



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۱۱۵۴

چاپ اول

۱۳۹۴

INSO

21154

1st. Edition

2016

لجن، پسماند زیستی تصفیه شده و خاک -
اندازه‌گیری هالوژن‌های قابل جذب پیوند
یافته به ترکیبات آلی

**Sludge, treated biowaste and soil-
Determination of adsorbable organically
bound halogens**

ICS: 13.030.01, 13.080.10

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه 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 موسسات 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 موسسات 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 موسسات 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 موسسات را بر اساس ضوابط نظام تایید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تایید 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

« لجن، پسماند زیستی تصفیه شده و خاک - اندازه‌گیری هالوزن‌های قابل جذب پیوند یافته به ترکیبات آلی »

رئیس:

خوشنام، فرزانه
(دکتری شیمی)

سمت و/ یا نمایندگی

معاون استانداردسازی و آموزش اداره کل
استاندارد استان خوزستان

دبیر:

قمی، متینه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

آذریان، علیرضا
(فوق لیسانس محیط زیست)

کارشناس مسئول آزمایشگاه اداره حفاظت
محیط زیست

چرم زاده، مهرناز
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت کیمیا کنکاش جندی
شاپور

دارابی، میثم
(لیسانس فیزیک)

کارشناس دستگاہی دانشگاه آزاد اهواز

دایی، مینا
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس تدوین اداره کل استاندارد استان
خوزستان

دوستی خواه، گلبرگ
(لیسانس صنایع غذایی)

کارشناس جامعه کنترل کیفیت خوزستان

زرگر، بهروز
(دکتری شیمی)

هیات علمی دانشگاه شهید چمران اهواز

زرگر، مهناز
(فوق لیسانس کشاورزی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

سعادت، سجاد
(فوق لیسانس محیط زیست)

کارشناس شهرداری اهواز

سرپرست آزمایشگاه شیمی پژوهشکده
تکنولوژی تولید جهاد دانشگاهی

سقانژاد، سید جعفر
(دکترای شیمی)

کارشناس مسئول معاونت بهداشت دانشگاه
جندی شاپور

ملتجی، جلال
(فوق لیسانس مهندسی بهداشت محیط)

کارشناس تدوین اداره کل استاندارد استان
خوزستان

فتاحی نیا، مهناز
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

گیلاسی، فهیمه
(فوق 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 مزاحمت‌ها
۲	۶ مواد و/یا واکنشگرها
۳	۷ وسایل
۵	۸ نمونه برداری و آماده سازی نمونه
۵	۹ روش انجام آزمون
۸	۱۰ محاسبات
۹	۱۱ دقت
۹	۱۲ گزارش آزمون
۱۱	پیوست الف (اطلاعاتی) داده‌های تکرارپذیری و تجدیدپذیری
۱۳	پیوست ب (اطلاعاتی) کار با کربن فعال
۱۴	پیوست پ (اطلاعاتی) شمایی از یک دستگاه AOX
۱۵	پیوست ت (اطلاعاتی) کتاب‌نامه

پیش‌گفتار

استاندارد " لجن، پسماند زیستی تصفیه شده و خاک - اندازه‌گیری هالوژن‌های قابل جذب پیوند یافته به ترکیبات آلی " که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت زرگستر روبینا تهیه و تدوین شده و در یکصد و پانزدهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد محیط زیست مورخ ۹۴/۱۲/۱۰ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

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

EN 16166: 2012, Sludge, treated biowaste and soil- Determination of adsorbable organically bound halogens (AOX)

لجن، پسماند زیستی تصفیه شده و خاک - اندازه‌گیری هالوزن‌های قابل جذب پیوند یافته به ترکیبات آلی

هشدار ۱- مسئولیت برقراری ایمنی و سلامتی مناسب و تعیین حدود قوانین کاربری قبل از استفاده، به عهده کاربر این استاندارد ملی می باشد.
هشدار ۲- 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 مستقیم کلر، برم و ید (اما نه فلوئور) قابل جذب پیوند یافته به ترکیبات آلی (AOX)^۱ بر روی بافت نمونه می‌باشد.
این استاندارد برای اندازه‌گیری هالوزن‌های غیر فرار پیوند یافته به ترکیبات آلی حل شده قابل جذب روی کربن فعال موجود در فاز آبی نمونه قبل از خشک کردن یا جذب شده به سطح نمونه کاربرد دارد.
این استاندارد برای تجزیه لجن پسماند زیستی تصفیه شده یا خاک در محدوده غلظتی از ۵ mg/kg ماده خشک تا حدود ۶ g/kg ماده خشک کاربرد دارد. محدوده غلظتی دقیق پوشش داده شده به دستگاه مورد استفاده برای اندازه‌گیری بستگی دارد.

۲ مراجع الزامی

مراجع الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می‌شود.
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 روش آزمون
۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۸۹۵۹، کیفیت آب-نمونه برداری-قسمت ۱۵: راهنمای نگهداری و انتقال نمونه‌های دوغاب

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

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاح و تعریف زیر به کار می‌رود:

1- Adsorbable organically bond haogens

هالوژن‌های قابل جذب پیوند یافته به ترکیبات آلی

AOX

مقادیر معادل کلر، برم و ید موجود در ترکیبات آلی، هنگامی که مطابق با این استاندارد ملی تعیین شود، بر مبنای کلرید بیان می‌گردد.

۴ اصول آزمون

کربن فعال به یک نمونه جامد، همگن و خشک شده اضافه می‌شود. هالیدهای معدنی، شویش شده و در همان زمان ترکیبات آلی محلول در آب بر روی کربن فعال با استفاده از تکان دادن نمونه آب با محلول نیترات اسیدی، جذب می‌شوند. مخلوط نمونه/کربن نشانده شده در جریانی از اکسیژن سوزانده می‌شوند. هالیدهای هیدروژن تشکیل شده و یون‌های هالید به وسیله تیتراسیون نقره‌سنجی مانند میکروکولومتری اندازه‌گیری می‌شوند. نتیجه بر حسب غلظت جرمی کلرید بیان می‌شود.

۵ مزاحمت‌ها

هالیدهای معدنی جذب شده یا به‌طور جزئی محلول با این روش اندازه‌گیری می‌شوند و در صورت وجود ممکن است منجر به خطای مثبت قابل توجه شوند. شستشوی کافی برای حذف مزاحمت‌های معدنی ضروری است.

ترکیبات آلی برم و ید ممکن است طی احتراق به ترتیب به عناصر برم یا ید تجزیه شوند که در نتیجه حالت‌های اکسایش بالاتر این عناصر می‌تواند ایجاد شود. این بخش‌ها از AOX ممکن است به‌طور کامل اندازه‌گیری نشوند و موجب انحراف منفی گردند. یادآوری - مواد هالوژنه شده فرار در دمای 105°C از بین می‌روند.

۶ مواد و /یا واکنشگرها

تنها از مواد با خلوص تجزیه‌ای مشخص و آب درجه ۱ مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ استفاده کنید. خلوص آب، مواد و گازها باید مورد اطمینان باشد. توصیه می‌شود سهم AOX از آب، واکنشگرها و گازها در مقایسه با کمترین مقدار AOX مورد اندازه‌گیری، به‌طور قابل ملاحظه‌ای کمتر باشد. مقدار کل AOX موجود در آب، مواد شیمیایی و گازها باید توسط اندازه‌گیری مقدار محلول شاهد کل (بند ۹-۶) بررسی شود.

۱-۶ کربن فعال، با اندازه دانه در حدود $10\ \mu\text{m}$ تا $50\ \mu\text{m}$

برای نگه‌داری کربن فعال پیوسته ب را ببینید.

مقدار به دست آمده برای مقدار شاهد کربن فعال شستشو شده باید کم تر از $15 \mu\text{g}$ بر حسب کلرید به ازای هر گرم کربن فعال باشد.

۲-۶ نیتریک اسید غلیظ، HNO_3 ، با چگالی $1,4 \text{ g/ml}$ ، محلول ۶۵ درصد (کسر جرمی)

۳-۶ هیدروکلریک اسید، با غلظت $0,100 \text{ mol/l}$

به دلیل استفاده از این اسید برای بررسی کارایی میکروتیتراسیون مولاریته آن باید دقیقاً مشخص باشد (بند ۳-۴-۹).

۴-۶ سولفوریک اسید، با چگالی $1,84 \text{ g/ml}$

۵-۶ گاز برای احتراق، برای مثال اکسیژن (O_2) یا مخلوط اکسیژن و یک گاز بی اثر

۶-۶ سدیم نیترات (NaNO_3)، برای تهیه محلول ذخیره

۷-۶ محلول ذخیره نیترات، اسیدی شده، با غلظت $0,2 \text{ mol/l}$

17 g سدیم نیترات (بند ۶-۶) را درون بالن حجم سنجی 1000 ml در آب (بند ۶-۱) حل کنید، 15 ml نیتریک اسید (بند ۲-۶) به آن افزوده و با آب به حجم برسانید.

۸-۶ محلول شستشوی نیترات، با غلظت $0,101 \text{ mol/l}$ ،

50 ml از محلول ذخیره نیترات (بند ۶-۷) را توسط پی پت به یک بالن حجم سنجی 1000 ml منتقل کرده و با آب مقطر به حجم برسانید.

۹-۶ متانول، CH_3OH

۱۰-۶ محلول ذخیره ۴-کلروفنل، ($\text{C}_6\text{H}_5\text{ClO}$) با غلظت AOX معادل $2,0 \text{ g/l}$

$0,725 \text{ g}$ از محلول ۴-کلروفنل را به یک بالن حجم سنجی کالیبره شده 100 ml منتقل، در متانول (بند ۶-۹) حل کرده و با متانول به حجم برسانید.

۱۱-۶ محلول کار ۴-کلروفنل، با غلظت AOX معادل $0,1 \text{ g/l}$ و $0,05 \text{ g/l}$

5 ml و 25 ml محلول ذخیره ۴-کلروفنل، (بند ۶-۱۰) را به دو بالن حجم سنجی کالیبره شده 100 ml جداگانه توسط پی پت منتقل کرده و با متانول (بند ۶-۹) به حجم برسانید.

محلول ذخیره (بند ۶-۱۰) در یک بطری شیشه‌ای، به مدت حداقل یک ماه و محلول کاری (بند ۶-۱۱) در یک بطری شیشه‌ای، به مدت یک هفته در یخچال پایدار است.

۷ وسایل

۱-۷ دستگاه احتراق و آشکارسازی

۱-۱-۷ دستگاه احتراق، شامل یک کوره، قادر به گرم شدن تا دمای حداقل 950°C با یک لوله کوارتز تقریباً 30 cm دارای قطر داخلی بین 2 cm تا 4 cm (پیوست پ را ببینید).

یادآوری- ضروری است که دمای احتراق کافی باشد. دمای کمتر از 95°C احتمالاً منجر به بازیابی ناقص و افزایش تغییرپذیری خواهد شد.

۲-۱-۷ ظرف کوارتز، برای قرار گرفتن در لوله کوارتز

۳-۱-۷ دستگاه نقره‌سنجی، برای اندازه‌گیری غلظت هالید، برای مثال می‌توان از یک میکروکولن‌سنج، قادر به اندازه‌گیری حداقل $0.03 \mu\text{mol/l}$ کلرید با یک ضریب تکرار پذیری کمتر از 10% یا دستگاهی معادل آن برای اندازه‌گیری یون‌های کلرید، استفاده کرد.

۴-۱-۷ جاذب، پر شده با سولفوریک اسید (بند ۶-۴) برای خشک کردن جریان گاز و طراحی شده به گونه‌ای که اسید نتواند به درون کوره برگردد.

۵-۱-۷ سرنگ، برای انتقال دادن حجم‌های $1 \mu\text{l}$ تا $10 \mu\text{l}$ از محلول‌های هیدروکلریک اسید (بند ۶-۳) یا ۴- کلروفنل (بند ۶-۱۰ و ۶-۱۱)

۲-۷ وسایل لازم برای جذب سطحی

۱-۲-۷ وسیله صاف کردن، برای مثال قیف صافی با ظرفیت حجمی 0.15 l و قطر صافی 25 mm

۲-۲-۷ صافی غشایی پلی‌کربناتی با هالید پایین، مناسب برای استفاده با وسیله صاف کردن (بند ۲-۷-۱) با اندازه منافذ $0.45 \mu\text{m}$ یا هر ماده صافی معادل مانند صافی کوارتزی پیش بینی شده برای اندازه‌گیری AOX

۳-۲-۷ بالن مخروطی، با ظرفیت 25 ml با درپوش شیشه‌ای سنباده‌ای یا ویال‌هایی با درپوش پیچی 12 ml تا 20 ml با درپوش پوشیده شده با پلی‌تترافلورواتیلن (PTFE)^۱

۴-۲-۷ تکان دهنده مکانیکی

۳-۷ وسایل برای آماده‌سازی نمونه

۱-۳-۷ ظرف تبخیر چینی

۲-۳-۷ گرم‌خانه، با سیستم تهویه یا تهویه طبیعی از طریق تنظیم خروجی قابل تنظیم در دمای $(10.5 \pm 0.5)^{\circ}\text{C}$

۳-۳-۷ دسیکاتور، با ماده خشک‌کن مناسب

۴-۳-۷ آسیاب تجزیه‌ای یا هاون چینی

۵-۳-۷ ترازوی دقیق

1- Polytetrafluoethylen

۸ نگره‌داری و پیش آماده‌سازی نمونه

۸-۱ نگره‌داری نمونه

برای نمونه‌برداری و نگره‌داری نمونه‌های لجن به استاندارد ملی ایران شماره ۸۹۵۹ مراجعه کنید. نمونه‌ها باید درون ظروف مناسب با یک ماده مناسب جهت بستن در ظرف، مانند پلی‌تترافلوئورو اتیلن (PTFE) نگره‌داری شوند. نمونه‌هایی که باید منجمد شوند را می‌توان در ظروف آلومینیومی از پیش تمیز شده با گرم کردن در دمای 450°C به مدت چهار ساعت یا آبکشی شده با حلال غیر کلره، نگره‌داری کرد. نمونه‌ها باید سرد و در دمای کمتر از 8°C در تاریکی نگه داشته شوند. توصیه می‌شود پیش آماده‌سازی در مدت ۲۴ ساعت پس از نمونه‌برداری انجام شود. همچنین می‌توان نمونه‌ها را بعد از نمونه‌برداری به طور مستقیم منجمد (18°C -) کرده و برای حداکثر یک ماه قبل از آماده‌سازی مقدماتی، به صورت منجمد نگره‌داری کرد.

۸-۲ پیش آماده‌سازی نمونه

پیش آماده‌سازی نمونه‌ها را در صورت عدم وجود استاندارد مشخص شده، مطابق استاندارد EN 16179 انجام دهید.

نمونه آزمون خشک شده را در دسیکاتور خشک کرده و در یک آسیاب تجزیه‌ای یا هاون چینی، پودر و یکنواخت کنید به گونه‌ای که اندازه ذرات کمتر از 0.1 mm باشد.

ماده خرد شده را در دسیکاتور یا ظروف شیشه‌ای به طور محکم بسته شده، نگره‌داری کنید. قسمتی از نمونه تر همگن شده را می‌توان خشک و منجمد کرد که در بعضی موارد همگن‌سازی نمونه خشک شده را آسان‌تر می‌کند.

۹ روش انجام آزمون

۹-۱ کلیات

آزمونه‌ای که برای آزمون برداشته می‌شود باید دارای مقدار (AOX) در حدود اندازه‌گیری دستگاه باشد که معمولاً بین $10\ \mu\text{g}$ تا $30\ \mu\text{g}$ است (مقدار مطلق).

۹-۲ جذب سطحی و حذف هالید معدنی

اطمینان حاصل کنید که نمونه آزمون ساییده شده و خشک شده توسط هم زدن یا تکان دادن قبل از برداشتن آزمون، همگن شده باشد. آزمون را برای احتراق به روش زیر آماده کنید.

آزمون یکنواخت شده 5 mg تا 100 mg را بسته به مقدار AOX مورد انتظار به یک بالن مخروطی یا ویال با درپوش پیچی (بند ۲-۷-۳) منتقل کنید.

توصیه می‌شود آزمایشگاه تکرارپذیری روش‌ها را برای جرم نمونه آزمون مورد استفاده متداول، ارزیابی کند. جرم‌های نمونه آزمون زیر 25 mg اغلب منجر به افزایش انحراف استاندارد تکرارپذیری می‌شوند.

20 mg تا 30 mg کربن فعال (بند ۶-۱) و 10 ml محلول ذخیره نیترات (بند ۶-۷) به نمونه اضافه کنید. مقدار کربن فعال باید برای همه نمونه‌های آزمون و اندازه‌گیری‌های شاهد یکسان باشد.

سوسپانسیون را به مدت یک ساعت با یک تکان دهنده مکانیکی تکان دهید. سوسپانسیون را با استفاده از یک سیستم صافی (بند ۷-۲-۱) و محلول شستشوی نیترات (بند ۶-۸) صاف کنید. مواد جمع شده بر روی صافی را با حجم‌های کمی از محلول شستشوی نیترات بشویید. برای اطمینان از انتقال کامل، از حجم کل ۲۵ ml استفاده کنید.

صافی مرطوب و مواد روی صافی را درون یک قایق نمونه کوارتزی (بند ۷-۱-۲) قرارداده و مطابق بند ۹-۳ عمل کنید.

توصیه می‌شود آزمایشگاه اطمینان حاصل کند که روش شستشوی نیترات برای حذف همه هالیدهای معدنی نوعی پیدا شده در انواع نمونه‌های تجزیه شده معمول مناسب است. در صورتی که غلظت AOX با مراحل شستشوی اضافی کاهش یابد، توصیه می‌شود تعداد شستشوی نیترات مطابق آن افزایش یابد.

۹-۳ احتراق

دمای محفظه احتراق (بند ۷-۱-۱) باید حداقل 950°C باشد، پارامترهای دیگر دستگاه را مطابق دستورکار سازنده دستگاه تنظیم کنید.

منبع گاز را به لوله کوارتز (بند ۷-۱-۱) و لوله کوارتز را به جاذب (بند ۷-۱-۴) متصل کنید. اجازه ندهید سولفوریک اسید (بند ۶-۴) در اثر افت دما یا فشار به درون لوله کوارتز بازگردد.

سرعت جریان گاز (بند ۶-۵) را حدود 150 ml/min یا مطابق دستورکار سازنده تنظیم کنید. ظرف کوارتز (بند ۷-۱-۲) را درون منطقه گرم منتقل کنید و مطابق راهنمایی‌های سازنده دستگاه عمل کنید.

یادآوری - تعدادی از متغیرهای آزمایشگاهی برای مثال مقدار کربن فعال بکار رفته، حجم نمونه، ابعاد کوره، زمان ماندن نمونه در کوره، دمای احتراق و تنظیم سرعت جریان گاز (بند ۶-۶) به نوع دستگاه بستگی داشته و می‌تواند بر روی نتایج تاثیرگذار باشد.

ثابت شده که نسبت‌های کربن به نمونه کمتر از ۱ (۱:۱) ممکن است منجر به احتراق ناقص مخلوط نمونه/کربن (مشاهده به صورت دنباله در حین آشکارسازی نقره‌سنجی) می‌شود. در این مورد توصیه می‌شود مقدار کربن فعال هنگامی که آزمون‌های بیش‌تر از 20 mg تا 30 mg تجزیه می‌شوند، افزایش یابد. توصیه می‌شود مقدار کربن فعال برای اندازه‌گیری‌های شاهد مربوطه به همان صورت افزایش یابد.

۹-۴ کالیبراسیون اولیه

۹-۴-۱ کلیات

دستگاه تجزیه‌ای را با استفاده از یکی از دو روش شرح داده شده در زیر کالیبره کنید. روش کالیبراسیون کامل سیستم ترجیح داده می‌شود (بند ۹-۴-۲ را ببینید). روش شرح داده شده در بند ۹-۴-۳ برای بررسی سل میکروکولوسنجی مناسب است.

۹-۴-۲ کالیبراسیون کامل سیستم

سیستم را با حداقل سه غلظت مختلف از AOX پوشش دهنده کل محدوده کاری مربوطه (مانند $0.5\text{ }\mu\text{g}$ ، $1.0\text{ }\mu\text{g}$ ، $10.0\text{ }\mu\text{g}$ ، $20.0\text{ }\mu\text{g}$ یون کلرید) به روش زیر کالیبره کنید.

۲۰ mg تا ۳۰ mg کربن فعال (بند ۶-۱) را به صافی (بند ۷-۲-۱) منتقل کرده و با مقادیر کوچکی از محلول شستشوی نیترات (بند ۶-۸) مرطوب کنید.

صافی مرطوب و کربن فعال را درون قایق نمونه کوارتز (ظرف کوارتز بند ۷-۱-۲) قرار دهید. ۵ µl تا ۱۰ µl محلول ذخیره ۴-کلروفنل (بند ۶-۱۰) یا محلول کاری ۴-کلروفنل (بند ۶-۱۱) که مقدار مطلوبی از AOX بدهد (جدول ۲ را ببینید) تزریق کرده و با احتراق مطابق بند ۹-۳ ادامه دهید.

جدول ۲- محلول‌های کالیبراسیون پیشنهادی

مقدار AOX µg	غلظت محلول µg/µl	حجم اضافه شده µl
۰٫۵	۰٫۱	۵
۱٫۰	۰٫۱	۱۰
۵٫۰	۰٫۵	۱۰
۱۰٫۰	۲٫۰	۵
۲۰٫۰	۲٫۰	۱۰

یک رابطه خطی بین مقدار AOX تجزیه شده و پاسخ دستگاه با استفاده از رابطه ۱ به دست آورید.

$$N_i = i + s \times m_{ci} \quad (1)$$

که در آن:

N_i پاسخ دستگاه بر حسب کولمب (C) یا واحدهای وابسته دستگاه؛

i عرض از مبدا محور عرض‌ها بر حسب کولمب (C) یا واحدهای وابسته دستگاه؛

S شیب بر حسب کولمب (C) یا واحدهای وابسته دستگاه بر میکروگرم کلر؛

m_{ci} مقدار AOX بر حسب میکروگرم کلر.

از شیب برای محاسبات بعدی غلظت‌های جرم AOX استفاده کنید (بند ۱۰-۱-۱ را ببینید).

۹-۴-۳ بررسی وسیله اندازه‌گیری نقره‌سنجی

در مورد اندازه‌گیری میکروکولومتری، دستگاه را روزانه در محدوده کار مورد نظر با استفاده از حداقل یک محلول آزمون به صورت زیر بررسی کنید:

الف- با استفاده از یک سرنگ (بند ۷-۲-۵)، مستقیماً حجمی بین ۵ µl تا ۸ µl، محلول هیدروکلریک اسید (بند ۶-۴) را درون سل تیتراسیون تزریق کنید.

ب- مقدار بار منتقل شده در این آزمون را اندازه‌گیری کنید.

تئوری کولومتری، بازده جریان % ۱۰۰ را در نظر می‌گیرد. اما برای مقاصد عملی، اندازه‌گیری بازده واقعی جریان مهم است. ضریب تصحیح، a ، را از معادله (۱) به دست آورید:

$$Q = a \times Q_t \quad (2)$$

که در آن:

Q مقدار بار اندازه‌گیری شده برای نمونه هیدروکلریک اسید بر حسب کولمب (C)؛

Q_t مقدار بار تئوری برای نمونه هیدروکلریک اسید بر حسب کولمب (C)؛
 a ضریب تصحیح.

مقدار بار تئوری، Q_t ، از معادله (۲) به دست می آید:

$$Q_t = V \times c_{Cl} \times F \quad (۳)$$

که در آن:

V حجم محلول هیدروکلریک اسید بر حسب l؛

c_{Cl} غلظت کلرید حاصل از محلول هیدروکلریک اسید بر حسب mol/l؛

F ثابت فارادی، ($F = 96487 \text{ C/mol}$).

در صورتی که ضریب تصحیح، a ، در دامنه ۰٫۹۷ تا ۱٫۰۳ باشد، دستگاه اندازه گیری برای تجزیه مناسب است.

۹-۵ کالیبراسیون مجدد

برای هر دسته از نمونه، حداقل دو استاندارد کالیبراسیون با غلظت های $(20 \pm 10)\%$ و $(80 \pm 10)\%$ محدوده خطی ایجاد شده، تجزیه کنید. در صورتی که خط مستقیم در محدوده 95% از کالیبراسیون اولیه مربوط مطابق رابطه ۱ قرار گرفت، خط کالیبراسیون اولیه معتبر در نظر گرفته می شود. در غیر این صورت یک خط کالیبراسیون جدید مطابق بند ۹-۴ باید ایجاد شود.

۹-۶ اندازه گیری شاهد

۲۰ mg تا ۳۰ mg کربن فعال (بند ۶-۱) را درون ۱۰ ml محلول ذخیره نیترات (بند ۶-۷) سوسپانسیون کرده و مطابق بند ۹-۲ عمل کنید.

مقدار کربن فعال استفاده شده برای اندازه گیری شاهد باید با مقدار مورد استفاده برای تجزیه نمونه آزمون، برابر باشد.

حداقل دو اندازه گیری شاهد در هر سری انجام داده و از مقدار میانگین شاهد برای محاسبات بعدی استفاده کنید.

۱۰ محاسبات

۱۰-۱ روش محاسبه

۱۰-۱-۱ کالیبراسیون کامل سیستم (مطابق بند ۹-۴-۲)

غلظت جرمی هالوژن های قابل جذب پیوند یافته به ترکیبات آلی را بر حسب کلرید، مطابق معادله (۴) محاسبه کنید:

$$Q_{Cl} (AOX) = \frac{N - N_0}{m_T \times s} \quad (۴)$$

که در آن:

$Q_{Cl}(AOX)$ غلظت جرمی هالوژن‌های قابل جذب پیوند یافته به ترکیبات آلی محاسبه شده بر مبنای غلظت کلرید بر پایه ماده خشک بر حسب، میلی گرم بر کیلوگرم؛
 N_0 مقدار میانگین شاهد مطابق بند ۹-۶ بر حسب کولومب (C) یا واحدهای وابسته دستگاه؛
 N مقدار اندازه‌گیری شده برای نمونه آزمون بر حسب کولومب (C) یا واحدهای وابسته دستگاه؛
 S شیب منحنی کالیبراسیون مطابق فرمول ۱؛
 m_T جرم نمونه آزمون خشک شده بر حسب گرم.

۲-۱-۱۰ کالیبراسیون وسیله اندازه‌گیری مستقیم نقره‌سنجی مطابق بند ۹-۴-۳

غلظت جرمی هالوژن‌های قابل جذب پیوند یافته به ترکیبات آلی را بر حسب کلرید، مطابق معادله (۵) محاسبه کنید:

$$Q_{Cl}(AOX) = \frac{N - N_0}{m_T \times s} \times \frac{M \times a}{F} \times 10^6 \quad (5)$$

که در آن:

$Q_{Cl}(AOX)$ غلظت جرمی هالوژن‌های قابل جذب پیوند یافته به ترکیبات آلی محاسبه شده بر مبنای غلظت کلرید بر پایه ماده خشک بر حسب، میلی گرم بر کیلوگرم؛
 N_0 مقدار میانگین شاهد مطابق بند ۹-۶ بر حسب کولومب (C)؛
 N مقدار اندازه‌گیری شده برای نمونه آزمون بر حسب کولومب (C)؛
 M جرم مولی کلرید برابر ۳۵/۴۵ گرم بر مول؛
 m_T جرم نمونه آزمون خشک شده بر حسب گرم؛
 a ضریب تئوری مرتبط با مقدار بار واقعی (فرمول ۲ را ببینید)؛
 F ثابت فارادی، ($F = 96487 \text{ C/mol}$).

۲-۱۰ بیان نتایج

نتایج باید بر حسب میلی گرم بر کیلوگرم (mg/kg) کلرید بر پایه ماده خشک با دو رقم بامعنی بیان شوند.

۱۱ دقت

در پیوست الف، نتایج آماری و مشخصه‌های عملکردی روش ارزیابی شده است.

۱۲ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

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

۲-۱۲ شناسایی کامل نمونه؛

۳-۱۲ بیان نتایج آزمون بر اساس بند ۲-۱۰؛

۴-۱۲ هر عاملی که ممکن است بر روی نتایج تاثیر داشته باشد؛

۵-۱۲ تاریخ انجام آزمون؛

۶-۱۲ نام و نام خانوادگی و امضای آزمون‌گر.

پیوست الف

(اطلاعاتی)

داده تکرارپذیری و تجدیدپذیری

الف- ۱ مواد مورد استفاده در مطالعه مقایسه بین آزمایشگاهی مقایسه بین آزمایشگاهی هالوژن‌های قابل جذب پیوند یافته به ترکیبات آلی در لجن پسماند زیستی تصفیه شده و خاک در ۱۳ تا ۱۵ آزمایشگاه اروپایی روی شش ماده انجام شده است. اطلاعات خلاصه شده را می‌توان در گزارش نهایی مطالعه مقایسه بین آزمایشگاهی در پیوست ت به دست آورد.

جدول الف -۱- نتایج مطالعه مقایسه بین آزمایشگاهی اندازه‌گیری AOX در لجن پسماند زیستی تصفیه شده و خاک

اندازه دانه	نمونه	ماده
لجن $< 0.5 \text{ mm}$	لجن ۱	مخلوطی از لجن‌های شهری پساب تصفیه شده کارخانجات آلمان ^۱
	لجن ۲	مخلوطی از لجن‌های شهری پساب تصفیه شده کارخانجات آلمان
	کمپوست ۱	کمپوست تازه از اتریش ^۲
ذرات ریز $< 2.0 \text{ mm}$	کمپوست ۲	کمپوست از آلمان
	خاک ۴	خاک لجن اصلاح شده، از آلمان ^۳
	خاک ۵	خاک کشاورزی از انگلستان ^۴

1- North Rhine Westphalia, Germany

2- Vienna, Austria

3- Hohenheim, Germany

4- United Kingdom

الف-۲ نتایج مقایسه بین آزمایشگاهی

ارزیابی‌های آماری بر اساس استاندارد ISO 5725-2 انجام شده است. مقادیر میانگین انحراف استاندارد تکرارپذیری و انحراف استاندارد تجدیدپذیری در جدول الف-۲ به دست آمده‌اند.

جدول الف-۲- نتایج مطالعه مقایسه بین آزمایشگاهی اندازه‌گیری AOX در لجن پسماند زیستی تصفیه شده و

خاک

شماره نمونه	بافت	l	n	n_0 %	\bar{x} mg/kg	s_R mg/kg	CV_R %	S_R mg/kg	CV_T %
۱	لجن ۱	۱۷	۶۹	۱	۲۴۱	۲۷٫۸	۱۳٫۰	۱۹٫۶	۹٫۲
۲	لجن ۲	۱۵	۴۵	۴	۱۸۸	۱۵٫۲	۸٫۱	۸٫۷	۴٫۶
۳	کمپوست ۱	۶	۲۷	۰	۴۲٫۶	۱۱٫۵	۲۷٫۰	۳٫۳	۷٫۸
۴	کمپوست ۲	۱۴	۵۴	۱	۴۶٫۴	۱۱٫۸	۲۵٫۳	۵٫۰	۱۰٫۷
۵	خاک ۴	۱۴	۶۲	۰	۲۶٫۷	۹٫۱	۳۴٫۲	۲٫۶	۹٫۹
۶	خاک ۵	۱۳	۶۲	۰	۲۱٫۵	۶٫۸	۳۱٫۷	۳٫۰	۱۳٫۸

راهنما:

l تعداد آزمایشگاه‌های شرکت کننده

n تعداد مقادیر اندازه‌گیری شده پس از حذف داده‌های پرت

n_0 تعداد داده‌های پرت

\bar{x} میانگین کلی نتایج داده‌های پرت

S_T انحراف استاندارد تکرارپذیری

CV_T ضریب تغییر تکرارپذیری

s_R انحراف استاندارد تجدیدپذیری

CV_R ضریب تغییر تجدیدپذیری

پیوست ب (اطلاعاتی)

کار با کربن فعال

روش کار احتمالی برای کربن فعال در این پیوست توصیف شده است. اگر این روش کار انتخاب شد، به صورت زیر اقدام کنید.

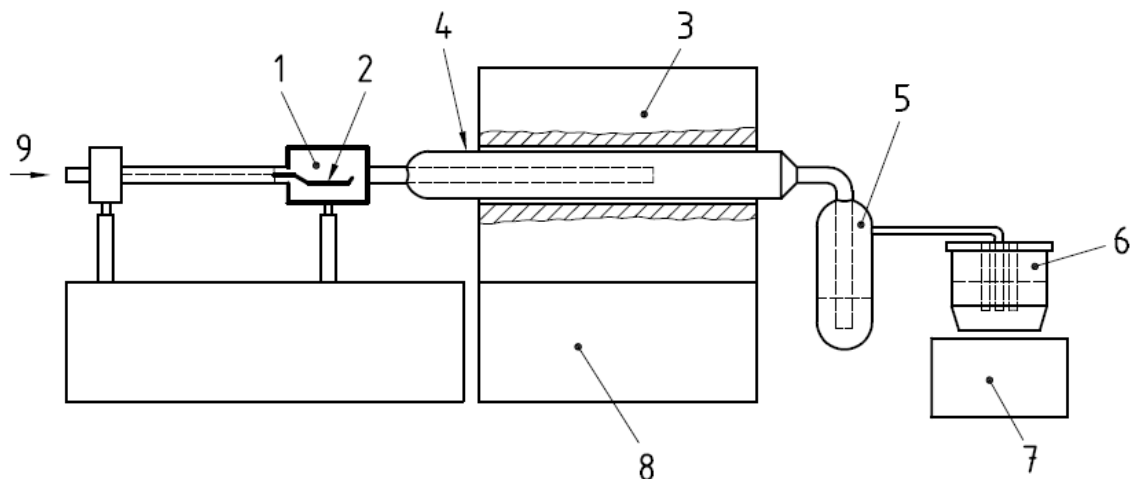
الف) کربن فعال با ظرفیت مناسب جذب و مقدار کم کلرید معدنی که برای AOX مناسب می‌باشد، به صورت تجاری در دسترس است.

ب) کربن فعال ممکن است با ترکیبات قابل جذبی همراه باشد (مانند ترکیبات هالوژن‌دار دیگر) مشتق شده از هوا. بعد از باز کردن بسته، کربن فعال پس از ۵ روز غیرفعال می‌شود. برای به حداقل رساندن شاهد کربن فعال، قسمت‌های کوچک ۱/۵ تا ۲/۰ گرمی (مقادیر ضروری روزانه) جدا شده و در آمپول‌های با ذوب بسته شده قرار دهید. مقادیر موجود در آمپول‌ها باید روز باز شدن آمپول استفاده شوند. باقیمانده را دور بریزید.

ج) باقیمانده نگه‌داری شده را درزبندی کنید. در موارد شاهد‌های بالا، در یک قسمت، از قسمت دیگری بعد از بررسی شاهد استفاده کنید.

پیوست پ
(اطلاعاتی)

شمایی از یک دستگاه AOX



راهنما:

- 1 ورودی نمونه برای AOX
- 2 نمونه AOX
- 3 کوره
- 4 لوله احتراق
- 5 جاذب پرشده با سولفوریک اسید (بند ۶-۵)
- 6 سل تیتراسیون
- 7 همزن
- 8 دستگاه دماپا، جریان گاز
- 9 ورودی گاز احتراق

شکل پ- ۱- شمایی از یک دستگاه AOX (به عنوان مثال)

پیوست ت
(اطلاعاتی)
کتاب نامه

- [1] AWWA, Standard of the American Water Works Association, B 604/74, pp. 672-681
- [2] G.A. JUNK. Use of macromolecular resins in the analysis of water for trace organic contaminants. *J.Chromatogr.*, **99** (1974), pp. 745-762
- [3] St. STRENGER, J. ALBERTI and H.D. STOCK. Determination of a Group Parameter for Organic Halogen Compounds in High Salt-laden Water Samples using XAD-4 Resin. *Acta Hydrochim. Hydrobiol.*, **23** (1995), pp. 157-165
- [4] W.H. GLAZE, G.R. PEYTON, R. RAWLEY. Total organic halogen as water quality parameter: Adsorption/microcoulometric method. *Environ. Sci. Technol.*, **11** (1977), pp. 685-690
- [5] M. LUITJENS and W. STOCK. AOX in stark salzhaltigen Wässern. *Korrespondenz Abwasser*, **39** (1992), pp. 1356-1361
- [6] M. HAHN and R. KÖNIG. AOX-Messungen in stark salzhaltigen Proben. *LaborPraxis* (1999), pp. 100-106
- [7] ISO 8245:1999, Water quality — Guidelines for the determination of total organic carbon (TOC) and dissolved organic carbon (DOC)