



INSO

20252

1st.Edition

2015



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization

استاندارد ملی ایران

۲۰۲۵۲

چاپ اول

۱۳۹۴

تعیین مشخصات لجن – تعیین عناصر
کم مقدار و فسفر – روش‌های استخراج با
تیزاب سلطانی

**Characterization of sludges –
Determination of trace elements and
phosphorus – Aqua regia extraction
methods**

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، مصرفکنندگان، 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 پیشنهادها 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 الکترونیک (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 ، بازرگانی ، 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 یکاهای ، 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 عناصر کم مقدار و فسفر - روش‌های استخراج با تیزاب سلطانی»

سمت و/یا نمایندگی

دانشگاه پیام نور

رئیس:

ایمانی‌نبی، امین

(دکترای شیمی تجزیه)

دبیر:

اداره کل استاندارد استان آذربایجان شرقی

صابونی، رضا

(فوق لیسانس شیمی کاربردی)

اعضاء : (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

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

آل احمدی، ام البنین

(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

اداره کل حفاظت محیط‌زیست استان
آذربایجان شرقی

پرتونیا، لیدا

(فوق لیسانس زیست‌شناسی)

اداره کل حفاظت محیط‌زیست استان
آذربایجان شرقی

جوادی، افسانه

(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

سازمان صنعت، معدن و تجارت استان
آذربایجان شرقی

چراغی، رضا

(لیسانس مهندسی شیمی)

اداره کل منابع طبیعی و آبخیزداری استان
آذربایجان شرقی

زمزمی، سهراب

(فوق لیسانس سنجش از دور و GIS)

مرکز تحقیقات کشاورزی و منابع طبیعی
استان آذربایجان شرقی

سالک‌زمانی، علی

(فوق لیسانس مهندسی کشاورزی)

اداره کل استاندارد استان آذربایجان شرقی

سالک‌زمانی، مریم

(فوق لیسانس علوم تغذیه)

سلیمانی، جابر
(دکترای مهندسی کشاورزی)

مرکز تحقیقات کشاورزی و منابع طبیعی
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

قدس، 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 محیط‌زیست)

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
ز	مقدمه
۱	هدف و دامنه کاربرد ۱
۱	مراجع الزامی ۲
۱	اصطلاحات و تعاریف ۳
۲	اصول آزمون ۴
۲	مواد و/یا واکنشگرها ۵
۳	وسایل لازم ۶
۴	تهیه نمونه آزمایشگاهی ۷
۴	روش آزمون ۸
۷	آزمون بلانک ۹
۷	اندازه‌گیری‌ها ۱۰
۷	بیان نتایج ۱۱
۷	گزارش آزمون ۱۲
۸	داده‌های دقت ۱۳
۹	پیوست الف (اطلاعاتی) پیش‌تیمار نمونه
۱۱	پیوست ب (اطلاعاتی) کالیبراسیون آون ریzmوج
۱۳	پیوست پ (اطلاعاتی) خطوط راهنمای برای تکنیک‌های اندازه‌گیری
۱۶	پیوست ت (اطلاعاتی) داده‌های دقت برای روش‌های پ و ت با مواد مرجع
۱۸	پیوست ث (اطلاعاتی) داده‌های مربوط به دقت

پیش‌گفتار

استاندارد «تعیین مشخصات لجن - تعیین عناصر کم‌مقدار و فسفر - روش‌های استخراج با تیزاب سلطانی» 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 پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در موقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

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

BSEN 13346: 2000, Characterization of sludges – Determination of trace elements and phosphorus – Aqua regia extraction methods

مقدمه

عناصر قابل استخراج با تیزاب سلطانی^۱ را نمی‌توان به عنوان «کل» عناصر قلمداد کرد. از طرفی، چون روش کار استخراج شرح داده شده در این استاندارد، شدیدتر از آن است که نمایانگر تمامی فرایندهای بیولوژیکی باشد، نمی‌توان آن‌ها (عناصر قابل استخراج) را به عنوان جزء «زیست‌فراهم^۲» عناصر تلقی کرد.

در این استاندارد، یک روش استخراج با استفاده از تیزاب سلطانی پیشنهاد شده است. چهار فرایند گرمایشی توصیف شده است که در آن‌ها از واکنشگرهای یکسان استفاده می‌شود و از این رو، اصول واکنش شیمیایی یکسانی را به کار می‌گیرند.

روش الف، به عنوان روش هضم شدید، امکان استفاده از آزمونه‌های بزرگتر را میسر می‌کند. روش ب روشی است سریع که فقط در یک ظرف صورت می‌پذیرد، و در آن از آزمونه‌های کوچک‌تر استفاده می‌شود. روش‌های پ و ت، روش‌های گرمایش با ریزموج هستند که در آن‌ها به ترتیب از سیستم‌های بسته و باز استفاده می‌شود.

1-Aqua regia
2-Bio-available

تعیین مشخصات لجن - تعیین عناصر کم مقدار و فسفر - روش‌های استخراج با تیزاب سلطانی

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای استخراج عناصر کم مقدار و فسفر از لجن‌ها و محصولات لجن، با استفاده از تیزاب سلطانی است. محلول حاصل از استخراج، برای تعیین عناصر آرسنیک (As)، کادمیم (Cd)، کروم (Cr)، مس (Cu)، جیوه (Hg)، نیکل (Ni)، سرب (Pb)، سلنیم (Se)، روی (Zn)، و فسفر (P) با روش‌های طیفسنجی^۱ کاربرد دارد.

یادآوری ۱- اگر غلظت مواد محلول در حاصل استخراج‌ها^۲ زیاد باشد، باید مزاحمت‌های طیفی و تشید سیگنال زمینه^۳ را انتظار داشت.

یادآوری ۲- این روش به جز برای اجزای عنصری پیوندیافته با سیلیس، برای سایر عناصر کاربرد دارد.

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 مدرکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آنها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آنها مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸، آب، مورد استفاده برای آزمایشگاه‌های تجزیه

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۷۴۴۲-۲، درستی (صحت و دقیق) روش‌ها و نتایج اندازه‌گیری - قسمت دوم: روش پایه برای تعیین تکرارپذیری و تجدیدپذیری

۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۸۴۸، کیفیت آب - اندازه‌گیری عناصر انتخاب شده به روش اسپکتروفوتومتری نشرنوری با پلاسمای جفت‌شده الکایی (ICP-OES)

۴-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۵۵۹، کیفیت آب - اندازه‌گیری کادمیم به روش طیفسنجی جذب اتمی

۲-۵ EN 1233, Water quality – Determination of chromium – Atomic absorption spectrometric methods

۲-۶ EN 1483, Water quality, Determination of mercury

۲-۷ EN 12880, Characterization of sludges – Determination of dry residue and water content

۲-۸ ISO 8288, Water quality – Determination of cobalt, nickel, copper, zinc, cadmium and lead – Flame atomic absorption spectrometric methods

1-Spectrometric methods

2-Extract solution

3-Background enhancement

۳ اصطلاحات و تعاریف

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

۱-۳

تیزاب سلطانی

محلول هضم به دست آمده از مخلوط کردن یک حجم از نیتریک اسید با سه حجم از هیدروکلریک اسید.

۲-۳

جرم خشک (ماده خشک)

جرم مواد جامد به دست آمده پس از انجام فرایند خشک کردن توضیح‌داده شده.

یادآوری - این جرم بر حسب گرم یا کیلوگرم بیان می‌شود.

۴ اصول آزمون

نمونه آزمایشگاهی به گونه‌ای آماده می‌شود تا بتوان از آن، آزمونه‌ای نمایانگر به دست آورد. آزمونه مطابق یکی از روش‌های گرمایش شرح داده شده در زیر مورد استخراج قرار می‌گیرد:

- جوشانیدن به مدت حدود $h = 2$ با مبرد رفلакс^۱، و متعاقب آن، صاف کردن و به حجم رساندن در بالن حجم‌سنجدی (روش الف)؛

- جوشانیدن به مدت حدود $min = 15$ در لوله شیشه‌ای کالیبره شده^۲ و به حجم رساندن در همان لوله و متعاقب آن، انتظار تا سکون و تهشین شدن و سپس سرریز کردن محلول روشنایر برای آنالیز (روش ب)؛

- هضم با ریزموج به مدت $min = 20$ در ظرف بسته، و متعاقب آن صاف کردن و به حجم رساندن در بالن حجم‌سنجدی (روش پ)؛

- هضم با ریزموج به مدت $min = 30$ در ظرف باز، و متعاقب آن صاف کردن و به حجم رساندن در بالن حجم‌سنجدی (روش ت)؛

یادآوری - می‌توان سایر روش‌کارهای گرمایش را نیز در صورت داشتن عملکرد معادل، به کار برد.

۵ مواد و/یا واکنشگرهای

۱-۵ کلیات

واکنشگرهای مورد استفاده باید از خلوص کافی برخوردار باشند، تا خطای معنی‌داری در نتیجه آنالیز ایجاد نشود. همراه با هر بچ آنالیز، باید بلانک^۳ واکنشگر، حاوی همان مقدار از اسیدها، مورد تمام مراحل روش‌کار قرار گیرد.

1-Reflux condenser

2-Calibrated

3-Reagent blank

۲-۵ آب

آب مورد استفاده باید یون‌زدایی شده یا تقطیرشده و مطابق با آب درجه دو استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ باشد.

$$c(\text{HCl}) = ۱۲/۰ \text{ mol/l}$$

$$\rho \approx ۱/۱۸ \text{ g/ml}$$

$$c(\text{HNO}_3) = ۱۵/۸ \text{ mol/l}$$

$$\rho \approx ۱/۴۲ \text{ g/ml}$$

۳-۵ محلول هیدروکلریک اسید، حدود٪ (جرمی-جرمی) برای تمیز کردن

درون بالنی با گنجایش ۱، ml ۱۰ از نیتریک اسید (بند ۴-۵) را برداشته، با آب به حجم برسانید. برای تمیز کردن ظروف شیشه‌ای حتماً از این محلول استفاده شود.

۴-۵ دودکان نرمال یا هر ماده ضدکف مناسب (برای اضافه کردن در روش ب).

۶ وسایل لازم

۱-۶ کلیات

همه ظروف شیشه‌ای و پلاستیکی باید به اندازه کافی تمیز و طوری نگه داری شوند که دچار آلایش^۱ نگردند. یادآوری- ممکن است لازم باشد، ظروف واکنش با ماده سطح فعال^۲ مناسب به طور ادواری تمیز شوند تا رسوباتی هم که به آسانی پاک نمی‌شوند، از بین بروند.

۲-۶ ظروف واکنش

۱-۲-۶ بالن شیشه‌ای، به عنوان مثال با گنجایش ml ۲۵۰، (برای استفاده در روش الف)؛

۲-۲-۶ لوله شیشه‌ای کالیبره شده، با گنجایش ml ۵۰ از جنس بوروسیلیکات، همراه با درپوش شیشه‌ای یا پلی‌پروپیلنی (برای استفاده در روش ب)؛

۳-۲-۶ ظرف پلاستیکی (دست کم با گنجایش ml ۱۰۰) از جنس پلیمر پرفلوئوروآلکوکسی (PFA)^۳ یا پلیمر تترافلوئورومتوکسیل (TFM)^۴ دارای سیستمی با قابلیت کنترل اضافه‌فشار^۵ به منظور جلوگیری از انفجار ظرف (برای استفاده در روش پ)؛

۴-۲-۶ ظرف هضم از جنس شیشه بوروسیلیکاتی با حجم دست کم ml ۵۰ (برای استفاده در روش ت). یادآوری- به جای ظروف شیشه‌ای می‌توان از ظروف کوارتز استفاده کرد.

۳-۶ مبرد رفلکس

با قابلیت اتصال به ظروف واکنش به کار برده شده در روش‌های الف یا ت.

1-Contamination

2-Surfactant

3-Perfluoroalkoxy

4-Tetrafluoromethoxyl

5-Ovpressure

۴-۶ وسایل گرمایش

- ۱-۴-۶ اجاق سبدی^۱ برای استفاده در روش الف و گرماساز بلوک آلومینیومی^۲ برای استفاده در روش ب؛
۲-۴-۶ آون ریزموچ با توان قابل برنامه ریزی برای کنترل واکنش گرماده^۳ سریع و ظروف ریزموچ بسته دارای سیستم ایمنی برای استفاده در روش پ. استفاده از آون ریزموچ خانگی مجاز نیست؛
۳-۴-۶ آون ریزموچ با مدول برنامه ریز^۴ برای استفاده در روش ت.

یادآوری - برای مثال دستگاهی با فرکانس ریزموچ GHz ۲,۴۵، کنترل خودکار الکترونیکی توان الکتریکی که می‌تواند از ۱۰٪ تا ۹۹٪ با افزایش ۵٪ برای حداکثر توان الکتریکی خروجی W ۲۰۰، کنترل شود، و دارای یک پمپ برای واکنشگرها باشد.

۵-۶ کاغذهای صافی

کاغذ صافی پایه سلولزی، سختشده و مقاوم در برابر تیزاب سلطانی.

۶-۶ بالنهای حجم‌سنگی، با گنجایش ml ۲۵، ۵۰، ۱۰۰، یا ۱۰۰ ml.

۷-۶ ترازوی آنالیتیکال، با درستی mg ۱ یا بهتر.

۸-۶ کمک‌جوش‌ها، سنگ‌جوش‌ها^۵ یا دانه‌های شیشه‌ای، با قطر mm ۲ تا mm ۳، شسته شده با اسید، برای استفاده در روش‌های الف و ب.

۷ تهیه نمونه آزمایشگاهی

درون ظرف چینی، آن مقدار از نمونه مرطوب را وزن کنید که مقدار کافی جرم خشک برای روش به کار رفته به دست آید و آن را مطابق استاندارد EN 12880 آماده کنید. نمونه خشک شده را برداشته، با دسته‌هایون و هاون تمیز یا آسیاب تمیز، آسیاب کنید. نمونه را در شرایط خشک نگهداری کنید.
یادآوری - در پیوست الف اطلاعاتی درباره سایر روش‌های آماده‌سازی نمونه خشک شده بیان شده است.

۸ روش آزمون

۱-۸ روش کار استخراج تحت شرایط رفلaks (روش الف)

حدود g ۳ از نمونه آماده شده طبق بند ۷ را با دقت g ۰,۰۰۱ با ۰,۰۰۱ وزن کنید و به ظرف واکنش ml ۲۵۰ (بند ۱-۲-۶) منتقل کنید. نمونه را با حدود ml ۰,۵ تا ml ۱,۰ آب (بند ۲-۵) مرطوب کنید و همراه با مخلوط کردن، ml ۰,۱ ± ۰,۱ هیدروکلریک اسید (بند ۳-۵) و به دنبال آن ml ۰,۱ ± ۰,۱ نیتریک اسید (بند ۴-۵) اضافه کنید (در صورت لزوم برای کاهش تشکیل کف، نیتریک اسید را به صورت قطره‌قطره اضافه کنید). میرد (بند ۳-۶) را به ظرف واکنش متصل کنید، و در دمای اتاق به حال خود بگذاردید تا تقریباً هرگونه کف ایجاد شده فرونشیند و مواد آلی لجن به آرامی اکسید شود.

1-Heating mantle

2-Aluminium block heater

3-Exothermic

4-Programmer module

5-Anti bumping

ظرف واکنش را به وسیله گرمایش (بند ۱-۴-۶) انتقال دهید و دمای مخلوط واکنش را به آرامی تا شرایط رفلaks افزایش دهید و حدود ۲ h این شرایط را حفظ کنید. در عین حال اطمینان حاصل کنید که ناحیه چگالش^۱ پایین‌تر از یک سوم ارتفاع مبرد باشد. پس از گذشت زمان مذکور، اجازه دهید خنک شود. مبرد را با ۱۰ ml آب به درون ظرف واکنش (بند ۲-۵) بشویید.

یادآوری- در صورتی که نمونه هضم شده حاوی ریز ذرات معلق^۲ باشد که بتواند موجب گرفته شدن مجرای مه‌پاش شود یا در تزریق نمونه اختلال ایجاد کند، می‌توان آن را سانتریفیوژ کرد، صبر کرد تا ذرات تنهشین شود، یا آن را صاف کرد، و سپس نمونه را به بالن حجم‌سنگی با اندازه مناسب (بند ۶-۶) منتقل کرد. به عنوان مثال، محلول باید از کاغذ صافی (بند ۵-۶) عبور داده شود، سپس مانده انحلال ناپذیر روی کاغذ صافی با حداقل مقدار ممکن آب (بند ۵-۲) شسته شود.

نمونه هضم شده را به درون بالن حجم‌سنگی (بند ۶-۶) با اندازه مناسب منتقل کنید و تا خط نشانه با آب (بند ۵-۳) به حجم برسانید.

۲-۸ روش استخراج تحت جوشاندن در لولهٔ شیشه‌ای (روش ب)

حدود ۰/۵ g از نمونه آماده شده طبق بند ۷ را با دقت ۰/۰۰۱ وزن کنید و به ظرف واکنش ۵۰ ml (بند ۲-۶-۲) منتقل کنید. نمونه را با ۰/۱ ml (۱/۰ ±) آب (بند ۵-۲) مرطوب کنید. چند دانه کمک‌جوش (بند ۶-۸) اضافه کنید. با دقت ۰/۱ ml (۰/۱ ± ۰/۰۶) هیدروکلریک اسید (بند ۳-۵) و سپس ۰/۱ ml (۰/۱ ± ۰/۰۲) نیتریک اسید (بند ۴-۵) را از دیواره لوله به درون آن بریزید. لوله را در یک رک^۳ قرار دهید و اجازه دهید واکنش شدید اوپلیه فرون‌شیند. اگر مخلوط واکنش، بیش از حد کف کند دو قطره دودکان نرمال (بند ۵-۶) اضافه کنید.

لوله را در وسیله گرمایش (بند ۱-۴-۶) قرار دهید و درجه آن را طوری تنظیم کنید که نمونه به آرامی رفلaks شود. پس از ۲ min (۱۰ ±)، دیواره لوله را از بالا به پایین با حدود ۵ ml (بند ۵-۲) بشویید. مدت ۵ min (۱ ± ۰/۵) دیگر رفلaks را ادامه دهید، سپس لوله را از روی بلوك بردارید. اجازه دهید مخلوط حاصل خنک شود و سپس با آب (بند ۵-۲) به حجم برسانید. دهانه لوله را با درپوش ببندید و با سر و ته کردن، به هم بزنید. یادآوری- در صورتی که نمونه هضم شده حاوی ریز ذرات معلق باشد که بتواند موجب گرفته شدن مجرای مه‌پاش شود یا در تزریق نمونه اختلال ایجاد کند، می‌توان آن را سانتریفیوژ کرد، صبر کرد تا ذرات تنهشین شود، یا آن را صاف کرد، و سپس نمونه را به بالن حجم‌سنگی با اندازه مناسب (بند ۶-۶) منتقل کرد. به عنوان مثال، محلول باید از کاغذ صافی (بند ۶-۵) عبور داده شود، سپس مانده انحلال ناپذیر روی کاغذ صافی با حداقل مقدار ممکن آب (بند ۵-۲) شسته شود.

نمونه هضم شده را به بالن حجم‌سنگی (بند ۶-۶) با اندازه مناسب منتقل کنید و با آب (بند ۵-۲) تا خط نشانه به حجم برسانید.

۳-۸ روش استخراج با آون ریزموج بسته (روش پ)

حدود ۰/۳ g تا ۱ g از نمونه آماده شده طبق بند ۷ را با دقت ۰/۰۰۱ وزن کنید و به ظرف واکنش (بند ۳-۲-۶) منتقل کنید. حدود ۰/۱ ml (۰/۱ ± ۰/۰۱) نیتریک اسید (بند ۴-۵) و ۰/۱ ml (۰/۱ ± ۰/۰۶) هیدروکلریک اسید (بند ۳-۵) اضافه کنید. درپوش و فنر ظرف را طبق توصیه‌های سازنده سرجای خود قرار دهید. ظرف واکنش را با

1-Condensation zone

2-Particulate

3-Rack

دقت g ۱/ وزن کنید. آن را در چرخانه^۱ (بند ۶-۴-۲) قرار دهید. چرخانه را در آون ریزموچ (بند ۶-۴-۲) قرار دهید و برنامه هضم را اجرا کنید. همیشه همه جالولهای های چرخانه را پر کنید.

در انتهای برنامه هضم، بگذارید چرخانه تا رسیدن به دمای اتاق خنک شود تا فشار داخلی درون ظرف کاهش یابد. برای اطمینان از عدم هدررفت بیش از حد محلول هضم طی اجرای دستور کار هضم، مطابق با توصیه های سازنده، وزن ظرف و شرایط غشاء یا پوشش اینمی را برسی کنید. کنترل کنید تا هدرفت وزن از ۱۰٪ (جرمی-جرمی) جرم اولیه فراتر نباشد. ظرف را به آرامی زیر هود^۲ باز کنید.

یادآوری - در صورتی که نمونه هضم شده حاوی ریز ذرات معلق باشد که بتواند موجب گرفته شدن مجرای مهپاش شود یا در تزریق نمونه اختلال ایجاد کند، می توان آن را سانتریفیوژ کرد، صبر کرد تا ذرات تنهشین شود، یا آن را صاف کرد، و سپس نمونه را به بالن حجم سنجی با اندازه مناسب (بند ۶-۶) منتقل کرد. به عنوان مثال، محلول باید از کاغذ صافی (بند ۵-۶) عبور داده شود، سپس مانده انحلال ناپذیر روی کاغذ صافی با حداقل مقدار ممکن آب (بند ۵-۵) شسته شود.

نمونه هضم شده را درون بالن حجم سنجی (بند ۶-۶) با اندازه مناسب منتقل کنید و تاخته نشانه با آب (بند ۵-۵) به حجم برسانید.

یادآوری ۲- مثالی از برنامه هضم برای شش نمونه به شرح زیر است:

-	۲۵۰ W	۲ min	-
-	۲۰ W	۲ min	-
-	۲۵۰ W	۵ min	-
-	۴۰۰ W	۵ min	-
-	۵۰۰ W	۵ min	-

یادآوری ۳- برای ملاحظه شیوه کالیبراسیون آون ریزموچ به بند ب-۱ پیوست ب مراجعه کنید.

۴-۸ روش استخراج با آون ریزموچ باز (روش ت)

حدود g ۰,۵ تا g ۱ از نمونه آماده شده طبق بند ۷ را با دقت g ۰,۰۰۱ وزن کنید و به درون ظرف (بند ۶-۲-۴) منتقل کنید. اسیدها را طبق برنامه انتخابی و دستور العمل های سازنده اضافه کنید، ستون رفلaks را در دهانه ظرف جا اندخته، ظرف را در دستگاه ریزموچ (بند ۶-۴-۳) قرار دهید و برنامه را اجرا کنید (به یادآوری ۲ مراجعه کنید).

در انتهای برنامه ریزموچ، اجازه دهید ظرف تا رسیدن به دمای اتاق خنک شود. با باز کردن دهانه ظرف و تهويه تحت هود، آماده سازی نمونه را به پایان برسانید.

یادآوری - در صورتی که نمونه هضم شده حاوی ریز ذرات معلق باشد که بتواند موجب گرفته شدن مجرای مهپاش شود یا در تزریق نمونه اختلال ایجاد کند، می توان آن را سانتریفیوژ کرد، صبر کرد تا ذرات تنهشین شود، یا آن را صاف کرد، و سپس نمونه را به بالن حجم سنجی با اندازه مناسب (بند ۶-۶) منتقل کرد. به عنوان مثال، محلول باید از کاغذ صافی (بند ۶-۵) عبور داده شود، سپس مانده انحلال ناپذیر روی کاغذ صافی با حداقل مقدار ممکن آب (بند ۵-۵) شسته شود.

نمونه هضم شده را به درون بالن حجم سنجی با اندازه مناسب (بند ۶-۶) منتقل کنید و تا خط نشانه با آب (بند ۲-۵) به حجم رسانید.

یادآوری ۲- مثالی از برنامه هضم به شرح زیر است:

جدول ۱- مراحل برنامه

HCl ml	HNO ₃ ml	توان وات	زمان min
۹	۳	۴۰	۱۵
۹	۳	۴۰	۱۵

یادآوری ۳- برای ملاحظه شیوه کالیبراسیون آون ریزموج به بند ب-۲ پیوست ب مراجعه کنید.

۹ آزمون بلانک^۱

آزمون بلانک را باید به موازات آزمون آزمونه، طبق همان روش استخراج، و با استفاده از همان مقادیر تمام واکنشگرها، در غیاب آزمونه انجام دهید.

۱۰ اندازه‌گیری‌ها

مزاحمت‌های ویژه موجود در لجن‌ها را لحاظ کنید (به پیوست پ مراجعه کنید). حاصل استخراج‌ها (به بند ۸ مراجعه کنید) و آزمون بلانک (به بند ۹ مراجعه کنید) را بردارید و آنالیزها را طبق استانداردهای ملی ایران شماره ۱۹۵۵۹ و شماره ۱۰۸۴۸، و استانداردهای EN 1233، EN 1483، ISO 8288، ISO 11969 انجام دهید. قدرت اسیدی را طوری تنظیم کنید که با مقادیر مذکور در روش اجرایی مکتب، منطبق شود.

۱۱ بیان نتایج

نتایج باید بر حسب میلی‌گرم در کیلوگرم ماده خشک یا بر حسب گرم در کیلوگرم برای فسفر (P) بیان شود.

۱۲ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید جداگانه یا همراه با گزارش روش آنالیتیکی متعاقب، صادر شود. گزارش آزمون باید حاوی اطلاعات زیر باشد:

۱-۱۲ ارجاع به شماره این استاندارد ملی ایران؛

۲-۱۲ شناسایی کامل نمونه؛

۳-۱۲ اطلاعاتی درباره پیش‌تیمار و استخراج نمونه؛

- ٤-١٢ هرگونه جزئیاتی که در این استاندارد مشخص نشده بود، یا حالت اختیاری دارد؛
- ٥-١٢ هر اطلاعات دیگر مرتبط با کیفیت داده‌های آналیتیکی؛
- ٦-١٢ نام و نامخانوادگی و امضاي آزمونگر.

١٣ داده‌های دقت

برای آگاهی از داده‌های مربوط به دقت این روش آزمون به پیوست ث مراجعه کنید.

پیوست الف
(اطلاعاتی)
پیش تیمار نمونه

الف-۱ کلیات

برای پیش تیمار نمونه های دریافت شده در آزمایشگاه، که هدف از آن، استفاده از آزمونه های گرفته شده از لجن مرتبط، لجن خشک انجام دی^۱، و لجن به طور جزئی خشک شده در هوا^۲ یا به طور جزئی خشک انجام دی شده است، سه روش ارائه می شود:

الف-۲ لجن مرتبط

مانده خشک باید شناخته شده باشد تا بتوان آزمونه ای را مطابق با بندهای ۱-۸، ۲-۸، ۳-۸، و ۴-۸ برداشت.
مانده خشک را بر حسب درصد (q_1) مطابق استاندارد EN 12880 اندازه گیری کنید. مقدار مورد نیاز (m) از لجن مرتبط را بر حسب گرم طبق معادله (۱) محاسبه کنید:

(۱)

که در آن:

m_0 مقدار ماده خشک داده شده در بندهای ۱-۸، ۲-۸، ۳-۸ یا ۴-۸ بر حسب گرم؛
 q_1 درصد جرم خشک (مانده خشک) است.

بطری نمونه را با شدت تکان دهید تا بتوان یک نمونه نمایانگر، نمونه برداری کرد.

الف-۳ لجن خشک انجام دی

حدود ۲۰۰ g نمونه مرتبط را وزن کنید و درون ظرف شیشه ای مناسب با پوششی دارای یک سوراخ قرار دهید. نمونه ها را در خشکاننده انجام دی در دمای ۲۵ °C-به مدت ۱۶ h قرار دهید. مبرد خشکاننده انجام دی را روشن کنید و منتظر بمانید تا دما به ۴۵ °C- برسد.

نمونه های منجمد را روی پلیت های گرم کننده^۳ خشکاننده انجام دی قرار دهید، شیر خلا را ببندید و پمپ را به کار بیندازید. هنگامی که خلا به ۱۳ Pa رسید، گرمایش را در دمایی حدود ۱۰ °C + شروع کنید. تا آن جا خشک کنید که مقدار آب کمتر از ۱ ml شود.

یادآوری- به عنوان مرجع، بطری حاوی حدود ۱۵۰ ml آب باید خشک شود. چنان چه بعد از مراحل خشک کردن، بیش از ۱ ml آب باقی مانده باشد، عمل خشک کردن نمونه ها را باید یک روز دیگر ادامه دهید.

نمونه خشک شده را از روی گرم کننده بردارید و در هاون بگذارید. نمونه را با دسته هاون همگن کنید، نمونه را در بالن قرار داده، در آن را ببندید.

1-Freeze-dried sludge

2-Partially air-dried sludge

3-Heating plate

الف-۴ نمونه به طور جزئی خشک شده در هوا یا به طور جزئی خشک انجام دی شده

لجن‌های به طور جزئی خشک شده به عنوان لجن‌هایی تعریف می‌شوند که محتوای آب باقیمانده آن‌ها به قدری کم باشد که اجازه دهد نمونه آسیاب و همگن شود. به طور کلی محتوای آب باقیمانده در حد $(5 \pm 3)\%$ مناسب است. مانده خشک برحسب درصد را در نمونه به طور جزئی خشک شده، طبق استاندارد EN 12880 تعیین کنید.

آزمونه از نمونه به طور جزئی خشک شده که آسیاب و همگن شده است، گرفته می‌شود.

خشک کردن در هوا می‌تواند در دمایی بین 35°C و 50°C صورت پذیرد. برای خشک شدن بهتر توصیه می‌شود نمونه چندین بار طی این عملیات به شدت مخلوط شود.

لازم نیست انجام داد خشک با همان دقیقت اشاره شده در بند الف-۳ کنترل شود. زمان خشک کردن به مقادیر، نوع لجن‌ها و نوع دستگاه به کار رفته در عملیات بستگی دارد. لذا کمی تجربه کاری لازم است تا زمان مورد نیاز برای به دست آوردن نمونه‌های به طور جزئی خشک شده، معلوم شود.

پیوست ب

(اطلاعاتی)

کالیبراسیون آون ریزموج

ب-۱ کالیبراسیون آون ریزموج برای روش پ

قبل از استفاده از آون ریزموج، باید آن را کالیبره کرد. با استفاده از کالیبراسیون می‌توان بین علامت‌های مقیاس تنظیم توان با توان (مؤثر) عملاً اعمال شده، همبستگی و تناظر ایجاد کرد؛ به این ترتیب می‌توان مقدار توان اعمال شده را، صرف نظر از این که از کدام آون ریزموج استفاده می‌شود، تنظیم کرد. در این پیوست روش کالیبراسیون آون ریزموج به کار رفته برای هضم نمونه‌های لجن شرح داده شده است.

آون ریزموج باید به طور دوره‌ای کالیبره شود. در عمل، کالیبراسیون دو بار در سال معمولاً کافیت می‌کند. بسته به رابطه بین توان خروجی آون ریزموج و مقیاس سیستم الکترونیکی آن (معمولاً به صورت درصد توان کل)، باید بین دو گزینه کالیبراسیون دونقطه‌ای یا سه نقطه‌ای، یکی را انتخاب کرد. در اولین کالیبراسیون، یا هنگامی که رابطه روی کل گستره مورد استفاده خطی نیست، کالیبراسیون چند نقطه‌ای ضرورت می‌یابد. به عنوان مثال، کالیبراسیون در توان‌های٪ ۴۰،٪ ۵۰،٪ ۶۰،٪ ۷۰ و٪ ۸۰ انجام و نتایج به صورت نموداری ترسیم می‌شود. می‌توان استفاده از قسمت غیرخطی را کنار گذاشت یا محدود کرد. در صورت وجود رابطه خطی، می‌توان کالیبراسیون را در دو نقطه انجام داد (برای مثال در توان‌های٪ ۴۰ و٪ ۱۰۰).

توان موثر با اندازه‌گیری توان تلفشده آون در نمونه معین، به عنوان مثال از طریق گرم کردن ۱ آب برای مدت زمان ثابت ۲ min تعیین می‌شود.

برای این منظور، روش زیر باید به کار برد شود:

آب را در بشر پلاستیکی (یا یک بشر از جنس ماده غیرجاذب انرژی ریزموج) منتقل کنید و به هم بزنید. بشرهای شیشه‌ای انرژی ریزموج را جذب می‌کنند و نباید مورد استفاده قرار گیرند. دمای آب را اندازه بگیرید. این دما باید نزدیک به مقدار دمای اتاق در شروع آزمون باشد.

بشر پلاستیکی را در آون ریزموج قرار دهید. موقعیت انتخاب شده باید همیشه یکسان، و ترجیحاً در وسط صفحه گردونه^۱ باشد. توان انتخاب شده را برای ۲ min اعمال کنید. بشر را بردارید، هم بزنید، و دمای نهایی را اندازه بگیرید. این کار را با سایر تنظیمات توان انتخاب شده نیز تکرار کنید.

اندازه‌گیری‌ها باید با درستی ۱۰°C و ظرف ۳۰ s پس از گرمایش انجام شوند. اگر بخواهید چندین اندازه‌گیری انجام دهید، از همان آب استفاده نکنید، مگر این که آب قبلاً استفاده شده تا دمای اتاق خنک شود.

توان جذب شده براساس معادله ب ۱ تعیین می‌شود:

(ب) ۱

که در آن:

P توان جذب شده توسط آب، بحسب وات؛

C_p گرمای ویژه آب بحسب ژول بر کیلوگرم.کلوین ($4184 \text{ J kg}^{-1} \text{ K}^{-1}$)؛

m جرم آب مورد استفاده برای کالیبراسیون بحسب کیلوگرم؛

اختلاف بین دمای اولیه و نهایی، بحسب کلوین؛

t مدت زمان، بحسب ثانیه است.

چنان چه در معادله فوق الذکر از زمان min ۲ و kg ۱ آب استفاده شود، معادله ب ۱ را می‌توان به صورت زیر ساده‌تر نوشت:

$$P = \quad \times 34.87$$

به این ترتیب رابطه بین مقدار توان (مؤثر) عملاً اعمال شده و درجه‌بندی مقیاس دستگاه را می‌توان تعیین کرد.

ب-۲ کالیبراسیون آون ریزموج برای روش ت

کالیبراسیون در ابتدا صورت می‌گیرد و سپس به طور ادواری توسط سازنده تصدیق می‌گردد.

پیوست پ

(اطلاعاتی)

خطوط راهنمای برای تکنیک‌های اندازه‌گیری

پ-۱ نوع لجن

لجن، اغلب از تصفیه‌خانه‌های فاضلاب تهیه می‌شود. لجن می‌تواند با آهک تیمار شده باشد، در مخزن هضم نگهداری شده باشد یا اصلاً تحت تیمار قرار نگرفته باشد. فاضلاب‌هایی که لجن از آن منشا می‌گیرد، اغلب با واکنشگرهایی حاوی املح آلومینیوم یا آهن، و کلسیم اکسید تیمار می‌شوند.

مانده خشک می‌تواند از کمتر از ۱٪ تا حدود ۸۰٪ جرمی متغیر باشد.

هدررفت روی احتراق تقریباً از ۱۵٪ تا ۷۵٪ (به صورت درصد جرم خشک) متغیر باشد (غالباً ۵۰٪ تا ۷۰٪).

پ-۲ اسپکترومتری جذب اتمی (AAS)

اسپکترومتری جذب اتمی، از نظر پیشینه، تکنیکی با گستردگی‌ترین کاربرد برای آنالیز عنصری در لجن‌هاست. حدود آشکارسازی قابل دستیابی با استفاده از اسپکترومتری جذب اتمی شعله‌ای برای اغلب کاربردها رضایت‌بخش است، اما اسپکترومتری جذب اتمی بدون شعله محدود به اندازه‌گیری‌هایی در مقادیر خیلی کم از عناصر کمیاب‌تر، نظیر کادمیم، است. به خاطر تنوع گستردگی پیکربندی‌ها، در این قسمت هیچ‌گونه راهنمایی در مورد راهاندازی دستگاه ارائه نمی‌شود، با این حال، در خصوص بعضی مزاحمت‌های رایج مرتبط با دستگاه، توضیحاتی داده می‌شود:

الف- مزاحمت‌های فیزیکی

تضعیف یا تشدید سیگنال آنالیت (=گونه مورد آزمون) در نمونه نسبت به استاندارد کالیبراسیون، تحت عنوان مزاحمت‌های فیزیکی تعریف می‌شود که این مزاحمت‌ها در اصل ناشی از تفاوت در خواص فیزیکی از قبیل گرانزوی، کشش سطحی، و فشار بخار است. این خواص در اسپکترومتری جذب اتمی شعله‌ای مهم‌تر از اسپکترومتری جذب اتمی بدون شعله هستند (به خاطر پیچیدگی بیشتر سیستم واردسازی نمونه در سیستم شعله‌ای). می‌توان از طریق مشابه‌سازی ماتریس استانداردهای کالیبراسیون با ماتریس نمونه، رقیق کردن نمونه، یا کاملاً به عنوان آخرین چاره، با استفاده از روش افزایش استاندارد، بر چنین مزاحمت‌هایی فائق آمد.

ب- مزاحمت‌های شیمیایی

مزاحمت‌های شیمیایی در اسپکترومتری جذب اتمی شعله‌ای ناشی از اتمی‌شدن ناقص آنالیت یا واکنش شیمیایی اتم‌های آنالیت برای تشکیل ترکیبات پایدار هستند. برای غلبه بر این مزاحمت‌ها یا می‌توان از شعله داغ‌تر (نیتروز اکسید-استیلن) استفاده کرد یا یک ماده شیمیایی رهاکننده/حفظ‌کننده¹ به نمونه اضافه کرد. در اسپکترومتری جذب اتمی بدون شعله، مزاحمت‌های شیمیایی یا ناشی از تشکیل ترکیبات فراری است که آنالیت در آن‌ها پیش از اتمیزه شدن از دست می‌رود، یا ناشی از تشکیل ترکیبات پایدار است. برای غلبه بر این

مزاحمت‌ها می‌توان از اصلاح‌کننده‌های ماتریس و انتخاب آگاهانه نوع سل و شرایط مناسب برای اتمی‌شدن استفاده کرد.

پ- مزاحمت‌های یونیزاسیون

اگر آنالیت در شعله یونیزه شود، جذب اتمی اتفاق نمی‌افتد و پاسخ تضعیف‌شده به دست می‌آید. این نوع مزاحمت مشکلی است که در آنالیز عناصری که به سادگی یونیزه می‌شوند، دیده می‌شود، مانند فلزات قلیایی و قلیایی خاکی. برای غلبه بر این مشکل، استانداردهای کالیبراسیون و نمونه با مقدار مازاد عنصری، مانند سزیم، که به سادگی یونیزه می‌شود «بافری» می‌شود.

ت- مزاحمت‌های طیفی

مزاحمت‌های طیفی در اسپکترومتری جذب اتمی نسبتاً نامعمول، و عمدتاً ناشی از جذب مولکولی هستند. چنین جذب نوار پهن یا از نوع پیوستار را اغلب می‌توان با تصحیح زمینه رفع کرد.

پ-۳ اسپکترومتری نوری پلاسمای جفت‌شده القابی (ICP-OEC)

درآزمایشگاه‌هایی با ظرفیت بالای پذیرش نمونه، اسپکترومتری ICP-OEC به‌طور فرایندهای درحال تبدیل به تکنیک اصلی برای آنالیز لجن است. قابلیت آنالیز چندعنصری، گستره پویای خطی وسیع، و فقدان نسبی مزاحمت‌ها در این روش، از جمله مزایای مهم ICP-OEC نسبت به اسپکترومتری جذب اتمی است. در این جا نیز به دلیل تنوع پیکربندی‌های دستگاهی، تکنیک به تفصیل بیان نمی‌شود. بعضی از مزاحمت‌های رایج به شرح زیر است.

الف- مزاحمت‌های فیزیکی

به خاطر شباهت در سیستم‌های واردسازی نمونه، مزاحمت‌های فیزیکی و روش‌های غلبه بر آن‌ها مشابه همان است که در مورد اسپکترومتری جذب اتمی گفته شد. با این حال، چون ICP-OEC یک تکنیک چندعنصری است، استفاده از استانداردهای درونی می‌تواند با ارجحیت نسبت به روش افزایش استاندارد به کار گرفته شود.

ب- مزاحمت‌های شیمیایی و یونیزاسیون

این نوع مزاحمت‌ها در مقایسه با AAS در ICP-OEC کمتر دیده می‌شوند با این حال، در آخرین نسل دستگاهی ICP محوی، آشکارساز از بالا و در راستای محور پلاسما به آن می‌نگرد تا حدود آشکارسازی بهبود یابد، مزاحمت‌های شیمیایی و یونیزاسیون می‌تواند یک مشکل اضافی باشد چرا که ممکن نیست در مورد ناحیه‌ای از پلاسما که به وسیله قسمت‌های نوری^۱ رویت می‌شود، کنترلی داشت.

پ- مزاحمت‌های طیفی

مزاحمت‌های طیفی تا حد زیادی مهمترین منبع بالقوه خطا در ICP-OEC هستند. طیف‌های نشری فوق العاده پیچیده هستند و در ماتریسی همانند لجن هضم شده، عناصر بسیاری با غلظت‌های بالا وجود دارند. مزاحمت‌های طیفی می‌توانند ناشی از جابه‌جایی زمینه^۲ ایجاد شده توسط نشر پیوستار حاصل از غلظت‌های بالای عناصری

1-Optics

2-Background shift

همانند آلومینیوم و کلسیم، یا ناشی از همپوشانی خطی به دلیل عنصر دیگر موجود در نمونه باشد. نشر پیوستار می‌تواند به طور معمول با تصحیح زمینه رفع شود. در موارد همپوشانی خطی، چنان‌چه هیچ خط نشر دیگری موجود نباشد، معمولاً ضرورت خواهد داشت که فاکتور تصحیح بین‌عنصری محاسبه و به کار بردشود، گرچه دستگاه‌هایی در حال ارائه به بازار هستند که از تکنیک‌های مدل‌سازی قوی ریاضی برای تصحیح همپوشانی خطی استفاده می‌کنند.

پ-۴ اسپکترومتری جرمی پلاسمای جفت‌شده القابی (ICP-MS)

ICP-MS از نظر قابلیت آشکارسازی و گستره عناصر تحت برش، قدرتمندترین تکنیک موجود برای آنالیز عنصری است. با وجود این، ICP-MS در مقایسه با ICP-OEC محدودیت‌هایی دارد که آن را برای آنالیز لجن، کمتر مناسب می‌کند. دستگاه‌های ICP-MS نمی‌توانند جوابگوی مواد جامد حل شده بالای ۰٪ باشند. در نهایت، مزاحمت‌های ناشی از یون‌های دارای نسبت جرم‌به‌بار یکسان (مزاحمت‌های ایزوبار^۱) مشکل بارزی برای عناصر تک‌ایزوتوبه (به عنوان مثال آرسنیک) هستند. هرچند بعضی از آزمایشگاه‌ها با رقیق کردن نمونه از ICP-MS برای آنالیز لجن‌ها استفاده می‌کنند.

پیوست ت

(اطلاعاتی)

داده‌های دقت برای روش‌های پ و ت با مواد مرجع

جدول زیر نشان دهنده میانگین‌ها و بازه‌های اطمینان % ۹۵ به دست آمده برای شش آزمون با استفاده از روش‌های پ و ت، و مقادیر گواهی شده هستند.

CRM 143 R، لجن فاضلاب خاک بهسازی شده – مقدار گواهی شده براساس تیزاب سلطانی CRM 144، لجن فاضلاب با منشا خانگی

CRM 145 R، لجن فاضلاب با منشا مخلوط – مقدار گواهی شده براساس تیزاب سلطانی CRM 146، لجن فاضلاب با منشا صنعتی

جدول ت-۱-بازیابی فلزات از مواد مرجع - روش پ

Hg μg/g	Cd μg/g	Pb μg/g	Zn μg/g	Ni μg/g	Cu μg/g	Cr μg/g	
۱,۷۶	۳,۶۶	۴۹۰	۳۱۲۵	۹۳۵	۷۰۷	۴۸۱	CRM 144 میانگین
۰,۶۱	۰,۷۵	۳۳	۴۲	۳۶	۲۲	۱۴	بازه اطمینان % ۹۵
۱,۴۹	۳,۴۱	۴۹۵	۳۱۴۳	۹۴۲	۷۱۳	۴۸۵	مقدار گواهی شده کل محتوا
۰,۲۲	۰,۲۵	۱۹	۱۰۳	۲۲	۲۶	۲۰	بازه اطمینان % ۹۵
							CRM 145 R میانگین
۲,۳۱	۳,۳۷	۲۸۷	۲۱۰۲	۲۴۰	۶۸۵	۳۲۰	بازه اطمینان % ۹۵
۰,۴۲	۰,۳۳	۱۷	۱۱۶	۵۸	۲۸	۱۴	مقدار گواهی شده براساس
۲,۰۱	^a ۳,۵۰	۲۸۲	۲۱۳۷	۲۵۱	۷۰۷	۳۰۷	تیزاب سلطانی
۰,۲۲	۰,۱۵	۹	۵۰	۶	۹	۱۳	بازه اطمینان % ۹۵
							CRM 146 میانگین
۹,۳۸			۴۱۹۶	۲۶۶	۹۵۶	۷۶۵	بازه اطمینان % ۹۵
۱,۳۶			۲۹۲	۲۵	۷۲	۵۰	مقدار گواهی شده کل محتوا
۹,۴۹			۴۰۰۹	۲۸۰	۹۳۴	۷۸۴	بازه اطمینان % ۹۵
۰,۷۶			۹۰	۱۸	۲۴	۳۱	
^a مقدار کل موجود							نواحی خاکستری: نتیجه تفاوت معنی‌داری با مقدار گواهی شده ندارد.

جدول ت ۲- بازیابی فلزات از مواد مرجع - روش ت

Cd μg/g	Pb μg/g	Zn μg/g	Ni μg/g	Cu μg/g	Cr μg/g	
۳/۴۳	۴۹۲	۳۰۰۷	۹۳۸	۶۷۵	۵۲۳	CRM 144 میانگین بازه اطمینان٪ ۹۵
۰/۱۵	۱۳	۱۰۴	۵۵	۲۷	۴۴	مقدار گواهی شده کل محتوا
۳/۴۱	۴۹۵	۳۱۴۳	۹۴۲	۷۱۳	۴۸۵	بازه اطمینان٪ ۹۵
۰/۲۵	۱۹	۱۰۳	۲۲	۲۶	۲۰	
						CRM 145 R میانگین بازه اطمینان٪ ۹۵
۳/۳۸	۲۸۵	۲۰۹۵	۲۵۷	۶۸۰	۳۳۱	مقدار گواهی شده براساس
۰/۱	۵	۵۷	۶	۱۹	۶	تیزاب سلطانی
^a ۳/۵۰	۲۸۲	۲۱۳۷	۲۵۱	۷۰۷	۳۰۷	دامنه اطمینان٪ ۹۵
۰/۱۵	۹	۵۰	۶	۹	۱۳	
						CRM 143R میانگین بازه اطمینان٪ ۹۵
۷۰	۱۸۲	۱۰۲۷	۲۹۷	۱۲۴	۴۲۲	محلول در تیزاب سلطانی
۱/۸	۴	۲۷	۱۲/۸	۷/۵	۱۶	بازه اطمینان٪ ۹۵
۷۲	۱۷۴	۱۰۶۳	۲۹۶	^a ۱۳۰/۶	۴۲۶	
۱/۸	۵	۱۶	۴	۱/۴	۱۲	
^a مقدار کل موجود						
نواحی خاکستری: نتیجه تفاوت معنی داری با مقدار گواهی شده ندارد.						

یادآوری- سایر مطالعات روی Cd، Cr، Cu، Ni، Pb، P، Zn و وجود توافق خوبی را بین محلول هضم تام (HF/HClO₄) و هضم با تیزاب سلطانی نشان داده اند. مقایسه بین روش ها ضریب همبستگی بین ۰/۹۵ و ۱/۰۵ را نتیجه می دهد که نشان می دهد که هر دو تکنیک هضم می تواند برای تعیین مقدار کل به کار رود.

پیوست ث

(اطلاعاتی)

داده‌های مربوط به دقت

در مطالعه بینآزمایشگاهی انجام شده در سال ۱۹۹۷ در اروپا (۵۵ آزمایشگاه از ۱۲ کشور) مقادیری به دست آمد که در جدول ث ۱ تا ث ۱۰ نشان داده شده است.

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

l ، تعداد آزمایشگاه‌ها؛

n ، تعداد مقادیر؛

NAP، درصد موارد دورافتاده؛

\bar{x} ، میانگین کل؛

σ_R ، انحراف استاندارد تجدیدپذیری؛

VC_R ، ضریب تغییرات تجدیدپذیری؛

σ_r ، انحراف استاندارد تکرارپذیری؛

VC_r ، ضریب تغییرات تکرارپذیری؛

جدول ث ۱- داده‌های دقت مربوط به As

VC_r %	σ_r mg/kg	VC_R %	σ_R mg/kg	\bar{x} mg/kg	NAP %	n	l	روش	نمونه	
۱۵,۰	۰,۲۹	۶۶,۷	۱,۲۹	۱,۹۴	۶,۴	۱۲۴	۳۱	الف	لجن ۱	
۱۴,۲	۰,۲۶	۴۴,۲	۰,۸۱	۱,۸۳	۰	۳۲	۸	ب		
۱۳,۷	۰,۲۳	۴۰,۱	۰,۶۹	۱,۷۱	۵	۸۰	۲۰	پ		
۱۴,۷	۰,۳۹	۵۸,۹	۱,۵۵	۲,۶۳	۰	۲۰	۵	ت		
۶,۴	۰,۱۶	۵۳,۲	۱,۳۲	۲,۴۵	۶,۴	۱۲۴	۳۱	الف	لجن ۲	
۲۱,۷	۰,۵۳	۲۵,۴	۰,۶۲	۲,۴۳	۰	۳۶	۹	ب		
۱۳,۹	۰,۳۲	۳۳,۶	۰,۷۷	۲,۲۸	۵	۸۰	۲۰	پ		
۷,۳	۰,۱۷	۲۵,۷	۰,۵۹	۲,۲۹	۰	۲۰	۵	ت		
لجن ۱، مخلوطی از لجن آب آشامیدنی و لجن فاضلاب										
لجن ۲، مخلوطی از لجن صنعتی و لجن آب آشامیدنی										

جدول ث-۲-داده‌های دقت مربوط به Cd

VC_r %	σ_r mg/kg	VC_R %	σ_R mg/kg	\bar{x} mg/kg	NAP %	n	t	روش	نمونه	
۵,۹	۰,۰۵	۲۴,۶	۰,۲۲	۰,۹	۳	۱۳۲	۳۳	الف	لجن ۱	
۴,۸	۰,۰۵	۵۹,۲	۰,۶۵	۱,۰۹	۸,۳	۴۸	۱۲	ب		
۹,۵	۰,۱	۴۹,۶	۰,۵۳	۱,۰۶	۴,۵	۸۸	۲۲	پ		
۶,۷	۰,۰۶	۲۱,۵	۰,۲	۰,۹۱	۰	۲۸	۷	ت		
۸,۳	۰,۱	۵۷,۱	۰,۶۸	۱,۱۹	۳,۱	۱۲۸	۳۲	الف	لجن ۲	
۲۳,۶	۰,۴۴	۱۱۶	۲,۱۶	۱,۸۶	۷,۷	۵۲	۱۳	ب		
۲۴,۴	۰,۴۶	۱۱۴	۲,۱۸	۱,۹	۴,۳	۹۲	۲۳	پ		
۸,۳	۰,۰۹	۴۴,۳	۰,۴۸	۱,۰۷	۱۴,۳	۲۸	۷	ت		
لجن ۱، مخلوطی از لجن آب آشامیدنی و لجن فاضلاب										
لجن ۲، مخلوطی از لجن صنعتی و لجن آب آشامیدنی										

جدول ث-۳-داده‌های دقت مربوط به Cr

VC_r %	σ_r mg/kg	VC_R %	σ_R mg/kg	\bar{x} mg/kg	NAP %	n	t	روش	نمونه	
۱۲,۳	۲,۳۴	۱۵,۳	۲,۹۰	۱۸,۹۶	۲,۸	۱۴۰	۳۵	الف	لجن ۱	
۷,۵	۱,۴۱	۱۵,۹	۲,۹۸	۱۸,۷۶	۰	۳۶	۹	ب		
۵,۳	۱,۱۰	۱۵,۶	۳,۲۳	۲۰,۶۷	۰	۹۶	۲۴	پ		
۶,۷	۱,۱۸	۱۱,۶	۲,۰۶	۱۷,۷۳	۰	۳۲	۸	ت		
۳,۸	۱,۵۵	۱۵,۱	۶,۱۵	۴۰,۷۹	۲,۸	۱۴۰	۳۵	الف	لجن ۲	
۳,۳	۱,۳۴	۱۷,۴	۷,۰۸	۴۰,۶۳	۰	۴۰	۱۰	ب		
۵,۷	۲,۵۱	۱۲,۸	۵,۶۱	۴۳,۹۰	۰	۱۰۰	۲۵	پ		
۳,۵	۱,۳۵	۱۶,۸	۶,۵۸	۳۹,۲۶	۰	۳۲	۸	ت		
لجن ۱، مخلوطی از لجن آب آشامیدنی و لجن فاضلاب										
لجن ۲، مخلوطی از لجن صنعتی و لجن آب آشامیدنی										

جدول ث-۴-داده‌های دقت مربوط به Cu

VC_r %	σ_r mg/kg	VC_R %	σ_R mg/kg	\bar{x} mg/kg	NAP %	n	t	روش	نمونه
۱,۷	۱,۰۹	۵,۴	۴,۹۹	۹۲,۳۴	۲,۸	۱۴۰	۳۵	الف	لجن ۱
۴,۶	۴,۱۵	۱۸,۷	۱۷,۰۲	۹۱,۰۸	۷,۷	۵۲	۱۳	ب	
۳,۱	۲,۸۸	۷,۴	۶,۸۹	۹۲,۸۴	۳,۷	۱۰۸	۲۷	پ	
۳,۱	۲,۹۴	۷,۵	۶,۹۸	۹۳,۴۸	۱۱,۱	۳۶	۹	ت	
۳,۸	۸,۹۴	۶,۰	۱۴,۰۷	۲۲۴,۲۰	۲,۸	۱۴۰	۳۵	الف	لجن ۲
۲,۱	۴,۹۴	۱۱,۳	۲۶,۲۳	۲۳۱,۴۰	۷,۱	۵۶	۱۴	ب	
۴,۵	۱۰,۴۶	۷,۰	۱۶,۳۲	۲۳۳,۰۰	۳,۶	۱۱۲	۲۸	پ	
۳,۵	۸,۲۸	۷,۴	۱۷,۴۴	۲۳۶,۷۰	۱۱,۱	۳۶	۹	ت	

لجن ۱، مخلوطی از لجن آب آشامیدنی و لجن فاضلاب
 لجن ۲، مخلوطی از لجن صنعتی و لجن آب آشامیدنی

جدول ث-۵-داده‌های دقت مربوط به Hg

VC_r %	σ_r mg/kg	VC_R %	σ_R mg/kg	\bar{x} mg/kg	NAP %	n	t	روش	نمونه
۸,۸	۰,۰۴	۱۴,۵	۰,۰۷	۰,۴۹	۰	۱۱۲	۲۸	الف	لجن ۱
۹,۳	۰,۰۵	۱۸,۷	۰,۰۹	۰,۵۰	۲۲,۲	۳۶	۹	ب	
۱۶,۱	۰,۰۸	۲۳,۶	۰,۱۲	۰,۵۱	۵	۸۰	۲۰	پ	
۸,۸	۰,۰۵	۱۷,۴	۰,۱۰	۰,۵۵	۰	۲۰	۵	ت	
۶,۰	۰,۰۶	۱۴,۲	۰,۱۵	۱,۰۵	۰	۱۱۲	۲۸	الف	لجن ۲
۶,۸	۰,۰۷	۱۴,۹	۰,۱۶	۱,۰۵	۲۰	۴۰	۱۰	ب	
۷,۴	۰,۰۸	۱۶,۹	۰,۱۸	۱,۰۸	۰	۸۴	۲۱	پ	
۱۰,۵	۰,۱۲	۱۷,۶	۰,۲۰	۱,۱۴	۰	۲۰	۵	ت	

لجن ۱، مخلوطی از لجن آب آشامیدنی و لجن فاضلاب
 لجن ۲، مخلوطی از لجن صنعتی و لجن آب آشامیدنی

جدول ث-۶- داده‌های دقت مربوط به Ni

VC_r %	σ_r mg/kg	VC_R %	σ_R mg/kg	\bar{x} mg/kg	NAP %	n	t	روش	نمونه
۱۱,۷	۱,۰۵	۲۲,۲	۲,۹۰	۱۳,۲۸	۱۳,۱۱	۱۳۶	۳۴	الف	لجن ۱
۵,۷	۰,۷۶	۱۹,۱	۲,۵۳	۱۳,۲۸	۰	۴۴	۱۱	ب	
۷,۲	۰,۹۲	۲۱,۴	۲,۷۳	۱۲,۷۴	۳,۸	۱۰۴	۲۶	پ	
۶,۰	۰,۷۸	۱۳,۷	۱,۷۹	۱۳,۰۹	۰	۳۶	۹	ت	
۵,۸	۱,۲۷	۲۰,۰	۴,۴۱	۲۱,۹۹	۰	۱۴۰	۳۵	الف	لجن ۲
۳,۶	۰,۷۹	۱۹,۰	۴,۱۸	۲۲,۰۱	۰	۴۸	۱۲	ب	
۸,۱	۱,۸۰	۲۳,۷	۵,۳۰	۲۲,۳۳	۰	۹۶	۲۴	پ	
۴,۰	۰,۹۱	۱۰,۹	۲,۵۰	۲۲,۹۰	۰	۳۶	۹	ت	

لجن ۱، مخلوطی از لجن آب آشامیدنی و لجن فاضلاب

لجن ۲، مخلوطی از لجن صنعتی و لجن آب آشامیدنی

جدول ث-۷- داده‌های دقت مربوط به Pb

VC_r %	σ_r mg/kg	VC_R %	σ_R mg/kg	\bar{x} mg/kg	NAP %	n	t	روش	نمونه
۱۱,۵	۱,۰۲	۳۲,۳	۴,۲۶	۱۳,۱۷	۰	۱۳۲	۳۳	الف	لجن ۱
۷,۳	۰,۹۲	۴۰,۲	۵,۰۷	۱۲,۵۹	۰	۴۴	۱۱	ب	
۹,۸	۱,۲۸	۳۱,۰	۴,۰۴	۱۳,۰۴	۴,۲	۹۶	۲۴	پ	
۵,۸	۰,۷۶	۷۶,۳	۱۰,۰۵	۱۳,۱۶	۰	۴۰	۱۰	ت	
۴,۰	۱,۲۶	۱۷,۴	۵,۴۶	۳۱,۴۸	۰	۱۳۶	۳۴	الف	لجن ۲
۶,۶	۱,۹۲	۴۲,۵	۱۲,۳۸	۲۹,۱۵	۰	۵۲	۱۳	ب	
۹,۲	۳,۱۲	۲۹,۶	۱۰,۰۵	۳۳,۹۴	۰	۱۰۰	۲۵	پ	
۶,۰	۱,۷۷	۵۱,۴	۱۵,۲۴	۲۹,۶۳	۰	۴۰	۱۰	ت	

لجن ۱، مخلوطی از لجن آب آشامیدنی و لجن فاضلاب

لجن ۲، مخلوطی از لجن صنعتی و لجن آب آشامیدنی

جدول ث-۸-داده‌های دقت مربوط به Se

VC_r %	σ_r mg/kg	VC_R %	σ_R mg/kg	\bar{x} mg/kg	NAP %	n	t	روش	نمونه
۱۶,۰	۰,۱۱	۷۰,۸	۰,۴۷	۰,۶۶	۵,۳	۷۶	۱۹	الف	لجن ۱
۳,۰	۰,۰۲	۳۲,۴	۰,۱۶	۰,۵۱	۱۶,۷	۲۴	۶	ب	
۱۸,۵	۰,۱۷	۹۳,۶	۰,۸۴	۰,۹۰	۰	۵۲	۱۳	پ	
۱۱,۰	۰,۰۵	۵۴,۸	۰,۲۶	۰,۴۷	۰	۱۲	۳	ت	
۱۴,۰	۰,۱۸	۵۸,۳	۰,۷۴	۱,۲۷	۵,۳	۷۶	۱۹	الف	لجن ۲
۲,۶	۰,۰۳	۳۳,۳	۰,۴۲	۱,۲۵	۰	۲۸	۷	ب	
۱۳,۵	۰,۱۷	۵۰,۵	۰,۶۲	۱,۲۳	۰	۵۲	۱۳	پ	
۵,۷	۰,۰۵	۵۴,۸	۰,۵۳	۰,۹۶	۰	۱۲	۳	ت	

لجن ۱، مخلوطی از لجن آب آشامیدنی و لجن فاضلاب

لجن ۲، مخلوطی از لجن صنعتی و لجن آب آشامیدنی

جدول ث-۹-داده‌های دقت مربوط به Zn

VC_r %	σ_r mg/kg	VC_R %	σ_R mg/kg	\bar{x} mg/kg	NAP %	n	t	روش	نمونه
۲,۴	۱۴,۵	۷,۵	۴۵,۳	۶۰۶,۷	۵,۴	۱۴۸	۳۷	الف	لجن ۱
۳,۳	۲۰,۷	۶,۶	۴۲,۳	۶۳۷,۲	۱۸,۲	۴۴	۱۱	ب	
۳,۰	۱۸,۸	۸,۸	۵۴,۲	۶۱۷,۸	۳,۷	۱۰۸	۲۷	پ	
۱,۹	۱۱,۲	۷,۵	۴۴,۹	۵۹۶,۷	۰	۳۲	۸	ت	
۳,۱	۱۰,۶	۸,۸	۲۹,۷	۳۳۸,۴	۲,۷	۱۴۸	۳۷	الف	لجن ۲
۴,۰	۱۳,۶	۱۵,۱	۵۲,۰	۳۴۳,۳	۰	۴۸	۱۲	ب	
۵,۳	۱۸,۴	۱۰,۵	۳۶,۷	۳۴۸,۲	۳,۷	۱۰۸	۲۷	پ	
۵,۱	۱۷,۲	۱۲,۳	۴۲,۰	۳۴۰,۶	۰	۳۲	۸	ت	

لجن ۱، مخلوطی از لجن آب آشامیدنی و لجن فاضلاب

لجن ۲، مخلوطی از لجن صنعتی و لجن آب آشامیدنی

جدول ث-10- داده‌های دقیق مربوط به P

VC_r %	σ_r mg/kg	VC_R %	σ_R mg/kg	\bar{x} mg/kg	NAP %	n	l	روش	نمونه	
۳,۲	۰,۳۳	۷,۵	۰,۷۸	۱۰,۴۹	۸,۷	۹۲	۲۳	الف	لجن ۱	
۲,۰	۰,۲۲	۱۲,۰	۱,۳۰	۱۰,۸۲	۰	۲۸	۷	ب		
۲,۴	۰,۳۶	۷,۰	۰,۷۵	۱۰,۶۳	۰	۷۶	۱۹	پ		
۴,۴	۰,۵۱	۱۴,۳	۱,۶۳	۱۱,۴۱	۰	۲۸	۷	ت		
۳,۰	۰,۳۱	۶,۵	۰,۶۶	۱۰,۱۰	۰	۲۴	۶	H_2SO_4/HNO_3		
۲,۱	۰,۳۶	۷,۸	۱,۳۵	۱۷,۲۷	۴,۳	۹۲	۲۳	الف	لجن ۲	
۳,۶	۰,۵۸	۱۴,۱	۲,۲۹	۱۶,۲۱	۰	۳۲	۸	ب		
۳,۱	۰,۵۶	۷,۳	۱,۳۲	۱۸,۰۴	۵,۳	۷۶	۱۹	پ		
۳,۶	۰,۶۱	۸,۳	۱,۴۱	۱۶,۹۹	۱۴,۳	۲۸	۷	ت		
۳,۳	۰,۵۷	۴,۷	۰,۸۱	۱۷,۳۹	۰	۲۴	۶	H_2SO_4/HNO_3		
لجن ۱، مخلوطی از لجن آب آشامیدنی و لجن فاضلاب										
لجن ۲، مخلوطی از لجن صنعتی و لجن آب آشامیدنی										