



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۰۲۴۴

چاپ اول

۱۳۹۴

INSO

20244

1st.Edition

2015

تعیین مشخصات لجن - تعیین روش
نیتروژن به روش کلدال

Characterization of sludges -
Determination of Kjeldahl nitrogen

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 پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

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

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

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

1-International Organization for Standardization

2-International Electrotechnical Commission

3-International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)

4-Contact point

5-Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«تعیین مشخصات لجن - تعیین روش نیتروژن به روش کلدال»

رئیس:

ایمانی نبیی، امین

(دکترای شیمی تجزیه)

دبیر:

صابونی، رضا

(فوق لیسانس شیمی کاربردی)

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

آل احمدی، ام البنین

(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

پرتونیا، لیدا

(فوق لیسانس زیست شناسی)

جوادی، افسانه

(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

چراغی، رضا

(لیسانس مهندسی شیمی)

زمزمی، سهراب

(فوق لیسانس سنجش از دور و GIS)

سالک زمانی، علی

(فوق لیسانس مهندسی کشاورزی)

سمت و / یا نمایندگی

دانشگاه پیام نور

اداره کل استاندارد استان آذربایجان شرقی

انجمن صنفی مدیران کنترل کیفی و
مسئولین فنی صنایع استان آذربایجان شرقی

اداره کل حفاظت محیط زیست استان
آذربایجان شرقی

اداره کل حفاظت محیط زیست استان
آذربایجان شرقی

سازمان صنعت، معدن و تجارت استان
آذربایجان شرقی

اداره کل منابع طبیعی و آبخیزداری استان
آذربایجان شرقی

مرکز تحقیقات کشاورزی و منابع طبیعی
استان آذربایجان شرقی

اداره کل استاندارد استان آذربایجان شرقی

سالک زمانی، مریم
(فوق لیسانس علوم تغذیه)

مرکز تحقیقات کشاورزی و منابع طبیعی
استان آذربایجان شرقی

سلیمانی، جابر
(دکترای مهندسی کشاورزی)

اداره کل استاندارد استان آذربایجان شرقی

قاطع فر، راحله
(فوق لیسانس مهندسی صنایع غذایی)

شرکت آب و فاضلاب شهری استان
آذربایجان شرقی

کاظمیان، نعیمه
(فوق لیسانس شیمی کاربردی)

شرکت آب و فاضلاب شهری استان
آذربایجان شرقی

کشاورزی حسین آبادی، مهشید
(فوق لیسانس باکتری شناسی)

دانشگاه صنعتی سهند

مقدس، جعفر صادق
(دکترای مهندسی شیمی)

اداره کل استاندارد استان آذربایجان شرقی

ملازاده، میکائیل
(دکترای شیمی تجزیه)

سازمان مدیریت پسماندهای شهرداری تبریز

هراتی، حبیبه
(فوق لیسانس مهندسی منابع طبیعی و محیط زیست)

آزمایشگاه آزما گستر فراز

یعقوب دوست، یعقوب
(لیسانس شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ اصول آزمون
۲	۵ محدودیت‌ها و مزاحمت‌ها
۲	۶ مواد و/یا واکنشگرها
۴	۷ وسایل لازم
۴	۸ پیش تیمار نمونه
۴	۹ روش آزمون
۶	۱۰ محاسبه و بیان نتایج
۷	۱۱ گزارش آزمون
۸	پیوست الف (اطلاعاتی) داده‌های عملکرد مربوط به مقایسه بین‌آمایشگاهی

پیش‌گفتار

استاندارد «تعیین مشخصات لجن- تعیین روش نیتروژن به روش کلدال» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های فنی مربوط تهیه و تدوین شده است و در هفتادویکمین اجلاسیه کمیته ملی استاندارد محیط‌زیست مورخ ۱۳۹۴/۶/۲۶ 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 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 تجدید نظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

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

BSEN 13342: 2000, Characterization of sludges -Determination of Kjeldahl nitrogen

تعیین مشخصات لجن - تعیین روش نیتروژن به روش کلدال

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه‌گیری نیتروژن به روش «کلدال» در لجن‌ها و محصولات آن است. هضم به وسیله سلنیم یا مس، کاتالیز می‌شود و دما توسط غلظت زیاد سدیم سولفات افزایش می‌یابد. یادآوری - هر چند به طور معمول نمونه‌های مرطوب برای آنالیز مورد استفاده قرار می‌گیرند، گزارش نتایج بر پایه جرم خشک (گرم بر کیلوگرم) متداول است. در نتیجه، ضرورت دارد که مقدار مانده خشک نمونه همگن شده مورد استفاده برای آنالیز نیز تعیین شود (به استاندارد EN 12880 مراجعه کنید).

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 ۳۰۶۸، آب، کیفیت آب - اندازه‌گیری آمونیوم - روش تقطیر و تیتراسیون

۲-۲ استاندارد ملی ایران ۱۷۲۸، آب - مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگی‌ها و روش‌های آزمون

2-3 ISO 5667-13, Water quality -- Sampling - Part 13: Guidance on sampling of sludges

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

2-5 EN 25663, Water quality-Determination of Kjeldal nitrogen-Method after mineralization with selenium

۳ اصطلاحات و تعاریف

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

۱-۳

نیتروژن کلدال

نیتروژنی که به فرم آمونیاک آزاد، ترکیبات آمونیاکی غیرآلی، و آن دسته از ترکیبات آلی نیتروژن که از طریق فرایند هضم توصیف شده (هضم در سولفوریک اسید با کمک کاتالیزگر) به آمونیوم سولفات تبدیل شده است، می‌باشد.

مانده خشک

بخشی از لجن که جرم خشک آن است و محصول فرایند مشخص شده برای خشک کردن است. مانده خشک برحسب درصد یا گرم در کیلوگرم (به استاندارد EN 12880 مراجعه کنید) بیان می شود.

۴ اصول آزمون

هضم اسیدی شدید نمونه در حضور سلنیم یا مس، بخش عمده ترکیبات نیتروژنه موجود را به آمونیم سولفات تبدیل می کند. سدیم سولفات افزوده می شود تا دمای محصول هضم را به حد مقتضی افزایش دهد. تقطیر محصول هضم تحت شرایط قلیایی به درون سولفوریک اسید رقیق مازاد (یا بوریک اسید مازاد) سبب آزاد شدن آمونیاک و تشکیل محلول آمونیم سولفات (یا آمونیم بورات) می شود. سپس می توان مقدار آمونیاک این محلول را با استفاده از روشی مناسب تعیین کرد (به استاندارد ملی ایران شماره ۳۰۶۸ و EN 25663 مراجعه کنید).

۵ محدودیت ها و مزاحمت ها**۱-۵ محدودیت ها**

با این روش هضم، نیتروژن در اشکال آزید، آزین، ترکیبات آزو، هیدرازین، نیترات، نیتريت، ترکیبات نیتروزو، اکسیم، سمی-کاربازون و نیتریل، قابل اندازه گیری نیست.

۲-۵ نیترات/نیتريت

وجود نیترات و نیتريت می تواند منجر به نتایج اشتباه شود، اما این مواد در مقادیری که وجودش در لجن متداول است، منجر به چنین نتایجی نمی شوند.

۶ مواد و/یا واکنشگرها

آب مورد استفاده برای آزمون، باید مطابق آب درجه دو استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ باشد. همه واکنشگرها باید از درجه آنالیتیکی معتبر برخوردار باشند.

۱-۶ سولفوریک اسید، $\rho = 1,84 \text{ g/ml}$

۲-۶ کاتالیزگر هضم

۱-۲-۶ کلیات

تجارب پیشین حاکی از آن است که می توان با استفاده از کاتالیزگر کمتر سمی مس (بند ۲-۳-۳)، نتایجی هم ارز با استفاده از کاتالیزگر سلنیم (بند ۲-۳-۲) به دست آورد. با این حال، قبل از به کارگیری این کاتالیزگر، کاربر باید اثبات کند که با استفاده از آن برای انواع رایج لجن های مورد آنالیز، می توان نتایج هم ارزی به دست آورد. اگر نتایج برای مقاصد قانونی یا حل مناقشات تجاری به کار رود، باید از کاتالیزگر سلنیم استفاده شود.

کاتالیزگر سلنیم باید به‌عنوان روش مرجع مطلق تلقی شود. در مورد بیشتر لجن‌ها، کاتالیزگر مس می‌تواند برای کسب نتایج موردنظر، مناسب باشد.

۲-۲-۶ کاتالیزگر سلنیم

g (۲۰ ± ۱۰۰۰) از سدیم سولفات بی‌آب را با g (۱ ± ۵۰) پودر سلنیم یا قرص‌های از قبل آسیاب‌شده سلنیم مخلوط کنید.

هشدار-مخلوط حاصل سمی است. از استنشاق هرگونه گرد و غبار هنگام تهیه یا استفاده آن، باید اجتناب کنید. همه مانده‌های حاوی سلنیم باید برای بازیابی سلنیم یا دفع کنترل شده آن، جمع‌آوری شوند. یادآوری- کاتالیزگر سلنیم به صورت تجاری به شکل قرص موجود است.

۲-۳-۶ کاتالیزگر مس (به بند ۱-۲-۶ مراجعه کنید)

g (۲۰ ± ۱۰۰۰) سدیم سولفات بی‌آب را با g (۲ ± ۱۰۰) مس سولفات پنج‌آبه (CuSO₄.5H₂O) به طور کامل مخلوط کنید.

۳-۶ محلول سدیم هیدروکسید

با احتیاط ۸۰۰ ml آب را به g (۲۰ ± ۵۰) پلت‌های^۱ سدیم هیدروکسید موجود درون بشر پلاستیکی اضافه کنید و هم بزنید تا حل شود. قویا توصیه می‌شود در حین افزودن ۸۰۰ ml آب، بیرون بشر با آب سرد جاری خنک شود. پس از آن که خنک شد، درون استوانه^۲ مدرج درپوش‌دار، با آب تا حجم ۱۰۰۰ ml رقیق کنید. محلول تهیه‌شده را در بطری پلی‌اتیلنی نگهداری کنید.

۴-۶ واکنشگرهای دریافت‌کننده آمونیاک^۲

۱-۴-۶ کلیات

برای تعیین نقطه پایان رنگ‌سنجی و نیز تیتراژ، واکنشگرهای مجزایی آرایه شده است.

۲-۴-۶ سولفوریک اسید، محلول c(H₂SO₄) = ۰٫۰۵ mol/l (نقطه پایان رنگ‌سنجی)

ml (۰٫۱ ± ۲٫۸) سولفوریک اسید (بند ۱-۶) را به ۸۰۰ ml آب (بند ۵-۶) اضافه کنید و با آب به حجم ml (۵ ± ۱۰۰۰) برسانید.

۳-۴-۶ محلول بوریک اسید، H₃BO₃، ۴۰ g/l (نقطه پایان تیتراژ)

ml (۱ ± ۴۰) بوریک اسید را به ۸۰۰ ml آب اضافه و حل کنید. ۶ ml محلول شناساگر با pH = ۴٫۵ اضافه کنید و با آب به حجم ml (۵ ± ۱۰۰۰) برسانید. باید یک قطره سدیم هیدروکسید ۰٫۱ mol/l برای تغییر رنگ ۲۰ ml از این واکنشگر از ارغوانی به سبز کافی باشد. در غیر این صورت آن را دور بریزید و از نو تهیه کنید. یادآوری- این محلول به طور تجاری نیز در دسترس است.

1-Pellets

2-Ammonia receiving reagents

۷ وسایل لازم

۱-۷ ظروف هضم

ظرف هضم باید برای جرم یا حجم آزمونه^۱ به کار رفته مناسب باشد. به عنوان مثال، بالن‌های تقطیر کلدال، با گنجایش اسمی ۳۰۰ ml یا لوله‌های هضم شیشه‌ای، با گنجایش ۲۵۰ ml برای استفاده با بلوک‌های حرارتی^۱ با کنترل گرمایی.

۲-۷ وسیله گرمایش

بالن‌های کلدال می‌توانند به طور مجزا حرارت داده شوند، ولی متداول‌تر آن است که در یک رک^۲ که قادر به نگه داشتن چندین ظرف است، حرارت داده شوند. حرارت از طریق چراغ بونزن یا اجاق سبیدی^۳ تأمین می‌شود. با وجود این، آنچه حایز اهمیت است، این است که سطح شیشه‌ای بالای مخلوط هضم به هیچ وجه در معرض حرارت مستقیم نباشد.

بلوک‌های حرارتی با قابلیت حفظ دمای کافی برای رفلاکس مخلوط هضم به طور تجاری در دسترس هستند. این بلوک‌ها نوعاً تا ۲۴ لوله هضم را نگه داشته، ظرفیت پذیرش نمونه را در آزمایشگاه افزایش می‌دهند.

۳-۷ دستگاه تقطیر

دستگاه تقطیر باید برای اتصال مستقیم به اجزای شیشه‌ای از قبیل سر تقطیر ضدپاشش^۴، میرد عمودی آب و لوله تحویل، که خروجی آن در محلول جاذب غوطه‌ور باشد، مناسب باشد. دستگاه تقطیر بخار کلدال خودکار برای این اندازه‌گیری مناسب است.

۴-۷ کمک جوش‌ها^۵

گرانول‌های سنگ‌جوش^۶ یا دانه‌های شیشه‌ای.

۸ پیش‌تیمار نمونه

خشک کردن لجن، تحلیل‌بردن آمونیاک آزاد، و بسته به pH، تحلیل‌بردن نمک‌های آمونیم را در پی خواهد داشت. به همین دلیل، آزمونه‌ای از نمونه مرطوب همگن‌شده باید مورد استفاده قرار گیرد (به استاندارد ISO 5667-13 مراجعه کنید).

۹ روش آزمون

جرم معلومی از لجن مرطوب همگن (معادل با ۰٫۲۵ تا ۰٫۵ g از جرم خشک) را به ظرف هضم (بند ۱-۷) منتقل کنید.

1-Temperature controlled heating block

2-Rack

3-Electric heating mantle

4-Anti-splash

5-Boiling aids

6-Anti-bumping

- همراه با هر بچ^۱ از نمونه‌ها باید یک بلانک نیز با جایگزین کردن ۵ml آب به جای لجن مرطوب، آزمون شود.
- یادآوری- برای لجن‌های خمیرمانند، می‌توان از کاغذ عاری از نیتروژن برای انتقال نمونه به ظرف هضم (بند ۷-۱) استفاده کرد.
- ۲-۹ $g (1 \pm 0.1)$ مخلوط کاتالیزگر (بند ۶-۲) (یا قرص‌های تجاری معادل آن) و دو تا سه سنگ‌جوش (بند ۷-۴) اضافه کنید.
- ۳-۹ درحالی‌که به آرامی ظرف را می‌چرخانید، با احتیاط $ml (5 \pm 1.0)$ سولفوریک اسید (بند ۶-۱) اضافه کنید.
- ۴-۹ ظرف را به آرامی در جایی که هوای آن به بیرون تهویه می‌شود (به‌عنوان مثال زیر هود) حرارت دهید تا آب موجود خارج شود و هر گونه کف فرونشیند.
- ۵-۹ ظرف را شدیدتر حرارت دهید تا جوش تند برقرار شود. سولفوریک اسید باید تا حدود نیمه گردن ظرف رفلاکس شود. بخارات سفید گوگرد تری‌اکسید باید بالای مایع قابل‌رؤیت باشد.
- یادآوری- در صورت استفاده از تجهیزات تجاری هضم باید طبق دستورالعمل‌های سازنده عمل شود.
- ۶-۹ محتویات ظرف باید در نهایت به رنگ روشن یا زرد کم رنگ درآید. پس از آن هضم را دست کم به مدت ۶۰ min دیگر ادامه دهید.
- ۷-۹ بگذارید محصول هضم خنک شود و با احتیاط $ml (5 \pm 4.0)$ آب بیفزایید. حین اضافه کردن آب، ظرف را به آرامی بچرخانید تا از تبلور محصول هضم جلوگیری شود.
- ۸-۹ اگر ظرف هضم (بند ۷-۱) برای اتصال مستقیم به دستگاه تقطیر مناسب باشد، تقریباً تا دو سوم حجم آن باید با آب پر شود. در غیر این صورت، محصول هضم را به‌طور کمی به بالن تقطیر کِلدال قابل‌اتصال به دستگاه تقطیر (بند ۷-۳) منتقل کنید و تقریباً تا دو سوم حجم آن را با آب (بند ۶-۵) پر کنید.
- ۹-۹ پس از افزودن ۵۰ ml سولفوریک اسید $mol/l (0.05)$ (بند ۶-۴-۲) یا ۵۰ ml بوریس اسید (بند ۶-۴-۳) به بالن دریافت‌کننده، دستگاه تقطیر را سوار و اطمینان حاصل کنید که لوله تحویل زیر سطح اسید قرار گرفته است.
- ۱۰-۹ با احتیاط $ml (2 \pm 3.0)$ محلول سدیم هیدروکسید (بند ۶-۳) را از دیواره بالن تقطیر به درون آن بریزید به طوری که منجر به ایجاد دو لایه مشخص شود. دستگاه را سوار کنید و بالن را با احتیاط بچرخانید تا محتویات بدون هدررفت آمونیاک آزادشده، مخلوط شود.
- یادآوری- این مرحله ممکن است برای دستگاه تقطیر تجاری خودکار ضرورت نیابد؛ دستورالعمل‌های سازنده باید رعایت شود.
- ۱۱-۹ بالن را طوری حرارت دهید که تقطیر با سرعت $ml/min (10)$ پیش رود.
- یادآوری- برای سیستم‌های تجاری، دستورالعمل‌های سازنده باید رعایت شود.
- ۱۲-۹ حدود ۱۲۰ ml از محصول تقطیر را جمع‌آوری کنید، سپس دریافت‌کننده را پایین ببرید تا لوله تحویل بالاتر از سطح اسید قرار گیرد، و ۳۰ ml دیگر از محصول تقطیر جمع‌آوری کنید.
- یادآوری- برای سیستم‌های تجاری، دستورالعمل‌های سازنده باید رعایت شود.

۹-۱۳ تقطیر را متوقف کنید و لوله تحویل را با حدود ۵ ml آب به درون بالن دریافت کننده بشویید.
 ۹-۱۴ در صورت لزوم، محصول تقطیر را تا حجم مشخصی با آب رقیق کرده، به خوبی مخلوط کنید.
 یادآوری- در صورت استفاده از نقطه پایان تیتراژ، می توان کل محصول تقطیر را با اسید تیتراژ کرد. به بند ۱۰ مراجعه کنید.
 ۹-۱۵ محلول حاصل از بند ۹-۱۴ را مورد استفاده قرار دهید تا مقدار نیتروژن آمونیاکی محصول تقطیر رقیق شده، مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۳۰۶۸ یا EN 25663 تعیین شود.
 یادآوری-تریپتوفان ($C_{11}H_{12}N_2O_2$) یا گلیسین ($C_2H_5NO_2$) را می توان برای بررسی بازده روش به کار برد. آمونیم سولفات (NH_4SO_4) را می توان برای بررسی بازده تقطیر به کار برد. باید پیش از استفاده از این سه ماده آن ها را در دمای $105^\circ C$ برای دست کم ۲ h خشک کرد.

۱۰ محاسبه و بیان نتایج

۱-۱۰ محاسبه

۱-۱-۱۰ اندازه گیری با کمک رنگ سنجی

مقدار نیتروژن کلدالی (N) بر حسب گرم در کیلوگرم جرم خشک بیان می شود و طبق معادله (۱) به دست می آید:

(۱)

که در آن:

C مقدار نیتروژن آمونیاکی محصول تقطیر رقیق شده، بر حسب میلی گرم در لیتر (بند ۹-۱۵)؛

B نتیجه اندازه گیری بلانک (بند ۹-۱) محصول تقطیر رقیق شده بر حسب میلی گرم در لیتر؛

m جرم مرطوب نمونه برداشته شده برای هضم، بر حسب گرم؛

V حجم نهایی محصول تقطیر، بر حسب میلی لیتر؛

W_{DR} مانده خشک لجن، اندازه گیری شده طبق استاندارد EN 12880، بر حسب درصد.

۱-۱-۲ اندازه گیری با کمک تیتراژ

مقدار نیتروژن کلدال (N) بر حسب گرم در کیلوگرم جرم خشک بیان می شود و برای تیتراژ کل حاصل

تقطیر طبق معادله (۲) به دست می آید:

(۲)

که در آن:

c غلظت هیدروکلریک اسید بر حسب مول در لیتر؛

V_1 حجم تیتراسیون، بر حسب میلی لیتر؛

V_2 حجم تیتراسیون نمونه بلانک، بر حسب میلی لیتر؛

m جرم مرطوب نمونه برداشته شده برای هضم بر حسب گرم؛

W_{DR} مقدار مانده خشک لجن اندازه‌گیری شده مطابق استاندارد EN 12880 برحسب درصد؛
14.01 جرم اتمی نیتروژن.

۲-۱۰ داده‌های دقت

برای آگاهی از داده‌های دقت، به پیوست الف مراجعه کنید.

۱۱ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حاوی اطلاعات زیر باشد:

- ۱-۱۱ ارجاع به شماره این استاندارد ملی ایران؛
- ۲-۱۱ همه اطلاعات لازم برای شناسایی کامل نمونه لجن؛
- ۳-۱۱ جزئیاتی درباره پیش‌تیمار نمونه، در صورت انجام؛
- ۴-۱۱ نتایج به دست آمده از اندازه‌گیری طبق بند ۱۰؛
- ۵-۱۱ هرگونه جزئیاتی که در این استاندارد مشخص نشده است، و هر عامل دیگری که ممکن است بر نتایج تاثیر گذاشته باشد؛
- ۶-۱۱ نام و نام خانوادگی و امضای آزمونگر.

پیوست الف

(اطلاعاتی)

داده‌های عملکرد مربوط به مقایسه بین آزمایشگاهی

در مطالعه بین آزمایشگاهی انجام شده پارامترهای زیر مقایسه گردید:

- هدررفت بر اثر احتراق جرم خشک (طبق استاندارد EN 12879)؛
- مانده خشک و مقدار آب (طبق استاندارد EN 12880)؛
- مقدار pH (طبق استاندارد EN 12176)؛ و
- نیتروژن کلدالی (طبق این استاندارد).

داده‌های حاصل در جدول زیر خلاصه شده است.

یادآوری- علایم اختصاری به کار رفته در جدول به شرح زیر است:

l ، تعداد آزمایشگاه‌ها؛

n ، تعداد مقادیر؛

NAP، درصد نتایج دورافتاده؛

، میانگین کل؛

σ_R ، انحراف استاندارد تجدیدپذیری؛

VC_R ، ضریب تغییرات تجدیدپذیری؛

σ_I ، انحراف استاندارد تکرارپذیری؛

VC_I ، ضریب تغییرات تکرارپذیری؛

m_{dr} جرم خشک.

جدول الف-۱- داده‌های دقت برای نیتروژن کلدالی

نمونه	l	n	NAP %	$g/kg m_{dr}$	σ_R $g/kg m_{dr}$	VC_R %	σ_I $g/kg m_{dr}$	VC_I %
۱	۴	۱۷	۰	۲۸٫۴۸	۲٫۱۵	۱۶٫۸۴	۲٫۱۳	۱۲٫۶۵
۲	۴	۱۵	۰	۲۱٫۸۷	۳٫۲۲	۱۶٫۳۰	۳٫۵	۲۱٫۴۷
۳	۴	۱۵	۰	۲۷٫۵۲	۱٫۰۷	۹٫۸۱	۰٫۷	۱۷٫۱۳
۴	۴	۱۵	۰	۱۶٫۲۸	۰٫۷۱۸	۱۳٫۵۸	۰٫۶۵	۴٫۷۹