

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6647 : 2007

ISO 11464 : 2006

Xuất bản lần 2

**CHẤT LƯỢNG ĐẤT – XỬ LÝ SƠ BỘ MẪU ĐỂ
PHÂN TÍCH LÝ – HÓA**

Soil quality – Pretreatment of samples for physico-chemical analysis

HÀ NỘI – 2007

Lời nói đầu

TCVN 6647 : 2007 thay thế TCVN 6647 : 2000.

TCVN 6647 : 2007 hoàn toàn tương đương với ISO 11464 : 2006.

TCVN 6647 : 2007 do Tiểu Ban kĩ thuật Tiêu chuẩn TCVN/TC190/SC3 "*Phương pháp hóa học*" biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Chất lượng đất – Xử lý sơ bộ mẫu để phân tích lý – hóa

Soil quality – Pretreatment of samples for physico-chemical analysis

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định cách xử lý sơ bộ mẫu đất dùng để phân tích các chỉ tiêu lý-hóa bền và không bay hơi; mô tả năm kiểu xử lý sơ bộ mẫu sau: làm khô, làm vỡ, rây, tách và nghiền.

Qui trình xử lý sơ bộ mẫu mô tả trong tiêu chuẩn này không được áp dụng nếu chúng ảnh hưởng đến kết quả của các phép xác định. Tiêu chuẩn này không áp dụng cho mẫu đất khi xác định các hợp chất bay hơi. Nhìn chung tiêu chuẩn về các phương pháp phân tích sẽ nêu rõ khi nào cần chấp nhận các qui trình khác.

2 Tiêu chuẩn viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng 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 sửa đổi).

TCVN 2230 : 2007 (ISO 565 : 1990) Rây thử nghiệm – Lưới kim loại đan, tấm kim loại đột lỗ và lưới đột lỗ bằng điện – Kích thước lỗ danh nghĩa.

ISO 10381-8 Soil quality – Sampling – Part 8: Guidance on sampling of stockpiles (Chất lượng đất – Lấy mẫu – Phần 8: Hướng dẫn lấy mẫu ở các kho hàng).

ISO 16720 Soil quality – Pretreatment of samples by freeze-drying for subsequent analysis (Chất lượng đất – Xử lý sơ bộ mẫu bằng khô-lạnh để phân tích tiếp theo).

3 Nguyên tắc

Mẫu đất được hong khô trong không khí, hoặc sấy trong tủ sấy ở nhiệt độ không quá 40 °C, hoặc làm khô lạnh (xem 5.3). Nếu cần, làm vỡ mẫu đất trong khi vẫn còn ẩm, còn bở và nghiền lại sau khi khô (xem 5.4). Đất được rây và phần có kích thước hạt nhỏ hơn 2 mm được chia thành các phần bằng máy hoặc bằng tay để đảm bảo lấy mẫu thử đại diện để phân tích (xem 5.5). Nếu yêu cầu mẫu thử nhỏ (<2 g) để phân tích thì cỡ hạt của phần có kích thước hạt nhỏ hơn 2 mm phải giảm đi nữa (xem 5.6). Các qui trình cần thiết được thể hiện trong sơ đồ Hình 1.

Làm khô ở nhiệt độ 40 °C trong tủ sấy thích hợp hơn hong khô ngoài không khí, bởi vì tốc độ làm khô nhanh sẽ hạn chế những thay đổi do hoạt động của vi sinh vật.

Cần lưu ý rằng mỗi một kiểu xử lý sơ bộ sẽ ảnh hưởng đến một số đặc tính của đất.

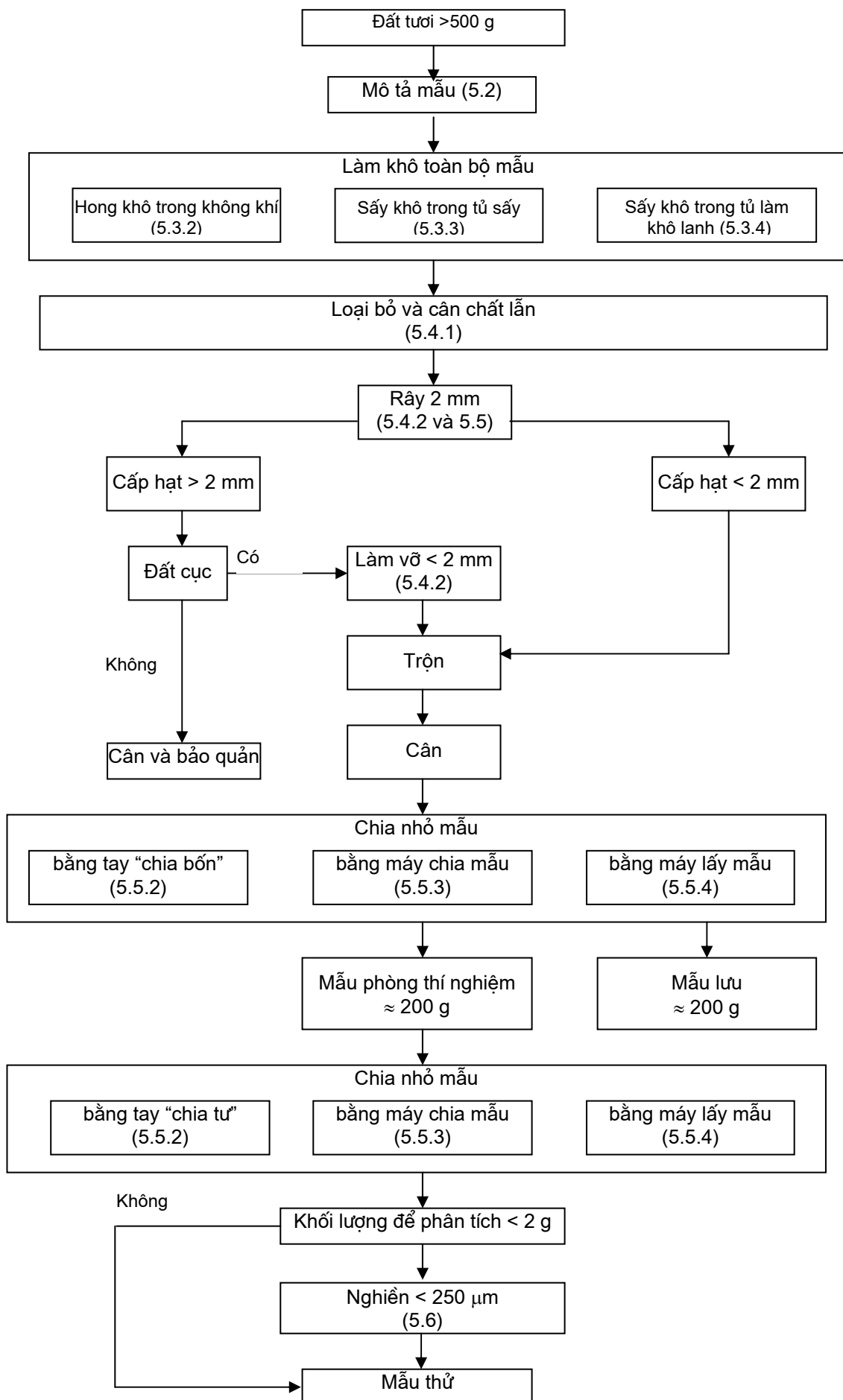
Thường sử dụng rây có cỡ lỗ 2 mm. Tuy nhiên, trước khi bắt đầu xử lý sơ bộ phải kiểm tra nếu phương pháp phân tích áp dụng sau đó yêu cầu cỡ rây khác.

CHÚ THÍCH Bảo quản các mẫu đất gồm các mẫu đã nhận, đã hong khô ngoài không khí, đã làm lạnh hoặc bảo quản trong môi trường không có ánh sáng, trong một thời gian dài có thể ảnh hưởng đến một số thông số của đất, đặc biệt là độ hòa tan của phần vô cơ và phần hữu cơ. Xem tài liệu tham khảo [1].

Đối với các mẫu lấy từ đất bị nhiễm bẩn, phải áp dụng các biện pháp đặc biệt. Điều quan trọng là cần tránh tiếp xúc với da và phải có các biện pháp đặc biệt khi làm khô các mẫu đất loại này (thông gió, lưu thông không khí,...). Mẫu có thể gây nguy hại do có các chất nhiễm bẩn hóa chất, bào tử nấm, hoặc mầm bệnh như leptospirosis và phải áp dụng các biện pháp phòng ngừa an toàn thích hợp.

Trong tiêu chuẩn này, cần phải có ít nhất 500 g đất tươi.

Lưu giữ mẫu lưu (xem Hình 1) là tùy chọn và phải mô tả rõ trong chương trình điều tra tổng thể.



Hình 1 – Sơ đồ xử lý sơ bộ mẫu

TCVN 6647 : 2007

4 Thiết bị, dụng cụ

Điều chủ yếu là các thiết bị sử dụng không được làm thay đổi (tăng hoặc giảm) các chất đang điều tra nghiên cứu (ví dụ kim loại nặng). Nếu việc sử dụng thiết bị và/hoặc các vật liệu nào đó không được phép dùng trong việc xử lý sơ bộ mẫu để phân tích lý-hóa riêng biệt thì điều này phải được đề cập trong tiêu chuẩn phân tích tương ứng (xem chú thích).

4.1 Tủ sấy, kiểm soát ổn định nhiệt độ, có thông gió cưỡng bức và có khả năng duy trì nhiệt độ không vượt quá 40 °C.

4.2 Tủ làm khô lạnh, tùy chọn.

4.3 Máy làm vỡ, máy nghiền, cối và chày, búa bằng gỗ hoặc búa có bề mặt mềm khác (xem chú thích).

4.4 Rây phẳng, phù hợp với TCVN 2230 (ISO 565), cỡ lỗ rây 2 mm.

4.5 Máy trộn kiểu cơ.

4.6 Rây rung cơ học, tùy chọn (xem chú thích).

4.7 Máy lấy mẫu hoặc **chia mẫu** (xem chú thích).

4.8 Rây lưới, phù hợp với TCVN 2230 (ISO 565), cỡ lỗ 250 µm hoặc cỡ qui định trong phương pháp thử tương ứng.

4.9 Cân phân tích, có thể đọc dễ dàng và chính xác tới 0,1 g.

4.10 Cân, có thể đọc dễ dàng và chính xác tới 1 g.

CHÚ THÍCH Các thiết bị sử dụng không qui định chi tiết, mặc dù các bản vẽ của một số chi tiết thiết bị phù hợp được giới thiệu ở Hình A.1 đến A.4. Phần lớn các phòng thử nghiệm tương ứng đã đưa ra khá chi tiết tính năng sử dụng của thiết bị và có thể sử dụng các tiêu chuẩn đó, miễn là thỏa mãn các yêu cầu về tính năng cơ bản được nêu trong tiêu chuẩn này.

5 Cách tiến hành

5.1 Khái quát

Qui trình làm khô, phân chia thành phần nhỏ và làm giảm cỡ hạt được đề cập ở 5.3 và 5.4. Ở một số bước trong qui trình, người phân tích phải đưa ra các quyết định, đặc biệt là đề cập đến xem có nên phối hợp hay xử lý một cách riêng rẽ các phân cấp cỡ hạt: điều này tùy thuộc vào bản chất tự nhiên của đất và mục đích của chương trình phân tích.

Mẫu nên được làm đồng nhất lại sau mỗi lần tiến hành các bước phân chia, rây, làm vỡ hoặc nghiền (có thể dẫn đến sự chia tách các hạt có kích thước khác nhau).

CẢNH BÁO – Cần có những biện pháp phòng ngừa với các mẫu đất có tính nguy hiểm tiềm ẩn. Tránh mọi tiếp xúc với da và thực hiện những qui định đặc biệt có liên quan đến quá trình làm khô (xả không khí, thông gió,...).

Nên cẩn thận để tránh làm nhiễm bẩn mẫu qua đường không khí hoặc do bụi bắn (ví dụ từ môi trường trong phòng thí nghiệm hoặc giữa các mẫu được bảo quản hoặc xử lý gần nhau).

Việc xử lý sơ bộ mẫu đất cần luôn luôn tiến hành trong một phòng riêng biệt chỉ được sử dụng cho mục đích này và cách xa các nơi thực hiện phép phân tích.

CHÚ THÍCH Mẫu đất có thành phần như bụi, một phần của mẫu có thể bị mất và do vậy có thể làm biến đổi những tính chất lý-hóa của nó.

5.2 Mô tả mẫu

Xem xét mẫu đã nhận và ghi lại mô tả mẫu, gồm cả các chi tiết về chất lẫn, những thực vật còn sót lại và các đặc điểm đáng lưu ý hoặc có liên quan khác.

5.3 Làm khô

5.3.1 Khái quát

Hong khô toàn bộ mẫu trong không khí hoặc sấy trong tủ sấy thông gió đã loại bỏ không khí ẩm hoặc trong tủ làm khô lạnh. Tùy thuộc vào phương pháp làm khô được chọn, theo đúng qui trình nêu ở 5.3.2, 5.3.3 hoặc 5.3.4. Làm khô cho đến khi khối lượng mẫu đất giảm không quá 5 % (theo khối lượng) trong 24 giờ. Sau khi hoàn tất quá trình làm khô, xác định và ghi lại khối lượng tổng của mẫu đã làm khô.

Để tăng tốc độ quá trình làm khô, đập nhỏ các cục đất có kích thước lớn hơn (lớn hơn 15 mm) trong khi làm khô. Khi mẫu được hong khô trong không khí, nghiền nhẹ tay bằng cách sử dụng một búa gỗ hoặc một cối giã và chà chú ý tránh nhiễm bẩn. Khi mẫu được sấy khô trong tủ sấy, tạm thời lấy mẫu ra khỏi tủ và xử lý như cách trên. Qui trình này cũng làm cho việc tách các hạt có kích thước lớn hơn 2 mm dễ dàng hơn.

Làm khô trong tủ làm khô lạnh có ưu điểm là ít khi mẫu được làm khô ở dạng cục, mà thường vỡ nhỏ ra.

Thời gian làm khô phụ thuộc vào loại vật liệu, độ dày của lớp đất, độ ẩm ban đầu của vật liệu và vào mức thông gió. Thời gian sấy trong tủ sấy đối với đất cát thường không quá 24 h và đối với đất sét thường nhiều hơn 48 h. Đối với các loại đất có chứa tỉ lệ chất hữu cơ lớn (ví dụ rễ cây,...) cần phải sấy từ 72 h đến 96 h.

5.3.2 Hong khô trong không khí

Dàn mỏng tất cả vật liệu thành một lớp dày không quá 5 cm trên một cái khay không hấp thụ hơi ẩm của đất và không làm nhiễm bẩn.

Chủ yếu là tránh ánh nắng mặt trời trực tiếp và nhiệt độ không vượt quá 40 °C.

TCVN 6647 : 2007

CHÚ THÍCH Ánh sáng mặt trời trực tiếp có thể tạo sự chênh lệch nhiệt độ lớn trong mẫu, đặc biệt giữa lớp đất phía trên đã khô một phần hoặc hoàn toàn với những lớp đất phía dưới.

5.3.3 Làm khô trong tủ sấy

Dàn mỏng tất cả vật liệu thành một lớp dày không quá 5 cm trên một cái khay không hấp thụ hơi ẩm của đất và không làm nhiễm bẩn. Đặt khay vào trong tủ sấy (4.1) và làm khô ở nhiệt độ không vượt quá 40 °C.

5.3.4 Làm khô trong tủ làm khô lạnh

Làm khô trong tủ làm khô lạnh nên tiến hành theo ISO 16720.

5.4 Làm vỡ và loại bỏ các vật liệu thô

5.4.1 Loại bỏ đá

Trước khi làm vỡ, nếu cần thiết phải sấy khô mẫu đất ở dạng nguyên, loại bỏ chất lẫn, như đá, các mảnh thủy tinh và rác khỏi mẫu đã sấy. Quá trình này có thể thực hiện dễ dàng bằng cách dùng rây có cỡ lỗ 2 mm (4.4) và nhặt bằng tay (xem đoạn dưới). Cần phải giảm thiểu đất mịn dính vào chất lẫn loại bỏ. Xác định và ghi lại khối lượng của chất lẫn loại bỏ ở bước này.

Nếu mẫu nghiên cứu là đất bị nhiễm bẩn hoặc chất thải, thì người phân tích có thể làm vỡ toàn bộ mẫu, kể cả ví dụ các mảnh xỉ, để qua rây có cỡ lỗ 2 mm.

5.4.2 Làm vỡ

Nếu dùng rây có cỡ lỗ 2 mm để loại bỏ chất lẫn, thì phải làm vỡ các hạt đất khô lớn còn sót lại trên rây 2 mm tới khi kích thước các hạt nhỏ hơn 2 mm (sử dụng dụng cụ phù hợp). Phải điều chỉnh dụng cụ sử dụng để hạn chế đến mức tối thiểu việc làm vỡ các hạt lớn để tạo cho các hạt đã vỡ qua rây có cỡ lỗ 2 mm.

Nếu không dùng rây có cỡ lỗ 2 mm để loại bỏ chất lẫn, thì sau khi mẫu đất đã được sấy khô phải được rây bằng rây có cỡ lỗ 2 mm. Phải làm vỡ mọi hạt đất khô lớn còn sót lại trên rây có cỡ lỗ 2 mm tới khi kích thước các hạt nhỏ hơn 2 mm (sử dụng dụng cụ phù hợp). Phải điều chỉnh dụng cụ sử dụng sao cho hạn chế đến mức tối thiểu việc làm vỡ hoàn toàn các hạt trước khi sấy có kích thước lớn hơn 2 mm.

Phải cân và trộn đều toàn bộ mẫu đã qua rây có cỡ lỗ 2 mm.

Nếu phần gộp các hạt có kích thước lớn hơn 2 mm nhỏ, để hiệu quả hơn nên rây loại ra các hạt nhỏ hơn 2 mm trước khi làm vỡ.

Trong trường hợp đặc biệt, có thể phải làm vỡ toàn bộ mẫu.

Có thể dùng máy trộn kiểu cơ (4.5) để trộn lại các phần sau khi làm vỡ.

5.5 Lấy mẫu thử

5.5.1 Khái quát

Việc lấy mẫu thử là cần thiết khi mẫu không được bảo quản (mẫu phòng thí nghiệm và mẫu lưu) hoặc đã sử dụng hết (mẫu thử) do cỡ mẫu. Để chuẩn bị mẫu phòng thí nghiệm, chia mẫu đã được làm khô, làm vỡ và rây (kích thước hiện tại < 2 mm) thành các phần đại diện từ 200 g đến 300 g theo 5.5.2 hoặc 5.5.3. Để chuẩn bị một mẫu thử, chia mẫu phòng thí nghiệm thành các phần đại diện cho đến khi đạt được cỡ mẫu theo yêu cầu. Tránh tạo ra bụi, càng ít càng tốt.

Nếu trường hợp khối lượng mẫu lớn hơn, nên sử dụng phương pháp lấy mẫu theo ISO 10381-8 để giảm khối lượng mẫu ban đầu.

Có thể cần phải nghiền mẫu (5.6) giữa các bước lấy mẫu thử để đảm bảo tính đồng nhất do khối lượng của mẫu thử bị giảm. Có thể sử dụng qui trình mô tả ở 5.5.2 và 5.5.3 để tạo ra các mẫu thử/các phần thử nhỏ hơn 2 mm và khối lượng không nhỏ hơn 2 g.

Khi có yêu cầu phân tích mẫu lập, phải làm rõ trong kế hoạch điều tra tổng thể tại bước lấy mẫu thử và các mẫu lập phải để riêng biệt. Bước lấy mẫu thử đại diện nhất phải thực hiện trước tiên.

Lựa chọn phương pháp lấy mẫu thử (5.5.2, 5.5.3 hoặc 5.5.4) tùy theo bản chất của mẫu, những yêu cầu của các phép xác định tiếp theo và thiết bị sẵn có.

5.5.2 Lấy mẫu thử bằng tay (chia bốn)

Trộn kỹ mẫu đất bằng máy trộn kiểu cơ phù hợp (4.5) và dàn mẫu thành một lớp mỏng trên một cái khay không ảnh hưởng đến thành phần của mẫu. Chia đất thành bốn phần bằng nhau (phần tư hình tròn). Gộp hai trong bốn phần theo đường chéo, loại bỏ hai phần kia. Lập lại qui trình này cho đến khi đạt được khối lượng đất mong muốn.

5.5.3 Sử dụng máy chia mẫu

Một ví dụ thích hợp về máy chia mẫu, loại nhiều rãnh (hộp rãnh) được nêu ở Hình A.2. Máy này chia mẫu thành hai phần bằng nhau.

Kích thước của máy cần phải được lựa chọn sao cho phù hợp với lượng và cỡ hạt của vật liệu cần được chia (xem Hình A.2 và Bảng A.1).

5.5.4 Lấy mẫu thử bằng máy kiểu cơ

Hiện nay sẵn có nhiều máy thích hợp cho việc lấy mẫu thử và thường được sản xuất theo tiêu chuẩn quốc gia. Các máy này có thể được sử dụng cho việc lấy mẫu thử phù hợp với tiêu chuẩn quốc gia tương ứng và những hướng dẫn của nhà sản xuất.

Một ví dụ về máy lấy mẫu thử kiểu cơ được minh họa ở Hình A.3. Máy này hoạt động theo qui trình sau:

TCVN 6647 : 2007

Đổ mẫu vào trong phễu của máy lấy mẫu thử (hình A.3) và vặn chặt các chai đựng mẫu vào vị trí. Khởi động máy lấy mẫu thử. Sau khi lấy mẫu thử, đổ những phần trong các chai vào hộp đựng mẫu khác. Lặp lại qui trình này, nếu cần, với các phần đựng của một trong số các hộp đựng mẫu cho đến khi có được lượng đất mong muốn. Vật liệu cần được làm đồng nhất lại giữa mỗi bước lấy mẫu thử. Các phần đựng trong hơn một hộp chứa có thể được trộn đều và sử dụng cho các pha tiếp theo của qui trình lấy mẫu thử thông thường.

5.6 Nghiền

Nếu phải lấy một mẫu thử nhỏ hơn 2 g để phân tích, tốt nhất là phải nghiền toàn bộ mẫu thử tới kích thước hạt < 250 μm trước khi lấy mẫu thử để phân tích.

Nghiền mẫu thử đại diện (xem 5.5) của đất đã được làm khô, làm vỡ và rây. Nghiền tiếp cho đến khi toàn bộ mẫu thử lọt qua rây có cỡ lỗ 250 μm hoặc một cỡ khác được qui định trong phương pháp thử (xem 4.9).

Nếu cần phải tiến hành nhiều lần phân tích, cần xay một lượng vật liệu đủ tới cỡ hạt nhỏ nhất được qui định để có thể tiến hành tất cả các phân tích trên một mẫu.

Đối với việc xác định một số thông số dựa vào sự chiết hóa học, thì không được phép nghiền mẫu, bởi vì làm tăng diện tích bề mặt của mẫu và do vậy gây nên phản ứng của mẫu.

Nếu cần, phần mẫu có cỡ hạt lớn hơn 2 mm có thể được nghiền và trộn với phần có cỡ hạt nhỏ hơn 2 mm trước khi tiến hành phân tích hóa học.

6 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm nên bao gồm các thông tin sau:

- a) viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) quá trình, qui trình và các thiết bị đã được sử dụng, bao gồm cả nhiệt độ làm khô;
- c) nhận biết và mô tả mẫu hoàn chỉnh, gồm cả sự có mặt (và nếu cần cả khối lượng riêng) của đá, mảnh thủy tinh, các vật vụn,... mùi (nếu có) và màu;
- d) những chi tiết không qui định trong tiêu chuẩn này hoặc là tùy chọn, và mọi yếu tố có thể ảnh hưởng đến kết quả thử nghiệm.

Phụ lục A

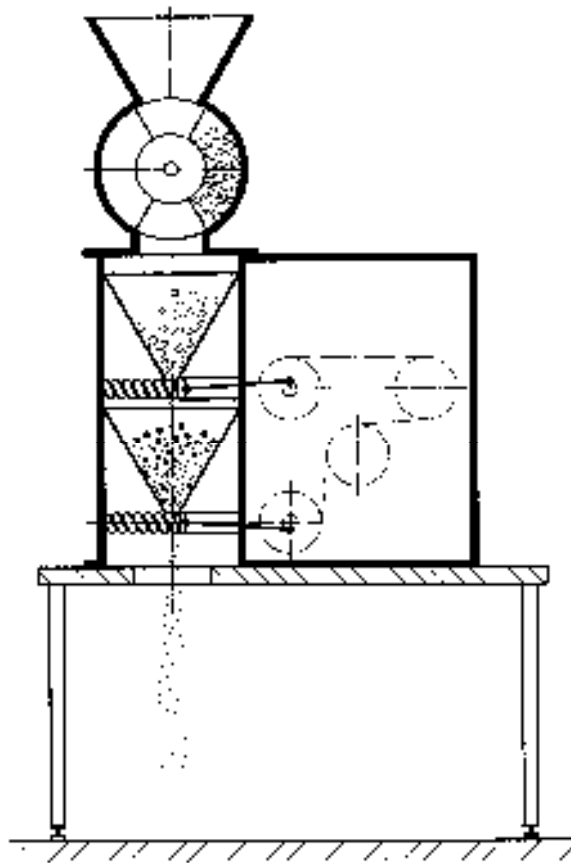
(Tham khảo)

Các ví dụ về thiết bị

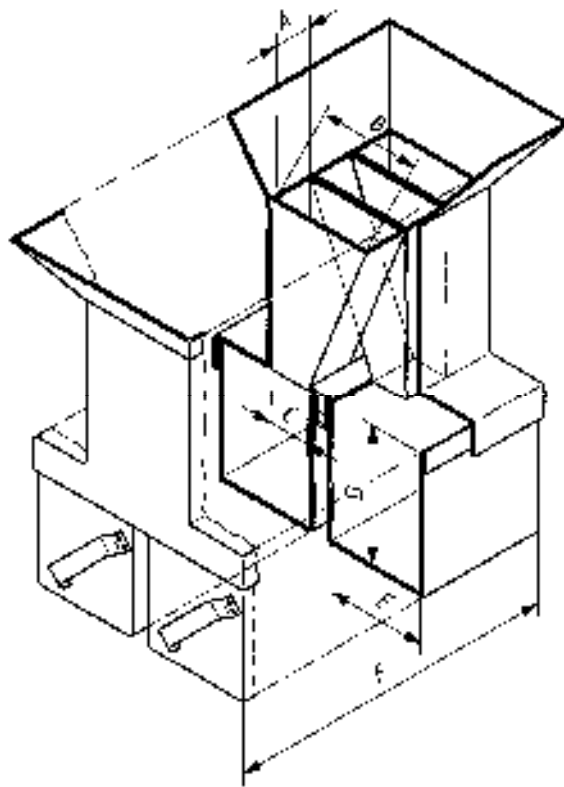
Các ví dụ thiết bị trong điều 4 được minh họa từ A.1 đến A.4. Bảng A.1 đưa ra kích thước của máy chia mẫu kiểu cơ.

Thiết kế của một máy chia mẫu kiểu cơ minh họa ở Hình A.2 là thích hợp nhưng có thể sử dụng những thiết kế lựa chọn khác, chỉ cần đảm bảo các yêu cầu chủ yếu.

Các loại thiết bị nghiền khác như búa, nghiền cũng có thể phù hợp.



Hình A.1 – Ví dụ về máy làm vỡ đất kiểu cơ

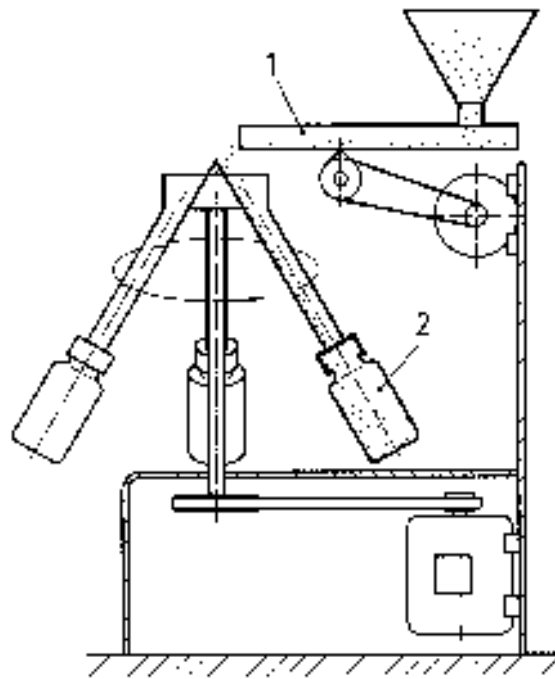


Hình A.2 – Ví dụ về máy chia mẫu kiểu cơ

Bảng A.1 – Kích thước của máy lấy mẫu kiểu cơ

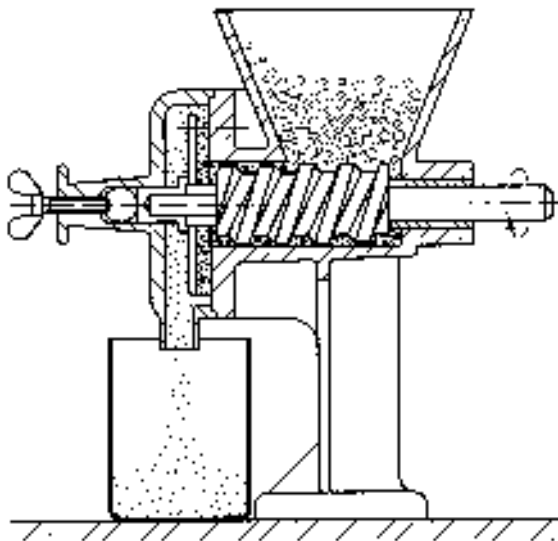
Cỡ tối đa của mẫu mm	Số rãnh	Kích thước bên trong			Kích thước bên trong của hộp (hai kích thước theo yêu cầu) ^a		
		A mm	B mm	C mm	D mm	E mm	F mm
40	8	50	150	70	230	150	400
20	10	30	130	40	150	100	300
10	12	15	80	30	120	90	200
5	12	7	20	15	50	50	90
2	12	5	20	15	50	50	90

^a Tất cả các kích thước, ngoại trừ A, đều là xấp xỉ.



- 1. Ống rung
- 2. Chai đựng mẫu

Hình A.3 – Ví dụ máy lấy mẫu thử kiểu cơ



Hình A.4 – Ví dụ máy nghiền kiểu cơ

Thư mục tài liệu tham khảo

[1] BARTLETT, R.J. Oxidation-reduction status of aerobic soils (Chapter 5). In: chemistry of the soil environment, American Society of Agronomy. Soil Science Society of America. ASA Special Publication No. 40, Madison, Wisconsin, 1981, pp 77-103.
