



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۷۱۷۹-۴

چاپ اول

اسفند ۱۳۹۲

INSO

17179-4

1st.Edition

Mar.2014

کیفیت خاک - پارامترهای مدل سازی
ژئوشیمی سنگ شویی و گونه‌زایی اجزا
تشکیل دهنده در خاک و مواد - قسمت ۴:
استخراج مواد اولیه هیومیک از نمونه‌های
جامد

**Soil quality - Parameters for geochemical
modelling of leaching and speciation of
constituents in soils and materials - Part 4:
Extraction of humic substances from solid
sample**

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، نهادهای 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 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 ۴: استخراج مواد اولیه هیومیک از نمونه‌های جامد"

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

بذرافکن، سروه

(کارشناس مهندسی شیمی پلیمر)

سازمان صنعت، معدن و تجارت استان کردستان

بطی، فرید

(کارشناس شیمی محض)

اداره کل استاندارد استان کردستان

جواهری، هومن

(کارشناس ارشد مهندسی شیمی)

دانشگاه آزاد اسلامی واحد سنندج

حسن‌زاده، شهناز

(کارشناس میکروبیولوژی)

اداره کل استاندارد استان کردستان

حسینی، محمد طاهر

(کارشناس ارشد خاک شناسی)

دانشگاه کردستان

حنفی، قربانمحمد

(کارشناس ارشد علوم و صنایع غذایی)

اداره کل استاندارد استان کردستان

شاه‌اویسی، تحسین

(کارشناس مهندسی عمران - عمران)

شرکت مشاور زانا پژوه

قریشی، صلاح‌الدین
(کارشناس مهندسی عمران- عمران)

اداره کل راه و شهرسازی استان کردستان

واحدی، شیما
(کارشناس شیمی کاربردی)

آزمایشگاه فنی و مکانیک خاک استان کردستان

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

شرکت کاشت پرور غرب

راه‌هدایت، فیروزه
(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

اداره کل استاندارد استان کردستان

لطفی، فرشید
(کارشناس شیمی کاربردی)

اداره کل استاندارد استان کردستان

یزدانی، نوید
(دکترای مهندسی کشاورزی-باغبانی)

دانشگاه تهران

یزدانی، نیما
(کارشناس ارشد مدیریت پروژه)

مهندسین مشاور هرم پی

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
۵	۴ اصول آزمون
۵	۵ وسایل
۷	۶ واکنش‌گرها
۸	۷ آماده‌سازی نمونه
۱۱	۸ روش انجام آزمون
۱۳	۹ رفتار شستشو و نحوه نگهداری
۱۴	۱۰ اندازه‌گیری تجزیه‌ای
۱۴	۱۱ آزمون شاهد
۱۴	۱۲ روش محاسبه
۱۸	۱۳ بیان نتایج
۱۸	۱۴ گزارش آزمون
۱۹	۱۵ مشخصه‌های اجرایی
۲۰	پیوست الف (اطلاعاتی) معرفی شماتیک بخش‌های اجرایی
۲۱	پیوست ب (اطلاعاتی) صحت‌گذاری روش اجرایی
۲۶	پیوست پ (اطلاعاتی) شرایط مربوط به سانتریفیوژ
۲۹	پیوست ت (اطلاعاتی) کتابنامه

پیش‌گفتار

استاندارد "کیفیت خاک- پارامترهای مدل‌سازی ژئوشیمی سنگ‌شویی و گونه‌زایی اجزا تشکیل دهنده در خاک و مواد- قسمت ۴: استخراج مواد اولیه هیومیک از نمونه‌های جامد" 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.

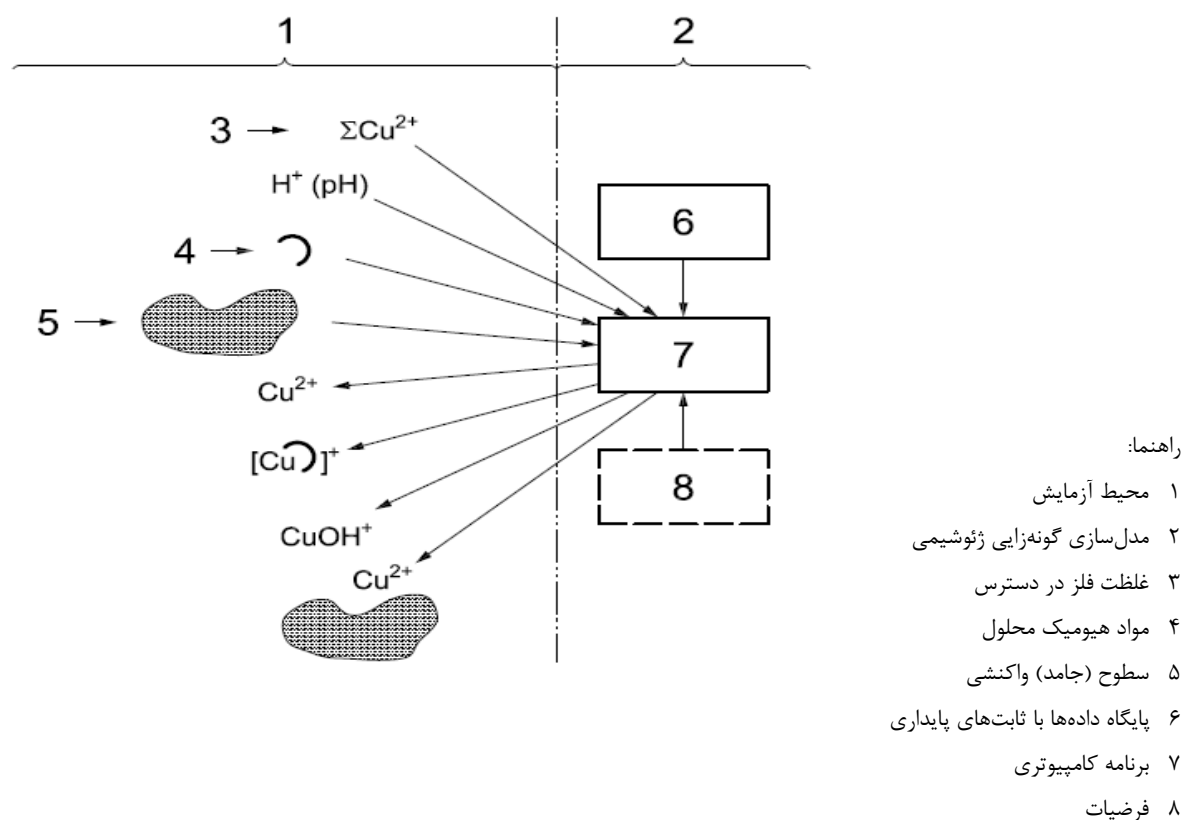
منبع و مآخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ISO 12782-4:2012, Soil quality - Parameters for geochemical modelling of leaching and speciation of constituents in soils and materials - Part 4: Extraction of humic substances from solid samples

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).



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.

این سطوح فعال که در خاک شناخته شده‌اند، برای سایر مواد دارای اجزای قابل شستشو، متفاوت هستند. نشان داده شده که خواص پیوندی این سطوح نقش اصلی را در گونه‌زایی و سنگ‌شویی اجزا در میان مواد مختلف ایفا می‌کند. به عنوان مثال مدل‌سازی ژئوشیمیایی این سری از استانداردهای ملی، به طور موفقیت‌آمیزی برای خاک‌های مختلف (طبق بند ۳ کتابنامه)، خاک‌های اصلاح شده (طبق بند ۴ و ۵ کتابنامه)، خاکستر زباله شهری (طبق بند ۶ کتابنامه)، تفاله‌های استیلی (طبق بند ۷ و ۸ کتابنامه)، رسوب‌های هیدروکسید آلومینیم آهن‌دار (طبق بند ۹ کتابنامه) و توده بتن بازیافت شده (طبق بند ۱۰

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

کتابنامه) به کار می‌روند که در آن‌ها از ورودی‌های جزئی یا کامل استفاده می‌شود. بنابراین، اهداف این سری از استانداردهای ملی از خاک تا مواد حاوی خاک اصلاح شده و مواد زائد گسترش یافته است.

اهداف این استاندارد، تعیین سطوح آلی مهم واکنش‌پذیر موجود در خاک و مواد، مانند هیومیک و فولویک^۱ اسیدها، که دارای پارامترهای عمومی ترمودینامیکی جذبی هستند؛ می‌باشد. روش اجرایی بر اساس بند ۱۱ کتابنامه است، درحالی‌که پارامترهای عمومی ترمودینامیکی جذبی برای هیومیک و فولویک اسیدها در بندهای ۱۲ و ۱۳ کتابنامه در دسترس می‌باشند.

به غیر از پارامترهای ترمودینامیکی مدل‌های جذبی استفاده شده در بندهای ۱۲ و ۱۳ کتابنامه، پارامترهای دیگری نیز در منابع علمی در دسترس هستند که در مدل پیوند اجزای سازنده با هیومیک و فولویک اسیدها می‌توانند استفاده شوند.

روش ذکر شده در بند ۱۴ کتابنامه بر پایه روش مرسوم جداسازی و خالص‌سازی (طبق بند ۱۱ کتابنامه) می‌باشد، که در مجمع بین‌المللی مواد اولیه هیومیک (IHSS)^۲ نیز مورد استفاده قرار می‌گیرد.

1- Fulvic acid

2- International Humic Substances Society

کیفیت خاک - پارامترهای مدل سازی ژئوشیمی سنگ شویی و گونه‌زایی اجزا تشکیل دهنده در خاک و مواد - قسمت ۴: استخراج مواد اولیه هیومیک از نمونه‌های جامد

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، اندازه‌گیری غلظت مواد اولیه هیومیک موجود در خاک و سایر مواد است. سایر مواد، شامل پسماند نیز می‌شود. میزان مواد اولیه هیومیک می‌تواند به عنوان ورودی در مدل‌های ژئوشیمی استفاده شود.

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.
- ۵-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۹۶۲-۶: کیفیت خاک - نمونه‌برداری - قسمت ششم - راهنمای جمع‌آوری، جابجایی و نگهداری خاک تحت شرایط هوازی 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 وزن سنجی.
- ۷-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۷۳۷۹: کیفیت آب - دستورالعمل اندازه‌گیری کربن آلی کل - روش آزمون.

۸-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۰۹۶۲: کیفیت خاک- نمونه‌برداری- قسمت ۱: راهنمای طراحی برنامه‌های نمونه‌برداری

- 2-9 ISO 3696, Water for analytical laboratory use - Specification and test methods.
- 2-10 ISO 10381-4, Soil quality - Sampling - Part 4: Guidance on the procedure for investigation of natural, nearnatural and cultivated sites.
- 2-11 ISO 11464, Soil quality - Pretreatment of samples for physico-chemical analysis.
- 2-12 EN 14899, Characterization of waste - Sampling of waste materials - Framework for the preparation and application of a sampling plan ¹.
- 2-13 EN 15002, Characterization of waste - Preparation of test portions from the laboratory sample.
- 2-14 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

کربن آلی حل شده^۲

DOC

شامل مجموع کربن‌هایی با پیوند آلی موجود در آب با منشا ترکیباتی (شامل سیانات و تیوسیانات) است که از غشای فیلتری با اندازه تخلخل $0.45 \mu\text{m}$ عبور می‌کنند.

۲-۳

مواد اولیه هیومیک^۳

HS

(بخشی) حاصل از تجزیه بافت گیاهی و حیوانی می‌باشد.

یادآوری ۱- مواد اولیه هیومیک شامل یک سری مواد با وزن مولکولی زیاد، با رنگ قهوه‌ای تا سیاه می‌شود که توسط واکنش‌های سنتزی ثانویه تشکیل می‌شوند.

۱- در دست تدوین می‌باشد.

2- Dissolved organic carbon

3- Humic substance

یادآوری ۲- اصطلاحاتی که به عنوان نام‌گذاری عمومی برای توصیف رنگ یا اجزای مواد (برای مثال هیومیک و فولویک اسید) استفاده می‌شوند، بر اساس خاصیت حلالیت به دست آمده‌اند.

۳-۳

هیومیک اسید^۱

HA

کسری از مواد اولیه هیومیک که در شرایط اسیدی (pH کمتر از ۱ تا ۲) در آب حل نمی‌شود، اما در مقادیر pH بالاتر حل می‌شود.

یادآوری - رنگ هیومیک اسید قهوه‌ای تیره تا سیاه می‌باشد.

۴-۳

فولویک اسید^۲

FA

کسری از مواد اولیه هیومیک که در هر شرایط pH در آب حل می‌شود.

یادآوری ۱- فولویک اسید پس از اسیدی سازی و حذف هیومیک اسید، در محلول باقی می‌ماند.

یادآوری ۲- رنگ محلول فولویک اسید زرد روشن تا زرد-قهوه‌ای می‌باشد.

۵-۳

کربن آلی آب‌دوست^۳

Hy

ترکیبات کربنی آلی که حاوی مواد اولیه غیر هیومیک و شبه هیومیک می‌باشد.

یادآوری - در این استاندارد، Hy ضرورتاً کسر کربن آلی قابل استخراج می‌باشد، که به عنوان هیومیک اسید، فولویک اسید یا کربن آلی خنثی آب‌گریز مطابق با روش ویژه موجود در بند ۸ شناسایی نمی‌شود. کربن آلی آب‌دوست عموماً حاوی مولکول‌هایی با جرم مولکولی کمتر و نسبت COOH/C بیشتری نسبت به هیومیک اسید و فولویک اسید می‌باشد. مثال‌هایی از این ترکیبات عبارتند از: کربوهیدرات‌های اکسید شده با گروه‌های کربوکسیلیک اسید، کربوکسیلیک اسیدهای با وزن مولکولی کم و فسفات‌های شکر.

1- Humic acid

2- Fulvic acid

3- Hydrophilic organic carbon

۶-۳

کربن آلی خنثی آب‌گریز^۱

HON

تفاوت میان مقدار فولویک اسید و کربن آلی آب‌دوست جذب شده با مقدار فولویک اسید جذب نشده می‌باشد.

یادآوری - کربن آلی خنثی آب‌گریز می‌تواند شامل ترکیبات غیر هیومیک و شبه هیومیک باشد.

۷-۳

نمونه آزمایشگاهی^۲

نمونه‌ای که برای آزمون یا بررسی آزمایشگاهی آورده می‌شود.

یادآوری ۱- از بند ۱ کتابنامه گرفته شده است.

۸-۳

آزمایه^۳

آزمایه از نمونه آزمایشگاهی تهیه می‌شود و آزمونه 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.

۹-۳

آزمونه^۴

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

1- HydroPhbic neutral organic carbon

2- Laboratory sample

3- Test sample

4- Test portion / Analytical portion

یادآوری ۱- اگر نمونه هیچ گونه آماده سازی نیاز نداشته باشد ممکن است مستقیماً از نمونه اولیه یا نمونه آزمایشگاهی گرفته شود (مانند مایعات)، اما معمولاً نمونه از نمونه آماده سازی شده برداشته می شود.

یادآوری ۲- نمونه های یکدست که دارای خواص همگنی، اندازه و نرمی مناسبی هستند و نیاز به آماده سازی ندارند می توانند آزمونه باشند.

یادآوری ۳- از بند ۱ کتابنامه گرفته شده است.

۱۰-۳

ماده خاکی^۱

ماده خاکی ممکن است شامل خاک حفاری شده، مواد لایروبی 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

اجزای کربنی آلی حل شده ویژه بر اساس شرایط عملکردی تعریف شده ای جدا می شوند. هیومیک اسیدها در pH=۱ ترکیب می شوند و فولویک اسیدها (و کسر آلی خنثی آب گریز) بر روی رزین DAX-8 جذب می شوند. ترکیبات آلی باقیمانده در محلول پس از افزودن رزین به عنوان مواد اولیه آلی آب دوست دسته بندی می شوند. پس از همه مراحل که در آن غلظت کلی هریک از هیومیک و فولویک اسیدها، ترکیبات آلی خنثی آب گریز و مواد اولیه آلی آب دوست محاسبه شدند، غلظت های DOC اندازه گیری می شوند.

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 ترازو

دقت حداقل ۱ میلی گرم داشته باشد.

۲-۵ ظروف پلاستیکی یا شیشه ای معمولی آزمایشگاه

مطابق با بند ۲-۱ شستشو داده شوند.

۳-۵ pH متر

با دقت اندازه‌گیری حداقل ± 0.05 واحد pH.

۴-۵ ماشین لرزاننده^۱ 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.

۵-۵ تجهیزات فیلتراسیون

هریک از دستگاه‌های فیلتراسیون خلاء (مابین $2/5 \text{ kPa}$ و $4/0 \text{ kPa}$) یا فیلتراسیون با فشار بالا (کمتر از 0.5 MPa) استفاده می‌شود. تمیز کردن تجهیزات اجباری می‌باشد.

۶-۵ فیلترها

با اندازه منافذ $20 \mu\text{m}$ برای استفاده در وسیله فیلتراسیون قیف بوختر (طبق بند ۵-۷).

۷-۵ وسیله فیلتراسیون قیف بوختر.

۸-۵ فیلترهای غشایی

برای استفاده در وسیله فیلتراسیون، ساخته شده از مواد خنثی با اندازه منافذ $0.45 \mu\text{m}$ به منظور حذف DOC، فیلترها باید از قبل با آب عاری از مواد معدنی شسته شوند.

۹-۵ وسیله استخراج سوکسله

۱۰-۵ لوله‌های استخراج سوکسله

لوله‌های استخراج شیشه-فیبر مورد استفاده در وسیله استخراج سوکسله (طبق بند ۵-۹).

۱۱-۵ سانتریفیوژ

ترجیحاً توانایی کار در قدرت 3000 g^2 را داشته باشد. برای سایر شرایط به پیوست پ مراجعه شود.

۱۲-۵ لوله‌های سانتریفیوژ

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

1- Shaking

2- Gravity

۱۳-۵ 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 کاربید و در رابطه با نیکل و مولیبدن از تجهیزات استیلی-ضد زنگ، آلودگی ایجاد می شود.

۱۴-۵ تجهیزات غربالگری

با اندازه اجزای توری ۲ mm یا ۴ 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 کاربید و در رابطه با نیکل و مولیبدن از تجهیزات استیلی-ضد زنگ، آلودگی ایجاد می شود.

۱۵-۵ تقسیم کننده نمونه

وسيله‌ای برای تقسیم نمودن نمونه‌های آزمایشگاهی است (اختیاری).

۶ واکنشگرها

واکنشگرهای استفاده شده باید دارای درجه تجزیه‌ای و همچنین آب مورد استفاده باید دارای درجه ۳ مطابق با بند ۲-۹ باشد.

۱-۶ آب عاری از مواد معدنی

آب دیونیزه یا آب با خلوص یکسان (با pH بین ۵ تا ۷/۵) با هدایت کمتر از ۰/۵ mS/m دارای درجه ۳ مطابق با بند ۲-۹.

۲-۶ پتاسیم هیدروکسید

$$c(\text{KOH}) = 0,1 \text{ mol/l و } 1 \text{ mol/l}$$

۳-۶ هیدروکلریک اسید

$$c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l تا } 6 \text{ mol/l}$$

۴-۶ سدیم هیدروکسید

$c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ و 5 mol/l

۵-۶ استونیتریل

(CH₃CN)، مناسب برای کروماتوگرافی مایع

۶-۶ متانول

(CH₃OH)، مناسب برای کروماتوگرافی مایع

۷-۶ رزین DAX-8

برای مثال رزین محصول شرکت سیگما آلدریج^۱

یادآوری- روش‌های مستند شده متنوعی برای جداسازی و خالص‌سازی HS وجود دارند که در آن‌ها از رزین DAX-8 به عنوان جاذب HA و/یا FA استفاده می‌شود. این رزین در مقادیر زیاد به صورت تجاری در دسترس نمی‌باشد؛ بنابراین، جایگزین‌های قابل مقایسه‌ای با رزین DAX-8 آزمایش شده‌اند. به پیوست ب برای به‌دست آوردن اطلاعات مراجعه شود.

۸-۶ نیتریک اسید

$c(\text{HNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$

۷ آماده‌سازی نمونه

۱-۷ اندازه نمونه

نمونه آزمایشگاهی باید جرمی برابر حداقل ۱ Kg از توده خشک داشته باشد. برای فراهم کردن نمونه آزمایشگاهی، نمونه‌برداری مطابق بند ۲-۸ انجام می‌شود.

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 ۲-۸ و ۲-۱۰ و برای مواد پسماند مطابق با بند ۲-۱۲ عمل می‌شود. مقدار نماینده نمونه آزمایشگاهی باید حداقل ۲۰۰ gr

۱- رزین DAX-8 از شرکت سیگما - آلدریج مثالی از یک محصول مناسب تجاری در دسترس می‌باشد. این اطلاعات برای سهولت استفاده‌کنندگان این استاندارد می باشد و هیچ‌گونه توافقنامه‌ای با این محصول وجود ندارد.

(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 ۲-۱۱

- برای مواد پسماند مطابق با بندهای ۲-۱۳ و ۲-۱۴

از تقسیم کننده نمونه (طبق بند ۵-۱۵) 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 ۴-۷ 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

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 ۵-۱۴) جدا شده و با استفاده از تجهیزات خرد کننده (طبق بند ۵-۱۳) 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 ۵-۱۴) شود. اگر اندازه ذرات ماده از ۵٪ (کسر جرمی) تجاوز کند، باید تمام قسمت‌های با اندازه بزرگتر با استفاده از تجهیزات خردکننده (طبق بند ۵-۱۳) 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 ۵-۱۳ و ۵-۱۴ 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.

۷-۳ اندازه‌گیری باقیمانده خشک

کل آزمایش، که با معیارهای اندازه موجود در بند (۷-۲) آماده شده است، نباید بیشتر خشک شود. مقدار باقیمانده خشک آزمایش (W_{dr}) ، باید بر روی قسمت جداگانه‌ای از آزمون اندازه‌گیری شود.

مقدار باقیمانده خشک در دمای °C (10.5 ± 5) و طبق بند ۲-۶ انجام می‌شود. محاسبه باقیمانده خشک مطابق معادله (۱) انجام می‌شود:

(۱)

$$w_{dr} = 100 \cdot \frac{m_d}{m_r}$$

که در آن:

w_{dr} باقیمانده خشک نمونه برحسب درصد (%);

m_d جرم بعد از خشک شدن برحسب گرم (gr);

m_r جرم قبل از خشک شدن برحسب گرم (gr) می‌باشد.

۴-۷ آزمون

اندازه آزمون، مطابق با معیارهای اندازه موجود در بند (۲-۷)، باید ۲۰ gr (با حد رواداری $\pm 10\%$) باشد. جرم خشک نشده آزمون (M_w) برای استفاده در آزمایش با استفاده از معادله (۲) به دست می‌آید.

(۲)

$$M_w = \frac{M_d}{w_{dr}} \times 100$$

که در آن:

M_d جرم آزمون خشک برحسب گرم (gr);

M_w جرم کل آزمون برحسب گرم (gr);

w_{dr} باقیمانده خشک نمونه برحسب درصد (%) می‌باشد.

۸ روش انجام آزمون

۱-۸ آماده‌سازی رزین DAX-8

ناخالصی‌های آلی موجود در هر بسته جدید رزین DAX-8 (طبق بند ۶-۷)، با پنج بار استخراج توسط هیدروکلریک اسید ۰/۱ mol/l (طبق بند ۶-۳)، (برای ۲۴ ساعت) جدا شود. پس از هر بار استخراج محلول تازه استفاده شود. این چرخه با سدیم هیدروکسید ۰/۱ mol/l (طبق بند ۶-۴) تکرار شود. سپس رزین، با

حلال‌های استونیتریل (طبق بند ۵-۶) و متانول (طبق بند ۶-۶)، هریک برای ۲۴ ساعت توسط استخراج سوکسله (طبق بند ۵-۹) تمیز شود. رزین تمیز شده تا زمان استفاده در متانول (طبق بند ۶-۶) قرار گیرد. قبل از استفاده، با قراردادن رزین (طبق بند ۶-۷) در قیف بوخنر (طبق بند ۵-۷) و توسط فیلتر (طبق بند ۵-۶)، متانول را جدا کرده و تحت شرایط خلاء توسط آب با حجمی معادل ۲۰ برابر رزین شستشو داده شود. سپس مشابه قبل، رزین با هیدروکلریک اسید ۰/۱ mol/l (طبق بند ۶-۳) با حجمی معادل ۱۰ برابر رزین شستشو داده شود.

یادآوری - نشان داده شده است (طبق بند ۱۴ کتابنامه) که ۲۵۰ gr رزین DAX-8 (طبق بند ۶-۷) را می‌توان به‌طور مناسبی با ۲L آب (طبق بند ۶-۱) و ۱L هیدروکلریک اسید (طبق بند ۶-۳) شستشو داد. این شستشوی متوالی را می‌توان برای بدست آوردن رزین بدون DOC^۱ (DOC معمولاً کمتر از ۲ mg C/l) و رزینی اسیدی (pH=۱) استفاده کرد.

۲-۸ اندازه‌گیری مقدار کل هیومیک اسید (HA)، فولویک اسید (FA) و کربن آلی آب‌دوست (Hy) در مواد با منبع جامد

آزمونه (طبق بند ۷-۴) در لوله سانتریفیوژ (طبق بند ۵-۱۲) توزین شود. آزمونه وزن شده (M_w) با هیدروکلریک اسید ۱ mol/l (طبق بند ۶-۳) تا pH ۱ تا ۲ اسیدی شود. توسط هیدروکلریک اسید ۰/۱ mol/l (طبق بند ۶-۳)، حجم محلول را تا ۲۰۰ ml ($L/S=10$) تنظیم کرده و حجم کل هیدروکلریک اسید افزوده شده (۰/۱ mol/l و ۱ mol/l) (V_6) ثبت شود. لوله سانتریفیوژ را بسته، با تکان دادن مداوم (طبق بند ۵-۴) به مدت ۱ ساعت و سانتریفیوژ کردن برای ۳۰ دقیقه و با سرعت ۳۰۰۰ g یا هر شرایط سانتریفیوژ مناسب دیگر که در پیوست پ آورده شده، سوسپانسیون متعادل شود. قسمت شناور ($FAHyHON_1$) را با سرریز کردن به درون لوله ۲۵۰ ml (طبق بند ۵-۲) از رسوب جدا و حجم محلول آبی (V_7) ثبت شود. نمونه تا زمان عمل‌آوری رزین DAX-8 در یخچال گذاشته شود (به قسمت پایین مراجعه شود).

باقیمانده آزمونه موجود در لوله سانتریفیوژ با سدیم‌هیدروکسید ۱ mol/l (طبق بند ۶-۴) تا pH مساوی ۷/۰ خنثی شود. تا رسیدن به حجم نهایی ۲۰۰ ml ($L/S=10$)، تحت جو N_2 سدیم‌هیدروکسید ۰/۱ mol/l افزوده شود. برای اطمینان از حلالیت بالای HA، کنترل شود که pH نهایی بزرگتر یا مساوی ۱۲ باشد. اگر لازم بود سدیم‌هیدروکسید ۱ mol/l افزوده شود. لوله سانتریفیوژ را بسته، با تکان دادن مداوم (طبق بند ۵-۴) در طول شب و سانتریفیوژ کردن برای ۳۰ دقیقه در سرعت ۳۰۰۰ g یا هر شرایط سانتریفیوژ مناسب دیگر که در پیوست پ آورده شده است، سوسپانسیون متعادل شود. قسمت شناور با سرریز کردن به درون لوله تمیز ۲۵۰ ml (طبق بند ۵-۱۲) از رسوب جدا شده و حجم سرریز شده (V_1) ثبت شود.

۱- کربن آلی محلول

قسمت شناور جدا شده را با افزودن هیدروکلریک اسید ۶ mol/l (طبق بند ۳-۶) (V_2) و همزدن مداوم تا رسیدن به pH مساوی ۱/۰ اسیدی کرده تا HA رسوب کند. اجازه دهید سوسپانسیون در طول شب همان طور بماند، سپس برای ۳۰ دقیقه در سرعت ۳۰۰۰ g یا هر شرایط سانتریفیوژ مناسب دیگر که در پیوست پ آورده شده است، سانتریفیوژ شود. قسمت شناور با سرریز کردن به درون لوله ۲۵۰ ml (طبق بند ۲-۵)، جدا شود (V_8). محلول ($FAHyHON_2$) تا زمان عمل‌آوری رزین DAX-8 در یخچال گذاشته شود. HA باقیمانده در لوله سانتریفیوژ، برای آنالیز (DOC_{HA}) DOC در پتاسیم‌هیدروکسید ۰/۱ mol/l (طبق بند ۲-۶) دوباره حل شود.

محلول‌های نگهداری شده ($FAHyHON_{1,2}$) را با فیلتر غشایی (طبق بند ۵-۸ و ۵-۵) فیلتر کرده و DOC آنالیز شود (به بند ۱۰ مراجعه شود) ($DOC_{FAHyHON_{1,2}}$). ۵۰ ml ($V_{4,i}$) از محلول‌های فیلتر شده (جداگانه) درون لوله‌های ۱۰۰ ml (طبق بند ۲-۵) انتقال داده و به هریک از نمونه‌ها ۱۰ gr از DAX-8 ($m_{DAX,i}$) (طبق بند ۱-۸) مرطوب افزوده شود. برای رسیدن به تعادل محلول را ۱ ساعت به طور مداوم تکان داده (طبق بند ۴-۵)، سپس سوسپانسیون فیلتر شود (طبق بند ۷-۵ و ۶-۵). DOC موجود در هردو محلول ($DOC_{Hy1,2}$) آنالیز شود (به بند ۱۰ مراجعه شود). به منظور واجذب کردن FA، رزین‌های فیلتر شده را جداگانه به درون لوله‌های ۵۰ ml (طبق بند ۲-۵) منتقل و ۲۰ ml محلول پتاسیم‌هیدروکسید ۰/۱ mol/l (طبق بند ۲-۶) افزوده، سپس برای رسیدن به تعادل به مدت یک ساعت تکان داده شود (طبق بند ۴-۵). سوسپانسیون‌ها را فیلتر کرده (طبق بند ۶-۵ و ۷-۵) و محلول فیلتر شده در لوله‌های ۱۰۰ ml جمع‌آوری شود. رزین‌های فیلتر شده را به لوله‌های ۵۰ ml (طبق بند ۲-۵) منتقل و ۲۰ ml محلول پتاسیم‌هیدروکسید ۰/۱ mol/l (طبق بند ۲-۶) افزوده، سپس فرایند واجذبی FA در سه مرحله اضافی (هرکدام یک ساعت) تکرار شود. pH باید بیشتر از ۱۱ باشد و اگر لازم بود می‌توان آن را با پتاسیم‌هیدروکسید ۱ mol/l (طبق بند ۲-۶) تنظیم کرد. هر چهار قسمت پتاسیم‌هیدروکسید فیلتر شده را در یک لوله ۱۰۰ ml جمع‌آوری کرده، حجم کل ثبت شده ($V_{9,10,i}$) و DOC ($DOC_{FA,i}$) آنالیز شود (به بند ۱۰ مراجعه شود).

دیدگاه شماتیک روش اجرایی در پیوست الف آورده شده است.

۹ رفتار شستشو و نحوه نگهداری

نگهداری مواد بدست آمده از شستشوی نمونه‌ها به عناصری که باید آنالیز شوند وابسته است و باید مطابق ملزومات موجود در بند ۱-۲ نگهداری شوند.

۱۰ اندازه‌گیری تجزیه‌ای

آنالیز نمونه‌ها مطابق بند ۷-۲ انجام می‌شود.

۱۱ آزمون شاهد

آزمون شاهد برای اندازه‌گیری مقدار DOC موجود در هر بسته از رزین DAX-8 (طبق بند ۸-۱) تمیز شده، انجام می‌شود. مقدار ۱۰ gr رزین مرطوب DAX-8 ($m_{DAX,BL}$) را به ۵۰ ml محلول هیدروکلریک اسید ۰.۱ mol/l (طبق بند ۶-۳) افزوده ($V_{4,BL}$) ابتدا آنالیز DOC (DOC_{BL1}) انجام می‌شود (به بند ۱۰ مراجعه شود). پس از یک ساعت تکان دادن مداوم (طبق بند ۵-۴) ۵ دقیقه اجازه دهید تا رزین ته‌نشین شود و سپس آنالیز DOC (DOC_{BL2}) انجام شود (به بند ۱۰ مراجعه شود).

۱۲ روش محاسبه

۱-۱۲ فاکتورهای تصحیح معمول برای محاسبه هیومیک اسید (HA)، فولویک اسید (FA)، کربن آلی آبدوست (Hy) و کربن آلی خنثی آب‌گریز (HON) در نمونه‌های مایع و جامد

فاکتور تصحیح برای اسید اضافی استفاده شده در رسوب‌گذاری HA:

(۳)

$$f_1 = \frac{(V_1 + V_2)}{V_1}$$

فاکتورهای تصحیح برای مقدار رطوبت از DAX-8، $f_{2,i}$ برای مواد جامد ($i=FAHyHON_1$) و $i=FAHyHON_2$ و آزمون‌های شاهد ($i=BL$) می‌تواند استفاده شود:

(۴)

$$f_{2,i} = \frac{m_{DAX,i} \times w_{m,DAX} \times 0.01}{V_{4,i}} + 1$$

سهم DOC از DAX-8 در آزمون شاهد (BL) بر حسب (mg C/l):

(۵)

$$BL_{DAX} = (DOC_{BL2} \cdot f_{2,BL} - DOC_{BL1})$$

که در آن:

V_1 حجم نمونه پس از استخراج قلیایی، سانتریفیوژ و سرریز کردن برای اندازه‌گیری HA، FA، Hy و

HON موجود در نمونه جامد، بر حسب میلی‌لیتر (ml):

V_2 حجم هیدروکلریک اسید افزوده شده برای رسوب گذاری HA، برحسب میلی لیتر (ml)؛

$m_{DAX,i}$ جرم DAX-8 مرطوب بکار رفته برای جذب FA یا استفاده شده در آزمون شاهد، برحسب گرم (gr)؛

$w_{m,DAX}$ مقدار رطوبت DAX-8 تمیز شده، برحسب درصد (%).

$V_{4,i}$ حجم نمونه ای که برای آزمایش جذب DAX-8، مورد محاسبه قرار می گیرد، برحسب میلی لیتر (ml)، پس از حذف HA یا مقدار هیدروکلریک اسید ۰٫۱ mol/l استفاده شده در آزمایش شاهد. $i=FAHyHON2$ و $i=FAHyHON1$ برای نمونه های جامد و $i=BL$ در آزمایش شاهد؛

DOC_{BL1} غلظت DOC موجود در محلول هیدروکلریک اسید ۰٫۱ mol/l استفاده شده در آزمایش شاهد (mg C/l)، زمانی که $DOC_{BL1} < DTL$ و $DOC_{BL1}=0$ ؛

DOC_{BL2} غلظت DOC موجود در محلول هیدروکلریک اسید ۰٫۱ mol/l استفاده شده در آزمون شاهد پس از یک ساعت تعادل با DAX-8 (mg C/L).

برای سادگی پیشنهاد می شود که هر دو مقدار $m_{DAX,i}$ و $V_{4,i}$ در هر دو نمونه ($FAHyHON1$ و $FAHyHON2$) و آزمایش های شاهد ($i=BL$) ثابت نگه داشته شوند (به ترتیب ۱۰ gr و ۵۰ ml). در این مورد فاکتور $f_{2,i}$ در همه محاسبات ثابت خواهد بود.

۲-۱۲ غلظت کل هیومیک اسید (HA)، فولویک اسید (FA)، کربن آلی آب دوست (Hy) و کربن آلی خنثی آب گریز (HON) در نمونه های جامد جرم نمونه خشک (gr):

(۶)

$$m_{dry} = \frac{m_{wet} \times (100 - w_{m,s})}{100}$$

رطوبت نمونه (ml):

(۷)

$$V_M = \frac{w_{m,s}}{100} \times m_{wet}$$

حجم تصحیح شده برای افزودن اسید (V_2) و حجم باقیمانده آب در قرص حاوی HA (V_1-V_8) برحسب (ml). تنها اگر $V_A > 0$ باشد تصحیح به کار می رود.

(۸)

$$V_A = V_1 + V_2 - V_8$$

محاسبه Hy_1 (ماده خشک mg/kg):

(۹)

$$Hy_1 = \frac{(f_{2,FAHy_1} \times DOC_{Hy_1} - BL_{DAX}) \times V_7}{M_{Dry}}$$

محاسبه $FA+HON_1$ (ماده خشک mg/kg):

(۱۰)

$$(FA + HON)_1 = \frac{DOC_{FAHyHON_1} \times V_7}{M_{Dry}} - Hy_1$$

محاسبه FA_1 (ماده خشک mg/kg):

(۱۱)

$$FA_1 = \frac{\sum_{i=1}^4 DOC_{FA_1,i} \times V_{9,i}}{M_{Dry}}$$

محاسبه Hy_2 (ماده خشک mg/kg):

(۱۲)

$$Hy_2 = \frac{(DOC_{Hy_2} \times f_{2,FAHy_2} - BL_{DAX}) \times (V_M + V_6)}{M_{Dry}}$$

محاسبه $FA+HON_2$ (ماده خشک mg/kg):

(۱۳)

$$(FA + HON)_2 = \frac{DOC_{FAHyHON_2} \times (V_M + V_6) \times f_1}{M_{Dry}} - Hy_2$$

محاسبه FA_2 (ماده خشک mg/kg):

(۱۴)

$$FA_2 = \frac{\sum_{i=1}^4 DOC_{FA_2,i} \times V_{10,i}}{M_{Dry}}$$

مقدار Hy (ماده خشک mg/kg):

(۱۵)

$$Hy = Hy_1 + Hy_2$$

مقدار FA (ماده خشک mg/kg):

(۱۶)

$$FA = FA_1 + FA_2$$

محاسبه HON (ماده خشک mg/kg):

(۱۷)

$$HON = (FA + HON)_1 + (FA + HON)_2 - FA$$

محاسبه HA (ماده خشک mg/kg):

(۱۸)

$$HA = \frac{(DOC_{HA} \times (V_A + V_5) - DOC_{FAHYHON_2} \times f_1 \times V_A) \times (V_M + V_6)}{M_{Dry} \times V_1}$$

که در آن:

M_{wet}	جرم نمونه مرطوب برحسب گرم (gr)؛
$W_{m,s}$	مقدار رطوبت نمونه برحسب درصد (/.)؛
V_6	حجم هیدروکلریک اسید ۰/۱ mol/l و هیدروکلریک اسید ۱ mol/l افزوده شده برای اسیدی کردن نمونه تا pH=۱ برحسب میلی لیتر (ml)؛
V_7	مواد شناور بازیافتی پس از استخراج با هیدروکلریک اسید ۰/۱ mol/l بر حسب (ml)؛
V_8	مواد شناور بازیافتی پس از برداشتن HA برحسب میلی لیتر (ml)؛
V_1	مواد شناور بازیافتی پس از استخراج با سدیم هیدروکسید ۰/۱ mol/l برحسب میلی لیتر (ml)؛
V_2	حجم هیدروکلریک اسید ۶ mol/l افزوده شده بر حسب میلی لیتر (ml)؛
V_5	حجم پتاسیم هیدروکسید افزوده شده برای حل کردن جزء HA برحسب میلی لیتر (ml)؛
V_9	حجم های پتاسیم هیدروکسید افزوده شده برای حل کردن جزء FA از DAX-8، استخراج با هیدروکلریک اسید ۰/۱ mol/l، حجم ها جداگانه ثبت شدند (۴ تا ۱=i)؛
V_{10}	حجم های پتاسیم هیدروکسید افزوده شده برای حل کردن جزء FA از DAX-8، استخراج با سدیم هیدروکسید ۰/۱ mol/l، حجم ها جداگانه ثبت شدند (۴ تا ۱=i)؛
DOC_{HA}	غلظت DOC اندازه گیری شده HA برحسب میلی گرم کربن بر لیتر (mg C/l)؛

$DOC_{FAHyHON1}$	غلظت DOC شناور بازیافتی پس از استخراج با هیدروکلریک اسید 0.1 mol/l برحسب میلی گرم کربن بر لیتر (mg C/l)؛
$DOC_{FAHyHON2}$	غلظت DOC شناور بازیافتی پس از برداشتن (HA) برحسب میلی گرم کربن بر لیتر (mg C/l)؛
DOC_{Hy1}	غلظت DOC اندازه گیری شده در استخراج با هیدروکلریک اسید 0.1 mol/l پس از تعادل با DAX-8 برحسب میلی گرم کربن بر لیتر (mg C/l)؛
DOC_{Hy2}	غلظت DOC اندازه گیری شده در استخراج پس از برداشتن HA و تعادل با DAX-8 برحسب میلی گرم کربن بر لیتر (mg C/l)؛
DOC_{FA1}	غلظت DOC موجود در پتاسیم هیدروکسید 0.1 mol/l پس از حل کردن FA از DAX-8 در استخراج با هیدروکلریک اسید 0.1 mol/l برحسب میلی گرم کربن بر لیتر (mg C/l)؛ غلظت های DOC جداگانه ثبت شدند (۴ تا ۱=i)؛
DOC_{FA2}	غلظت DOC موجود در پتاسیم هیدروکسید 0.1 mol/l پس از حل کردن FA از DAX-8 در استخراج با سدیم هیدروکسید 0.1 mol/l برحسب میلی گرم کربن بر لیتر (mg C/l)؛ غلظت های DOC جداگانه ثبت شدند (۴ تا ۱=i)؛

۱۳ بیان نتایج

گزارش نتایج اندازه گیری شده بر اساس ماده خشک برحسب میلی گرم بر کیلوگرم (mg/kg) گزارش شود.

۱۴ گزارش آزمون

گزارش آزمون حداقل باید شامل جزئیات زیر باشد:

- ۱-۱۴ ارجاع به این استاندارد ملی؛
- ۲-۱۴ هرگونه اطلاعات لازم برای شناسایی کامل نمونه؛
- ۳-۱۴ ارجاع به روش استفاده شده برای اندازه گیری تجزیه ای برای مثال طبق بند ۳ کتابنامه؛
- ۴-۱۴ نتایج بدست آمده؛
- ۵-۱۴ هرگونه جزئیات اختیاری یا انحرافی از ویژگی های اشاره شده در این استاندارد ملی و هرگونه اثرات تاثیرگذار بر نتایج؛
- ۶-۱۴ تاریخ انجام آزمون؛

۷-۱۴ نام و نام خانوادگی و امضا آزمون کننده.

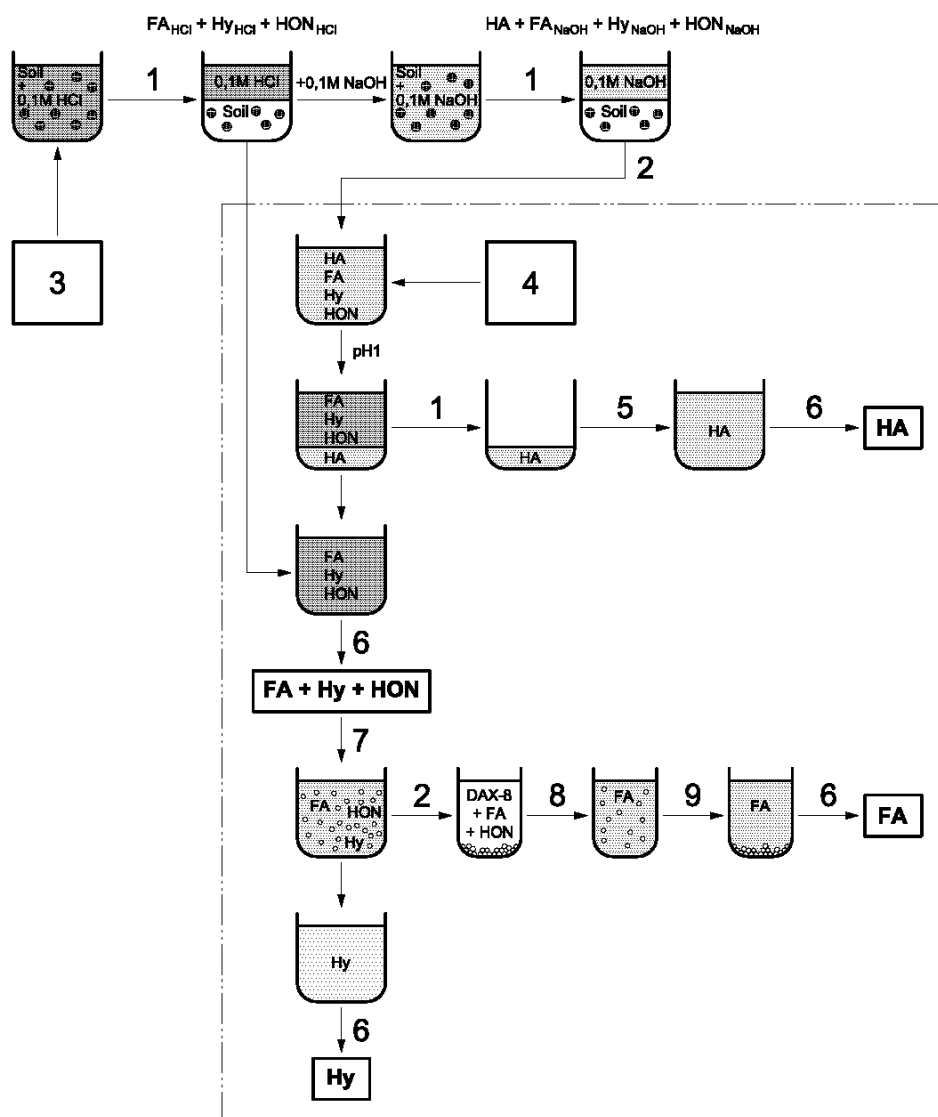
۱۵ مشخصه‌های اجرایی

مشخصه‌های اجرایی روش در بند ۱۴ کتابنامه توصیف شده است.

پیوست الف

(اطلاعاتی)

معرفی شماتیک بخش‌های اجرایی



راهنما:

- ۱ سانتریفیوژ
 - ۲ فیلتراسیون
 - ۳ نقطه آغازی برای نمونه‌های جامد
 - ۴ نقطه آغازی برای نمونه‌های مایع (به قسمت پنجم این سری استاندارد مراجعه شود).
 - ۵ HA حل شده در ۰/۱ M KOH
 - ۶ آنالیز TOC
 - ۷ افزودن DAX-8 و ۱h متعادل کردن
 - ۸ FA حل شده در ۰/۱ M KOH و ۱h
 - ۹ ۵ دقیقه ته‌نشین شدن
- $HON_{Tot} = HON_{NaOH} + HON_{HCl}$ $FA_{Tot} = FA_{NaOH} + FA_{HCl}$ $Hy_{Tot} = Hy_{NaOH} + Hy_{HCl}$

شکل الف-۱- معرفی شماتیک بخش‌های اجرایی

پیوست ب

(اطلاعاتی)

صحه گذاری روش اجرایی

ب-۱ کلیات

صحه گذاری روش اجرایی موجود در این استاندارد، در بند ۶ کتابنامه توصیف شده است. چندین انتخاب برای توسعه روش اجرایی، در این پیوست آورده شده است.

ب-۲ یادآوری‌هایی برای استفاده از DAX-8 تمیز شده

میانگین مقدار رطوبت ($W_{m,DAX}$) رزین مرطوب تمیز شده $34 \pm 6.3\%$ برای ($n=5$) بود. تغییرات کوچکی در مقدار رطوبت اثر محدود شده‌ای در نتایج دارد؛ بنابراین برای تصحیح غلظت FA و Hy اندازه‌گیری شده، برای محتوای آب رزین‌ها از این مقدار میانگین استفاده می‌شود.

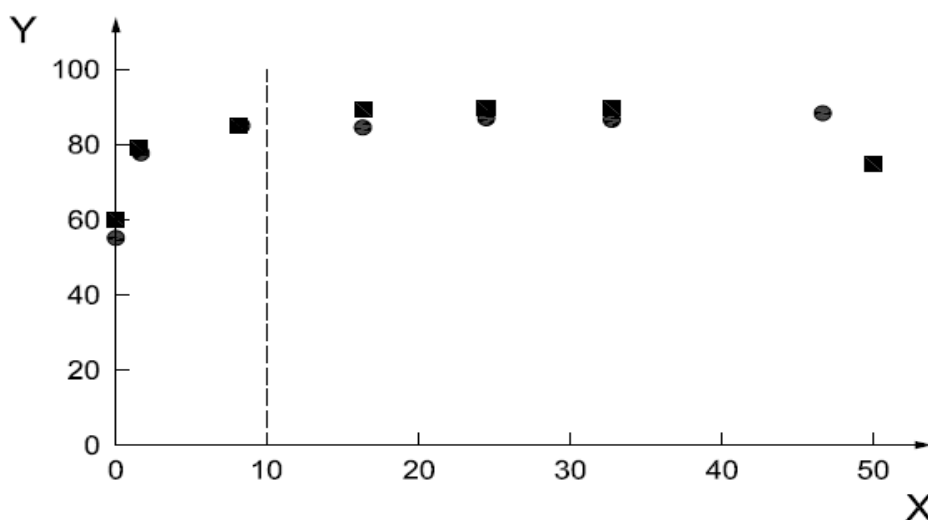
بعد از تمیز کردن سخت‌گیرانه رزین DAX-8، غلظت DOC شاهد در این روش حدود 2 mg C/l بدست آمد. اندازه مولکولی DOC ته‌نشین شده در DAX-8 تمیز شده، بر اساس کروماتوگرافی اندازه حذفی^۱ با عملکرد بالا، کمتر از 100 u (واحد جرم اتمی) بود. بنابراین، فرض شده است که DOC ته‌نشین شده ناشی از جریان رزین نسبت به FA ته‌نشین شده می‌باشد.

ب-۳ بررسی مقدماتی عملکرد DAX-8 و XAD-8

جذب FA بر روی XAD-8 و DAX-8 در افزودن‌های متفاوتی از رزین مطالعه و زمان جذب اندازه‌گیری شد. با این وجود برگشت‌پذیری فرایند جذب نیز اندازه‌گیری شد، چون معمولاً FA با جذب و سپس واجذب از XAD-8 شناسایی می‌شود (به بند ۱۱ و ۱۵ و ۱۶ و ۱۷ کتابنامه مراجعه شود). نتایج این بررسی مقدماتی در زیربند ب-۲ و این زیربند آورده شده‌اند. باید دقت شود که رزین DAX-8 در مقایسه با XAD-8، اندکی تمایل بیشتری (بیشتر از ۵٪) به جذب FA دارد. این نتایج با بند ۱۸ کتابنامه مطابقت دارند. این مطالعات نشان می‌دهند که رزین‌های XAD-8 و DAX-8 مخلوط‌های جداگانه‌ای از اجزا هستند که ترکیب ساختار آن‌ها عموماً مشابهند، اگرچه مقدار ترکیبات آلیفاتیک استخراجی HS توسط DAX-8 اندکی بیشتر است. باید دقت شود نتایج موجود در بند ۱۸ کتابنامه بر اساس مخلوط HA و FA بوده، درحالی‌که این پیوست تنها بر روی تعادل جذب و واجذب FA متمرکز شده است. می‌توان نتیجه گرفت که رزین‌های XAD-8 و

1- Size-exclusion

DAX-8 از لحاظ تخمین غلظت FA برابرند و استفاده از این روش اجرایی با DAX-8، با روش‌های اجرایی استاندارد توصیه شده توسط IHSS سازگاری دارد. به شکل‌های ب-۱ و ب-۲ مراجعه نمایید.



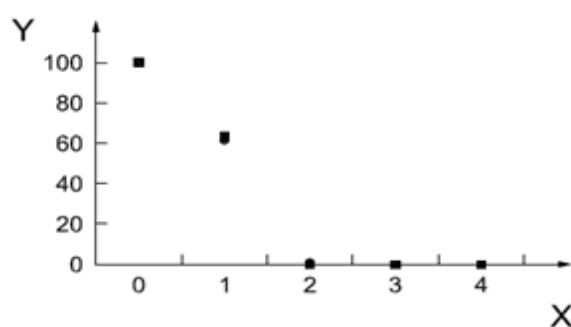
راهنما:

X مقدار DAX-8/XAD-8 مرطوب، برحسب گرم (gr)

Y FA جذب شده، برحسب درصد (%)

یادآوری- دایره‌ها نشان دهنده آزمون‌های انجام شده با رزین XAD-8 می‌باشد در حالی که مربع‌ها نتایج را با رزین DAX-8 نشان می‌دهند. خط افقی مقدار رزین انتخاب شده برای روش اجرایی استاندارد نشان می‌دهد.

شکل ب-۱- جذب FA خاک الیوت (28 mg C/l) به عنوان تابعی از مقدار رزین (مرطوب) XAD-8 و DAX-8

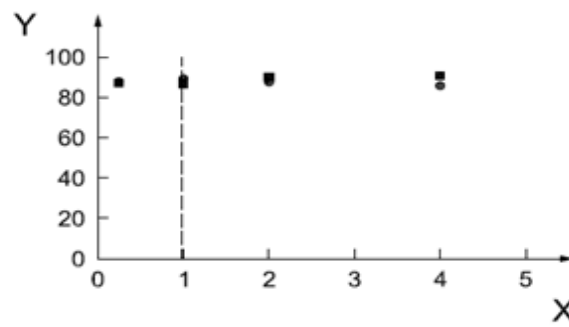


ب

راهنما:

X مرحله جذب

Y FA جذب شده، برحسب درصد (%)



الف

راهنما:

X زمان جذب، برحسب ساعت (h)

Y FA جذب شده، برحسب درصد (%)

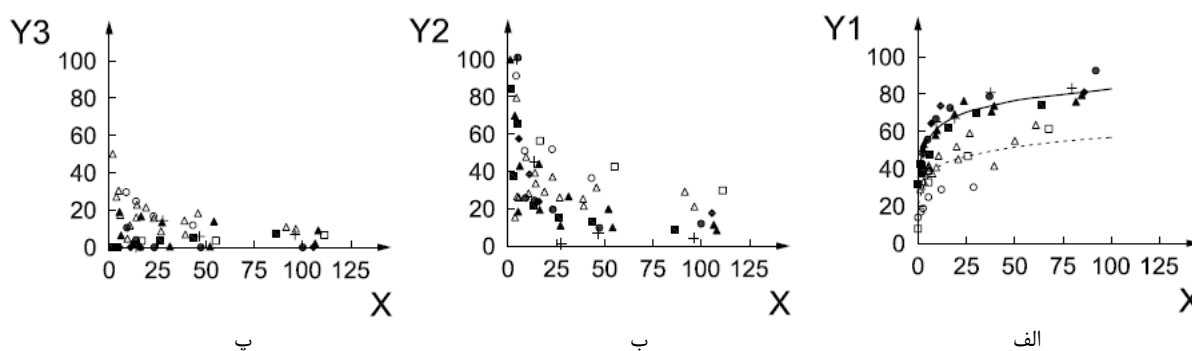
یادآوری- آزمایشات با 10 gr رزین مرطوب برای 50 ml محلول نمونه انجام می‌شود. خط افقی زمان جذب انتخاب شده برای روش اجرایی استاندارد را نشان می‌دهد.

شکل ب-۲- جذب FA به عنوان تابعی از زمان [الف] و مشخصات واجذب XAD-8 و DAX-8 [ب] برای FA خاک

الیوت (28 mg C/l)

ب-۴ رفتار تهنشینی وابسته به غلظت HA

شکل ب-۳ باز یافت HA از مواد تهنشین شده را به عنوان تابعی از غلظت HA اندازه گیری شده نشان می دهد. از ارتباطات نزدیک مناسب HA جامد و آبی می توان برای محاسبه تقریبی بازدهی تهنشینی استفاده کرد. توجه داشته باشید که این ارتباطات نزدیک برای نمونه های ویژه ممکن است به اندازه کافی مناسب نباشد.



راهنما:

X HA اندازه گیری شده (mg C/l)

Y1 باز یافت بر حسب درصدی (%) از HA

Y2 باز یافت بر حسب درصدی (%) از FA

Y3 باز یافت بر حسب درصدی (%) از Hy

یادآوری- علامت های تو خالی HA آبی جدا شده را نشان می دهد: رودخانه سوانی (دایره)، مایع سنگ شویی لندفیل (مربع) و آب زوانن (مثلث). خط پررنگ، نمودار برابند [ضریب اندازه گیری $r^2 = 0.86$, $n = 38$] $[y = 10.46 \ln(x) + 32.93, r^2 = 0.86, n = 38]$ می باشد که بر اساس اطلاعات بدست آمده از کود گیاهی، خاک، کمپوست و مشتقات HA حاصل از مخلوط پسماند لندفیل است؛ خط تیره نمودار وابستگی غلظت HA $[y = 8.28 \ln(x) + 12.88, r^2 = 0.52, n = 27]$ می باشد که بر اساس اطلاعات بدست آمده از سه نمونه آبی HA است. نمودارهای ب و پ درصد DOC (حاصل از HA) اندازه گیری شده مانند FA و Hy، به ترتیب به عنوان تابعی از HA اندازه گیری شده می باشد.

شکل ب-۳- باز یافت HA خالص شده به عنوان تابعی از غلظت HA برای کود گیاهی (مربع سیاه)، خاک الیوت

(مثلث سیاه)، خاک الیوت پس از سانتریفیوژ با سرعت بالا (لوزی سیاه)، کمپوست (دایره سیاه) و مخلوط پسماند

لندفیل (+) مواد با منبع جامد [نمودار الف] (در این نمونه ها HON پیدا نشد)

ب-۵ خصوصیات شیمیایی رسوب های بدست آمده از HA در غلظت های مختلف

آزمایش های اضافی با HA جدا شده از کود، برای بدست آوردن بخش هایی از خصوصیات شیمیایی غلظت های مختلف، در دسته ای از روش ها انجام شد. قسمت های تهنشین شده HA در پنج غلظت اولیه متفاوت (۱۰ mg C/l تا ۱۰۰ mg C/l)، دوباره با دیالیز و انجماد خشک خالص سازی شده و به صورت شیمیایی با کروماتوگرافی اندازه حذفی با دقت بالا (HPSEC)، جذب (۲۴۵ nm تا ۶۶۵ nm) فرابنفش/مرئی (UV/VIS) و آنالیز عنصری (C، H، N، O) مشخص شدند. نتایج در جدول های ب-۱ (که در آن ضریب استخراج مولار ϵ است) و ب-۲ نشان داده شده است. کروماتوگرام های HPSEC در شکل ب-۴ نشان داده

شده است. به نظر می‌رسد که نسبت E465/E665 در نمونه اولیه بیشتر می‌باشد؛ این خاصیت در دیگر ترکیب‌ها منعکس نمی‌شود. مشخص نیست که چرا جذب نمونه اولیه در ۶۶۵ nm در مقایسه با همه نتایج دیگر نسبتاً کمتر است، گرچه باید توجه شود که در این طول موج جذب خیلی کمی اندازه‌گیری می‌شود. صرف‌نظر از نمونه، به‌نظر می‌رسد دیگر ویژگی‌های شیمیایی با هم قابل مقایسه می‌باشند. کروماتوگرام‌های HPSEC (به غیر از ارتفاع پیک‌ها به دلیل غلظت‌های مختلف) تفاوت قابل ملاحظه‌ای را میان توزیع اندازه مولکولی نشان نمی‌دهند (به شکل ب-۴ مراجعه شود). بنابراین نتیجه گرفته می‌شود که این فنون تفاوت قابل ملاحظه‌ای را میان قسمتی از HA که با غلظت‌های کم تا زیاد (۱۰۰ mg C/l تا ۰٫۵ mg C/l) رسوب می‌کند را آشکار نمی‌نماید.

جدول ب-۱- خصوصیات UV/VIS نمونه‌های کمپوست از قبل خالص‌سازی شده HA (اصلی) و کمپوست دوباره رسوب‌گذاری شده HA که متعاقباً در غلظت‌های مختلف حل شده است.

(آروماتیسیته از جذب در ۲۵۴ nm مطابق بند ۱۹ کتابنامه محاسبه می‌شود.)

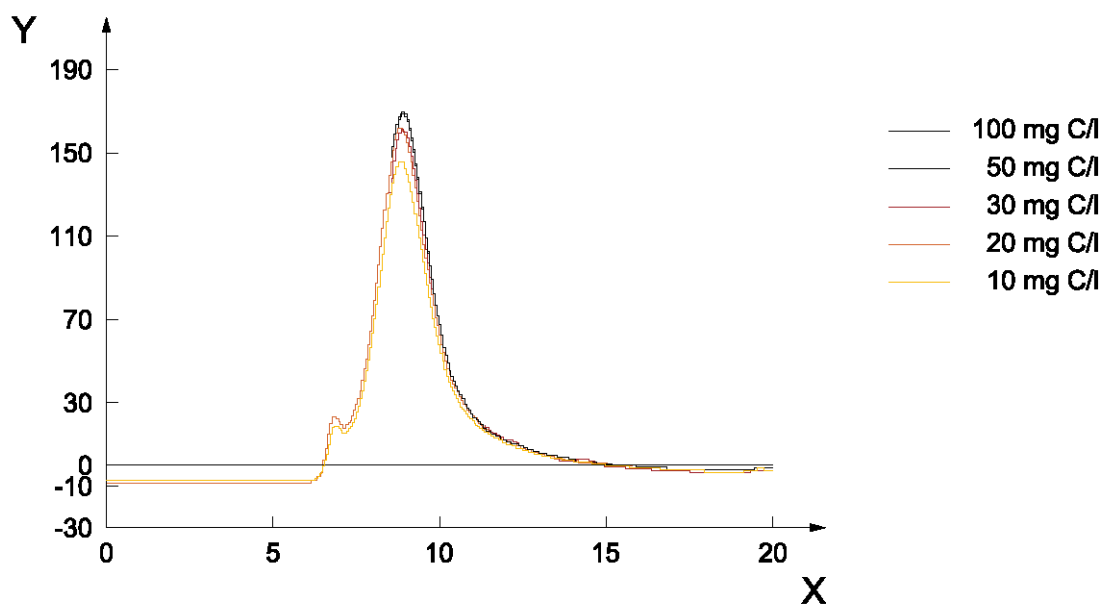
رسوب‌گذاری	DOC	۲۵۴	۲۸۰	۳۰۰	۴۰۰	۴۶۵	۶۶۵	E_{280}/E_{400}	E_{465}/E_{665}	ϵ (۲۵۴)	آروماتیسیته
غلظت	(mg C/l)	nm	nm	nm	nm	nm	nm	(-)	(-)	mol/l.cm	%
اصلی	۱۵٫۱	۰٫۷۶۷	۰٫۶۶۸	۰٫۵۷۷	۰٫۲۳۳	۰٫۱۲۴	۰٫۱۱۸	۲٫۵	۶٫۹	۶۱۱	۳۳٫۳
۱۰ mg C/l	۱۳٫۵	۰٫۷۳۱	۰٫۶۲۶	۰٫۵۴۱	۰٫۲۳۵	۰٫۱۴۲	۰٫۱۰۵۸	۲٫۲	۲٫۵	۵۵۶	۳۴٫۵
۲۰ mg C/l	۱۵٫۲	۰٫۷۶۹	۰٫۶۷۷	۰٫۵۸۵	۰٫۲۶۱	۰٫۱۵۴	۰٫۱۰۵۸	۲٫۲	۲٫۷	۵۳۴	۳۳٫۴
۳۰ mg C/l	۱۳٫۶	۰٫۷۴۳	۰٫۶۴۵	۰٫۵۵۳	۰٫۲۵	۰٫۱۴۵	۰٫۱۰۵۴	۲٫۲	۲٫۷	۵۶۸	۳۵٫۱
۵۰ mg C/l	۱۴٫۴	۰٫۷۶۷	۰٫۶۷۵	۰٫۵۸۴	۰٫۲۵	۰٫۱۴۵	۰٫۱۰۵۵	۲٫۳	۲٫۶	۵۶۱	۳۴٫۸
۱۰۰ mg C/l	۱۴٫۷	۰٫۸۰۳	۰٫۷۰۳	۰٫۶۰۸	۰٫۲۵۵	۰٫۱۵	۰٫۱۰۵۸	۲٫۴	۲٫۶	۵۷۲	۳۵٫۴

جدول ب-۲- آنالیز عنصری نمونه‌های کمپوست از قبل خالص‌سازی شده HA (اصلی) و کمپوست دوباره

رسوب‌گذاری شده HA که متعاقباً در غلظت‌های مختلف حل شده است.

(ترکیب عنصری بر اساس ماده خشک اندازه‌گیری می‌شود. مواد اصلی با روش‌های جداسازی مرسوم، جداسازی و خالص‌سازی می‌شوند.)

رسوب‌گذاری	C	H	N	O	مجموع CHNO	نسبت O/C
غلظت	%	%	%	%	%	(-)
اصلی	۵۵٫۷۸	۴٫۸۲	۷٫۷۷	۲۷٫۷۱	۹۶٫۱	۰٫۶۱
۱۰ mg C/l	۵۳٫۳۱	۴٫۴۶	۶٫۸۴	۲۹٫۱۷	۹۳٫۸	۰٫۵۳
۲۰ mg C/l	۵۴٫۵۲	۴٫۸۳	۷٫۴	۲۹٫۰۴	۹۵٫۸	۰٫۵۷
۳۰ mg C/l	۵۳٫۳۵	۴٫۷۴	۷٫۲۶	۲۰٫۵۵	۸۵٫۹	۰٫۵۶
۵۰ mg C/l	۵۳٫۸۶	۴٫۷۷	۷٫۱۹	۲۷٫۱	۹۲٫۹	۰٫۵۵
۱۰۰ mg C/l	۵۴٫۲۷	۴٫۷۹	۷٫۳	۲۷٫۱۲	۹۳٫۵	۰٫۶۱



راهنما:

X زمان بر حسب دقیقه

Y جذب بر حسب mAU (میلی - جذب واحد)

شکل ب-۴- کروماتوگرامهای HPSEC نمونه های کمپوست از قبل خالص سازی شده HA (اصلی) و کمپوست دوباره رسوب گذاری شده HA که متعاقباً در غلظت های مختلف حل شده است.

پیوست پ

(اطلاعاتی)

شرایط مربوط به سانتریفیوژ

پ-۱ کلیات

مطابق این استاندارد، اولین مرحله جداسازی جامد/مایع باید توسط سانتریفیوژ کردن انجام شود. توصیه می-شود که سانتریفیوژ به مدت ۳۰ دقیقه و با قدرت ۳۰۰۰ g 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 gr) وابسته به سرعت چرخش، n (بر حسب دور بر دقیقه min^{-1}) و شعاع چرخش، r (برحسب cm) و توسط معادله (پ-۱) محاسبه می‌شود:

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

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 (پ-۲) محاسبه شود:

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

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 سانتریفیوژ یکسان، باید فاکتورهای k برای هر دو سرعت محاسبه شوند. با استفاده از معادله (پ-۳) زمان‌های مورد نیاز تعیین می‌شوند:

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

که در آن:

k_a فاکتور ویژه چرخش در سرعت چرخش a؛

k_b فاکتور ویژه چرخش در سرعت چرخش b؛

t_a زمان سانتریفیوژ 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 سانتریفیوژ برای سرعت چرخش b بر حسب دقیقه (min) است.

پ-۲ مثالی برای نحوه محاسبه

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

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

(پ-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 ۳۰ 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 (پ-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}

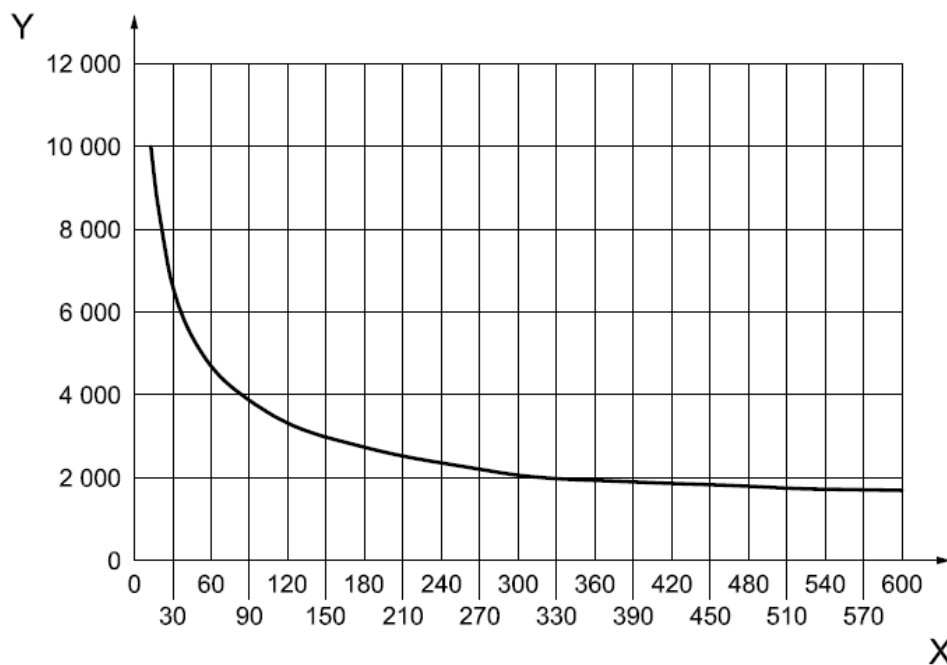
$$k_{3000} = \frac{2.53 \times (\ln 9 - \ln 3)}{(3000)^2} \times 10^{11} = 30883$$

زمان مورد نیاز برای سرعت چرخش 3000 min^{-1} (به معادله (پ-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 پ-۱ زمان سانتریفیوژ (t) را بر حسب سرعت چرخش (n) نشان می‌دهد (بر اساس g ۳۰۰۰ برای ۳۰ دقیقه):



راهنما:

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

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

پیوست ت

(اطلاعاتی)

کتابنامه

- [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] Dijkstra, J.J.; Meeussen, J.C.L.; Comans, R.N.J. Evaluation of a generic multi-surface sorption model for inorganic soil contaminants. *Environ. Sci. Technol.* 2009, 43, pp. 6196-6201
- [4] Khai, N.M.; Oborn, I.; Hillier, S.; Gustafsson, J.P. Modeling of metal binding in tropical Fluvisols and Acrisols treated with biosolids and wastewater. *Chemosphere* 2008, 70, pp. 1338-1346
- [5] Carter, C.M.; Van der S loot, H.A.; Cooling, D. pH dependent extraction of soils and soil amendments to understand the factors controlling element mobility - New approach to assess soil and soil amendments. *Eur. J. Soil Sci.* 2009, 60, pp. 622-637
- [6] Dijkstra, J.J.; Van Zomeren, A.; Meeussen, J.C.L.; Comans, R.N.J. Effect of Accelerated Aging of MSWI Bottom Ash on the Leaching Mechanisms of Copper and Molybdenum. *Environ. Sci. Technol.* 2006, 40, pp. 4481-4487
- [7] Apul, D.S.; Gardner, K.H.; Eighmy, T.T.; Fallman, A.; Comans, R.N.J. Simultaneous application dissolution/precipitation and surface complexation/surface precipitation modeling to contaminant leaching. *Environ. Sci. Technol.* 2005, 39, pp. 5736-5741
- [8] Huijgen, W.J.J.; Comans, R.N.J. Carbonation of steel slag for CO₂ sequestration: leaching of products and reaction mechanism. *Environ. Sci. Technol.* 2006, 40, pp. 2790-2796
- [9] Carter, C.M.; Van der S loot, H.A.; Cooling, D.; Van Zomeren, A.; Matheson, T. Characterization of untreated and neutralized bauxite residue for improved waste management. *Environ. Eng. Sci.* 2008, 25, pp. 475-489
- [10] Engelsens, C.J.; Van der S loot, H.A.; Wibetoe, G.; Petkovic, G.; Stoltenberg-Hansson, E.; Lund, W. Release of major elements from recycled concrete aggregates and geochemical modelling. *Cement and concrete research* 2009, 39, pp. 446-459
- [11] Swift, R.S. Organic matter characterization. In *Methods of soil analysis. Part 3. Chemical methods*; Sparks, D.L., Ed.; Soil Science Society of America: Madison, WI, 1996; pp. 1011-1069
- [12] Milne, C.J., Kinniburgh, D.G., Tipping, E. Generic NICA-Donnan model parameters for proton binding by humic substances, *Environ. Sci. Technol.*, 2001, 35, pp. 2049-2059
- [13] Milne, C.J., Kinniburgh, D.G., van R iemdsdijk, W.H., Tipping, E. Generic NICA-Donnan model parameters for metal-ion binding by humic substances, *Environ. Sci. Technol.*, 2003, 37, pp. 958-971

- [14] van Zomeren, A., Comans, R.N.J. Measurement of humic and fulvic acid concentrations and dissolution properties by a rapid batch procedure, *Environ. Sci. Technol.*, 2007, 41, pp. 6755-6761
- [15] Thurman, E.M., Malcolm, R.L. Preparative isolation of aquatic humic substances, *Environ. Sci. Technol.*, 1981, 15, pp. 463-466
- [16] Hayes, M.H.B.; Swift, R.S. Genesis, isolation, composition and structures of soil humic substances. In *Soil colloids and their associations in aggregates*; de Boodt, M. F., Ed.; Plenum Press: New York, 1990; pp. 245-305
- [17] Aiken, G.R., Thurman, E.M., Malcolm, R.L. Comparison of XAD macroporous resins for the concentration of fulvic acid from aqueous solution, *Anal. Chem.*, 1979, 51, pp. 1799-1803
- [18] Peuravuori, J., Lehtonen, T., Pihlaja, K. Sorption of aquatic humic matter by DAX-8 and XAD-8 resins - Comparative study using pyrolysis gas chromatography 5, *Anal. Chim. Acta*, 2002, 471, pp. 219-226
- [19] Chin, Y.P., Aiken, G.R., O'Loughlin, E. Molecular weight, polydispersity, and spectroscopic properties of aquatic humic substances, *Environ. Sci. Technol.*, 1994, 28, pp. 1853-1858
- [20] [20] Gfeller, M., Schulin, R. ETH Zürich, <http://www.randomdots.net>