

وزارت جهاد کشاورزی
سازمان تحقیقات، آموزش و ترویج کشاورزی
موسسه تحقیقات خاک و آب کشور
بخش آزمایشگاه ها

روش عملیاتی استاندارد تجزیه خاک

هضم کل برای اندازه گیری عناصر سنگین در خاک – انحلال با هیدروفلوئوریک اسید و پرکلریک اسید

SWRI-S-120

شماره ثبت:

Rev-01-1403/10

ویرایش اول:

۱۴۰۳



روش عملیاتی استاندارد تجزیه خاک		موسسه تحقیقات خاک و آب	 بخش آزمایشگاه‌ها
SWRI-S- 120	شماره ثبت		
Rev-01-1403/10	ویرایش اول		
		هضم کل برای اندازه‌گیری عناصر سنگین در خاک- انحلال با ...	

روش عملیاتی استاندارد تجزیه خاک

هضم کل برای اندازه‌گیری عناصر سنگین در خاک – انحلال با

هیدروفلوئوریک اسید و پرکلریک اسید

نقل مطالب با ذکر منبع بلامانع است.

نشانی: کرج، میدان استاندارد، جاده مشکین‌دشت، بلوار امام خمینی (ره)، موسسه تحقیقات خاک و آب کشور

صندوق پستی: ۳۱۷۸۵-۳۱۱

کد پستی: ۳۱۷۷۹۹۳۵۴۵

تلفن: ۰۲۶-۳۶۲۰۱۹۰۰

نمابر: ۰۲۶۳۶۲۱۰۱۲۱

پست الکترونیکی: info@swri.ir

وبسایت: <http://www.swri.ir>

مسئولیت صحت مطالب به عهده نگارندگان است.

روش عملیاتی استاندارد تمیزیه خاک		موسسه تحقیقات خاک و آب	
SWRI-S- 120	شماره ثبت		
Rev-01-1403/10	ویرایش اول		
		هضم کل برای اندازه‌گیری عناصر سنگین در خاک- انملال با ...	

فهرست مطالب

- ۱- مقدمه..... ۱
- ۲- اصول..... ۲
- ۳- وسایل..... ۲
- ۳- مواد و/یا واکنشگرها..... ۳
- ۴- روش کار..... ۳
- ۵- محاسبات و گزارش نتایج..... ۴
- ۶- منابع مورد استفاده..... ۵

روش عملیاتی استاندارد تمیزیه خاک		موسسه تحقیقات خاک و آب	 بخش آزمایشگاه‌ها
SWRI-S- 120	شماره ثبت		
Rev-01-1403/10	ویرایش اول		
صفحه ۱ از ۱۰		هضم کل برای اندازه‌گیری عناصر سنگین در خاک- انملال با ...	

۱- مقدمه

اصطلاح «فلزهای سنگین»^۱ معمولاً در متون علمی به ویژه علوم زیست‌محیطی برای اشاره به فلزها و شبه‌فلزهای مرتبط با آلودگی محیط زیست، سمیت و اثرهای نامطلوب بر موجودات زنده استفاده می‌شود [۱]. امروزه اصطلاح فلزهای سنگین معرف فلزها و شبه‌فلزهای با چگالی بالا است و حداقل مقدار آستانه چگالی ذکر شده بسته به نویسنده از ۳/۵ تا ۷ گرم بر سانتیمتر مکعب متفاوت است [۲]. برخی از نویسندگان پیشنهاد می‌کنند که فلزهای سنگین باید به عنوان فلزهای با عدد اتمی بزرگتر از ۲۰ و چگالی بالاتر از ۵ گرم بر سانتیمتر مکعب تعریف شوند [۳-۵]. این تعریف شامل ۵۱ عنصر فلزی خواهد بود و شبه‌فلزهایی مانند آرسنیک (As) و آنتیموان (Sb) و غیر فلزی مانند سلنیم (Se) را در بر نمی‌گیرد. از آنجا که چگالی یا عدد اتمی به ندرت یک ویژگی شیمیایی یا بیولوژیکی مهم است، این تعریف به شکل گسترده پذیرفته نیست [۶]. برخی محققان پیشنهاد داده‌اند به جای فلزهای سنگین اصطلاح «عناصر بالقوه سمی»^۲ در تحقیقات زیست محیطی استفاده شود، زیرا سمیت این عناصر مانند سرب (Pb)، کادمیم (Cd) و کروم (Cr) به گونه‌گونه شدن^۳ و غلظت آن‌ها بستگی دارد [۷، ۸]. به طور کلی اصطلاح فلزهای سنگین تعداد زیادی عنصر از جمله عناصر غذایی آهن (Fe)، مس (Cu)، روی (Zn)، منگنز (Mn)، نیکل (Ni)، مولیبدن (Mo) و کبالت (Co) و عناصر سمی سرب، آرسنیک، جیوه (Hg)، کادمیم، آنتیموان و کروم را شامل می‌شود [۲، ۹، ۱۰].

از بین بسیاری از آلاینده‌های شیمیایی، فلزهای سنگین به دلیل ماهیت غیرقابل تجزیه، سمی و انباشت‌پذیر بودن، به عنوان آلاینده‌های اصلی محیط زیست به ویژه خاک در نظر گرفته می‌شوند [۵]. آلودگی خاک به فلزهای سنگین از دیدگاه نگرانی‌های مربوط به سلامت انسان و امنیت غذایی یک مسئله جهانی است [۱۱]. حضور فلزهای سنگین در خاک می‌تواند طبیعی یا در نتیجه فعالیت‌های انسانی باشد. منابع طبیعی فلزهای سنگین شامل انتشارات آتشفشانی در جو، انتقال گرد و غبار، هوازدگی سنگ غنی از فلز و فوران‌های آتشفشانی است [۱۱]. فعالیت‌های

^۱ Heavy metals

^۲ Potentially toxic elements

^۳ Speciation

روش عملیاتی استاندارد تمیزیه خاک		موسسه تحقیقات خاک و آب	
SWRI-S- 120	شماره ثبت		
Rev-01-1403/10	ویرایش اول		
صفحه ۲ از ۱۰	هضم کل برای اندازه‌گیری عناصر سنگین در خاک- انملال با ...		بخش آزمایشگاه‌ها

معدن کاوی، ذوب، مواد شیمیایی دارای فلز، فاضلاب صنعتی، احتراق سوخت‌های فسیلی، آموزش نظامی، تجهیزات الکترونیکی (استفاده در ساخت و دفع) منابع انسانی مهم فلزهای سنگین در خاک هستند [۱۱]. استفاده از کودهای فسفاتی باعث افزایش مقدار فلزهای سنگین به ویژه Cd در خاک می‌شود [۱۲]. جامدات زیستی (کمپوست، لجن فاضلاب شهری و کودهای دامی) نیز منبع فلزهای سنگین مختلفی مانند Cd، Zn، Cr، Ni، Pb هستند که خاک را آلوده کرده و در نهایت به آب‌های سطحی و زیرزمینی رها می‌شوند. استفاده پیاپی از جامدات زیستی منجر به انباشت فلزهای سنگین در خاک می‌شود [۱۳، ۱۴]. برخی از فلزهای سنگین مانند Zn، Pb، Cu و As اغلب با استفاده از مواد شیمیایی مانند قارچ کش‌ها یا آفت‌کش‌ها برای پیشگیری و درمان بیماری‌های گیاهی در خاک‌های کشاورزی تجمع می‌یابند و منجر به انباشت فلزهای سنگین در محصولات کشاورزی می‌شود [۱۳].

۲- اصول

روش انحلال با هیدروفلوئوریک اسید و پرکلریک اسید (ISO 14869-1، استاندارد ملی ۱-۱۱۱۱۵) برای انحلال کامل عناصر Al, Ba, Cd, Ca, Cs, Cr, Co, Cu, Fe, K, Li, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, Sr, V, Zn کاربرد دارد. همچنین این روش ممکن است برای عناصر دیگر که غلظت آن‌ها برای اندازه‌گیری حساسیت کافی را داشته باشد، مناسب باشد. غلظت کم اسید در محلول نهایی امکان استفاده از طیف وسیعی از دستگاه‌های تجزیه‌ای را فراهم می‌سازد [۱۵].

۳- وسایل

- (۱) بوتله: از جنس سیلیس مذاب یا پلاتین با گنجایش حداقل ۱۰ میلی‌لیتر
- (۲) کوره الکتریکی: قابل تنظیم در ۴۵۰ درجه سلسیوس حداقل به مدت ۱ ساعت
- (۳) ظروف تبخیر پلی‌تترافلورواتیلن (PTFE) با گنجایش تقریبی ۳۰ میلی‌لیتر و قطر حدود ۵ سانتیمتر
- (۴) اجاق قابل تنظیم در دمای ۱۵۰ درجه سلسیوس
- (۵) هود

روش عملیاتی استاندارد تمیزیه خاک		موسسه تحقیقات خاک و آب	
SWRI-S- 120	شماره ثبت		
Rev-01-1403/10	ویرایش اول		
صفحه ۳ از ۱۰		هضم کل برای اندازه‌گیری عناصر سنگین در خاک- انملال با ...	

بخش آزمایشگاه‌ها

۴- مواد و/یا واکنشگرها

(۱) هیدروفلوئوریک اسید ۲۷/۸ مولار

(۲) پرکلریک اسید ۱۱/۶ مولار

(۳) هیدروکلریک اسید ۱۲ مولار

(۴) نیتریک اسید ۱۶ مولار

(۵) نیتریک اسید با غلظت ۱/۵ مولار

۵- روش کار

(۱) ۰/۲۵ گرم نمونه خاک را توزین و به ظرف تبخیر منتقل نمایید و ۵ میلی‌لیتر نیتریک اسید به آن اضافه و ظرف را روی اجاق در دمای ۱۵۰ درجه سلسیوس قرار دهید و آن را تا حجم تقریبی ۱ میلی‌لیتر تبخیر نمایید. ممکن است چند مرحله اضافه کردن نیتریک اسید برای انحلال کامل مواد آلی مورد نیاز باشد. انحلال مواد آلی از طریق خروج بخار نیتروس اکسید قابل مشاهده است. در چنین مواقعی ظرف را از روی اجاق برداشته و پیش از اضافه کردن دوباره نیتریک اسید آن را تا دمای اتاق خنک کنید. پس از اضافه کردن آخرین قسمت نیتریک اسید ظرف را از روی اجاق بردارید و پیش از اینکه مرحله هضم انجام شود، آن را تا دمای اتاق خنک کنید.

(۲) به نمونه‌ای که پیش‌تیمار نیتریک اسید روی آن انجام شده است، ۵ میلی‌لیتر هیدروفلوئوریک اسید و ۱/۵ میلی‌لیتر پرکلریک اسید اضافه نمایید. این مخلوط را روی اجاق تا زمانی که خروج بخارات پرکلریک اسید و سیلیکون تترافلورید (SiF_4) متوقف شود، حرارت دهید. اجازه دهید مخلوط تا خشک شدن کامل، تبخیر شود. ظرف را از روی اجاق برداشته و اجازه دهید خنک شود. ۱ میلی‌لیتر اسید هیدروکلریدریک یا ۱ میلی‌لیتر نیتریک اسید و تقریباً ۵ میلی‌لیتر آب اضافه تا باقیمانده حل شود. برای انحلال کامل، ظروف را روی اجاق کمی گرم کنید. این محلول را در بالن حجمی ۵۰ میلی‌لیتری به حجم برسانید و سپس هم‌بزنید. باقی ماندن فاز جامد در محلول نهایی نشان‌دهنده حل نشدن کامل نمونه است.

روش عملیاتی استاندارد تمیزیه خاک		موسسه تحقیقات خاک و آب		
SWRI-S- 120	شماره ثبت			
Rev-01-1403/10	ویرایش اول			
صفحه ۴ از ۱۰		هضم کل برای اندازه‌گیری عناصر سنگین در خاک- انملال با ...		بخش آزمایشگاه‌ها

۳) برای حل این مشکل، مراحل کار با یک نمونه جدید تکرار کنید اما پس از تبخیر مرحله اول اسیدها تا نزدیک خشک شدن، در یک مرحله دیگر ۵ میلی‌لیتر هیدروفلوئوریک اسید و ۱/۵ میلی‌لیتر پرکلریک اسید اضافه کنید. اسید ثانویه اضافه شده همانند بالا تبخیر شود و مراحل کار ادامه یابد. مراحل فوق یک بار دیگر انجام می‌شود ولی این بار پیش از افزودن پرکلریک اسید و هیدروفلوئوریک اسید، مخلوط به مدت یک شب در دمای اتاق نگه داشته شود. اگر پس از این مرحله فاز جامد باقی ماند، هضم اسیدی توسط ذوب لیتیم بورات طبق استاندارد ISO 14869-2 کامل شود.

نکات

- ۱) برای انحلال رسوب باقیمانده، اثر نیتریک اسید و هیدروکلریک اسید یکسان است. انتخاب یکی از آن‌ها بستگی به روش تجزیه‌ای (دستگاه) دارد که بعداً مورد استفاده قرار خواهد گرفت.
- ۲) اگر دستگاه مورد استفاده ICP-MS باشد، از آنجا که ممکن است کلرید تداخل‌های مختلف ایجاد نماید، نیتریک اسید ترجیح داده می‌شود. اگرچه برای اندازه‌گیری فسفر به روش سولفومولیبدیک نباید از آن استفاده کرد. بعلاوه برخی از عناصر که در بالا اشاره نشده‌اند (مثل نقره) ممکن است با استفاده از هیدروکلریک اسید، رسوب نمایند.

۶- محاسبات و گزارش نتایج

غلظت عناصر سنگین در نمونه را بر حسب میلی گرم در کیلوگرم را از رابطه زیر محاسبه کنید:

$$(۱) \quad \text{غلظت عنصر سنگین (mg/L)} \times df \times \frac{\text{حجم بالن (mL)}}{\text{جرم نمونه (g)}} = \text{غلظت عنصر سنگین (mg/kg)}$$

که در آن، df درجه رفت بکار رفته برای رقیق‌سازی محلول هضم جهت قرائت با دستگاه می‌باشد.

- غلظت عناصر سنگین را بر حسب میلی گرم در کیلوگرم و با دو رقم اعشار گزارش نمائید.

روش عملیاتی استاندارد تجزیه خاک		موسسه تحقیقات خاک و آب		
SWRI-S- 120	شماره ثبت			
Rev-01-1403/10	ویرایش اول			
صفحه ۵ از ۱۰		هضم کل برای اندازه‌گیری عناصر سنگین در خاک- انملال با ...		بفش آزمایشگاه‌ها

۷- منابع مورد استفاده

شهبازی، ک.، مارزی، م.، محمدی، م. ح.، اسدی، ح.، فتحی گردلیدانی، ا.، هاشمی نسب زواره، ک.، طلوعی، ر.، بهشتی، م.، آویژگان، ا.، چراغی، م. ۱۴۰۳. روش‌های تجزیه خاک: نمونه برداری، روش‌های شیمیایی و فیزیکی. موسسه تحقیقات خاک و آب. ۱، ۱-۱۰۷۴.

- Gustin, M.S., D. Hou, and F.M. Tack, *The term "heavy metal (s)": History, current debate, and future use*. The Science of the Total Environment, 2021. **789**: p. 147951-147951.
- Yadav, M., R. Gupta, and R.K. Sharma, *Green and sustainable pathways for wastewater purification*, in *Advances in water purification techniques*. 2019, Elsevier. p. 355-383.
- Raychaudhuri, S.S., et al., *Polyamines, metallothioneins, and phytochelatins—Natural defense of plants to mitigate heavy metals*. Studies in Natural Products Chemistry, 2021. **69**: p. 227-261.
- Ali, H. and E. Khan, *What are heavy metals? Long-standing controversy over the scientific use of the term 'heavy metals'—proposal of a comprehensive definition*. Toxicological & Environmental Chemistry, 2018. **100**(1): p. 6-19.
- Duffus, J.H., "Heavy metals" a meaningless term?(IUPAC Technical Report). Pure and applied chemistry, 2002: (۵)۷۴. p. 793-807.
- Pourret, O. and A. Hursthouse, *It's Time to Replace the Term "Heavy Metals" with "Potentially Toxic Elements" When Reporting Environmental Research*. International Journal of Environmental Research and Public Health, 2019. **16**(22): p. ۴۴۴۶.
- Pourret, O., J.-C. Bollinger, and A. Hursthouse, *Heavy Metal: a misused term?* Acta Geochimica, 2021: p. 1-6.
- Odobašić, A., I. Šestan, and S. Begić, *Biosensors for determination of heavy metals in waters*. Biosensors for Environmental Monitoring, 2019.
- Rahman, Z. and V.P. Singh, *The relative impact of toxic heavy metals (THMs)(arsenic (As), cadmium (Cd), chromium (Cr)(VI), mercury (Hg), and lead (Pb)) on the total environment: an overview*. Environmental monitoring and assessment, 2019. **191**:(۷)p. 1-21.
- Khan, S., et al., *Global soil pollution by toxic elements: Current status and future perspectives on the risk assessment and remediation strategies—A review*. Journal of Hazardous Materials, 2021. **417**: p. 126039.
- Roberts, T.L., *Cadmium and phosphorous fertilizers: the issues and the science*. Procedia Engineering, 2014. **83**: p. 52-59.
- McBride, M., *Arsenic and lead uptake by vegetable crops grown on historically contaminated orchard soils*. Applied and environmental soil science, 2013.
- Kabata-Pendias, A., *Trace elements in soils and plants/fourth editions*. CRC Taylor and Francis Group, Boca Raton, 2011: p. 505.
- ISIRI 11115-1., *Soil quality-Dissolution for the determination of total element content - Part1:Dissolution with hydrofluoric and perchloric acids*. 2008: p. 14.

روش عملیاتی استاندارد تجزیه خاک		موسسه تحقیقات خاک و آب	
SWRI-S- 120	شماره ثبت		
Rev-01-1403/10	ویرایش اول		
		هضم کل برای اندازه‌گیری عناصر سنگین در خاک- انملال با ...	بخش آزمایشگاه‌ها

تهیه و تدوین:

مصطفی مارزی

عضو هیات علمی بخش آزمایشگاه‌ها (بخش تحقیقات شیمی و فیزیک خاک و فناوری کود)، موسسه تحقیقات خاک و آب، سازمان تحقیقات ترویج و آموزش کشاورزی، کرج، ایران.

کریم شهبازی

رئیس بخش آزمایشگاه‌ها (بخش تحقیقات شیمی و فیزیک خاک و فناوری کود)، موسسه تحقیقات خاک و آب، سازمان تحقیقات ترویج و آموزش کشاورزی، کرج، ایران.

سپاس‌گزاری

بدینوسیله از کلیه کارشناسان محترم بخش آزمایشگاه‌ها (بخش تحقیقات شیمی و فیزیک خاک و فناوری کود) که تجربیات سالیان متمادی کار در آزمایشگاه را سخاوتمندانه در اختیار مولفان قرار دادند، تشکر و قدردانی می‌گردد. این روش عملیاتی استاندارد تجزیه خاک با حمایت مالی سازمان تحقیقات، آموزش و ترویج کشاورزی و محل موسسه تحقیقات خاک و آب کشور تهیه شده است و بدین وسیله نویسندگان از آن مجموعه محترم تقدیر می‌نمایند.



MINISTRY OF AGRICULTURE - JAHAD
Agricultural Research, Education and Extension Organization
Soil and Water Research Institute of Iran
Laboratories Division

Standard Operation Procedure for Soil Analysis

**Total Dissolution for Heavy Elements
Determination in Soil-Dissolution with HF and
HClO₃**

Record No: SWRI-S-120

Version: Rev-01-1403/10

2025

