

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 13682:2023

ASTM D6323 – 19

Xuất bản lần 1

**HƯỚNG DẪN LẤY MẪU PHỤ PHÒNG THÍ NGHIỆM
THÀNH PHẦN MÔI TRƯỜNG LIÊN QUAN ĐẾN CÁC
HOẠT ĐỘNG QUẢN LÝ CHẤT THẢI**

*Standard guide for laboratory subsampling of media related to waste management
activities*

HÀ NỘI – 2023

Lời nói đầu

TCVN 13682:2023 được xây dựng trên cơ sở chấp nhận hoàn toàn tương đương với ASTM D6323 – 19 *Standard guide for laboratory subsampling of media related to waste management activities* với sự cho phép của ASTM quốc tế, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428, USA. Tiêu chuẩn ASTM D6323 – 19 thuộc bản quyền ASTM quốc tế

TCVN 13682:2023 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 200 *Chất thải rắn* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Hướng dẫn lấy mẫu phụ phòng thí nghiệm thành phần môi trường liên quan đến các hoạt động quản lý chất thải

Standard guide for laboratory subsampling of media related to waste management activities

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này quy định phương pháp thông dụng để lấy các mẫu phụ đại diện từ mẫu nhận được tại phòng thí nghiệm để phân tích. Những mẫu này có thể là chất rắn, cặn bùn, chất lỏng hoặc chất lỏng nhiều lớp (có hoặc không có chất rắn).

1.2 Các qui trình và kỹ thuật giải thích trong tiêu chuẩn này phụ thuộc vào nền mẫu, kiểu chuẩn bị và phân tích mẫu được thực hiện, các đặc tính quan tâm và các hướng dẫn riêng của dự án hoặc mục tiêu chất lượng dữ liệu.

1.3 Tiêu chuẩn này bao gồm một số phương pháp đồng nhất mẫu, gồm trộn và nghiền, cũng như thông tin về cách lấy mẫu hoặc tách mẫu phòng thí nghiệm.

1.4 Tiêu chuẩn này không áp dụng cho việc lấy mẫu không khí hoặc hơi.

1.5 Các giá trị tính theo đơn vị SI được coi là giá trị tiêu chuẩn. Các đơn vị đo lường khác không bao gồm trong tiêu chuẩn này.

1.6 Tiêu chuẩn này không đề cập đến tất cả các quy tắc về an toàn liên quan đến việc áp dụng tiêu chuẩn. Người sử dụng tiêu chuẩn này phải có trách nhiệm thiết lập các quy định thích hợp về an toàn, sức khỏe và môi trường, và phải xác định khả năng áp dụng các giới hạn quy định trước khi sử dụng.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 12536 (ASTM D5681), *Thuật ngữ về chất thải và quản lý chất thải*.

TCVN 12950 (ASTM D6051), *Chất thải – Hướng dẫn về lấy mẫu tổ hợp và mẫu phụ hiện trường áp dụng cho các hoạt động quản lý chất thải môi trường*.

TCVN 13682:2023

TCVN 13453 (ASTM D4547), *Lấy mẫu chất thải và đất để phân tích các hợp chất hữu cơ dễ bay hơi.*

ASTM C702/C702M Practice for reducing samples of aggregate to testing size (*Phương pháp giảm mẫu tổng hợp đến cỡ mẫu thử nghiệm*)

ASTM C859 Terminology relating to nuclear materials (*Thuật ngữ liên quan đến vật liệu hạt nhân*)

ASTM D346/D346M Practice for collection and preparation of coke samples for laboratory analysis (*Hướng dẫn thu thập và chuẩn bị mẫu than cốc để phân tích trong phòng thí nghiệm*)

ASTM D2234/D2234M Practice for collection of a gross sample of coal (*Hướng dẫn thu thập mẫu gộp của than*)

ASTM D4823 Guide for core sampling submerged, unconsolidated sediments (*Hướng dẫn lấy mẫu trầm tích bị ngập, trầm tích bờ rời*)

ASTM D5743 Practice for sampling single or multilayer liquids, with or without solids, in drums or similar containers (*Thực hành lấy mẫu đơn hoặc chất lỏng nhiều lớp, có hoặc không có chất rắn, trong thùng phuy hoặc các thùng chứa tương tự*)

3 Thuật ngữ và định nghĩa

3.1 Định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này áp dụng các thuật ngữ và định nghĩa trong TCVN 12536 (ASTM D5681).

3.2 Định nghĩa các thuật ngữ sử dụng riêng trong tiêu chuẩn này

3.2.1

Đơn vị chất gây ô nhiễm (contaminant unit)

Cỡ hạt lớn nhất có chứa chất gây ô nhiễm đang quan tâm.

3.2.1.1 Giải thích – Chất gây ô nhiễm quan tâm, như đã xác định theo các mục tiêu của dự án, có thể liên quan đến tất cả các cỡ hạt hoặc chỉ liên quan đến một hoặc nhiều cỡ hạt nhất định. Tại thời điểm phát sinh xả thải hoặc tràn chất thải, cỡ hạt của chất gây ô nhiễm quan tâm này có thể ở quy mô nguyên tử hoặc phân tử, như dung môi tràn vào cát, hoặc quy mô lớn, như pin axit chì tại bãi thải. Đơn vị chất gây ô nhiễm cũng có thể nằm giữa các lớp này, như các hạt chì được bao trong than. Trong thực tế, đơn vị chất gây ô nhiễm có thể thay đổi nếu đơn vị chất gây ô nhiễm bị hấp thụ hoặc bị hấp phụ vào các phần tử lớn hơn đơn vị chất gây ô nhiễm. Đó là kích thước của đơn vị chất gây ô nhiễm tại thời điểm lấy mẫu phụ, không phải tại thời điểm tạo ra, được gọi là đơn vị chất gây ô nhiễm.

3.2.2

Cỡ hạt tối đa cho phép (maximum allowable particle size)

Kích thước tuyến tính lớn nhất của các hạt riêng lẻ của mẫu được chấp nhận cho một khối lượng mẫu nhất định.

3.2.2.1 Giải thích – Cỡ hạt tối đa cho phép đôi khi còn gọi là cỡ hạt cho phép. Một phương pháp xác định đơn giản là phương pháp sử dụng sàng.

3.2.3

Mẫu nhiều lớp (multilayered sample)

Mẫu bao gồm hai hoặc nhiều thành phần có khác biệt rõ ràng.

3.2.3.1 Giải thích – Mẫu nhiều lớp là mẫu có hai hoặc nhiều lớp vật liệu khác biệt nhìn thấy bằng mắt thường. Các lớp này có thể là kết quả của sự chênh lệch về khối lượng riêng, chẳng hạn như các lớp lỏng/lỏng (ví dụ, dung môi clo hóa và nước, nước và dầu), các lớp lỏng/rắn (ví dụ, cặn bùn), các lớp rắn/rắn (ví dụ, đá nhỏ và đá lớn), hoặc sự kết hợp của các lớp này (ví dụ nước, dầu và đất). Những lớp này cũng có thể là kết quả của sự phân lớp trầm tích, chẳng hạn như đất sét xanh và cát bột từ mẫu than cặn bùn.

3.2.4

Cỡ hạt (particle size)

Kích thước tuyến tính có kiểm soát của các hạt riêng lẻ.

[NGUỒN: ASTM C859]

3.2.5

Mẫu phụ đại diện (representative subsample)

Mẫu phụ được thu thập theo cách để phản ánh một hoặc nhiều đặc điểm quan tâm (như đã xác định bởi các mục tiêu dự án) của mẫu phòng thí nghiệm mà mẫu phụ được lấy từ đó.

3.2.5.1 Giải thích – Một mẫu phụ đại diện có thể áp dụng cho một mẫu đơn hoặc một mẫu tổng hợp.

3.2.6

Cặn bùn (sludge)

Hỗn hợp chất rắn lắng tách khỏi dung dịch. Cặn bùn có chứa chất lỏng nhưng không tách biệt.

[NGUỒN: ASTM D5743]

4 Ý nghĩa và sử dụng

4.1 Tiêu chuẩn này giải thích các lựa chọn để lấy mẫu phụ từ mẫu được gửi đến phòng thí nghiệm. Nếu áp dụng theo, sẽ giảm thiểu độ chệch và phương sai của các đặc tính quan tâm của mẫu phòng thí nghiệm trước khi phân tích.

4.2 Tiêu chuẩn mô tả các hướng dẫn thích hợp để trình cho phòng thí nghiệm cùng với mẫu hiện trường.

4.3 Tiêu chuẩn này sử dụng trong phòng thí nghiệm để lấy mẫu phụ đại diện hoặc mẫu của toàn bộ mẫu hiện trường để phân tích trực tiếp hoặc chuẩn bị mẫu để phân tích. Tiêu chuẩn này áp dụng cho

nhân viên hiện trường, người sử dụng dữ liệu, nhân viên tiếp nhận mẫu phòng thí nghiệm, người phân tích và người quản lý.

4.4 Để có được mẫu phụ đại diện, có thể cần phân tích lớp, nghiền, trộn và thay đổi trạng thái vật lý như phân hủy, làm khô, nóng chảy hoặc đông lạnh. Tiêu chuẩn này nghiên cứu chia tách mẫu kiểu hình nón và chia tư, tách mẫu kiểu rây máng và giảm cỡ hạt.

5 Cân nhắc, xem xét chung

5.1 Việc áp dụng thành công tiêu chuẩn này phụ thuộc vào sự giao tiếp hiệu quả giữa người sử dụng dữ liệu và nhân viên phòng thí nghiệm. Việc phòng thí nghiệm lựa chọn các quy trình, kỹ thuật và chiến lược lấy mẫu phụ tối ưu phụ thuộc vào mục đích sử dụng dữ liệu. Người sử dụng dữ liệu phải gửi hướng dẫn thích hợp cùng với tất cả các mẫu và khi cần thiết, nhân viên phòng thí nghiệm phải liên hệ với người sử dụng dữ liệu để xác nhận hoặc làm rõ thêm về các hướng dẫn này.

5.1.1 Các hướng dẫn thích hợp phải được cả nhân viên tiếp nhận phòng thí nghiệm và (các) nhà phân tích hoặc người giám sát xem xét. Nếu không có hướng dẫn, nhân viên phòng thí nghiệm thích hợp phải liên hệ với người sử dụng dữ liệu. Các lựa chọn cần được giải thích và làm rõ trước khi bắt đầu qui trình lấy mẫu phụ. Các hướng dẫn này có thể bao gồm các tùy chọn như nêu trong Bảng 1. Bảng 1 cũng đưa ra các hạn chế và ưu điểm của các phương pháp này. Người sử dụng dữ liệu phải được thông báo về các hạn chế và ưu điểm của tất cả các quy trình lấy mẫu phụ trước khi quyết định sử dụng qui trình nào.

5.1.2 Nếu người sử dụng dữ liệu vẫn không cung cấp hướng dẫn khi đã liên hệ, thì nhân viên phòng thí nghiệm phải giải thích cho người sử dụng dữ liệu rằng các quy trình thao tác tiêu chuẩn của phòng thí nghiệm mà phản ánh các mối quan tâm và vấn đề nêu ra trong tiêu chuẩn này, sẽ được áp dụng. Mẫu được xử lý theo quy mô ô nhiễm ở mức vi mô và không sự giả tạo nào có thể được loại bỏ. Vì nền mẫu và các dạng cũng như cơ chế ô nhiễm là vô cùng thay đổi và cần phải đưa ra các phán đoán, vì vậy các nhà phân tích có kinh nghiệm cần quyết định kỹ thuật lấy mẫu phụ sử dụng. Phải giải thích và làm rõ các qui trình này với người dùng dữ liệu trước khi bắt đầu qui trình lấy mẫu phụ.

5.2 Nếu tính toàn vẹn hoặc thành phần của mẫu không như dự đoán, phải liên hệ với người sử dụng dữ liệu để xác nhận hoặc làm rõ hướng dẫn. Ví dụ khi nào là cần thiết, trường hợp này có thể là khi nhận được mẫu lõi khoan tại phòng thí nghiệm. Khi mở hộp đựng, người phân tích nhận thấy đất sét ở một đầu của mẫu lõi khoan và tại đầu kia lại là cát. Trước khi thực hiện, người phân tích phải nhận được các hướng dẫn thích hợp từ người sử dụng dữ liệu.

5.2.1 Thu thập mẫu hiện trường trong các thùng chứa thích hợp cho các phép phân tích theo yêu cầu. Nếu mẫu đã gửi được thu thập không đúng cách, nhân viên phòng thí nghiệm phải liên hệ với người sử dụng dữ liệu. Nếu người sử dụng dữ liệu ủy quyền cho phòng thí nghiệm tiếp tục phân tích, thì cần ghi chú trong tài liệu tiếp nhận và cả trong phần mô tả tình huống trong báo cáo cuối cùng.

5.3 Các ghi chép trong quá trình lấy mẫu phụ là rất quan trọng. Vì các kỹ thuật lấy mẫu phụ có thể làm sai lệch kết quả, vì vậy cần ghi lại phương pháp lấy mẫu phụ đã áp dụng trong nhật ký phân tích.

5.3.1 Bất cứ lúc nào kết quả phân tích cũng bị sai lệch, nên phải được lập thành văn bản và người sử dụng dữ liệu phải được thông báo trước khi bắt đầu qui trình lấy mẫu phụ. Ví dụ, nếu có khoảng trống phía trên trong thùng chứa mẫu chuyển đến phòng thí nghiệm, thì một số thành phần dễ bay hơi sẽ phân vùng vào không gian đó. Tuy nhiên, nếu người sử dụng dữ liệu quyết định tiến hành phân tích, thì nhật ký phân tích và mô tả trường hợp trong báo cáo cuối cùng phải nêu rõ điều này.

5.4 Cỡ hạt là kích thước vật lý của các mảnh hoặc phần của vật thể. Cỡ hạt lớn nhất có trong mẫu phòng thí nghiệm là kích thước lớn nhất trong số các mảnh này. Chất gây ô nhiễm đang quan tâm, như đã xác định bởi các mục tiêu của dự án, có thể liên quan đến tất cả các cỡ hạt hoặc chỉ liên quan đến một hoặc một số cỡ hạt nhất định. Cỡ hạt lớn nhất có chứa chất gây ô nhiễm quan tâm sẽ là đơn vị chất gây ô nhiễm. Đơn vị chất gây ô nhiễm, tại thời điểm sinh ra chất thải, xả thải hoặc tràn chất thải, có thể ở quy mô nguyên tử hoặc phân tử, chẳng hạn như dung môi tràn vào cát, hoặc quy mô lớn, chẳng hạn như axit chì tại bãi thải. Đơn vị chất gây ô nhiễm cũng có thể nằm giữa các phạm vi này, chẳng hạn như hạt chì bị bọc trong than. Trên thực tế, đơn vị chất gây ô nhiễm có thể thay đổi nếu chất gây ô nhiễm bị hấp thụ hoặc bị hấp phụ vào các phần tử lớn hơn đơn vị chất gây ô nhiễm.

5.4.1 Có thể sử dụng kiến thức về đơn vị chất gây ô nhiễm để xác định các bước sơ bộ khi tiến hành lấy mẫu phụ. Ví dụ, nếu đơn vị chất gây ô nhiễm ở quy mô phân tử và được hấp phụ vào các hạt đất và đá, việc loại bỏ các tảng đá lớn với diện tích bề mặt tương đối nhỏ của chúng có thể không ảnh hưởng đến dữ liệu miễn là kết quả được tính trung bình theo khối lượng. Nếu không hiểu rõ về cơ chế nhiễm bẩn để xác định cách thức nhiễm bẩn phân tán trong nền mẫu, thì có thể không loại bỏ được hạt nào trong quá trình lấy mẫu phụ.

5.5 Lý thuyết lấy mẫu yêu cầu rằng khối lượng mẫu phụ phải tăng khi cỡ của hạt lớn nhất trong mẫu tăng lên. Nếu khối lượng mẫu phụ được khuyến nghị theo lý thuyết lấy mẫu là lớn hơn khối lượng mẫu thường sử dụng trong phương pháp chuẩn bị mẫu, thì có thể tăng khối lượng mẫu phụ và quy trình chiết/phân hủy được mở rộng tương ứng. Theo đó, thể tích chuẩn của dịch phân hủy/chiết được gửi để phân tích. Tuy nhiên, nếu khối lượng mẫu phụ quá lớn để có thể thích hợp với quy trình chuẩn bị mẫu, thì nhiều mẫu phụ (có khối lượng bằng nhau) có thể được chiết/phân hủy, và các dịch chiết/phân hủy được kết hợp và trộn lẫn trước khi chuyển mẫu cần thiết để phân tích. Một cách khác là giảm cỡ hạt của toàn bộ mẫu hoặc mẫu phụ theo quy định của lý thuyết lấy mẫu. Nếu cỡ hạt giảm đủ, thì có thể thu được mẫu phụ có khối lượng theo lý thuyết lấy mẫu và phương pháp chiết/phân hủy.

5.6 Phải thực hiện tất cả việc lấy mẫu phụ trong một khu vực không bị ô nhiễm, dễ bị ô nhiễm và được thông gió tốt để kiểm soát bụi và loại bỏ khói.

Bảng 1 – Các hạn chế và ưu điểm của các phương án chuẩn bị mẫu

Hướng dẫn	Hạn chế	Ưu điểm
Loại bỏ các vật lạ, như đá, cành cây, ra khỏi mẫu trước khi lấy mẫu phụ	(1) Có thể sai lệch kết quả phân tích do thay đổi nồng độ chất gây ô nhiễm, (2) Có thể sai lệch mẫu nếu kết quả không được tính trung bình chính xác theo khối lượng.	(1) Có thể lấy mẫu phụ dễ hơn, (2) Có thể dễ phân tích hơn, (3) Thích hợp nếu tổng thể cần phân tích là vật chất trừ đi các vật lạ
Phân hủy hoặc chiết chất gây ô nhiễm từ bên ngoài các hạt lớn	Có thể sai lệch mẫu nếu chất gây ô nhiễm nằm trong các hạt lớn. ^A	(1) Có thể dễ phân tích hơn, (2) Có thể không cần tính trung bình khối lượng.
Phân hủy hoặc tách các cỡ hạt riêng biệt	(1) Việc tách các cỡ hạt có thể khó khăn ^A (2) Có thể sai lệch mẫu nếu kết quả không được tính trung bình đúng theo khối lượng, (3) Chi phí cao hơn.	(1) Cho phép một số cỡ hạt nhất quán trong quá trình phân tích, (2) Có thể dễ hơn khi lấy mẫu phụ trong các phần sau khi tách.
Tạo thành lớp nhũ tương để vật liệu có thể được coi là chất lỏng đồng nhất	Có thể làm sai lệch mẫu nếu không đạt được nhũ tương hoàn chỉnh. ^A	(1) Có thể dễ lấy mẫu phụ dưới dạng chất lỏng đồng nhất
Các lớp chất lỏng riêng biệt	(1) Việc tách các lớp có thể khó khăn, đặc biệt là ở bề mặt phân cách, (2) Có thể sai lệch mẫu nếu kết quả không được tính trung bình đúng theo khối lượng.	(1) Có thể phân tích dễ hơn, (2) Có thể dễ lấy mẫu phụ trong các phần sau khi tách, (3) Cho phép các phương pháp chuẩn bị khác nhau trong mỗi tầng.
Làm khô mẫu	Có thể thay đổi hóa học hoặc thay đổi độ ổn định của một số hợp chất. ^A	(1) Cho phép tạo mẫu phụ cho hỗn hợp lỏng/rắn nhất quán, (2) Các chất phân tích được báo cáo không sai lệch theo độ ẩm.
Thay đổi trạng thái vật lý, như đóng băng vật liệu để có thể coi là chất rắn hoặc làm tan chảy vật liệu để có thể coi là chất lỏng	Có thể khó đạt được sự đồng đặc hoặc tan chảy hoàn toàn và duy trì nó đủ lâu để lấy mẫu phụ. ^A	Cho phép tính nhất quán của việc lấy mẫu phụ.
Chỉ phân tích một lớp của mẫu nhiều lớp, như chỉ phân tích phần dầu của hỗn hợp dầu/nước để tìm PCB	Có thể làm sai lệch mẫu nếu có sự nhiễm bẩn chéo giữa các lớp.	(1) Có thể tiết kiệm chi phí cho khách hàng, (2) Có thể lấy mẫu dễ hơn từ một tầng đơn, (3) Có thể phân tích dễ hơn.
Tổng hợp các phần của mẫu để phân tích bay hơi trực tiếp trong bộ lọc so với phân tích riêng lẻ các phần này	(1) Có thể gây quá tải cột sắc ký khí nếu mẫu có lượng dung môi cao trong mỗi phần, (2) Việc tách các phần có thể khó khăn.	(1) Có thể ngăn sự thất thoát chất dễ bay hơi vì mẫu chỉ được xử lý một lần, (2) Có thể tiết kiệm chi phí cho khách hàng, (3) Có thể không cần tính trung bình theo khối lượng.
Giảm cỡ hạt	(1) Việc tăng diện tích bề mặt có thể ảnh hưởng đến dữ liệu trong một số quy trình có phân hủy hoặc chiết xuất hạt, như TCLP ^A , (2) Có thể khó khăn, tùy thuộc vào chất nền.	Cho phép tính nhất quán của việc lấy mẫu phụ.
Sử dụng các phương pháp tiêu chuẩn cho chất rắn (ví dụ, chia mẫu kiểu hình nón và phân tư, nghiền, sàng máng, rây)	Tùy thuộc vào phương pháp ^A . Xem 7.1.5 để biết thêm thông tin.	Tùy thuộc vào phương pháp. Xem 7.1.5 để biết thêm thông tin.
^A Có thể không phù hợp với các mẫu được phân tích thành phần dễ bay hơi.		

5.7 Trước khi lấy mẫu phụ đối với chất lỏng, người phân tích phải xem xét các tính chất hoặc đặc tính theo yêu cầu và kích thước thùng chứa nhận được. Nếu chất phân tích có khả năng hấp phụ vào thùng chứa, thì mẫu hiện trường đưa đến phòng thí nghiệm phải đựng trong chai có kích thước thích hợp, sao cho toàn bộ mẫu được sử dụng. Sau đó, phải tráng sạch các bề mặt của thùng chứa đảm bảo rằng tất cả các chất gây ô nhiễm được chuyển vào bình phân tích.

5.8 Các kỹ thuật lấy mẫu phụ khi phân tích các hợp chất dễ bay hơi là khác so với các hợp chất không bay hơi. Sự khác biệt được diễn giải đối với mỗi nền mẫu.

6 Lấy mẫu phụ của nền cụ thể

6.1 Chất rắn

6.1.1 Bảng 2 đưa ra mối quan hệ giữa cỡ hạt lớn nhất và khối lượng mẫu để đạt được sai số cơ bản là 15 %. Để biết thông tin về sai số cơ bản, xem tài liệu tham khảo [1]. Nếu cỡ hạt tối đa cho phép lớn hơn kích thước nêu trong bảng, thì lý thuyết lấy mẫu đề xuất giảm cỡ hạt, như nghiền hoặc sử dụng khối lượng mẫu lớn hơn. Ví dụ, nếu sỏi hạt có cỡ hạt cho phép là 0,21 cm, theo bảng này thì cần khối lượng mẫu phụ là 10 g. Những lần chiết/phân hủy thường dùng 1 g. Mẫu phụ 10 g sẽ được nghiền đến kích thước 0,1 cm và mẫu sẽ được lấy từ vật liệu nền. Các phép ước tính đã được sử dụng để xây dựng Bảng này. Lỗi cơ bản thực tế có thể lớn hơn nhiều. Thông tin thêm về tính toán cỡ hạt tối đa cho phép đối với các sai số cơ bản khác nhau và hình dạng hạt được nêu trong Phụ lục A.

BẢNG 2 – Khối lượng mẫu phụ tối thiểu cho các vật liệu dạng hạt để đạt sai số cơ bản là 15 %

Khối lượng khuyến nghị mẫu phụ nhỏ nhất, g	Cỡ hạt lớn nhất cho phép ^A , cm	Phân loại cỡ hạt ^B	Cỡ lỗ sàng tiêu chuẩn của Mỹ
0,1	0,05	Đất sét đến cát thô	35
1	0,1	Cát thô đến rất thô	18
2	0,13	Cát rất thô	13
5	0,17	Cát rất thô	12
10	0,21	Sỏi hạt	10
30	0,31	Sỏi hạt	7
50	0,37	Sỏi hạt	6
100	0,46	Sỏi cuội	5

^A Cỡ hạt tối đa cho phép có thể tính gần đúng đối với các khối lượng mẫu khác bằng cách sử dụng công thức: cỡ hạt cho phép (cm) = căn bậc ba của 0,001 x khối lượng mẫu tính bằng gam.

^B Loại kích thước Wentworth (xem tài liệu tham khảo [2] và [3]). Các mô tả về đất được bổ sung cho những độc giả coi cỡ hạt theo các mô tả của Wentworth và không nhằm chỉ ra rằng ứng dụng của bảng này chỉ giới hạn ở các hạt đất. Cũng có thể sử dụng bảng này cho các hạt không phải là đất, ví dụ như chất thải.

6.1.1.1 Có thể tránh việc giảm cỡ hạt bằng cách thay đổi phương pháp chiết/phân hủy mẫu để sử dụng khối lượng mẫu lớn. Sau khi chiết/phân hủy mẫu lớn, chất chiết/phân hủy đồng nhất được phân

tích. Ví dụ, nếu chất nhiễm bẩn quan tâm là dung dịch crom tràn vào hỗn hợp sỏi và đất, biết rằng crom bao phủ môi trường cho phép lựa chọn chuẩn bị mẫu. Người phân tích có thể hòa tan hoàn toàn mẫu vật. Người phân tích có thể phân hủy crom từ bên ngoài của các hạt, phân tích chất phân hủy. Hoặc, người phân tích có thể chiết vật liệu và phân tích dịch chiết. Nếu người phân tích không có thông tin về cơ chế của sự nhiễm bẩn, thì người phân tích phải giả định là sự nhiễm bẩn có trong tất cả các hạt của mẫu phòng thí nghiệm.

6.1.1.2 Nếu có thông tin về loại và cơ chế gây ô nhiễm thì có thể bỏ việc giảm cỡ hạt và sử dụng khối lượng mẫu lớn. Ví dụ, nếu sự ô nhiễm xảy ra ở cấp độ phân tử (ví dụ, dung môi thải vào đất), có thể đưa ra lập luận để loại trừ các hạt lớn (ví dụ, đá), vì một lượng ô nhiễm không đáng kể sẽ được hấp thụ vào bề mặt nhỏ của các hạt lớn. Nếu loại trừ các hạt lớn, khối lượng thích hợp có thể dựa trên các cỡ hạt nhỏ hơn, có diện tích bề mặt lớn hơn nhiều. Nếu đưa ra quyết định loại bỏ các hạt lớn, thì sử dụng khối lượng của cả các hạt lớn và nhỏ để tính nồng độ cuối cùng của chất gây ô nhiễm đang quan tâm.

6.1.2 Nếu yêu cầu khối lượng mẫu lớn hơn, ASTM D2234/D2234M có thể hữu ích khi đưa ra giải thích các phương pháp và quy trình thử nghiệm để thu thập mẫu trong các điều kiện lấy mẫu khác nhau. Tiêu chuẩn này mô tả các quy trình lấy mẫu chung và lấy mẫu cho mục đích đặc biệt đối với mẫu than theo kích thước, tình trạng và đặc tính. Tiêu chuẩn cũng bao gồm phụ lục trong đó đưa ra phương pháp thử để xác định phương sai của các thành phần của than và phương pháp ước tính phương sai tổng thể đối với các mẫu thử có khối lượng không đổi của một loại than nhất định.

6.1.2.1 Phương pháp thứ hai thường được tham chiếu bởi các tiêu chuẩn ASTM khác để xử lý than là ASTM D346/D346M. Quy trình này được thiết kế để cung cấp mẫu than coking đại diện được thu thập từ đó. Nó xem xét sự biến đổi của than coking và nhiều loại thiết bị lấy mẫu.

6.1.3 Nếu muốn khối lượng mẫu phụ bằng hoặc nhỏ hơn cỡ hạt tối đa cho phép thì có thể tiến hành lấy mẫu phụ mà không cần giảm cỡ hạt. Nếu cỡ hạt lớn hơn cỡ hạt cho phép trong Bảng 2, thì nền mẫu, loại và cơ chế nhiễm bẩn, quy mô của đơn vị chất gây ô nhiễm, cũng như việc giảm cỡ hạt cần được xem xét. Các cỡ hạt cho phép này dựa trên giả định rằng chất gây ô nhiễm tồn tại dưới dạng hạt hoặc bị hấp phụ vào các hạt. Trong những trường hợp đơn vị chất gây ô nhiễm ở quy mô nguyên tử hoặc phân tử hoặc là một hạt nhỏ hơn nhiều so với cỡ hạt cho phép của mẫu, thì có thể áp dụng các phương pháp tiếp cận khác với độ chệch chấp nhận được.

6.1.4 Mẫu rắn để phân tích bay hơi

6.1.4.1 Do tính dễ bay hơi của nhóm hợp chất này, các quy trình lấy mẫu phụ trong phòng thí nghiệm giải quyết cỡ hạt cho phép của mẫu có thể dẫn đến sự mất mát lớn của thông số quan tâm, dẫn đến kết quả không mang tính đại diện. Ngoại lệ có thể xảy ra là khi các điều kiện đông lạnh được duy trì trong suốt quá trình xử lý.

CHÚ THÍCH 1: Nếu sử dụng các kỹ thuật đông lạnh (làm việc với các mẫu đông lạnh) hoặc các kỹ thuật đặc biệt khác, thì quy trình này phải được xác nhận trên các mẫu đối chứng trong phòng thí nghiệm (LCS) là các mẫu đã được thêm những nồng độ biết trước của thông số quan tâm. Bản chất của nền thử nghiệm đối với LCS và dung

dịch thêm phải được chọn để đảm bảo phân bố đồng đều của phần thêm trong chất nền trước khi lấy mẫu phụ. Bất kể các kỹ thuật giảm cỡ hạt được chọn là gì, nên có LCS qua mỗi lô chuẩn bị như một mẫu kiểm soát chất lượng. Một mẫu phụ của mẫu hiện trường không giảm cỡ hạt thông qua quy trình xác nhận sẽ chứng minh lượng chất bay hơi thất thoát (từ kết quả LCS) và tăng khả năng thu hồi các chất bay hơi (so sánh giữa mẫu hiện trường không giảm kích thước với mẫu đã giảm kích thước) bằng cách giảm cỡ hạt.

6.1.4.2 Khi phân tích mẫu đối với thành phần dễ bay hơi thấp (từ 0,5 µg/kg đến 200 µg/kg), cần thận đặt mẫu vào vật chứa nắp đậy kín, phân tích không cần mở nắp [xem TCVN 13453 (ASTM D4547)]. Vì lý do này, và vì khối lượng mẫu thường bị giới hạn bởi hệ thống phân tích, các mẫu có mức thấp thường không thể tuân theo quy trình giảm cỡ hạt hoặc phân tích khối lượng mẫu lớn hơn. Khi mức ô nhiễm vượt quá 200 µg/kg, các mẫu rời có thể chuyển sang các vật chứa dung môi thích hợp, như metanol. Bởi vì dung môi giữ lại các chất bay hơi trong dung dịch và chỉ một phần nhỏ dung môi được loại bỏ để phân tích, cần xem xét cỡ hạt và đơn vị chất gây ô nhiễm đối với các yêu cầu về khối lượng mẫu phụ.

CHÚ THÍCH 2: Hướng dẫn phân tích hiện hành khuyến nghị chỉ chiết bằng dung môi đối với các nồng độ hữu cơ dễ bay hơi ở mức lớn hơn 200 µg/kg. Tuy nhiên, có thể sử dụng chiết bằng dung môi cho các dung môi có mức độ thẩm thấu thấp hơn nếu tỷ lệ dung môi/chất rắn giảm hoặc bằng cách sử dụng hệ thống phân tích có các giới hạn phát hiện thấp hơn.

6.1.4.3 Các điều dưới đây giải thích về các quy trình lấy mẫu phụ khác nhau có thể sử dụng khi cỡ hạt và đơn vị chất gây ô nhiễm khác nhau liên quan đến các cỡ hạt cho nêu tại 6.1.1.

6.1.5 Cỡ hạt mẫu phòng thí nghiệm và đơn vị chất gây ô nhiễm nhỏ hơn cỡ hạt cho phép – Chuẩn bị vật chứa mẫu với dung môi và thể tích dung môi thích hợp như quy định trong phương pháp. Thêm khối lượng mẫu thích hợp vào bình đã chuẩn bị với toàn bộ phần lõi đã làm sạch trước [xem TCVN 13453 (ASTM D4547)] hoặc dao trộn, càng nhanh càng tốt. Dụng cụ khoan lõi phải đủ lớn để chứa hạt nền mẫu lớn nhất. Sau khi chiết chất dễ bay hơi, loại bỏ thể tích dung môi thích hợp để phân tích ra khỏi phần lỏng của mẫu.

6.1.6 Cỡ hạt mẫu phòng thí nghiệm lớn hơn cỡ hạt cho phép và đơn vị chất gây ô nhiễm nhỏ hơn cỡ hạt cho phép – Thông thường không thể sử dụng phương pháp giảm cỡ hạt, vì nó có thể làm mất chất gây ô nhiễm dễ bay hơi. Có những trường hợp trong đó hóa học của chất gây ô nhiễm và chất hỗ trợ sẽ không cho phép chất dễ bay hơi bị mất đi. Đối với các loại chất gây ô nhiễm này, xem các phương pháp trong 6.1.5. Các cách tiếp cận khác để lấy mẫu phụ có thể khả thi nếu tồn tại bí quyết liên quan đến nền mẫu, loại và cơ chế ô nhiễm, và đơn vị chất gây ô nhiễm.

6.1.6.1 Nếu đơn vị chất gây ô nhiễm ở quy mô phân tử, thì sự phân bố của chất gây ô nhiễm sẽ là một hàm của đặc tính hấp thụ, và diện tích bề mặt lớn hơn của các phân tử nhỏ hơn dẫn đến nhiều chất gây ô nhiễm hơn bị hấp phụ vào các phân tử nhỏ hơn. Nếu người sử dụng dữ liệu sẵn sàng chấp nhận nồng độ cao-chênh đối với chất gây ô nhiễm quan tâm, có thể tạo ra mẫu phụ chỉ gồm các hạt nhỏ hơn.

6.1.6.2 Một phương pháp khác là sử dụng dung môi thích hợp để phân tích, như metanol, để chiết vật liệu. Dùng 4 g mẫu thử ban đầu trong 10 mL dung môi. Tăng thể tích theo tỷ lệ để phù hợp với khối

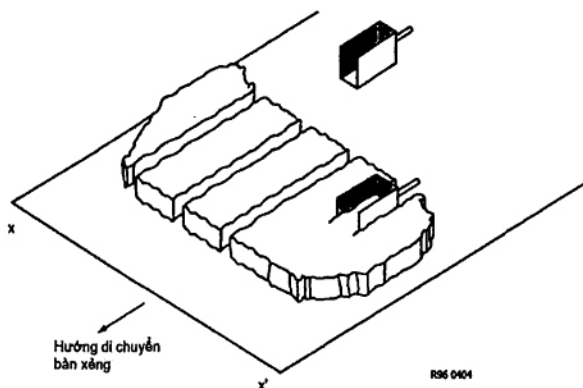
lượng mẫu xác định. Một phần thích hợp của dung môi được phân tích khi chất gây ô nhiễm được hòa tan trong dung môi.

6.1.7 Cỡ hạt của mẫu phòng thí nghiệm và đơn vị chất gây ô nhiễm lớn hơn cỡ hạt cho phép – Khi các khối lượng mẫu quá lớn liên quan đến các hạn chế về logistic, thì có thể gộp dịch chiết mẫu. Ví dụ về điều này là trường hợp đất có cỡ hạt 0,46 mm bị ô nhiễm bởi các hợp chất hữu cơ dễ bay hơi. Khối lượng mẫu phụ trong trường hợp này được đề xuất từ Bảng 2 là 100 g, do đó cần bình có 250 mL dung môi. Để thay thế cho một mẫu lớn đơn, có thể chiết năm mẫu phụ 20 g. Các lượng microlit của mỗi trong số năm dịch chiết thu được có thể gộp chung vào cùng một bình lọc. Khi các hợp chất đã hòa tan trong dung môi, mối quan tâm về tính không đồng nhất của chất gây ô nhiễm sẽ giảm đi và việc sử dụng các mẫu phụ nhỏ của các chất chiết xuất có thể được chứng minh là đúng.

6.1.8 Mẫu rắn để phân tích chất không bay hơi – Phương pháp lấy mẫu phụ phụ thuộc vào kích thước của cỡ hạt cho phép và cỡ của đơn vị chất gây ô nhiễm. Các phần sau đây giải thích về các quy trình lấy mẫu phụ khác nhau có thể sử dụng làm cỡ hạt mẫu phòng thí nghiệm và đơn vị chất gây ô nhiễm khác nhau liên quan đến các cỡ hạt cho phép được nêu trong Bảng 2. Nếu mẫu phòng thí nghiệm yêu cầu trộn trước khi lấy mẫu phụ, thì áp dụng các phương pháp nêu tại 6.1.6.

6.1.9 Cỡ hạt của mẫu phòng thí nghiệm và đơn vị chất gây ô nhiễm nhỏ hơn cỡ hạt cho phép

6.1.9.1 Lấy mẫu phụ theo phương ngang (muỗng hình chữ nhật) (xem Hình 1) – Một phương pháp lấy mẫu phụ vật liệu là sử dụng qui trình lấy mẫu phụ theo phương ngang [xem TCVN 12950 (ASTM D6051)]. Toàn bộ mẫu thí nghiệm được đổ lên bề mặt nhẵn và không nhiễm bẩn. Mẫu được tạo hình thành một đồng dài với bề mặt trên được làm phẳng^[1]. Tiến hành cắt ngang trên toàn bộ đồng và vật liệu cắt được chuyển vào thùng chứa đã cân bì. Các vết cắt ngang được lặp lại cho đến khi thu được khối lượng thích hợp. Cắt bằng muỗng hình chữ nhật. Chiều rộng của phần ngang phải đủ rộng để chứa cỡ hạt lớn nhất, nhưng đủ hẹp theo yêu cầu sử dụng nhiều phần ngang để có được khối lượng thích hợp. Có thể sử dụng hai tấm Teflon mỏng, kim loại hoặc polyetylen để dễ dàng loại bỏ vật liệu trong vết cắt. Sau khi loại bỏ một số đoạn ngang, phần vật liệu được định hình lại để thực hiện các vết cắt tiếp theo. Toàn bộ phần mẫu phòng thí nghiệm chưa sử dụng phải được trả lại thùng chứa mẫu ban đầu.

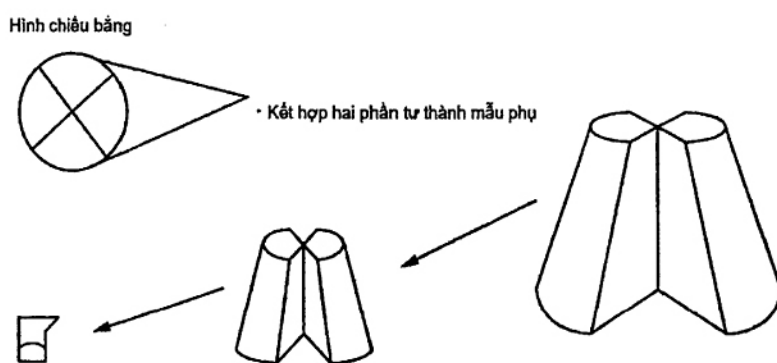


Hình 1 – Lấy mẫu phụ theo phương ngang

6.1.9.2 Chia mẫu kiểu hình nón và chia tư (xem Hình 2) – Một phương pháp khác lấy mẫu là chia kiểu hình nón và chia tư ^[4].

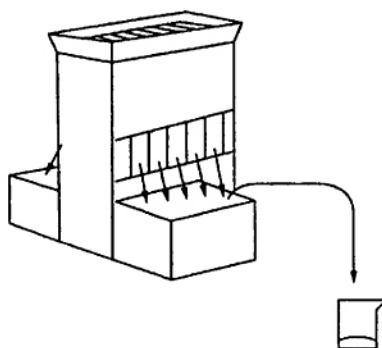
Phương pháp này có thể dẫn đến độ chệch lớn do lỗi phân nhóm và phân tách. Phương pháp này được đưa ra do được sử dụng rộng rãi, nhưng cần lưu ý những hạn chế của nó (xem Bảng 4).

Toàn bộ mẫu phòng thí nghiệm được đổ lên bề mặt nhẵn không nhiễm bẩn. Vật liệu được chất thành hình nón với mặt trên phẳng. Hai đường cắt từ trên xuống dưới được thực hiện qua hình nón theo các góc vuông góc để tạo thành bốn phần bằng nhau hoặc phần tư. Hai phần tư đối diện được tạo thành một hình nón mới, và quá trình này được lặp lại cho đến khi đạt được khối lượng mẫu thích hợp. Xem ASTM C702/C702M để biết thêm thông tin.



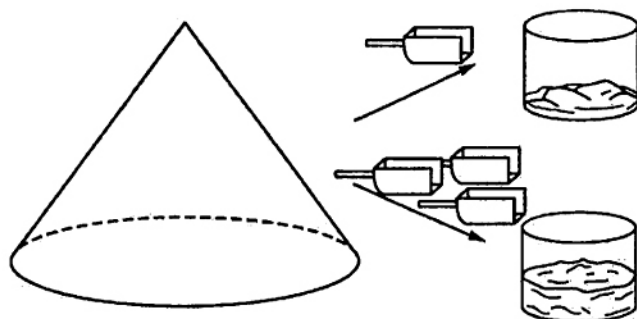
Hình 2 – Chia mẫu kiểu hình nón và chia tư

6.1.9.3 Tách mẫu kiểu rây máng (xem Hình 3) – Bộ tách mẫu là một thiết bị cơ khí có số lượng rãnh dốc hẹp bằng nhau ^[4]. Các máng lần lượt xả mẫu theo các hướng ngược nhau vào hai khay thu. Việc lấy mẫu phụ đạt được bằng cách đổ toàn bộ mẫu phòng thí nghiệm vào bộ tách mẫu. Lấy một phần ra và khay thu được thay thế bằng một khay sạch. Phần này được đổ trở lại qua bộ tách mẫu để một nửa mẫu phụ sẽ kết hợp với vật liệu ban đầu, và nửa còn lại sẽ rơi vào chảo thu sạch. Quá trình này được lặp lại cho đến khi đạt được khối lượng mẫu thích hợp. Có nhiều loại bộ tách bán sẵn. Người phân tích phải chọn loại đáp ứng được nhu cầu của người dùng dữ liệu. Độ mở của bộ tách mẫu phải bằng khoảng ba lần đường kính hạt lớn nhất và có số máng chắn.



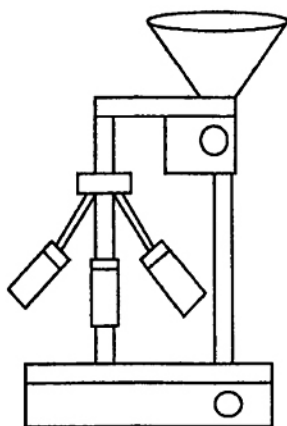
Hình 3 – Bộ tách mẫu

6.1.9.4 Muỗng thay thế – Phương pháp này được đề cập trong TCVN 12950 (ASTM D6051). Các muỗng mẫu hỗn hợp phòng thử nghiệm được cho vào bình phân tích hoặc loại bỏ. Trong ví dụ trên Hình 4, ba muỗng được bỏ đi cho mỗi muỗng lưu. Chú ý là mỗi muỗng nguyên liệu có cùng kích thước và được thực hiện theo cùng một cách giống nhau để giảm thiểu độ chệch.



Hình 4 – Muỗng thay thế

6.1.9.5 Bộ chia theo phần (Bộ chia mẫu) (xem Hình 5) – Đây là bộ chia mẫu kiểu riffler quay. Cho mẫu vào cửa và vật liệu được rung qua các chụp rơi vào các chai quay. Có thể lấy mẫu trực tiếp từ chai, hoặc có thể lấy mẫu phụ bằng cách loại bỏ tất cả các chai khác, đặt phần mẫu còn lại vào cửa và bắt đầu lại quy trình.



Hình 5 – Bộ chia mẫu

6.1.10 Cỡ hạt mẫu phòng thí nghiệm lớn hơn cỡ hạt cho phép và đơn vị chất gây ô nhiễm nhỏ hơn cỡ hạt cho phép

6.1.10.1 Nếu người sử dụng dữ liệu có thể chấp nhận được trường hợp xấu nhất, chẳng hạn như nồng độ của thông số quan tâm có độ chệch cao, thì có thể thực hiện việc lấy mẫu phụ mà không cần khối lượng mẫu lớn hoặc giảm cỡ hạt. Áp dụng quy trình nêu tại 6.1.11.1, ngoại trừ việc các hạt lớn hơn cỡ hạt cho phép được loại bỏ khỏi bộ phận chuyển tiếp trước khi thêm vào mẫu phụ.

6.1.10.2 Nếu người dùng dữ liệu không thể giải quyết trường hợp xấu nhất, thì tham khảo 6.1.11.

6.1.11 Cỡ hạt mẫu phòng thí nghiệm và đơn vị chất gây ô nhiễm lớn hơn cỡ hạt cho phép

6.1.11.1 Vì chất gây ô nhiễm được kết hợp với các hạt lớn trong loại mẫu phòng thí nghiệm này, nên phương án loại bỏ một cách chọn lọc các hạt lớn là không khả thi. Các giải pháp tối ưu là tăng khối lượng mẫu hoặc giảm cỡ hạt. Nếu những phương pháp này không thực tế, có thể sử dụng phương pháp tiếp cận nhiều mẫu phụ. Tốt nhất, đủ các mẫu phụ này sẽ được phân tích hoặc chiết để đạt được khối lượng mẫu mong muốn. Các mẫu phụ sau đó sẽ được chuẩn bị để phân tích, chẳng hạn như chiết bằng dung môi hoặc phân hủy bằng axit. Các chất chiết hoặc chất phân hủy thu được có thể được phân tích riêng biệt và các kết quả có thể được tính trung bình theo khối lượng, hoặc có thể kết hợp các chất chiết trước khi phân tích.

6.1.11.2 Nghiền hoặc xay – Một phương pháp khác để tăng khối lượng mẫu là giảm cỡ hạt. Điều này bao gồm các phương pháp như nghiền hoặc xay. Có thể nghiền bằng phương pháp thủ công, như bằng cối và chày, và bằng cách sử dụng các thiết bị cơ khí như cối xay, máy nghiền hoặc máy đập dạng cối. Bảng 3 nêu danh mục các thiết bị thường sử dụng có trên thị trường.

Bảng 3 – Thiết bị giảm cỡ hạt thường được sử dụng cho chất rắn

Thiết bị	Khuyến cáo của nhà sản xuất về cỡ hạt hoặc khối lượng mẫu	Giảm đến	Sử dụng
Máy cắt	50 mm trở xuống	Hầu hết mọi kích thước tùy thuộc vào máy	Lá cây, hạt, đất
Máy nghiền mịn	20 mg đến 50 mg	Hầu hết mọi kích thước tùy thuộc vào máy	Có thể kiểm soát nhiệt độ
Máy cắt ly tâm	3 g đến 100 g	40 µm	Hóa chất, than, hạt giống, thân cây, polypropylene hoặc polyester.
Máy nghiền	473 mL (1 pint) đến 7570 mL (2 gal)	Hầu hết mọi kích thước tùy thuộc vào vật liệu và thời gian	Có thể dùng ướt hoặc khô
Máy nghiền đĩa ngang và dọc	Cỡ hạt từ 5 mm đến 20 mm	250 µm đến 1000 µm	Hóa chất, đất sét, thực phẩm, thực vật, da, bìa cứng
Đĩa và máy nghiền	10 g đến 5 kg	10 µm đến 100 µm	Gạch, xi măng, hóa chất, than, than cốc, thủy tinh, khoáng sản, quặng, thực vật, đá, kim loại, cát, xỉ, đất
Máy xay vữa	Cỡ hạt từ 1 mm đến 8 mm	5µ14m đến 8 mm	Có thể sử dụng ướt hoặc khô, các chất hữu cơ hoặc vô cơ
Máy đập dạng cối	Cỡ hạt từ 1 mm đến 100 mm	1 mm đến 40 mm	Vật liệu cứng vừa, giòn và dai, ví dụ như hóa chất, than cốc, bê tông, thủy tinh, than, sỏi, thạch anh, xỉ.

6.1.11.3 Thiết bị được chế tạo bằng các vật liệu khác nhau để tránh làm nhiễm bẩn mẫu phòng thử nghiệm.

6.1.11.4 Khi quá trình giảm cỡ hạt đã dừng lại, mẫu phòng thí nghiệm phải được đổ qua sàng vào khay để chứng minh rằng đã đạt được cỡ hạt mong muốn.

6.1.11.5 Mẫu phải được nghiền lại nếu không lọt qua sàng. Sau đó, mẫu phụ được lấy từ vật liệu đã qua sàng bằng một trong các phương pháp nêu trong 6.1.9.

6.1.12 Các hạn chế của mỗi phương pháp được nêu trong 6.1.11 phải được xem xét trước khi bắt đầu lấy mẫu phụ. Bảng 4 giải thích những hạn chế của từng phương pháp.

6.1.13 Trộn lẫn – Để giảm tính không đồng nhất, phải trộn mẫu hoặc mẫu phụ trước khi lấy mẫu ra. Tuy nhiên, cần cẩn thận vì việc trộn thực sự có thể làm tăng phương sai. Ví dụ, nếu một mẫu phụ có chỉ bắn vào đất, sự khác biệt về kích thước, hình dạng và khối lượng riêng có thể làm tăng thêm tính không đồng nhất do sự phát triển của các tầng khác nhau khi mẫu bị lắc hoặc rung động.

6.1.14 Kỹ thuật trộn

6.1.14.1 Có thể trộn mẫu phụ bằng tay hoặc bằng máy trộn cơ học. Các phương pháp thủ công có thể là khuấy bằng thìa từ 2 min đến 3 min, cho đến khi mẫu đồng nhất hoặc sử dụng một hình vuông trộn. Hình vuông trộn là tám hình vuông không nhiễm bẩn, chẳng hạn như Teflon. Mẫu phòng thử nghiệm được đổ vào giữa tám, và một chốt cán được sử dụng để cuộn mẫu về phía sau và về phía trước trong khi luân phiên nâng và nhả các mặt đối diện của tám. (Xem tài liệu tham khảo [2] và [3])

6.1.14.2 Có thể trộn bằng cách thay đổi phương pháp tách mẫu kiểu rây máng. Sau khi mẫu phòng thí nghiệm được đổ qua bộ tách mẫu, các nửa được kết hợp và đưa lại qua bộ tách tối thiểu năm lần.

6.1.14.3 Có thể sử dụng cải biến của phương pháp chia mẫu kiểu hình nón và chia tư để đồng nhất các mẫu rắn có thể chảy được. Sau khi vật liệu được chia tư, lấy các phần đầu tiên ra khỏi đồng và tạo lại thành hình nón. Đổ các phần khác lên hình nón và lặp lại bước này tối thiểu năm lần.

6.1.14.4 Các phương pháp trộn cơ học bao gồm máy trộn xoắn ốc, máy trộn xi măng hoặc máy trộn V vỏ đúp và các máy nghiền.

6.2 Chất lỏng

6.2.1 Một số phương pháp phân tích, như phân tích dầu và mỡ, yêu cầu người phân tích sử dụng toàn bộ mẫu phòng thí nghiệm làm mẫu thử. Mẫu hiện trường được chuyển đến phòng thí nghiệm trong vật chứa có kích thước phù hợp. Sau khi lấy mẫu ra, vật chứa được tráng bằng dung môi thích hợp để đảm bảo chuyển toàn bộ mẫu từ vật chứa sang bình phân tích. Đôi khi, mẫu hiện trường được chuyển đến phòng thí nghiệm trong thùng chứa không phù hợp. Nếu điều này xảy ra, phải liên hệ với người dùng dữ liệu để lấy mẫu lại. Nếu người sử dụng dữ liệu quyết định tiếp tục với mẫu hiện trường có kích thước không phù hợp, người phân tích lấy mẫu ra khỏi thùng chứa và phần còn lại của mẫu phòng thí nghiệm ban đầu được chuyển sang thùng chứa khác. Phải xác định tỷ lệ của mẫu thử với vật liệu còn lại. Sau đó, các mặt của thùng chứa được tráng bằng vật liệu thích hợp với phép phân tích đang thực hiện. Mẫu thử và nước rửa có thể được phân tích riêng biệt và tính trung bình theo khối

lượng, hoặc tỷ lệ đo được ở trên có thể sử dụng để xác định lượng nước rửa cần thêm vào mẫu và có thể phân tích trực tiếp.

6.2.2 Mẫu chất lỏng để phân tích bay hơi

6.2.2.1 Không trộn các mẫu nước phòng thí nghiệm đối với các hợp chất dễ bay hơi trước khi lấy mẫu phụ. Chuyển thể tích thích hợp để phân tích bằng các kỹ thuật giảm thiểu thất thoát, ví dụ xyranh.

6.2.2.2 Việc lấy mẫu dung dịch không chứa nước cho các hợp chất dễ bay hơi thường là bước đầu tiên trong quy trình pha loãng mẫu, điều này cần thiết để ngăn ngừa sự bão hòa và nhiễm bẩn của thiết bị phân tích và để có được nồng độ mẫu trong phạm vi nồng độ hiệu chuẩn. Do hệ số pha loãng thường lớn, một kỹ thuật thích hợp, như sử dụng xyranh microlit để lấy mẫu phụ. Sau đó, mẫu phụ được chuyển sang dung môi thích hợp để phân tích, như metanol, trong vật chứa kín khí.

6.2.3 Mẫu chất lỏng cho các phép phân tích chất không bay hơi

6.2.3.1 Dung dịch nước cho các hợp chất không bay hơi có thể chứa các vật liệu dễ lắng. Nếu các vật liệu dễ lắng này như một phần của mẫu phòng thí nghiệm và chúng vẫn lơ lửng hoặc có thể dễ dàng bị lơ lửng lại và vẫn như vậy trong quá trình lấy mẫu phụ, thì xử lý mẫu như một mẫu lỏng. Các mẫu phòng thí nghiệm này được xoay nhẹ trong 15 s hoặc đảo từ từ sáu lần để giảm tính không đồng nhất.

6.2.3.2 Nếu người phân tích chỉ lấy mẫu phụ của phần chất lỏng, vật liệu dễ lắng phải để chìm xuống đáy trước khi rút mẫu phụ ra khỏi phần chất lỏng. Có thể lấy mẫu chất lỏng hoặc mẫu thử bằng cách lọc, ly tâm hoặc gạn phần chất lỏng ra khỏi phần chất rắn, hoặc bằng cách dùng pipet chỉ lấy phần chất lỏng trực tiếp vào bình phân tích.

6.2.3.3 Nếu vật liệu dễ lắng không còn lơ lửng và được đưa vào phân tích, thì mẫu được coi là mẫu nhiều lớp (xem 6.3).

6.2.3.4 Các mẫu phòng thí nghiệm dạng nước một lớp phải được xoay nhẹ trong 15 s hoặc đảo từ từ sáu lần để giảm tính không đồng nhất. Lấy ra mẫu phụ thích hợp để phân tích.

Cảnh báo – Vật chứa mẫu phải được xả định kỳ để giải phóng áp suất có thể tích tụ trong quá trình trộn mẫu.

6.2.3.5 Quá trình lấy mẫu phụ đối với các dung dịch không chứa nước cho các hợp chất không bay hơi cũng giống như quá trình lấy mẫu phụ đối với dung dịch nước.

Bảng 4 – Các hạn chế và tính năng của các phương pháp lấy mẫu phụ, trộn và nghiền

Phương pháp	Loại phương pháp	Các hạn chế	Tính năng vượt trội
Lấy mẫu phụ theo phương pháp ngang	Lấy mẫu phụ	(1) Có thể xảy ra thất thoát mẫu do không có khả năng thu hồi tất cả đất từ vật liệu bên dưới, (2) Sự phát triển của tinh điện có thể làm mất các hạt mịn, (3) Có độ chệch về cỡ hạt nếu không sử dụng muỗng vuông, (4) Phương pháp có thể ảnh hưởng đến độ ẩm mẫu.	(1) Giảm thiểu sự phân biệt giữa các cỡ hạt, (2) Dễ dàng khử nhiễm thiết bị.
Chia mẫu kiểu hình nón và chia tư	Lấy mẫu phụ	(1) Có thể thất thoát mẫu do không có khả năng thu hồi tất cả đất từ vật liệu bên dưới, (2) Sự phát triển của tinh điện có thể làm mất các hạt mịn, (3) Có thể gây ra độ chệch lớn từ sai số phân nhóm và phân tách, (4) Sự phân biệt không đồng đều có thể xảy ra giữa các hạt to và hạt mịn, (5) Phương pháp có thể ảnh hưởng đến độ ẩm mẫu.	Dễ dàng khử nhiễm thiết bị.
Muỗng thay thế	Lấy mẫu phụ	(1) Có thể thất thoát mẫu do không có khả năng thu hồi tất cả đất khỏi vật liệu bên dưới, (2) Sự phát triển của tinh điện có thể làm mất các hạt mịn, (3) Có độ chệch về cỡ hạt nếu không sử dụng muỗng vuông, (4) Có thể có độ chệch nếu mỗi muỗng không cùng cỡ hoặc nếu không thao tác theo cách nhất quán, (5) Phương pháp có thể ảnh hưởng đến độ ẩm mẫu.	(1) Giảm thiểu sự phân biệt giữa các cỡ hạt, (2) Dễ dàng khử nhiễm thiết bị, (3) Đơn giản hơn phương pháp lấy mẫu phương pháp ngang do không cần định hình đồng.
Bộ chia theo phần (Bộ chia mẫu)	Lấy mẫu phụ	(1) Hạn chế sử dụng với cỡ hạt nhỏ (khoảng 6 mm), (2) Có thể khó khử nhiễm, (3) Phương pháp có thể ảnh hưởng đến độ ẩm mẫu.	(1) Giảm thiểu sự phân biệt giữa các cỡ hạt, (2) Sử dụng đúng cách sẽ loại bỏ hầu hết các độ chệch, (3) Thiết bị cơ học sử dụng đơn giản.
Bộ tách mẫu	Lấy mẫu phụ hoặc trộn	(1) Có thể thất thoát các hạt mịn do bụi khi đưa mẫu vào, (2) Có thể tạo ra độ chệch do lỗi phân nhóm và tách mẫu, (3) Một số bộ tách mẫu khó khử nhiễm.	(1) Sử dụng đúng cách loại bỏ hầu hết các độ chệch, (2) Nhiều lựa chọn về kích thước có sẵn từ các nhà sản xuất, bao gồm cả hệ thống đóng hoặc mở.
Máy xay và sàng/ Máy nghiền/ Đập dạng cối	Xay	(1) Sự phát triển của tinh điện có thể gây thất thoát các hạt mịn, (2) Có thể thất thoát các hạt mịn do bụi khi đưa mẫu vào máy xay hoặc sàng, (3) Tăng tỷ lệ bề mặt trên khối lượng, có thể ảnh hưởng đến khả năng gạn lọc trong quá trình phân hủy hoặc chiết xuất một phần, (4) Có thể khó khử nhiễm đối với máy xay, (5) Xay và sàng có thể tốn nhiều công sức.	(1) Phương pháp đơn giản để giảm cỡ hạt, (2) Nhiều lựa chọn về kích thước và chủng loại có sẵn từ nhà sản xuất.
Hình vuông để trộn	Trộn	(1) Tầm trộn không được làm bằng vật liệu có thể gây nhiễm bẩn mẫu, (2) Sự phát triển của tinh điện có thể làm thất thoát các hạt mịn.	(1) Phương pháp trộn không cơ học, (2) Tiết kiệm chi phí, (3) Dễ dàng khử nhiễm thiết bị.
Trộn cơ học	Trộn	(1) Có thể có sự phân biệt giữa các hạt thô và mịn, hoặc lớn với nhỏ, (2) Một số máy trộn rất khó khử nhiễm.	Phương pháp đơn giản để phân bố đều các hạt trong chất rắn khó trộn bằng tay.

6.3 Mẫu nhiều lớp

6.3.1 Mẫu nhiều lớp bao gồm hai hoặc nhiều thành phần được phân biệt rõ ràng. Chúng có thể bao gồm các lớp lỏng/lỏng, như dung môi clo hóa và nước, hoặc nước và dầu. Chúng có thể là các mẫu lỏng/rắn, như cặn bùn. Chúng có thể là các mẫu rắn/rắn, như sỏi hạt và cát. Hoặc chúng có thể là kết hợp của những vật liệu này, như hỗn hợp dầu, nước và cặn bùn.

6.3.2 Nếu phần chất lỏng của cặn bùn nhỏ đến mức có thể trộn lại với phần chất rắn và chỉ bị tách ra sau một thời gian, thì mẫu được xử lý như một mẫu rắn (xem 6.1).

6.3.2.1 Nếu phần rắn của cặn bùn vẫn lơ lửng hoặc có thể dễ lơ lửng lại và vẫn như vậy trong quá trình lấy mẫu phụ, thì mẫu được xử lý như một mẫu lỏng. Có thể tiến hành trộn các mẫu phòng thí nghiệm này bằng cách lật ngược thùng chứa hoặc lắc nhẹ (xem 6.2).

6.3.3 Một phương pháp lấy mẫu phụ từ các mẫu phòng thí nghiệm nhiều lớp là tách chúng thành các lớp thành phần. Các lớp có thể tách biệt về mặt vật lý hoặc được lấy mẫu phụ riêng lẻ từ thùng chứa ban đầu. Các lớp riêng lẻ có thể được phân tích riêng biệt và tính giá trị trung bình theo khối lượng. Có thể kết hợp các phần của các pha riêng biệt theo tỷ lệ, hoặc trong bình phân tích đối với các chất không bay hơi, hoặc trực tiếp trên bộ lọc trong quá trình phân tích chất dễ bay hơi để tạo thành mẫu đại diện.

6.3.4 Mẫu nhiều lớp để phân tích/tách lớp chất dễ bay hơi

6.3.4.1 Đối với lớp chất lỏng/lỏng, chuyển thể thích hợp để phân tích bằng các phương pháp để giảm thiểu thất thoát, như xyranh hoặc pipet, từ mỗi lớp.

6.3.4.2 Nếu các mẫu phòng thí nghiệm có các lớp rắn và lỏng đáng kể, không thể trộn lẫn đủ để tạo huyền phù pha rắn mà không làm mất các thành phần dễ bay hơi, thì có thể tách vật liệu thành các pha thành phần của chúng. Có thể đạt được sự phân tách pha rắn/lỏng bằng cách ly tâm nhẹ thùng chứa chưa mở, hoặc bằng cách để vật chứa không bị xáo trộn cho đến khi phần rắn lắng xuống. Cần xác định phần trăm của mỗi pha theo thể tích hoặc khối lượng.

6.3.4.3 Chuyển khối lượng thích hợp để phân tích bằng cách sử dụng các kỹ thuật giảm thiểu thất thoát, chẳng hạn như xyranh hoặc pipet. Gạn phần chất lỏng còn lại vào một vật chứa khác.

6.3.4.4 Cân mẫu còn lại của pha rắn để phân tích. Xem chi tiết tại 6.1.4.

6.3.5 Mẫu nhiều lớp để phân tích/tách lớp chất không bay hơi

6.3.5.1 Đối với lớp chất lỏng/lỏng, tách các lớp bằng các cách như dùng phễu tách hoặc pipet. Từng lớp vật liệu có thể được chuyển vào thùng chứa khác hoặc trực tiếp vào bình phân tích. Mỗi phần được tách ra sau đó được xử lý như một mẫu chất lỏng đồng nhất. Xem chi tiết tại 6.2.3.

6.3.5.2 Đối với các lớp chất lỏng/rắn, mẫu chất lỏng hoặc mẫu thử có thể được lấy bằng cách lọc, ly tâm hoặc gạn lấy phần chất lỏng ra khỏi phần rắn, hoặc bằng cách dùng pipet lấy trực tiếp phần chất lỏng vào bình phân tích. Phần chất lỏng sau đó được xử lý như một mẫu chất lỏng đồng nhất. Phần

TCVN 13682:2023

rắn được xử lý như một mẫu rắn phòng thử nghiệm.

6.3.6 Phương pháp khác đối với các mẫu nhiều lớp để phân tích các chất không bay hơi – Phương pháp khác để lấy mẫu phụ các mẫu chất lỏng/rắn là làm đông vật liệu (xem ASTM D4823).

6.3.6.1 Chuyển mẫu phòng thí nghiệm vào hộp hình chữ nhật và để chất rắn lắng xuống. Có thể dùng đá khô hoặc nitơ lỏng để làm đông vật liệu. Cũng có thể đặt hộp chứa trong tủ đá cho đến khi đông lạnh. Các mẫu phụ được tách ra khỏi hộp qua tất cả các lớp. Sau đó, mẫu phụ hoặc mẫu thử này được coi là rắn.

6.3.6.2 Phương pháp đông lạnh khác là đặt mẫu thử nghiệm vào một thùng chứa thích hợp. Sau đó, toàn bộ mẫu được làm đông lạnh bằng cách sử dụng đá khô nitơ lỏng, và mẫu phụ thu được bằng cách sử dụng các phương pháp nêu tại 6.1.11.

6.3.6.3 Một kỹ thuật quan trọng trong lấy mẫu chất lỏng/rắn là khuấy liên tục trong quá trình lấy mẫu phụ. Điều này có thể được áp dụng để lấy mẫu phụ các hợp chất không bay hơi cho các mẫu phòng thí nghiệm chủ yếu là chất lỏng hoặc có các đặc tính lỏng. Điều này đặc biệt hữu ích đối với các mẫu phòng thí nghiệm có thể tạo thành dạng bán nhũ tương, nhưng chỉ khi khuấy liên tục. Trong quá trình trộn, lấy ra một mẫu thích hợp từ mẫu ban đầu của phòng thí nghiệm để phân tích.

6.3.7 Các mẫu chất rắn/rắn có thể được lấy mẫu phụ theo 6.1 của tiêu chuẩn này.

6.3.8 Có thể sử dụng một hoặc nhiều phương pháp trước đây cho các mẫu nhiều lớp của mẫu phụ, tùy thuộc vào số lượng lớp trong mẫu.

Phụ lục A

(qui định)

Xem xét các sai số cơ bản trong phép xác định khối lượng mẫu phụ thích hợp

A.1 Bảng A.1 là hướng dẫn về cỡ hạt tối đa cho phép (cm) có thể có theo khối lượng mẫu phụ nhất định (g) với phần trăm độ lệch chuẩn tương đối xác định được tích lũy từ sai số cơ bản riêng. Bảng này dựa trên phương trình cho sai số cơ bản như được mô tả trong Ramsey et al.^[6]. Dữ liệu được lập bảng dựa theo công thức sau:

$$S^2 = 18 \cdot f \cdot e \cdot d^3 / M_s$$
 (A.1)

Trong đó

- S^2 là phương sai tương đối của nồng độ chất gây ô nhiễm do sai số cơ bản,
- S là độ lệch chuẩn tương đối của nồng độ chất gây ô nhiễm do sai số cơ bản,
- f là hệ số không thứ nguyên liên quan đến hình dạng hạt (thường lấy giá trị 0,5, theo Gy, 1982 ^[6]),
- e là tỷ trọng trung bình của quần thể (g/cm³). Giả sử tỷ trọng trung bình x là 2,5 g/cm³,
- d là đường kính của hạt lớn nhất tính bằng centimet, và
- M_s là khối lượng của mẫu tính bằng gam.

Bảng A.1 – Cỡ hạt tối đa cho phép (cm) có thể có trong khối lượng mẫu phụ nhất định tại % độ lệch chuẩn tương đối khác nhau (RSD)

Khối lượng mẫu phụ khuyến nghị, (g)	Cỡ lỗ sàng (Tiêu chuẩn Mỹ)	5 % RSD	10 % RSD	15 % RSD
0,1	35	0,02	0,04	0,05
1	18	0,05	0,08	0,10
2	13	0,06	0,10	0,13
5	12	0,08	0,13	0,17
10	10	0,10	0,16	0,22
30	7	0,15	0,24	0,31
50	6	0,18	0,28	0,37
100	5	0,22	0,35	0,46

A.2 Sử dụng các giả định trên cho tỷ trọng và hệ số hình dạng, phương trình này có thể được sắp xếp lại để tính giá trị lớn nhất cỡ hạt có thể tương ứng được với khối lượng mẫu phụ nhất định và sai số cơ bản cho trước.

$$d = \sqrt[3]{(M_s / 22.5) \cdot S^2}$$
 (A.2)

A.3 Nếu tỷ trọng của vật liệu được lấy mẫu thay đổi đáng kể từ 2,5 g/cm³ thì nên sử dụng tỷ trọng

TCVN 13682:2023

thực tế. Nếu vật liệu được lấy mẫu không có hình dạng điển hình, các hệ số trong Bảng A.2 có thể được thay thế bằng giá trị 0,5 sử dụng để tính toán dữ liệu lập bảng ^[1].

A.4 Bảng A.1 tóm tắt cỡ hạt tối đa cho phép tính bằng cm có thể có trong một khối lượng mẫu phụ nhất định tại các sai số cơ bản khác nhau. Độ chính xác yêu cầu càng chặt chẽ thì khối lượng mẫu càng lớn. Bảng này giả định rằng hạt là hình dạng điển hình được Gy mô tả ở trên, và dùng làm ví dụ về cách mà cỡ hạt tối đa cho phép thay đổi như một hàm của các tham số này. Điều quan trọng cần lưu ý là sai số cơ bản không được lớn hơn 15 % ^[1].

Bảng A.2 – Giá trị f đối với các hình dạng hạt khác nhau

Hình dạng của hạt	f
Hình khối	1
Hình cầu	0,5
Dạng vảy	0,1
Dạng rắn mềm được tạo hình bằng ép cơ học	0,2
Kim	> 1 đến ≤ 10

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] Pitard, F. F., *Pierre Gy's Sampling Theory and Practice*; 2nd Edition, CRC Press, Inc., Boca Raton, FL, 1993.
 - [2] US-EPA, Description and Sampling of Contaminated Soils, A Field Pocket Guide, EPA/625/12-91/002, 1991.
 - [3] Boulding, J. R., Description and Sampling of Contaminated Soils: A Field Guide, *Lewis Publishers, Boca Raton, FL, 1994.*
 - [4] Simmons, M. S., *Hazardous Waste Measurements*, Lewis Publishers, Boca Raton, FL, 1991.
 - [5] Ramsey, C. A., Ketterer, M. E., and Lowry, J. H., "Application of Gy's Sampling Theory to the Sampling of Solid Waste Materials," *Proceedings of the EPA Fifth Annual Waste Testing and Quality Assurance Symposium*, Vol 11, Washington, DC, July 24-28, 1989, pp. 11—494.
 - [6] Gy, P. M., *Sampling of Particulate Material*, Elsevier, Amsterdam, 1982.
-