



سیستم مدیریت ایزو
www.isomanagement.ir

تماس تلفنی جهت دریافت مشاوره:

۱. مشاور دفتر تهران (آقای محسن ممیز)

☎ ۰۹۱۲ ۹۶۳ ۹۳۳۶

۲. مشاور دفتر اصفهان (سرکار خانم لیلا ممیز)

☎ ۰۹۱۳ ۳۲۲ ۸۲۵۹

مجموعه سیستم مدیریت ایزو با هدف بهبود مستمر عملکرد خود و افزایش رضایت مشتریان سعی بر آن داشته، کلیه استانداردهای ملی و بین المللی را در فضای مجازی نشر داده و اطلاع رسانی کند، که تمام مردم ایران از حقوق اولیه شهروندی خود آگاهی لازم را کسب نمایند و از طرف دیگر کلیه مراکز و کارخانه جات بتوانند به راحتی به استانداردهای مورد نیاز دسترسی داشته باشند.
این موسسه اعلام می دارد در کلیه گرایشهای سیستم های بین المللی ISO پیشگام بوده و کلیه مشاوره های ایزو به صورت رایگان و صدور گواهینامه ها تحت اعتبارات بین المللی سازمان جهانی IAF و تامین صلاحیت ایران می باشد.

هم اکنون سیستم خود را با معیارهای جهانی سازگار کنید...





جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران
Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران
۱۱۱۱۵-۳
چاپ اول
۱۳۹۷

INSO
11115-3

1st Edition

2019

Identical with:
ISO 14869-3:
2017

کیفیت خاک- انحلال برای اندازه‌گیری
مقدار کل عناصر- قسمت ۳: انحلال با
هیدروفلوریک، هیدروکلریک و نیتریک
اسید با استفاده از روش مایکروویو تحت
فشار- روش آزمون

**Soil quality- Dissolution for the
determination of total element content-
Part 3: Dissolution with hydrofluoric,
hydrochloric and nitric acids using
pressurized microwave technique- Test
method**

ICS:13.080.10

استاندارد ملی ایران شماره ۳-۱۱۱۱۵ (چاپ اول): سال ۱۳۹۷

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران - ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۱۰۳ و ۸۸۸۸۷۰۸۰

کرج - شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج - ایران

تلفن: ۸- (۰۲۶)۳۲۸۰۶۰۳۱

دورنگار: (۰۲۶)۳۲۸۰۸۱۱۴

رایانامه: standard@isiri.org.ir

وبگاه: <http://www.isiri.gov>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No.2592 Valiasr Ave. South western corner of Vanak Sq. Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel:+ 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@isiri.org.ir

Website:<http://www.isiri.gov>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد 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.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود 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 واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به‌عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین‌شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به‌عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، گروه بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به‌عنوان تنها رابط کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۴ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به‌منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاها صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، 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 for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4-Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

« کیفیت خاک- انحلال برای اندازه‌گیری مقدار کل عناصر - قسمت ۳: انحلال با هیدروفلوریک، هیدروکلریک و نیتریک اسید با استفاده از روش مایکروویو تحت فشار- روش آزمون »

رئیس:

بابانژاد آریمی، اسماعیل
(دکتری شیمی تجزیه)

سمت و/یا محل اشتغال:

عضو هیئت علمی - دانشگاه علوم پزشکی مازندران

دبیر:

طبری‌نیا، فرزانه
(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

کارشناس مسئول - اداره کل استاندارد استان مازندران

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اسدی، حمید
(کارشناسی ارشد شیمی معدنی)

مدیر عامل - آزمایشگاه همکار آزمون سلامت البرز

اسکندری، طاهره
(دکتری شیمی تجزیه)

رئیس اداره امور آزمایشگاه‌ها - اداره کل حفاظت محیط زیست

پورمداح، سهراب
(کارشناسی ارشد مدیریت)

مدیر عامل - واحد تولیدی پوشش‌های صنعتی دریایی شمال

رحیمی‌نژاد، هاجر
(کارشناسی ارشد شیمی معدنی)

مدیر فنی - آزمایشگاه همکار پوشش‌های صنعتی دریایی شمال

برزویی، فاطمه
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

کارشناس آزمایشگاه - اداره کل حفاظت محیط زیست

طاهری ایرنی، محسن
(کارشناسی زمین‌شناسی)

مدیر فنی - آزمایشگاه مکانیک خاک استان مازندران

طبری‌نیا، هاجر
(کارشناسی ارشد مهندسی بهداشت محیط)

کارشناس آزمایشگاه - دانشگاه علوم پزشکی بابل

عباسی، عطیه
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

کارشناس مسئول - آزمایشگاه مکانیک خاک استان مازندران

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

غیبی پنبه‌زاری، محبویه
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

منصوری، حبیب‌الله
(کارشناسی مهندسی صنایع)

نوحی لنگرودی، ساناز
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

ویراستار:

نوحی لنگرودی، ساناز
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

سمت و/یا محل اشتغال:

مدیر فنی - آزمایشگاه همکار پرتو سیمیا ویستا زیست

کارشناس صنایع شیمیایی و سلولزی - سازمان صنعت، معدن و
تجارت استان مازندران

کارشناس مسئول - اداره کل استاندارد استان مازندران

کارشناس مسئول - اداره کل استاندارد استان مازندران

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ز	پیش‌گفتار
ح	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۲	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ توصیه‌های ایمنی
۳	۵ اصول آزمون
۳	۶ مزاحمت‌ها و منابع خطا
۴	۷ واکنشگرها
۵	۸ وسایل
۶	۹ نمونه‌برداری و آماده‌سازی مقدماتی نمونه
۶	۹-۱ آماده‌سازی مقدماتی نمونه
۶	۹-۲ آماده‌سازی مقدماتی نمونه
۷	۱۰ روش اجرای آزمون
۷	۱۰-۱ آزمون شاهد
۷	۱۰-۲ آزمون
۷	۱۰-۳ انحلال
۹	۱۱ کنترل کیفیت
۹	۱۲ گزارش آزمون
۱۰	پیوست الف (آگاهی‌دهنده) داده‌های اعتبارسنجی
۱۲	کتاب‌نامه

پیش‌گفتار

استاندارد «کیفیت خاک- انحلال برای اندازه‌گیری مقدار کل عناصر- قسمت ۳: انحلال با هیدروفلوریک، هیدروکلریک و نیتریک اسید با استفاده از روش مایکروویو تحت فشار- روش آزمون» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی / منطقه‌ای به عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی شماره ۵ تهیه و تدوین شده، در دویست و بیست و چهارمین اجلاس کمیته ملی استاندارد محیط زیست مورخ ۱۳۹۷/۱۰/۲۹ تصویب شد. اینک این استاندارد 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.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در گروه فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد ملی بر مبنای پذیرش استاندارد بین‌المللی زیر به روش «معادل یکسان» تهیه و تدوین شده و شامل ترجمه تخصصی کامل متن آن به زبان فارسی می‌باشد و معادل یکسان استاندارد بین‌المللی مزبور است:

ISO 14869-3: 2017, Soil quality- Dissolution for the determination of total element content- Part 3: Dissolution with hydrofluoric, hydrochloric and nitric acids using pressurized microwave technique

مقدمه

این استاندارد، طرحی برای تجزیه پارامترهای معدنی در خاک و مواد خاک است. این استاندارد مربوط به انحلال کامل خاک و مواد خاک برای تجزیه عناصر در مرحله بعدی است.

مخلوطی از اسیدها بر پایه نیتریک اسید، هیدروفلوریک اسید و هیدروکلریک اسید برای انحلال بیشتر خاکها و مواد مشابه استفاده می شود. محلولهای نهایی می توانند به صورت جداگانه یا با ترکیبی از روشهای طیفسنجی جذب اتمی (AAS)^۱، طیفسنجی نشر نوری پلاسمای جفت شده القایی (ICP-OES)^۲ یا طیفسنجی جرمی پلاسمای جفت شده القایی (ICP-MS)^۳ اندازه گیری شوند.

این استاندارد یک قسمت از مجموعه استانداردهای ملی ایران شماره ۱۱۱۱۵ است. عنوان سایر قسمت های آن به شرح زیر است:

- قسمت ۱: روش انحلال با هیدروفلوریک اسید و پرکلریک اسید؛
- قسمت ۲: انحلال توسط ذوب قلیایی.

1-Atomic Absorption Spectrometry
2-Inductively Coupled Plasma – Optical Emission Spectrometry
3- Inductively Coupled Plasma – Mass Spectrometry

کیفیت خاک- انحلال برای اندازه‌گیری مقدار کل عناصر - قسمت ۳: انحلال با هیدروفلوریک، هیدروکلریک و نیتریک اسید با استفاده از روش مایکروویو تحت فشار - روش آزمون

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای انحلال نمونه‌های خاک به کمک مایکروویو (تندپز) و با استفاده مخلوطی از نیتریک اسید، هیدروفلوریک اسید و هیدروکلریک اسید، برای اندازه‌گیری مقادیر کل عناصر آلومینیم، آرسنیک، باریم، کلسیم، کادمیوم، کبالت، کروم، سزیم، مس، آهن، جیوه، پتاسیم، لیتیم، منیزیم، منگنز، سدیم، نیکل، فسفر، سرب، گوگرد، سلنیم، آنتیموان، استرانسیم، تالیوم، وانادیم و روی است. این استاندارد برای انواع خاک و مواد خاک کاربرد دارد.

زمینه اصلی کاربرد این استاندارد، بررسی زمین‌شناسی و خاک‌شناسی است.

مخلوط اسید برای انحلال مقادیر کل عناصر در خاک (بالا، کم، ناچیز) مناسب است، اما برخی ترکیبات مقاوم نظیر SiO_2 ، TiO_2 ، MgAl_2O_4 و Al_2O_3 یا سایر ترکیبات ممکن است به‌صورت پس‌مانده باقی بمانند. در چنین مواردی، استفاده از ذوب قلیایی مطابق با استاندارد ISO 14869-2 برای اندازه‌گیری مقادیر واقعی عناصر توصیه می‌شود.

یادآوری ۱- در مطالعات محیطی، به‌طور معمول استخراج با تیزاب سلطانی مطابق با استاندارد ISO 12914 یا ISO 11466 استفاده می‌شود.

محلول‌های حاصل از روش مایکروویو برای تجزیه، به‌عنوان مثال با یکی از روش‌های طیف‌سنجی جذب اتمی (طیف‌سنجی جذب اتمی شعله‌ای (FAAS)^۱، طیف‌سنجی جذب اتمی تولید هیدرید (HGAAS)^۲، طیف‌سنجی جذب اتمی بخار سرد (CVAAS)^۳، طیف‌سنجی جذب اتمی کوره گرافیتی (GFAAS)^۴، سنجی نشر نوری پلاسمای جفت‌شده القایی (ICP- OES) یا طیف‌سنجی جرمی پلاسمای جفت‌شده القایی (ICP- MS) مناسب است.

یادآوری ۲- به‌دلیل وجود کلرید در محلول هضم‌شده، ممکن است محدودیت‌هایی برای کاربرد برخی روش‌های تجزیه‌ای ایجاد شود.

-
- 1- Flame Atomic Absorption Spectrometry
 - 2- Hydride Generation Atomic Absorption Spectrometry
 - 3- Cold Vapor Atomic Absorption Spectrometry
 - 4- Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند. در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

2-1 ISO 3696, Water for analytical laboratory use- Specification and test methods

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸: سال ۱۳۸۱، آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه-ویژگی‌ها و روش‌های آزمون (تجدید نظر اول)، با استفاده از استاندارد ISO 3696: 1987 تدوین شده است.

2-2 ISO 11074, Soil quality- Vocabulary

2-3 ISO 11464, Soil quality- Pretreatment of samples for physio-chemical analysis

2-4 ISO 11465, Soil quality- Determination of dry matter and water content on a mass basis- Gravimetric method

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۷۸۳۵: سال ۱۳۸۳، خاک- تعیین ماده خشک و آب همراه بر مبنای جرم پایه- روش وزن‌سنجی با استفاده از استاندارد ISO 11465: 1993 تدوین شده است.

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف ارائه شده در استانداردهای ISO 11074، ISO 11464 و ISO 11465 به کار می‌رود^۱.

۴ توصیه‌های ایمنی

همه مراحل کار باید توسط شخص آموزش دیده انجام شود. واکنشگرهای مورد استفاده در این استاندارد به شدت خورنده و به‌طور ذاتی بسیار آسیبرسان هستند. به دلیل خورندگی شدید واکنشگرها، فشار و دمای بالای حین کار، احتیاط‌های ایمنی به‌طور قطع لازم هستند.

۱- اصطلاحات و تعاریف به‌کار رفته در استانداردهای ISO و IEC در وبگاه‌های www.iso.org/obp و www.electropedia.org/ قابل دسترسی است.

همه روش‌های کار باید زیر هود یا در فضای مجهز به تهویه مطبوع انجام شود. به دلیل استفاده از واکنشگرهای اکسیدکننده قوی، ممکن است حدواسط‌های آلی قابل انفجار تشکیل شوند، به ویژه هنگامی که نمونه‌ها حاوی مقادیر بالایی از ترکیبات آلی باشند. ظروف تحت فشار نباید قبل از خنک شدن باز شوند. از تماس با مواد شیمیایی و گازهای حاصل از واکنش، اجتناب شود.

۱-۴ خطر

استنشاق بخارات هیدروفلوریک اسید یا تماس مستقیم آن با پوست و مخاط، خطرناک است. لازم به ذکر است که اثرات قرار گرفتن در برابر هیدروفلوریک اسید ممکن است تا چندین ساعت، به خصوص برای پوست، آشکار نشود، در حالی که درمان مؤثر بعد از گذشت این زمان می‌تواند دشوار باشد. کاربران این استاندارد باید با اقدامات احتیاطی لازم، کمک و مشاوره‌های پزشکی و حرفه‌ای آشنا شوند. استفاده از هود کارآمد، دستکش لاستیکی، عینک، ماسک و پیپت‌های محافظت شده ضروری است. توصیه‌های ایمنی برای جابه‌جایی هیدروفلوریک اسید، مشاهده شود.

۲-۴ هشدار

چند مرحله از روش‌های کار در این استاندارد به‌طور بالقوه خطرناک هستند، به خصوص آن‌هایی که شامل اسیدهای غلیظ و شرایط تحت فشار هستند. کاربران این استاندارد باید با احتیاط‌های ایمنی لازم و مناسب و الزامات علمی برای استفاده از آن‌ها آشنا شوند. در صورت عدم اطمینان، از مشاوره حرفه‌ای استفاده شود.

۵ اصول آزمون

نمونه آزمایشگاهی باید مطابق با الزامات استاندارد ISO 11464 آماده‌سازی شود تا یک آزمایش همگن به دست آید و آزمون حاصل از آن، در مخلوطی از اسید و حرارت دیدن با سیستم میکروویو حل شود.

۶ مزاحمت‌ها و منابع خطا

حین اندازه‌گیری عناصر در مقادیر بسیار کم، باید از آلودگی‌ها اجتناب شود. ظرفی که در آن نمونه دریافت و نگهداری می‌شود می‌تواند منبع خطاها باشد. جنس ظرف باید به گونه‌ای انتخاب شود که عناصر مورد نظر برای اندازه‌گیری را جذب نکند (برای مثال عنصر جیوه می‌تواند به سرعت و در دو جهت به دیواره‌های ظروف پلی‌اتیلنی نفوذ کند).

نمونه‌های آسیاب یا پودر شده در معرض خطر آلودگی توسط محیط (برای مثال هوا، گرد و غبار، سایش دستگاه آسیاب) می‌باشند. به دلیل فرار بودن برخی ترکیبات، مهم است مراقبت شود نمونه قبل از انحلال حرارت داده نشود و هم چنین مواد فرار حاصل از واکنش که ممکن است حین انحلال تشکیل شوند، خارج نشوند.

برای اندازه‌گیری عناصری که ترکیبات فرار تولید می‌کنند (نظیر جیوه، آرسنیک، کروم، سلنیوم) باید مراقبت‌های ویژه‌ای حین پیش‌آماده‌سازی و هضم تحت فشار انجام شود.

غلظت‌های بالای اسید و غلظت‌های بالای ماده زمینه عناصر حل‌شده در محلول هضم، ممکن است مزاحمت‌هایی در اندازه‌گیری‌های تجزیه‌ای ایجاد کنند.

بسته به غلظت عناصر مورد اندازه‌گیری، توجه ویژه‌ای برای تمیز کردن تجهیزات آزمایشگاهی لازم است. توصیه می‌شود تمام تجهیزات آزمایشگاهی به‌طور کامل تمیز شوند و حداقل در طول شب در محلول نیتریک اسید ۵٪ قرار بگیرند.

مقادیر برخی عناصر موردنظر می‌تواند به‌دلیل تشکیل رسوب با یون‌های موجود در محلول هضم‌شده، نظیر ترکیبات کم‌محلول کلرید، فلورید یا سولفات، کاسته شود. قبل از صاف کردن، باید بوریک اسید برای محصور کردن مقادیر اضافی هیدروفلوریک اسید افزوده شود تا ترکیبات نامحلول فلورید، دوباره حل شوند. حین صاف کردن از ایجاد آلودگی اجتناب شود.

۷ واکنشگرها

تنها از واکنشگرهایی با درجه تجزیه‌ای مشخص استفاده کنید.

۱-۷ آب

آب یون‌زدایی‌شده یا آب مقطر مورد استفاده، حداقل باید با الزامات آب درجه دو استاندارد ISO 3696 مطابقت داشته باشد.

۲-۷ هیدروکلریک اسید (HCl)، با غلظت ۱۲ mol/l، جرم حجمی ۱,۱۸ g/ml، کسر جرمی ۳۶٪

۳-۷ نیتریک اسید (HNO₃)، با غلظت ۱۴,۳ mol/l، جرم حجمی ۱,۴ g/ml و کسر جرمی آن کمتر از ۶۵٪ نباشد.

۴-۷ نیتریک اسید رقیق شده (HNO₃)، با غلظت ۰,۵ mol/l

۳۵ ml نیتریک اسید (طبق زیربند ۳-۷) را با آب (طبق زیربند ۱-۷) به حجم یک لیتر برسانید.

۵-۷ هیدروفلوریک اسید (HF)، با غلظت ۲۲,۶ mol/l، جرم حجمی ۱,۱۳ g/ml، کسر جرمی ۴۰٪

۶-۷ عامل ضدکف

برای مثال n- دودکان (C₁₂H₂₆) یا پلی‌اتیلن گلیکول پارا (۱-۱-۳-۳-۳-تترا متیل بوتیل)- فنیل اتر [C₁₄H₂₂O(C₂H₄O)_n] مناسب است.

۷-۷ محلول بوریک اسید (H_3BO_3)، با کسر جرمی تقریبی ۴٪

۲۰ g بوریک اسید را در ۴۵۰ ml آب حل و آن را با آب به حجم ۵۰۰ ml برسانید. آن را در بطری پلی اتیلنی ذخیره کنید. حد حلالیت بوریک اسید، ۴۵ g در ۱۰۰۰ ml آب است.

۸ وسایل

تمام ظروف شیشه‌ای و پلاستیکی باید به اندازه کافی تمیز و به دور از هرگونه آلودگی نگهداری شوند.

۱-۸ سامانه^۱ انحلال به کمک مایکروویو (تند پز)

۱-۱-۸ الزامات دستگاه مایکروویو

دستگاه مایکروویو برای هضم تحت فشار، ترجیحاً دارای ابزار تنظیم دما به همراه اندازه‌گیری فشار و فقط برای استفاده آزمایشگاهی باشد.

محفظه دستگاه مایکروویو آزمایشگاهی باید به خوبی تهویه شود و در برابر خوردگی مقاوم باشد. تمام اجزا الکترونیکی برای عملکرد ایمن باید در برابر خوردگی محافظت شوند. الزامات عملکرد دمایی ایجاب می‌کند که سامانه تجزیه مایکروویو قادر به تشخیص دما با درستی $\pm 2/5^\circ C$ باشد و حسگر به صورت خودکار، توان خروجی میدان مایکروویو را در هر ۲s تنظیم کند. حسگرهای دما باید دارای درستی $\pm 2^\circ C$ باشند (دمای واکنش نهایی $175 \pm 5^\circ C$ را شامل می‌شود). کنترل بازخورد دما، مکانیزم اولیه عملکرد را برای این روش فراهم می‌کند. با توجه به گوناگونی در ماده زمینه نمونه و دستگاه مایکروویو (برای مثال انواع مختلف ظروف و طراحی‌های مایکروویو) کنترل دما حین فرایند انحلال، برای اطمینان از قابل تجدید بودن گرمایش مایکروویو برای وسایل مختلف اهمیت دارد.

صحت سامانه اندازه‌گیری دما باید به صورت دوره‌ای، طبق دستور کار سازنده دستگاه در یک دمای بالا آزمون شود. اگر دما بیش‌تر از $2/5^\circ C$ از دمای اندازه‌گیری شده توسط یک سامانه خارجی اندازه‌گیری دما کالیبره انحراف داشته باشد، سامانه اندازه‌گیری دمای مایکروویو باید کالیبره (واسنجی) شود.

۲-۱-۸ صفحه‌گردان چرخشی

سرعت صفحه‌گردان چرخشی باید حداقل ۳ r/min باشد. سایر انواع تجهیزات که برای دستیابی به یکنواختی میدان مایکروویو استفاده می‌شوند نیز می‌توانند مناسب باشند.

۳-۱-۸ ظروف هضم مایکروویو

ظروف هضم مایکروویو باید از موادی ساخته شوند که در برابر امواج مایکروویو شفاف بوده و در مقابل واکنشگرها و دما مقاوم باشند، مانند فلوروکربن (برای مثال PTA^۱ یا TFM^۲). ظروف ممکن است برای پایداری، ماندگاری و ایمنی در محفظه‌های مختلف شفاف مایکروویو قرار داده شوند. توصیه می‌شود حجم داخلی ظروف هضم، ۱۰۰ ml باشد. جداره داخلی ظرف باید بی‌اثر باشد و نباید موادی را به درون محلول هضم بیش‌تر از خلوص مورد نیاز برای تجزیه‌های بعدی آزاد کند. ظرف باید برای کاربرد ایمن در محدوده دما و فشار اعمال‌شده، مناسب باشد و باید قابلیت تحمل فشار حداقل ۲۰ bar و رهاسازی فشار کنترل‌شده را داشته باشد. کنترل دمای ظرف در بسته تجهیزات مایکروویو، مکانیزم عمل کرد بازخورد اصلی را برای این روش فراهم می‌کند. کنترل روش در مدت تجزیه، به یک حسگر دما در یک یا بیشتر از یک ظرف، نیاز دارد.

۲-۸ کاغذ صافی‌ها

از کاغذ صافی پایه سلولز، سخت و مقاوم در برابر مخلوط اسید یا صافی‌های غشایی مناسب با تخلخل $0.45 \mu\text{m}$ استفاده کنید. بهتر است صاف کردن در ظرف شیشه‌ای تنها پس از افزودن بوریک اسید، انجام شود. در غیر این صورت، از تجهیزات تمام پلاستیکی دارای فیلتر غشایی و ظروف حجمی (بالن ژوژه) پلی‌پروپیلن استفاده کنید.

۳-۸ ظروف حجمی، با ظرفیت ۱۰۰ ml یا بیشتر از جنس شیشه بوریلیکات یا پلی‌پروپیلن

۴-۸ ترازو، با درستی ۰/۱ mg

۹ نمونه‌برداری و آماده‌سازی مقدماتی نمونه

۱-۹ آماده‌سازی مقدماتی نمونه

نمونه‌ها را مطابق با استاندارد ISO 11464 آماده‌سازی کنید.

۲-۹ آماده‌سازی مقدماتی نمونه

آزمایه باید نماینده‌ای از نمونه آزمایشگاهی برای عناصر موردنظر و دارای همگنی مناسب برای تجزیه باشد. توصیه می‌شود آماده‌سازی مقدماتی شامل خشک کردن و کاهش اندازه دانه به ذرات کوچکتر از $250 \mu\text{m}$ (ترجیحاً $125 \mu\text{m}$) باشد. جرم آزمایه‌ها باید برای روش‌های هضم چندتایی و تعیین ماده خشک،

1- Poly Tetraflouro Methoxil
2- Poly Tetramethylen adipmat

کافی باشد. مقدار ماده خشک با استفاده از بخش جداگانه‌ای از آزمایش مطابقت با استاندارد ISO 11465 اندازه‌گیری شود.

۱۰ روش اجرای آزمون

۱-۱۰ آزمون شاهد

آزمون شاهد را به موازات اندازه‌گیری عناصر با استفاده از روش و مقادیر یکسان از واکنشگرها، اما بدون آزمون (طبق زیر بند ۱۰-۲) انجام دهید.

۲-۱۰ آزمون

ظرف خالی هضم را با درب آن وزن کنید. تقریباً 0.5 g از آزمایش (بر مبنای جرم خشک) را با دقت 0.1 mg وزن کنید. اگر حجم ظرف هضم و بیشینه پایداری آن در برابر فشار مناسب باشد، اوزان مورد استفاده از نمونه می‌تواند 0.2 g تا 0.5 g باشد. مطمئن شوید که مقدار آزمون انتخاب شده، نماینده آزمایش و نمونه آزمایشگاهی است.

توصیه می‌شود با مراجعه به مشخصات سازنده، حدود بالایی جرم آزمون در نظر گرفته شود.

۳-۱۰ انحلال

آزمون موجود در ظرف هضم را با چند قطره آب (طبق زیربند ۷-۱) مرطوب کنید. به‌طور جداگانه $6 \pm 0.1\text{ ml}$ از هیدروکلریک اسید (طبق زیربند ۷-۲)، $2 \pm 0.1\text{ ml}$ از نیتریک اسید (طبق زیربند ۷-۳) و $2 \pm 0.1\text{ ml}$ از هیدروفلوریک اسید (طبق زیربند ۷-۵) به ظرف حجم (طبق زیربند ۸-۱-۳) بیافزایید و به‌خوبی مخلوط کنید.

اگر واکنش شدیدی رخ داد، قبل از بستن درپوش ظرف اجازه دهید واکنش تمام شود. اگر کف زیادی ایجاد شد، یک قطره عامل ضدکف (طبق زیربند ۷-۶) اضافه کنید.

مقدار نیتریک اسید به طور تقریبی برای اکسید کردن 250 mg کربن آلی در نمونه، کافی است. اگر مقدار کربن آلی بیشتر باشد، به‌ازای هر 50 mg کربن آلی، مقدار 0.5 ml نیتریک اسید (طبق زیربند ۷-۳) بیشتر اضافه کنید.

درپوش ظرف هضم (طبق زیربند ۸-۱-۳) را بسته و توزین کنید. ظرف هضم را به دستگاه مایکروویو وصل کنید یا در گردونه قرار دهید. همیشه همه موقعیت‌های نمونه‌گذاری دستگاه مایکروویو را پر کنید (به طور معمول ۶، ۱۲، ۱۶ یا ۴۰ موقعیت). اگر همه موقعیت‌های نمونه‌گذاری دستگاه مایکروویو با آزمون پر نشد، ظروف هضم باقی‌مانده را با مقدار مشابهی از مخلوط اسید پر کنید تا از جذب انرژی به‌طور مساوی اطمینان حاصل شود.

دما را با سرعتی که بیشتر از $15^{\circ}\text{C}/\text{min}$ نباشد، افزایش دهید. برنامه دمایی را به دقت انتخاب کنید تا سرعت افزایش فشار بیش از 0.2 bar/s تا 0.3 bar/s نشود. برای مثال برنامه دمایی در جدول ۱ آمده است. سپس محتویات بالن را با محلول پتاسیم هیدروکسید (مطابق با زیربند ۵-۶) تیترا کنید.

جدول ۱- مثال زمان بندی دما برای هضم نمونه های خاک

مرحله	دما $^{\circ}\text{C}$	زمان رسیدن به دمای مورد نظر (min:s)	ماندگاری در دما (min:s)	تهویه
۱	۹۰	۱۵:۰۰	۵:۰۰	۱
۲	۱۴۰	۵:۰۰	۱۰:۰۰	۱
۳	۱۷۵	۵:۰۰	۱۰:۰۰	۱
۴	دمای اتاق (۲۰ تا ۲۵)	۰۰:۰۰	۲۰:۰۰	۲

یادآوری- منظور از عد ۱ و ۲ در ستون تهویه، سرعت تهویه است.

یادآوری ۱- افزایش خیلی سریع دما ممکن است منجر به واکنش های گرمازا شود که می تواند باعث باز شدن شیر ایمنی فشار و اتلاف ماده مورد تجزیه شود.

یادآوری ۲- اگر داده های اعتبارسنجی داخلی برای تمام ماده های زمینه خاک مربوطه توسط آزمایشگاه فراهم شود، می توان به جای استفاده از مخلوط HCl ، HNO_3 ، HF و H_3BO_3 ، مخلوطی از HCl ، HNO_3 ، HBF_4 استفاده کرد.

قبل از باز کردن درب، بگذارید ظرف هضم تا رسیدن به دمای اتاق، خنک شود. در غیر این صورت ممکن است ترکیبات فرار کلرید و فلورید، خارج شوند.

ظرف هضم را دوباره وزن و جرم آن را یادداشت کنید. اگر کاهش جرم کمتر از 10% تا 15% باشد، اختلاف جرم قبل و بعد از هضم محتوای ظرف (آزمونه و اسید)، می تواند مورد قبول در نظر گرفته شود. اگر کاهش جرم بیشتر باشد، آزادسازی کف غیرقابل قبولی رخ داده است و نمونه باید دور ریخته شود.

ظرف هضم را زیر هود قرار داده و درپوش آن را بردارید تا بخارات خارج شود. هیدروفلوریک اسید موجود در محلول هضم را با مقدار زیاد بوریک اسید، با افزودن 20 ml محلول بوریک اسید 4% (طبق زیربند ۷-۷)، ترکیب کنید.

درب ظروف هضم را ببندید و 15 min اضافه تر در دمای 130°C در دستگاه مایکروویو حرارت دهید. برنامه دمایی در جدول ۲ برای مثال آمده است.

جدول ۲- مثال زمان بندی دما حین مرحله افزایش بوریک اسید

مرحله	دما $^{\circ}\text{C}$	زمان رسیدن به دمای مورد نظر (min:s)	ماندگاری در دما (min:s)	تهویه
۵	۱۳۰	۱۰:۰۰	۵:۰۰	۱
۶	دمای اتاق (۲۰ تا ۲۵)	۰۰:۰۰	۱۰:۰۰	۲

یادآوری- منظور از عد ۱ و ۲ در ستون تهویه، سرعت تهویه است.

قبل از باز کردن درب، بگذارید ظرف هضم تا رسیدن به دمای اتاق، خنک شود. ظرف هضم را زیر هود قرار داده و درپوش آن را بردارید تا بخارات خارج شود. محلول هضم را با کاغذ صافی (طبق زیربند ۸-۲) یا صافی غشایی مناسب با تخلخل $0.45 \mu\text{m}$ به درون بالن ژوژه ۱۰۰ ml، صاف کنید. سپس ظرف و باقی مانده آن را با نیتریک اسید گرم (طبق زیربند ۷-۴) بشویید و آن را به بالن ژوژه منتقل و با آب (طبق زیربند ۷-۱) به حجم ۱۰۰ ml برسانید. اگر تجهیزات مقاوم به هیدروفلوریک اسید در دسترس است (مانند مشعل‌های مقاوم به HF برای ICP-OES یا ICP-MS) می‌توان از افزودن بوریک اسید، اجتناب کرد. اگر محلول نمونه حاوی هیدروفلوریک اسید است از تجهیزات صاف کننده پلاستیکی و ظروف حجمی پلاستیکی استفاده کنید. محلول آزمون می‌تواند به‌طور مستقیم اندازه‌گیری شود.

یادآوری ۳- اگر محلول هضم حاوی ذرات حل نشده است، سانتریفوژ (گریزانه) کردن با دور 2000 min^{-1} تا 3000 min^{-1} برای مدت ۱۰ min قبل از صاف کردن، می‌تواند مفید باشد.

هم‌اکنون محلول هضم برای تجزیه با یکی از روش‌های اندازه‌گیری برای عنصر مورد نظر آماده است.

۱۱ کنترل کیفیت

توصیه می‌شود برای هر چرخه عملیاتی آون (گرم خانه) میکروویو، یک نمونه شاهد تهیه شود. این نمونه می‌تواند یک ماده مرجع داخلی مناسب یا یک ماده مرجع تجاری باشد.

۱۲ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

۱-۱۲ ارجاع به این استاندارد ملی ایران؛

۲-۱۲ مشخصات کامل نمونه؛

۳-۱۲ اطلاعاتی درباره آماده‌سازی مقدماتی و هضم نمونه؛

۴-۱۲ هر نوع جزئیاتی که در این استاندارد ملی مشخص نشده یا به‌صورت انتخابی است و هر عاملی که روی نتایج تأثیرگذار باشد.

پیوست الف

(آگاهی دهنده)

داده‌های اعتبارسنجی

تمام داده‌ها توسط موسسه تحقیقاتی فنلاندی، مول، آنتورپ و بلژیک (VITO)^۱ فراهم شده‌است. این‌ها نتایج یک‌ساله (۲۰۱۳) آزمون‌های انجام شده براساس این استاندارد هستند. این داده‌ها در جدول‌های الف-۱، الف-۲ و الف-۳ فهرست شده‌اند.

جدول الف-۱- داده‌های اعتبارسنجی برای خاک ۱

خاک ۱	\bar{X} mg/kg	l	n	s_R mg/kg	$C_{V,R}$ %
آرسنیک کل	۱۰<	-	-	-	-
کادمیوم کل	۲,۵۶	۱۲	۱۲	۰,۴۸۴	۱۸,۹۰
کروم کل	۲۸,۴	۱۲	۱۲	۶,۸۱	۲۴,۰۰
مس کل	۲۰,۷	۱۲	۱۲	۲,۱۷	۱۰,۵۰
سرب کل	۱۰,۶	۱۲	۱۲	۹,۲۶	۸,۸۰
جیوه کل	۴,۱۸	۱۲	۱۲	۰,۴۲۱	۱۰,۰۰
نیکل کل	۱۰<	-	-	-	-
روی کل	۴۹۴	۱۲	۱۲	۶۱	۱۲,۳۰
X مقدار میانگین ماده خشک برحسب mg/kg l تعداد آزمایشگاه‌های شرکت کننده n تعداد نتایج s_R انحراف استاندارد تجدیدپذیری برحسب mg/kg ماده خشک $C_{V,R}$ ضریب تغییرات تجدیدپذیری برحسب درصد					

جدول الف-۲- داده‌های اعتبارسنجی برای خاک ۲

$C_{V,R}$ %	s_R mg/kg	n	l	X mg/kg	خاک ۲
۷,۹۰	۹,۵	۱۳	۱۳	۱۲۱	آرسنیک کل
۱۰,۰۰	۰,۳۳۴	۱۳	۱۳	۳,۳۳	کادمیوم کل
۱۰,۴۰	۷,۰۷	۱۳	۱۳	۶۸,۲	کروم کل
۵,۹۰	۳۹,۸	۱۳	۱۳	۶۷۹	مس کل
۱۱,۱۰	۱۰,۱	۱۳	۱۳	۹۱۱	سرب کل
-	-	-	-	<۰,۳	جیوه کل
۰,۰۹	۹,۵۷	۱۳	۱۳	۱۰,۴	نیکل کل
۱۳,۲۰	۶۶۷	۱۳	۱۳	۵۰,۶۶	روی کل
X مقدار میانگین ماده خشک برحسب mg/kg l تعداد آزمایشگاه‌های شرکت کننده n تعداد نتایج s_R انحراف استاندارد تجدیدپذیری برحسب mg/kg ماده خشک $C_{V,R}$ ضریب تغییرات تجدیدپذیری برحسب درصد					

جدول الف-۳- داده‌های اعتبارسنجی برای خاک ۳

$C_{V,R}$ %	s_R mg/kg	n	l	X mg/kg	خاک ۳
-	-	-	-	۱۰<	آرسنیک کل
۴۱,۰۰	۰,۲۱۹	۱۳	۱۳	۰,۵۳۳	کادمیوم کل
۱۳,۴۰	۶,۲۴	۱۳	۱۳	۴۶,۵	کروم کل
۱۰,۱۰	۳,۸	۱۳	۱۳	۳۷,۶	مس کل
۸,۳۰	۱۳	۱۲	۱۳	۱۵۷	سرب کل
۰,۰۵۴	۳,۹۴	۱۳	۱۳	۷۳,۲۷	جیوه کل
۰,۰۸۴	۱,۹۶	۱۲	۱۳	۲۳,۱۸	نیکل کل
۸,۵۰	۱۳,۷	۱۳	۱۳	۱۶۱,۱	روی کل
X مقدار میانگین ماده خشک برحسب mg/kg l تعداد آزمایشگاه‌های شرکت کننده n تعداد نتایج s_R انحراف استاندارد تجدیدپذیری برحسب mg/kg ماده خشک $C_{V,R}$ ضریب تغییرات تجدیدپذیری برحسب درصد					

کتابنامه

- [1] ISO 10694, Soil quality- Determination of organic and total carbon after dry combustion (elementary analysis)
- [2] ISO 18512, Soil quality- Guidance on long and short term storage of soil samples
- یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۲۰۰: سال ۱۳۸۸، کیفیت خاک- ذخیره‌سازی کوتاه‌مدت و درازمدت نمونه‌های خاک- آیین کار با استفاده از ISO 18512:2007 تدوین شده است.
- [3] EN 13656, Characterization of waste- Microwave assisted digestion with hydrofluoric(HF), nitric (HNO₃) and hydrochloric (HCl) acid mixture for subsequent determination of element
- [4] METHOD EPA 3051A, Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils and oils
- [5] METHOD EPA 3052, Microwave assisted acid digestion of siliceous and organically based matrices