



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۰۰۸۱

چاپ اول

۱۳۹۴

INSO

20081

1st. Edition

2016

لجن، پسماند زیستی تصفیه شده و خاک -
اندازه‌گیری نیتروژن کج‌لدال

Sludge, treated biowaste and soil -
Determination of Kjeldahl nitrogen

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 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

« لجن، پسماند زیستی تصفیه شده و خاک - اندازه گیری نیتروژن کجدال »

رئیس:

هیات علمی دانشگاه جندی شاپور اهواز

بابائی، علی اکبر

(دکتری مهندسی بهداشت محیط)

دبیر:

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

پولاد زاده، اعظم

(فوق لیسانس شیمی)

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

کارشناس آزمایشگاه اداره حفاظت محیط
زیست

آتشی، مزگان

(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس پسماند معاونت بهداشت دانشگاه
جندی شاپور

احمدپور، الهام

(فوق لیسانس مهندسی آب و فاضلاب)

کارشناس مسئول آزمایشگاه اداره حفاظت
محیط زیست

آذریان، علیرضا

(کارشناس ارشد محیط زیست)

رئیس آزمایشگاه سازمان آب و برق

براتی، پری

(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت کیمیا کنکاش جندی
شاپور

چرم زاده، مهرناز

(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد استان
خوزستان

دایی، مینا

(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس آزمایشگاه پژوهشکده تکنولوژی
تولید جهاد دانشگاهی

دوست علی وند، مقداد

(لیسانس شیمی کاربردی)

کارشناس شهرداری اهواز

سعادت، سجاد

(فوق لیسانس محیط زیست)

سرپرست آزمایشگاه پژوهشکده تکنولوژی
تولید جهاد دانشگاهی

سقانژاد، سید جعفر

(دکترای شیمی)

مدیر سلامت محیط حرفه ای معاونت
بهداشت دانشگاه جندی شاپور

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)

فهرست مندرجات

صفحه

عنوان

ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
۵	پیش گفتار
و	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ اصول آزمون
۲	۵ مزاحمت‌ها و عوامل خطا
۳	۶ مواد و/یا واکنشگرها
۳	۷ وسایل
۳	۸ نگهداری و پیش آماده سازی نمونه
۴	۹ روش انجام آزمون
۵	۱۰ محاسبات
۶	۱۱ بیان نتایج
۶	۱۲ دقت
۶	۱۳ گزارش آزمون
۷	پیوست الف (اطلاعاتی) داده‌های تکرارپذیری و تجدیدپذیری
۹	پیوست ب (اطلاعاتی) کتاب‌نامه

پیش گفتار

استاندارد " لجن، پسماند زیستی تصفیه شده و خاک - اندازه گیری نیتروژن کجداال " که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط شرکت زرگستر روبینا تهیه و تدوین شده و در نود و ششمین اجلاس کمیته ملی استاندارد محیط زیست مورخ ۱۳۹۴/۱۱/۱۹ 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 می شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت های 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:

BS EN 16169:2012, Sludge, treated biowaste and soil - Determination of Kjeldahl nitrogen

مقدمه

این استاندارد برای چند نوع بافت مطابق جدول ۱ (همچنین پیوست الف را برای نتایج ارزیابی ببینید) کاربرد داشته و ارزیابی شده است.

جدول ۱- بافت‌هایی که برای این استاندارد کاربرد داشته و ارزیابی شده

مواد استفاده شده برای ارزیابی	بافت
لجن شهری	لجن
کمپوست تازه کمپوست	پسماند زیستی
خاک اصلاح شده با لجن خاک کشاورزی	خاک

لجن، پسماند زیستی تصفیه شده و خاک - اندازه‌گیری نیتروژن کج‌دال

هشدار - مسئولیت برقراری ایمنی و سلامتی مناسب و تعیین حدود قوانین کاربری قبل از استفاده، به عهده کاربر این استاندارد ملی می باشد. ضروری است که آزمون‌های 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 اندازه‌گیری نیتروژن کج‌دال مطابق روش کج‌دال برای لجن، پسماند زیستی تصفیه شده و خاک است. این استاندارد برای اندازه‌گیری جزئی ترکیبات دارای پیوند نیتروژنی با اتصال N-N و N-O و برخی ترکیبات هتروسیکل (پیریدین‌ها) کاربرد دارد و برای اندازه‌گیری نیترات و نیتريت کاربرد ندارد. حد تشخیص (LOD)^۱ معمولاً ۰٫۰۳٪ نیتروژن و حد کمی‌سازی (LOQ)^۲، ۰٫۱٪ نیتروژن (با استفاده از سولفوریک اسید ۰٫۲۵ mol/l برای تیتراسیون) است.

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 نظرهای 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 روش‌های آزمون

2-2 EN 15934, Sludge, treated biowaste, soil and waste — Calculation of dry matter fraction after determination of dry residue or water content

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

2-4 EN ISO 5667-15, Water quality — Sampling — Part 15: Guidance on the preservation and handling of sludge and sediment samples

2-5 ISO 18512, Soil quality — Guidance on long and short term storage of soil samples

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاح و تعریف زیر به کار می‌رود:

1- Limit of detection

2- Limit of quantification

نیتروژن کج‌دال

نیتروژن موجود در آمونیاک آزاد، ترکیبات آمونیاک معدنی و انواعی از ترکیبات نیتروژن آلی که با فرایند هضم شرح داده شده در این استاندارد (هضم کاتالیستی با سولفوریک اسید) به آمونیوم سولفات تبدیل می‌شوند (استاندارد EN 13342 را ببینید).

۴ اصول آزمون

نمونه خشک و همگن می‌شود، رطوبت یا مواد مایع در یک لوله کج‌دال مناسب با سولفوریک اسید هضم می‌شود و اغلب ترکیبات نیتروژنی موجود به آمونیوم سولفات تبدیل می‌شوند. برای افزایش دما، پتاسیم سولفات افزوده و به عنوان مثال از مخلوطی از تیتانیم دی اکسید و مس سولفات به عنوان کاتالیزگر استفاده می‌شود. بعد از افزودن سدیم هیدروکسید به محلول هضم، آمونیوم تولید شده با تقطیر به صورت آمونیاک تبخیر می‌شود. سپس در سیستم خنک‌سازی متراکم شده و به درون بالن مخروطی حاوی محلول بوریک اسید (یا سولفوریک اسید رقیق شده) وارد می‌شود. این محلول برای اندازه‌گیری آمونیاک با سولفوریک اسید یا هیدروکلریک اسید تیترو می‌شود.

۵ مزاحمت‌ها و عوامل خطا

روش کج‌دال در این استاندارد کل ترکیبات نیتروژن را پوشش نمی‌دهد. نیتروژن در اتصالات N-O و N-N (به عنوان مثال آزو، نیترو و ترکیبات نیتروزو، هیدرازین‌ها، هیدرازون‌ها، اکسیم‌ها، پیرازولون‌ها، ایزواکسازول‌ها، دی- و تری-آزین‌ها) کاملاً هضم نمی‌شوند. علاوه بر این جزء معدنی (نیترات و نیتريت) اندازه‌گیری نمی‌شود. عامل دیگر خطا شامل آلودگی وسایل است. بنابراین وسایل باید بعد از هر مجموعه تجزیه‌ای آب‌کشی شوند و اندازه‌گیری‌های شاهد باید انجام شود. مقدار سولفوریک اسید استفاده شده در فرایند هضم به ترکیب نمونه (جدول ۲ را ببینید) بستگی دارد. برای نمونه‌های با مقدار بالای مواد آلی باید از نسبت نمونه به اسید حداقل ۱ به ۱۰ (نسبت وزن به حجم) استفاده شود. به‌منظور جلوگیری از اتلاف آنالیت، دمای مجموعه هضم نباید از ۴۰۰ °C بیشتر شود.

جدول ۲- مقدار سولفوریک اسید مصرفی با مواد مختلف در حین هضم کج‌دال

مصرف سولفوریک اسید (۳۶ mol/l) در حین هضم ml/g	مواد
۱۰/۰	خاک، کربن آلی
۵/۸	خاک، مواد آلی
۱/۶۳	Al ₂ O ₃
۱/۰۴	Fe ₂ O ₃
۰/۶۰	خاک رس
۰/۵۵	CaCO ₃
۰/۳۳	سیلت (لای)

جدول ۲- ادامه

۰	شن و ماسه
۶,۷۶	سالیسیلیک اسید
۰,۵۸	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
۱,۵۰	آهن احیا شده

۶ مواد و / یا واکنشگرها

به غیر از موارد ذکر شده، در کل آزمون فقط از آب مقطر یا آب یون زدایی شده مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ و نیز از مواد شیمیایی با درجه خلوص واکنشگر استفاده کنید. درجات دیگر می توانند مشروط بر دارا بودن خلوص به اندازه کافی بالا و بدون کاهش درستی اندازه گیری استفاده شوند.

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

۲-۶ سولفوریک اسید (H_2SO_4)، با جرم حجمی ۱,۸۴ g/ml

۳-۶ مخلوط کاتالیزگر

۲۰۰ g پتاسیم سولفات (K_2SO_4)، ۲۰ g مس سولفات ۵ آبه ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) و ۲۰ g تیتانیم دی اکسید (TiO_2) را با ساختار بلوری آنا تاز آسیاب و کاملاً مخلوط کنید تا مخلوطی از K_2SO_4 و CuSO_4 و TiO_2 به ترتیب به نسبت ۱۰ به ۱ به ۱ تهیه شود.

این مخلوط کاتالیز گر به صورت تجاری در دسترس است.

۴-۶ سدیم هیدروکسید (NaOH)، با غلظت ۱۰ mol/l

۵-۶ محلول بوریک اسید (H_3BO_3)، با جرم حجمی ۲۰ g/l

۶-۶ شناساگر مخلوط

۰,۱ g سبز بروموکرزول و ۰,۰۲ g قرمز متیل را در ۱۰۰ ml اتانول حل کنید.

شناساگر مخلوط به صورت تجاری در دسترس بوده و استفاده از آن مجاز است.

۷-۶ سولفوریک اسید یا هیدروکلریک اسید (H^+)، با غلظت H^+ برابر با ۰,۰۱ mol/l تا ۰,۵۰ mol/l

۷ وسایل

علاوه بر وسایل آزمایشگاهی معمول از وسایل زیر استفاده کنید:

۱-۷ بالن یا لوله هضم کج‌دال، مناسب برای پایه هضم (بند ۷-۲)

۲-۷ پایه هضم، مناسب برای هضم نمونه‌ها با سولفوریک اسید در دمای نزدیک به 400°C

۳-۷ دستگاه تقطیر، به عنوان مثال نوع پاراناس-واگنر^۱ یا سایر دستگاه تقطیر مناسب با مولد بخار

۸ نگاه‌داری و پیش آماده‌سازی نمونه

نمونه‌های خاک را مطابق استاندارد ISO 18512 و نمونه‌های لجن را مطابق استاندارد EN ISO 5667-15 نگاه‌داری کنید.

برای اهداف این استاندارد ممکن است پسماند زیستی مشابه خاک نگاه‌داری شود. به غیر از موارد مشخص شده، نمونه‌ها را مطابق استاندارد EN 16179 آماده کنید. معمولاً نمونه‌ها خشک، همگن و دارای اندازه دانه، مقدار مایع و رطوبت معینی هستند. نتایج برحسب جرم خشک بیان می‌شوند، بنابراین در مورد نمونه‌های مایع یا مرطوب باید از یک نمونه ویژه برای اندازه‌گیری جرم خشک استفاده شود. جرم خشک نمونه را مطابق استاندارد EN 15934 اندازه‌گیری کنید.

۹ روش انجام آزمون

۱-۹ کلیات

از همگنی نمونه آزمون باید اطمینان حاصل کنید.

۲-۹ هضم

یک آزمون از نمونه خشک شده با وزن حدود 0.2 g تا 1 g یا یک نمونه خشک نشده با مواد خشک متناظر را با تقریب 0.1% درستی در یک بالن یا لوله هضم (بند ۷-۱) بردارید. استفاده از آزمون بزرگتر امکان پذیر است. جرم آزمون بهتر است مطابق با مقدار نیتروژن انتخاب شود. برای استفاده از روش‌های نیمه میکرو یا ماکرو باید به ترتیب از بالن‌ها یا لوله‌هایی با حجم مناسب استفاده شود. 10 ml سولفوریک اسید (بند ۶-۲) اضافه کنید.

یادآوری ۱- مقدار سولفوریک اسید می‌تواند مطابق با اندازه بالن یا لوله تغییر کند.

تا زمانی که اسید کاملاً با نمونه مخلوط شود، بالن را بچرخانید. بگذارید مخلوط بماند و خنک شود. 2.5 g مخلوط کاتالیزگر (بند ۶-۳) اضافه کنید.

تا زمانی که سولفوریک اسید روی دیواره لوله متراکم می‌شود و رنگ قهوه‌ای ناپدید می‌شود، مخلوط هضم را حرارت دهید. سپس گرمایش را به مدت حداقل 60 دقیقه دیگر ادامه دهید. به منظور جلوگیری از اتلاف نیتروژن، از افزایش دمای مجموعه هضم بیشتر از 400°C اجتناب کنید. به منظور اطمینان از گرمایش ملایم قبل از رسیدن به نقطه جوش توصیه می‌شود از برنامه‌ریزی دمایی به‌ویژه برای نمونه‌های مایع یا نمونه‌هایی با مقدار زیاد مواد آلی استفاده کنید.

یادآوری ۲- مدت زمان جوشاندن ممکن است تغییر کند و به مواد نمونه بستگی دارد. محلول بهتر است در پایان جوشاندن شفاف باشد.

یادآوری ۳- مقدار مواد آزمون و مواد شیمیایی و کاتالیزگرهای افزوده شده ممکن است مطابق با نسبت شرح داده شده در دستورکارهای سازنده تغییر کند.

یادآوری ۴- نسخه‌های نیمه میکرو و ماکرو روش کجدال برای بعضی مواد مناسب هستند.

۳-۹ تیتراسیون

بعد از تکمیل مرحله هضم، بگذارید بالن یا لوله خنک شود و ۲۰ ml آب (بند ۶-۱) را در حال هم زدن به آرامی اضافه کنید. سپس بالن یا لوله را بچرخانید تا هر گونه مواد نامحلول به حالت تعلیق درآمده و محتویات را به دستگاه تقطیر (بند ۷-۳) منتقل کنید. سه مرتبه با آب (بند ۶-۱) بشوید تا انتقال کامل انجام شود.

۵۰ ml محلول بوریک اسید (بند ۶-۵) را به یک بالن مخروطی ۲۰۰ ml افزوده و بالن را زیر متراکم کننده دستگاه تقطیر قرار دهید به گونه‌ای که انتهای متراکم کننده درون محلول باشد. ۲۰ ml سدیم هیدروکسید (بند ۶-۴) را به قیف دستگاه افزوده و ماده قلیایی را به آرامی درون مخزن تقطیر وارد کنید.

یادآوری ۱- در دستگاه‌های کج‌دال جدید برای تقطیر از لوله‌های هضم استفاده می‌شود و افزودن مواد شیمیایی، برنامه ریزی شده انجام می‌شود. تقطیر به صورت خودکار انجام می‌شود. تیتراسیون پتانسیومتری امکان‌پذیر است.

یادآوری ۲- بهترین روش تقطیر، تقطیر بخار است. نرخ جریان حداکثر ۲۵ ml/min قابل کاربرد است.

هنگامی که ۱۰۰ ml مایع از تقطیر جمع‌آوری شد (برای نتایج کمی، مقدار مایع تقطیر به ابعاد دستگاه بستگی دارد)، تقطیر را متوقف کنید انتهای متراکم کننده را آب‌کشی کرده، چند قطره شناساگر مخلوط (بند ۶-۶) به مایع تقطیر افزوده و با محلول سولفوریک اسید یا هیدروکلریک اسید (بند ۶-۷) تا نقطه پایانی بنفش، تیتراسیون کنید.

غلظت محلول سولفوریک اسید یا هیدروکلریک اسید (بند ۶-۷) باید مطابق با مقدار مورد انتظاری که در تیتراسیون بافت‌های نمونه مختلف مصرف می‌شود، انتخاب شود. برای لجن‌ها و پسماندهای زیستی تصفیه شده به دلیل مقادیر نیتروژن بالاتر از ۰/۵٪، استفاده از اسید با غلظت ۰/۵ mol/l توصیه می‌شود. برای نمونه‌های خاک، استفاده از سایر غلظت‌های اسید خطای تجزیه‌ای را کاهش می‌دهد اما باید مراقب آلودگی اسیدهای تیتراسیون با کربن دی‌اکسید باشید زیرا غلظت اسید را تغییر داده و بنابراین پایداری آن را کم می‌کند.

یادآوری ۳- اندازه‌گیری نهایی را می‌توان با سایر روش‌های معتبر غیر از تیتراسیون (به عنوان مثال EN 25663، ISO 11261 و EN ISO 11732) انجام داد.

۴-۹ بررسی عملکرد

برای کنترل هضم و دستگاه، از موادی با مقدار نیتروژن معلوم و غیر قابل تغییر استفاده می‌شود. این مواد می‌توانند آمونیوم سولفات، استانیلید، L-آسپارتیک اسید، سولفانلیک اسید یا سایر آمینواسیدها با مقدار نیتروژن معلوم باشند.

۵-۹ آزمون شاهد

اندازه‌گیری‌های شاهد را در هر مجموعه انجام داده و از مقدار شاهد میانگین برای محاسبات استفاده کنید.

۱۰ محاسبات

مقدار نیتروژن (w_N) را برحسب میلی‌گرم بر کیلوگرم با استفاده از رابطه ۱ محاسبه کنید:

$$w_N = \frac{(V_1 - V_0) \times c(H^+) \times M_N \times 100}{m \times w_{dm}} \quad (1)$$

که در آن:

- w_N مقدار نیتروژن براساس ماده خشک بر حسب میلی گرم بر کیلوگرم؛
- V_1 حجم سولفوریک اسید (بند ۶-۲) استفاده شده در تیتراسیون نمونه بر حسب میلی لیتر؛
- V_0 حجم سولفوریک اسید (بند ۶-۲) استفاده شده در تیتراسیون آزمون شاهد بر حسب میلی لیتر؛
- $c(H^+)$ غلظت دقیق H^+ در محلول سولفوریک اسید یا هیدروکلریک اسید (بند ۶-۷) بر حسب مول بر لیتر (به عنوان مثال در صورت استفاده از محلول سولفوریک اسید با غلظت 0.1 mol/l غلظت H^+ برابر با 0.2 mol/l است)؛
- M_N جرم مولی نیتروژن بر حسب گرم بر مول ($M_N = 14$)؛
- m جرم نمونه آزمون بر حسب کیلوگرم؛
- w_{dm} کسر ماده خشک اندازه گیری شده مطابق استاندارد EN 15934 بر حسب درصد.

۱۱ بیان نتایج

نتیجه باید بر حسب میلی گرم بر کیلوگرم ماده خشک یا بر حسب درصد براساس ماده خشک بیان شود و تا دو رقم اعشار گزارش شود.

۱۲ دقت

مشخصات عملکرد این استاندارد ارزیابی شده است (پیوست الف را ببینید).

۱۳ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد

- ۱-۱۳ روش آزمون استفاده شده مطابق این استاندارد ملی؛
- ۲-۱۳ اطلاعات کامل برای شناسایی کامل نمونه؛
- ۳-۱۳ روش استفاده شده برای اندازه گیری نیتروژن کج‌دال؛
- ۴-۱۳ نتایج آزمون محاسبه شده مطابق بند ۱۰ گزارش مطابق بند ۱۱؛
- ۵-۱۳ هر عاملی که ممکن است بر روی نتایج تاثیر داشته باشد و جزئیات آن در این روش ذکر نشده است.
- ۶-۱۳ نام و نام خانوادگی آزمون گر؛
- ۷-۱۳ تاریخ انجام آزمون.

پیوست الف

(اطلاعاتی)

داده‌های تکرارپذیری و تجدیدپذیری

الف-۱ مواد استفاده شده در مطالعه مقایسه بین آزمایشگاهی

مقایسه بین آزمایشگاهی اندازه‌گیری نیتروژن کجلدال در لجن، پسماند زیستی و خاک توسط ۱۱ تا ۱۲ آزمایشگاه روی شش ماده انجام شد. اطلاعات بیشتر را می‌توانید در گزارش نهایی درباره مطالعه مقایسه بین آزمایشگاهی ذکر شده در مرجع ۱۱ پیوست ب ببینید. انواعی از مواد آزمون شده در جدول الف-۱ فهرست شده است.

جدول الف ۱- مواد آزمون شده در مقایسه بین آزمایشگاهی اندازه‌گیری نیتروژن کجلدال در لجن، خاک و پسماند زیستی تصفیه شده

اندازه دانه	نمونه	ماده
(کمتر از ۰٫۵ mm)	لجن ۱	مخلوطی از لجن‌های تصفیه خانه فاضلاب شهری
	لجن ۲	مخلوطی از لجن‌های تصفیه خانه فاضلاب شهری
(کمتر از ۲٫۰ mm)	کمپوست ۱	کمپوست تازه
	کمپوست ۲	کمپوست
	خاک ۴	خاک اصلاح شده با لجن
	خاک ۵	خاک کشاورزی

الف-۲ نتایج مقایسه بین آزمایشگاهی

ارزیابی آماری مطابق استاندارد ISO 5725-2 انجام شد. مقادیر میانگین، انحراف استاندارد تکرارپذیری (s_r) و انحراف استاندارد تجدیدپذیری (s_R) به دست آمد (جدول الف-۲).

جدول الف -۲- نتایج مطالعات مقایسه بین آزمایشگاهی اندازه‌گیری نیتروژن کجلدال در لجن، خاک و پسماند زیستی تصفیه شده

C_{Vr} %	s_r g/kg	C_{VR} %	s_R g/kg	\bar{X} g/kg	n_o %	n	l	بافت
۱,۴۱	۰,۵۴	۴,۳۶	۱,۶۶	۳۸,۰۲	۱	۴۲	۹	لجن ۱
۱,۲۴	۰,۴۴	۶,۱۸	۲,۱۸	۳۵,۲۷	۱	۴۸	۱۰	لجن ۲
۲,۱۵	۰,۳۵	۱۵,۵۱	۲,۵۲	۱۶,۲۲	۲	۴۲	۱۱	کمپوست ۱
۴,۵۰	۰,۵۷	۱۶,۴۵	۲,۰۹	۱۲,۶۸	۱	۵۴	۱۱	کمپوست ۲
۷,۱۹	۰,۱۲	۲۴,۳۵	۰,۴۰	۱,۶۲	۰	۴۴	۱۱	خاک ۴
۴,۴۲	۰,۰۸	۱۶,۶۲	۰,۳۰	۱,۸۳	۱	۴۶	۱۰	خاک ۵
راهنما:								
l تعداد آزمایشگاه های شرکت کننده؛								
n تعداد نتایج تجزیه‌ای بعد از حذف داده‌های پرت؛								
n_o تعداد داده های پرت؛								
\bar{X} میانگین کل نتایج (بدون داده‌های پرت)؛								
s_R انحراف استاندارد تجدیدپذیری؛								
C_{VR} ضریب تغییر تجدیدپذیری؛								
s_r انحراف استاندارد تکرارپذیری؛								
C_{Vr} ضریب تغییر تکرارپذیری.								

پيوسٽ ب

(اطلاعاتي)

ڪتابنامہ

- [1] EN 13342, Characterization of sludges — Determination of Kjeldahl nitrogen
- [2] EN 13654-1, Soil improvers and growing media — Determination of nitrogen — Part 1: Modified Kjeldahl method
- [3] EN 15002, Characterization of waste — Preparation of test portions from the laboratory sample
- [4] EN 25663, Water quality — Determination of Kjeldahl nitrogen — Method after mineralization with selenium (ISO 5663)
- [5] EN ISO 11732, Water quality — Determination of ammonium nitrogen by flow analysis (CFA and FIA) and spectrometric detection (ISO 11732)
- [6] ISO 5725-2, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method
- [7] ISO 11261, Soil quality — Determination of total nitrogen — Modified Kjeldahl method
- [8] ISO 11464, Soil quality — Pretreatment of samples for physico-chemical analysis
- [9] ISO 11465, Soil quality — Determination of dry matter and water content on a mass basis — Gravimetric method
- [10] BREMNER, J. M.; MULVANEY, C. S.: Nitrogen - total. In PAGE, A. L. ET AL., Methods of soil analysis. Part 2 :chemical and microbiological properties. Madison: American Society of Agronomy, 1982, pp. 595-624
- [11] Desk study 16 in Project Horizontal; www.horizontal.ecn.nl/
- [12] HOFMANN, G.: Methodenbuch des VDLUFA. Die Untersuchung von Böden, Band I, A 2.2.1, Bonn :VDLUFA Verlag, 1997
- [13] JANSSEN, E., KOOPMANN, R., Determination of total phosphorus, total nitrogen and nitrogen fractions, 2005
- [14] KJELDAHL, J., Neue Methode zur Bestimmung des Stickstoffs in organischen Körpern, Z. Anal. Chem. 22 ,1883, p. 366-382
- [15] PAGE, A. L. ET AL., Methods of soil analysis, Part 2 chemical and microbiological properties. Madison :American Society of Agronomy, 1982