول استخراج‌کننده، ظروف شیشه‌ای و کاغذ صافی به کار رفته، استفاده می‌شود.

۳-۸ روش الف: گرمایش حرارتی تحت شرایط تقطیر برگشتی

تقریباً ۳ g آزمون را با تقریب ۰.۰۱ g وزن کرده و آن را به یک ظرف هضم (بند ۱-۱-۷) منتقل کنید. برای نمونه‌های خشک، آزمون را با حدود ۰.۵ ml تا ۱.۰ ml آب (بند ۱-۶) مرطوب کنید و در صورت لزوم، برای کاهش کف کردن، به مخلوط (0.1 ± 0.1) ml هیدروکلریک اسید (بند ۲-۶) و (0.1 ± 0.1) ml نیتریک اسید (بند ۳-۶) قطره قطره اضافه کنید. مبرد تقطیر برگشتی (بند ۲-۱-۷) را به ظرف هضم (بند ۱-۱-۷) متصل کنید. ظرف جذب (بند ۳-۱-۷) را با حدود ۱۵ ml نیتریک اسید (بند ۴-۶) پر کنید. ظرف جذب را به مبرد تقطیر برگشتی متصل کنید و در دمای اتاق به حال خود رها کنید تا خروج هرگونه گاز متوقف شده و امکان اکسیداسیون آهسته مواد آلی در نمونه میسر گردد.

یادآوری: زمان ماند در دمای اتاق می تواند بر روی نرخ هضم توسط تیزاب سلطانی موثر باشد. به دلایل مقایسه ای روش، توصیه می شود حرارت دادن را به محض توقف اولین واکنش شدید، آغاز کنید.

۳۰ ml تیزاب سلطانی تنها برای اکسیداسیون حدود ۰/۵ g کربن آلی مناسب می باشد. در صورتی که در مورد مقدار کربن موجود شک دارید، مقدار کربن موجود در نمونه را تخمین بزنید یا کربن آلی کل (TOC)^۱ را مطابق EN 15936 تعیین کنید. اگر بیش از ۰/۵ g کربن آلی در نمونه وجود دارد به صورت زیر عمل کنید.

بگذارید اولین واکنش با تیزاب سلطانی فروکش کند. سپس ۱ ml اضافی از نیتریک اسید (بند ۶-۳) تنها به ازای هر ۰/۱ g کربن آلی بیشتر از ۰/۵ g اضافه کنید. در هر نوبت کمتر از ۱۰ ml نیتریک اسید اضافه کنید، و قبل از ادامه، اجازه دهید هر واکنشی فروکش کند.

ظرف هضم (بند ۷-۱-۱) را به وسیله حرارتی (بند ۷-۱-۴) متصل کنید و دمای مخلوط واکنش را تا رسیدن به شرایط تقطیر برگشتی بالا برده و به مدت ۲ ساعت در این حالت نگه دارید. اطمینان حاصل کنید که منطقه تراکم پایین تر از یک سوم ارتفاع مبرد تقطیر برگشتی قرار دارد. سپس بگذارید سرد شود. محتوای ظرف جذب را از طریق مبرد تقطیر برگشتی به ظرف واکنش اضافه کنید. با ۱۰ ml دیگر از نیتریک اسید رقیق (بند ۶-۴) ظرف جذب و مبرد را آبکشی کنید.

حدود ۲۰ ml آب اضافه کرده و نمونه را از طریق یک غشا یا کاغذ صافی (بند ۷-۴) مقاوم در برابر اسید درون یک بالن حجم سنجی ۱۰۰ ml صاف کنید. باقیمانده صافی را با نیتریک اسید رقیق (بند ۶-۴) شستشو داده و با آب به حجم برسانید.

به طور جایگزین روش دیگری را می توان به کاربرد، به طوری که تنظیم حجم باقیمانده جامد بلافاصله بعد از استخراج، همراه با صاف کردن یا سانترفیوژ محلول نمونه برای اندازه گیری نهایی انجام شود.

اکنون محلول اندازه گیری برای آنالیز عناصر مورد نظر، با روش های تجزیه عنصری مناسب آماده است. چنانچه محلول اندازه گیری حاوی ذراتی است که به دلیل رسوب کردن ممکن است باعث انسداد مه پاش شوند یا در تزریق نمونه به دستگاه مزاحمت ایجاد کنند، می توان نمونه را سانترفیوژ نموده یا به نمونه اجازه ته نشینی داد یا آن را صاف کرد.

۴-۸ روش ب: گرمایش ریزموج با کنترل دمایی در محدوده $(5 \pm 175)^\circ\text{C}$

حداکثر ۲ گرم نمونه (معمولا ۰/۵ g تا ۱ g نمونه خشک) با محتوای کربن آلی کمتر از ۰/۵ g را با درستی ۰/۰۱ g وزن کرده و آن را به ظرف هضم (بند ۷-۲-۱) منتقل کنید.

مطابق راهنمایی های شرکت سازنده، حد بالای جرم آزمون را باید مد نظر قرار داد.

آزمون را با چند قطره آب (بند ۶-۱) مرطوب کنید. به طور جداگانه (0.1 ± 6) ml هیدروکلریک اسید (بند ۶-۲) و (0.1 ± 2) ml نیتریک اسید (بند ۶-۳) اضافه کرده و به خوبی مخلوط کنید.

اگر واکنش شدید اتفاق افتاد، اجازه دهید واکنش فروکش کند، سپس درپوش ظرف را ببندید. در صورت کف کردن بیش از حد، یک قطره عامل ضد کف (بند ۶-۵) اضافه کنید.

درپوش ظرف هضم را مطابق دستورکار سازنده قرار دهید. پیش از هضم، ظرف را وزن کنید. ظروف نمونه را در تمام موقعیت‌های گردانه ریزموج (معمولا موقعیت های ۶، ۱۲، ۱۶ یا ۴۰) قرار دهید. در صورتی که تعداد کمتری نمونه نسبت به موقعیت‌های ظروف، موجود است، ظروف را با مقدار مشابه تیزاب سلطانی بدون نمونه پر کنید. این کار به دلیل اطمینان از جذب یکسان انرژی ریزموج در طول هر فرآیند هضم می‌باشد. این روش، روش عملیاتی تعریف شده‌ای بوده و به منظور دستیابی به هضم سازگار نمونه‌ها با شرایط واکنش مشخص، طراحی شده است. دمای مخلوط هضم در هر ظرف باید با نرخ گرمایش تقریبی $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ تا $15^{\circ}\text{C}/\text{min}$ تا دمای $(175 \pm 5)^{\circ}\text{C}$ بالا رفته و به مدت (1 ± 1) دقیقه در این دما باقی بماند. تا دمای اتاق خنک شود.

هشدار- افزایش بسیار زیاد دما ممکن است سبب واکنش شدید و گرماده در محلول هضم با افزایش زیاد فشار و عمل کردن شیر اطمینان شود. احتمال اتلاف آنالیت وجود دارد.

در پایان برنامه ریزموج، اجازه دهید ظروف مطابق دستورکار سازنده پیش از خروج آنها از سیستم ریزموج، خنک شوند. خنک‌سازی ظروف را می‌توان با دستگاه خنک‌ساز داخلی با بیرونی تسریع داد.

پس از رسیدن به دمای اتاق، کنترل کنید که در کل فرایند هضم، ظروف ریزموج کاملا درزبندی شده باشد. به دلیل تنوع گسترده طرح‌های ظروف هضم، یک روش منفرد مناسب نیست. پس از هضم، ظروف را به منظور ارزیابی یکپارچگی درزبندی وزن کنید. چنانچه اتلاف وزن نمونه از ۱۰٪ وزن نمونه و واکنشگرهای اضافه شده، قبل از شروع هضم تجاوز کند، نمونه مربوطه مخدوش در نظر گرفته می‌شود.

زیر یک هود با تهویه مناسب، درپوش ظرف را به دقت جدا کرده و مطابق دستورکارسازنده، ظرف را تخلیه کنید. حدود ۲۰ ml آب اضافه کرده و نمونه را با استفاده از یک غشا یا کاغذ صافی (بند ۷-۴) مقاوم در برابر اسید، درون یک بالن حجم‌سنجی صاف کنید. باقی مانده را با نیتریک اسید رقیق (بند ۶-۴) شستشو داده و با آب به حجم برسانید (معمولا ۵۰ ml یا ۱۰۰ ml).

روش دیگری را می‌توان به طور جایگزین به کاربرد. به طوری که تنظیم حجم باقیمانده جامد بلافاصله بعد از استخراج، همراه با صاف کردن یا سانترفیوژ محلول نمونه برای اندازه‌گیری نهایی انجام شود.

اکنون محلول اندازه‌گیری برای آنالیز عناصر مورد نظر، با روش های تجزیه عنصری مناسب آماده است. چنانچه محلول اندازه‌گیری حاوی ذراتی است که به دلیل رسوب کردن ممکن است باعث انسداد مه‌پاش شوند یا در تزریق نمونه به دستگاه مزاحمت ایجاد کنند، می‌توان نمونه را سانترفیوژ کرد، به نمونه اجازه ته نشینی داد یا آن را صاف کرد.

۹ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

۱-۹ روش آزمون استفاده شده مطابق این استاندارد ملی؛

۲-۹ تمام اطلاعات لازم برای شناسایی کامل نمونه؛

- ۳-۹ اطلاعات در مورد پیش آماده سازی و هضم نمونه؛
- ۴-۹ هر گونه جزئیاتی که در این استاندارد ملی بیان نشده یا به طور اختیاری در نظر گرفته می‌شود به همراه هر عاملی که می‌تواند روی نتایج تاثیر گذارد؛
- ۵-۹ تاریخ انجام آزمون؛
- ۶-۹ نام و امضای آزمون‌گر.

پیوست الف

(اطلاعاتی)

داده‌های تکرارپذیری و تجدیدپذیری

الف-۱ مواد استفاده شده در بررسی مقایسه بین آزمایشگاهی مقایسه بین آزمایشگاهی هضم کسر عناصر ناچیز در لجن، خاک و پسماند زیستی تصفیه شده محلول در تیزاب سلطانی، توسط ۲۰ تا ۲۳ آزمایشگاه اروپایی روی پنج ماده انجام شد. اطلاعات تفصیلی در آخرین گزارش بررسی مقایسه بین آزمایشگاهی ذکر شده در مرجع [۱۹] کتابنامه ارائه شده است. در جدول الف-۱ انواع مواد مورد آزمون فهرست شده‌اند.

جدول الف-۱- مواد آزمون شده و پارامترهای آنالیز شده در مقایسه بین آزمایشگاهی هضم برای استخراج کسرهای عناصر ناچیز محلول در تیزاب سلطانی، لجن، پسماند زیستی تصفیه شده و خاک

اندازه دانه	نمونه	ماده	پارامتر
لجن (□ ۰٫۵ mm)	لجن ۱	مخلوط ۱ لجن‌های تصفیه خانه فاضلاب شهری از نوردراین وستفاليا، آلمان	آرسنیک، کادمیم، کروم، مس، آهن، منگنز، نیکل، فسفر، سرب، روی
	لجن ۲	مخلوط ۲ لجن‌های تصفیه خانه فاضلاب شهری از نوردراین وستفاليا، آلمان	آرسنیک، کادمیم، کروم، مس، آهن، منگنز، نیکل، فسفر، سرب، روی
دارای دانه بندی ریز (□ ۲٫۰ mm)	کمپوست ۲	کمپوست از آلمان	آرسنیک، کادمیم، کروم، مس، آهن، منگنز، نیکل، فسفر، سرب، روی
	خاک ۱	خاک اصلاح شده با لجن از پاویا، ایتالیا	آرسنیک، کادمیم، کروم، مس، آهن، منگنز، نیکل، فسفر، سرب، روی
	خاک ۲	خاک اصلاح شده با لجن از دوسلدورف، آلمان	آرسنیک، کادمیم، کروم، مس، آهن، منگنز، نیکل، فسفر، سرب، روی

کتابنامه

- [1] EN 1233, Water quality — Determination of chromium — Atomic absorption spectrometric methods
- [2] EN 1483, Water quality — Determination of mercury — Method using atomic absorption spectrometry
- [3] EN 13346, Characterization of sludges — Determination of trace elements and phosphorus — Aqua regia extraction methods
- [4] EN 13650, Soil improvers and growing media — Extraction of aqua regia soluble elements
- [5] EN 13657, Characterization of waste — Digestion for subsequent determination of aqua regia soluble portion of elements
- [6] EN 45001, General criteria for the operation of testing laboratories
- [7] EN ISO 5961, Water quality — Determination of cadmium by atomic absorption spectrometry (ISO 5961)
- [8] EN ISO 11885, Water quality — Determination of selected elements by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES) (ISO 11885)
- [9] EN ISO 11969, Water quality — Determination of arsenic — Atomic absorption spectrometry method (hydride technique) (ISO 11969)
- [10] ISO 8288, Water quality — Determination of cobalt, nickel, copper, zinc, cadmium and lead — Flame atomic absorption spectrometric methods
- [11] ISO 11074, Soil quality — Vocabulary
- [12] ISO 11464, Soil quality — Pretreatment of samples for physico-chemical analysis
- [13] ISO 11466:1995, Soil quality — Extraction of trace elements soluble in aqua regia
- [14] EPA Method 3051A:1998, Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils and oils
- [15] EPA Method 3052:1995, Microwave assisted acid digestion of siliceous and organically based materials
- [16] EPA Method 3051:1994, Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils and oils
- [17] EPA Method 3015:1990, Microwave assisted acid digestion of aqueous samples and extracts
- [18] Explanatory note PARTICIPANTS IN VALIDATION OF HORIZONTAL STANDARDS <http://horizontal.ecn.nl/>
- [19] JRC Scientific and Technical Reports, Project HORIZONTAL Validation Report on aqua regia digestion