



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۱۱۴۸

چاپ اول

۱۳۹۴

INSO

21148

1st. Edition

2016

خصوصیات لجن - اندازه گیری فسفر کل

**Characterization of sludges-
Determination of total
phosphorus**

ICS: 13.030.20

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 پیشنهادات 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 استانداردهای 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) و 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) و وسایل سنجش، تعیین عبار 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
« خصوصیات لجن - اندازه‌گیری فسفر کل »

رئیس:

بابائی، علی اکبر
(دکتری مهندسی بهداشت محیط)

سمت و/یا نمایندگی

هیات علمی دانشگاه جندی شاپور اهواز

دبیر:

پولاد زاده، اعظم
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

آتشی، مزگان
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس آزمایشگاه اداره حفاظت محیط
زیست

احمدپور، الهام
(فوق لیسانس مهندسی آب و فاضلاب)

کارشناس پسماند معاونت بهداشت دانشگاه
جندی شاپور

آذریان، علیرضا
(کارشناس ارشد محیط زیست)

کارشناس مسئول آزمایشگاه اداره حفاظت
محیط زیست

براتی، پری
(فوق لیسانس شیمی)

رئیس آزمایشگاه سازمان آب و برق

چرم زاده، مهرناز
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت کیمیا کنکاش جندی
شاپور

دایی، مینا
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد استان
خوزستان

دوست علی وند، مقداد
(لیسانس شیمی کاربردی)

کارشناس آزمایشگاه پژوهشکده تکنولوژی
تولید جهاد دانشگاهی

سعادت، سجاد
(فوق لیسانس محیط زیست)

کارشناس شهرداری اهواز

سقانژاد، سید جعفر
(دکترای شیمی)

سرپرست آزمایشگاه شیمی پژوهشکده
تکنولوژی تولید جهاد دانشگاهی

مدیر سلامت محیط حرفه‌ای معاونت
بهداشت استان خوزستان

صفدری، فرهاد
(فوق لیسانس مهندسی بهداشت محیط)

کارشناس اداره کل استاندارد استان
خوزستان

فتاحی نیا، مهناز
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس معاونت بهداشت دانشگاه جندی
شاپور

فیلبان، فرشته
(فوق لیسانس مهندسی بهداشت محیط)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

قمی، متینه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت ملی نفت مناطق نفت خیز
جنوب

مرادی، رضا
(فوق لیسانس مهندسی محیط زیست)

کارشناس استاندارد

مقامیان زاده، کامران
(فوق لیسانس کشاورزی)

پیش گفتار

استاندارد " خصوصیات لجن- اندازه‌گیری فسفر کل " که پیش نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت زرگستر روبینا تهیه و تدوین شده و در نود و چهارمین اجلاس کمیته ملی استاندارد محیط زیست مورخ ۹۴/۱۱/۱۸ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه 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:

BS EN 14672:2005, Characterization of sludges — Determination of total phosphorus

خصوصیات لجن - اندازه‌گیری فسفر کل

هشدار- مسئولیت برقراری ایمنی و سلامتی مناسب و تعیین حدود قوانین کاربری قبل از استفاده، به عهده کاربر این استاندارد ملی می باشد.

توصیه- ضروری است که آزمون های انجام شده بر اساس این استاندارد ملی توسط افراد کارآموده انجام شود.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای هضم کامل لجن خام/ هضم شده، مناسب برای اندازه‌گیری بعدی فسفر می باشد.

یادآوری- فسفر در نمونه‌های محیطی ممکن است به شکل‌های زیادی وجود داشته باشد. این روش پیش آماده‌سازی برای اندازه‌گیری همه اشکال فسفر (یعنی فسفر کل) از طریق محصول اکسایش کمی یک محلول آبی اورتوفسفات است که باید برای فسفات مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۲-۱۲۳۰۰ و استاندارد ISO 6878 یا روش‌های معتبر معادل آزمون شود.

این روش برای اندازه‌گیری مقادیر فسفر، حداکثر تا ۵۰ g/kg با در نظر گرفتن رقت مناسب هضم در مرحله نهایی اندازه‌گیری، کاربرد دارد.

۲ مراجع الزامی

مراجع 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 می شود.

در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدید نظر های بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدرکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر 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 روش آزمون

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۲-۱۲۳۰۰، کیفیت آب - تعیین آنیون های محلول با استفاده از کروماتوگرافی یونی -قسمت ۲: تعیین برومید- کلرید - فلورید - نیترات - نیتريت - فسفات و سولفات

2-3 EN ISO 6878, Water quality — Determination of phosphorus — Ammonium molybdat spectrometric method

2-4 EN 12880, Characterization of sludges — Determination of dry residue and water content

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود.

فسفر کل

فسفر تبدیل شده به اورتوفسفات توسط اکسایش

یادآوری - فسفر کل شامل فسفات‌های متراکم شده (مانند پیرو و پلی فسفات‌ها)، فسفرهای آلی (مانند فسفات استرها و آمینو فسفونیک اسیدها) و فسفات‌های آزاد می‌باشد.

باقی مانده خشک

قسمت جرم خشک لجن باقی مانده بعد از فرایند خشک کردن بر حسب درصد

جرم خشک (ماده خشک)

جرم جامد به دست آمده بعد از فرایند خشک کردن بر حسب درصد

۴ اصول آزمون

ماده آلی با مخلوط سولفوریک اسید و نیتریک اسید در حال جوش، اکسید شده، هر گونه فسفر موجود آزاد شده و به اورتوفسفات تبدیل می‌شود. هنگامی که محلول می‌جوشد، نیتریک اسید به خاطر فرایند اکسایش و تقطیر خارج می‌شود. هنگامی که نیتریک اسید کم می‌شود، دمای جوش بالا رفته و هر ماده آلی اکسید نشده، با سولفوریک اسید واکنش داده و باعث می‌شود مخلوط به زغال^۱ تبدیل شود. مقادیر کمی از نیتریک اسید برای کامل شدن اکسایش استفاده می‌شود، در این نقطه زغال شدن بیش‌تر، اتفاق نمی‌افتد و منجر به دود سفید و محلول شفاف می‌شود. این محلول بعد از رقیق شدن و خنثی شدن با سدیم هیدروکسید، برای تجزیه فسفات مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۲-۱۲۳۰۰ یا روش معتبر معادل استفاده می‌شود. تجزیه فسفر با اسپکترومتری نشری با پلاسمای جفت شده القایی (ICP-OES)^۲ امکان پذیر است اما کارایی روش باید با روش استاندارد بالا یکسان باشد.

یادآوری ۱- آزمایشگاه‌های زیادی فسفر را همراه با فلزات و گوگرد با استفاده از ICP-OES بعد از هضم مناسب با نیتریک اسید اندازه‌گیری می‌کنند اما احساس می‌شود روش هضم با مخلوط نیتریک اسید/ فسفریک اسید سال‌های زیادی به طور موفق برای اندازه‌گیری فسفر کل استفاده شده و توصیه می‌شود به عنوان استاندارد بین‌المللی در دسترس باشد.

یادآوری ۲- اندازه‌گیری فسفات مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۲-۱۲۳۰۰ با کروماتوگرافی یونی در حضور غلظت‌های نسبتاً بالای گوگرد در نمونه، مشکل خواهد بود.

1- Char

2- Inductively coupled plasma optical emission spectrometry

۵ مزاحمت‌ها و محدودیت‌ها

در صورتی که مشخص شود فلئور یا فلئورآپاتیت^۱ وجود خواهد داشت، از بالن کج‌دال با دیوار ضخیم باید استفاده شود.

۶ خطرات

۱-۶ کلیات

نمونه‌های پسماند و لجن ممکن است حاوی مواد قابل اشتعال و خطرناک باشند. آن‌ها باید حاوی پاتوژن‌ها و در معرض فعالیت‌های بیولوژیکی باشند. توصیه شده است که این نمونه‌ها با احتیاط خاص استفاده شوند. گازهایی که ممکن است در اثر فعالیت میکروبیولوژیکی تولید شوند به طور بالقوه به شدت قابل اشتعال بوده و بطری‌های درزبندی شده را تحت فشار قرار خواهند داد. بطری‌های قابل ترکیدن احتمالا منجر به تکه‌های^۲ عفونت زا و/یا آئروسول‌های پاتوژنی می‌شوند. از بطری‌های شیشه‌ای در هر جایی که امکان‌پذیر است باید اجتناب شود.

یادآوری - به منظور اجتناب از منبع اشتعال، کل تجهیزات مورد استفاده در مجاورت آن باید ضد اشتعال باشند.

۲-۶ نگهداری

توصیه می‌شود نمونه‌ها در آزمایشگاه باز نگهداری نشوند. در صورتی که نمونه‌ها باید نگهداری شوند، آن‌ها در دمای بین صفر تا ۴ °C نگهداری کنید.

۳-۶ اسیدها و بازهای قوی

سولفوریک اسید، نیتریک اسید و سدیم هیدروکسید، به صورت جامد یا محلول به شدت خورنده بوده و باید با احتیاط استفاده شوند. دستکش‌های مقاوم و محافظ چشم باید پوشیده شود. گرم کردن اسیدها باید در زیر هود دارای خروجی انجام شود.

۷ وسایل

علاوه بر وسایل آزمایشگاهی معمول، وسایل زیر استفاده می‌شوند:

۱-۷ لوله یا بالن کج‌دال

بالن با گنجایش اسمی ۲۰۰ ml، یا لوله با ظرفیت ۱۰۰ ml

1 - Fluorapatite

2-Sharpnel

۲-۷ وسیله گرمایش، شعله بنزن یا منتل گرمایی یا اسباب گرمایش مناسب

۸ مواد و / یا واکنشگرها

۱-۸ سولفوریک اسید، با چگالی $1,84 \text{ g/ml}$ (18 mol/l)

۲-۸ نیتریک اسید، با چگالی $1,42 \text{ g/ml}$ (15 mol/l)

۳-۸ سدیم هیدروکسید، با غلظت (5 mol/l)

$10 \text{ g} \pm 200 \text{ g}$ سدیم هیدروکسید را در حدود 800 ml آب حل کنید. محلول را خنک کرده و تا حجم $(100 \pm 10) \text{ ml}$ با آب رقیق کنید. محلول را در بطری پلی اتیلنی ذخیره کنید.

۴-۸ محلول شناساگر فنل فتالین

۵-۸ آب، مقطر یا یون زدایی شده، درجه ۳ مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸

۹ پیش آماده سازی نمونه

۱-۹ نگه داری نمونه

ترکیب نمونه های لجن از طریق فعالیت های شیمیایی و/یا بیولوژیکی ممکن است تغییر کند. نمونه ها باید در بسته های خنک در دمای کمتر از 4°C به آزمایشگاه منتقل شوند. فسفر کل یک پارامتر حساس^۱ است. تجزیه باید در مدت ۴ هفته انجام شود.

۲-۹ آماده سازی نمونه

هدف از پیش آماده سازی، به دست آوردن یک نمونه نماینده و همگن است.

یادآوری ۱- لجن ممکن است به صورت خشک و ساییده شده یا به صورت یک نمونه تر کاملاً همگن، تجزیه شود.

یادآوری ۲- باقی مانده خشک به دست آمده مطابق استاندارد EN 12880 ممکن است با وسایل مناسبی ساییده شده باشد (مانند هاون) یا نمونه تری که به طور مکانیکی خیسانیده یا همگن شده ممکن است به طور مستقیم استفاده شود.

۱۰ روش انجام آزمون

نمونه کافی (حداکثر $2 \text{ mg} \pm 2 \text{ g}$ جرم خشک)، حاوی حداکثر 50 mg فسفر را درون بالن یا لوله کج لداال هضم وزن کنید.

$(0,1 \pm 2,0) \text{ ml}$ سولفوریک اسید (بند ۸-۱) و حدود $0,5 \text{ ml}$ نیتریک اسید (بند ۸-۲) افزوده، بالن یا لوله کج لداال را بچرخانید تا مخلوط شود.

بالن یا لوله کج لداال را در زیر یک هود حرارت دهید.

حرارت دادن را ادامه دهید تا تولید بخارات قهوه ای (NO_2) متوقف شود.

در صورتی که مخلوط زغالی شد، با دقت حدود ۰٫۵ ml نیتریک اسید (بند ۸-۲) را قطره قطره از گردن بالن کج‌لداال افزوده و سه یا چهار بار افزودن ۰٫۵ ml نیتریک اسید را تکرار کنید تا در مخلوط هنگامی که بخارات سفید تولید می‌شود، زغالی نشود.

اجازه دهید مخلوط خنک شده و ۱۰ ml آب افزوده و حرارت دهید تا بخار شود و این عمل را یک بار تکرار کنید و اجازه دهید خنک شود.

با احتیاط دیوار داخلی بالن یا لوله کج‌لداال را با (1 ± 25) ml آب شسته و اجازه دهید خنک شود.

محلول را با سدیم هیدروکسید (بند ۸-۳) در حضور فنل فتالین (بند ۴۰۴) خنثی کنید.

محلول را به طور کمی به یک بالن حجم‌سنجی ۵۰ ml منتقل کرده و با آب تا خط نشانه به حجم برسانید و خوب مخلوط کنید.

محلول را برای فسفر فسفاتی با استفاده از استاندارد ISO 6878 یا استاندارد ملی ایران شماره ۲-۱۲۳۰۰ یا روش معتبر معادل در مدت ۴ هفته تجزیه کنید.

۱۱ بیان نتایج

۱۱-۱ نمونه لجن تر

مقدار فسفر کل (P_{tot}) نمونه اصلی را با استفاده از رابطه ۱ محاسبه کنید.

$$P_{tot} = \frac{(C - C_b) \times V}{m_w \times 10 \times w_{dr}} \quad (1)$$

که در آن:

P_{tot} مقدار فسفر کل بر حسب گرم بر کیلوگرم ماده خشک؛

C غلظت فسفر در محلول هضم بر حسب میلی‌گرم بر لیتر؛

C_b غلظت فسفر در محلول شاهد بر حسب میلی‌گرم بر لیتر؛

V حجم محلول هضم در بالن حجم‌سنجی بر حسب میلی‌لیتر؛

m_w جرم تر نمونه برداشته شده برای هضم بر حسب گرم؛

w_{dr} باقی‌مانده خشک لجن اندازه‌گیری شده با استفاده از استاندارد EN 12880 بر حسب درصد.

۱۱-۲ نمونه لجن خشک

مقدار فسفر کل (P_{tot}) نمونه اصلی را با استفاده از رابطه ۲ محاسبه کنید.

$$P_{tot} = \frac{(C - C_b) \times V}{m_d \times 1000} \quad (2)$$

که در آن:

P_{tot} مقدار فسفر کل بر حسب گرم بر کیلوگرم ماده خشک؛

C غلظت فسفر در محلول هضم بر حسب میلی‌گرم بر لیتر؛

C_b غلظت فسفر در محلول شاهد بر حسب میلی‌گرم بر لیتر؛

V حجم محلول هضم در بالن حجم‌سنجی بر حسب میلی‌لیتر؛

mD جرم خشک نمونه برداشته شده برای هضم اسیدی برحسب گرم؛

۱۱-۳ دقت

پیوست الف را ببینید.

۱۲ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل اطلاعات زیر باشد

۱-۱۲ روش آزمون مطابق با این استاندارد ملی ایران؛

۲-۱۲ اطلاعات کامل برای شناسایی کامل نمونه لجن؛

۳-۱۲ جزئیات آماده‌سازی مقدماتی، در صورت استفاده؛

۴-۱۲ نتایج آزمون بر اساس بند ۱۰ و ۱۱؛

۵-۱۲ هر عاملی که ممکن است بر روی نتایج تاثیر داشته باشد و جزئیات آن در این روش ذکر نشده است؛

۶-۱۲ تاریخ انجام آزمون.

پیوست الف

(اطلاعاتی)

داده‌های عملکردی مقایسه بین آزمایشگاهی

یادآوری- نتایج آزمون بین آزمایشگاهی فقط مربوط به یک نمونه است. در صورت لزوم یک آزمون دیگر انجام خواهد شد.

داده‌های زیر در یک مقایسه بین آزمایشگاهی برای اندازه‌گیری فسفر کل در لجن به دست آمده است. لجن مخلوط شده ساییده و خشک استفاده شده است.

جدول الف -۱- داده‌های دقت برای فسفر کل

VC_R %	s_R g/kg DM	VCr %	S_r g/kg DM	\bar{X} g/kg DM	NAP %	n	l	نمونه
۶,۶۰	۱,۲۸	۲,۳۰	۰,۴۴۶	۱۹,۴	۳	۷۰	۱۴	۱
<p>راهنما:</p> <p>l تعداد آزمایشگاه های شرکت کننده</p> <p>n تعداد مقادیر اندازه‌گیری شده</p> <p>NAP درصد داده های پرت</p> <p>\bar{X} میانگین کلی</p> <p>S_r انحراف استاندارد تکرارپذیری</p> <p>VCr ضریب تغییر تکرارپذیری</p> <p>s_R انحراف استاندارد تجدیدپذیری</p> <p>VC_R ضریب تغییر تجدیدپذیری</p> <p>DM جرم خشک (ماده خشک)</p>								