

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 6647 : 2000

ISO 11464 : 1994

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

*Soil quality – Pretreatment of samples for
physiko - chemical analyses*

HÀ NỘI -2000

Lời nói đầu

TCVN 6647 : 2000 hoàn toàn tương đương với ISO 11464 : 1994.

TCVN 6647 : 2000 do Ban Kỹ thuật Tiêu chuẩn TCVN/TC 190
Chất lượng đất biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất
lượng đề nghị, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường ban hành

Chất lượng đất - Xử lý sơ bộ mẫu để phân tích lý - hoá

Soil quality - Pretreatment of samples for physico-chemical analyses

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định cách xử lý sơ bộ mẫu đất dùng để phân tích các chỉ tiêu lý - hoá và mô tả năm kiểu xử lý sơ bộ mẫu : làm khô, làm vỡ, rây, tách và xay.

Các trình tự 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 cần phải làm. Nhìn chung tiêu chuẩn về các phương pháp phân tích sẽ nêu rõ khi nào cần chấp nhận các trình tự khác.

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

ISO 565 : 1990 - Rây thử - Lưới dây kim loại, đĩa kim loại đục lỗ và tấm đục - Cỡ lỗ danh nghĩa.

3 Nguyên tắc

Mẫu đất khô trong không khí, hoặc trong tủ sấy ở nhiệt độ không quá 40⁰C hoặc làm khô lạnh (xem 5.2). Nếu cần, làm vỡ mẫu đất trong khi vẫn còn ẩm, còn bở và nghiền lại sau khi khô (xem 5.3). Đất được rây (xem 5.4) và kích thước phần hạt nhỏ hơn 2mm được chia thành các phần bằng máy hoặc bằng tay để có thể lấy mẫu đại diện để phân tích (xem 5.5). Nếu yêu cầu mẫu nhỏ (< 2 g) để phân tích thì cỡ hạt có phần nhỏ hơn 2 mm phải giảm đi hơn nữa (xem 5.6). Các trình tự cần thiết được thể hiện ở sơ đồ trong hình 1.

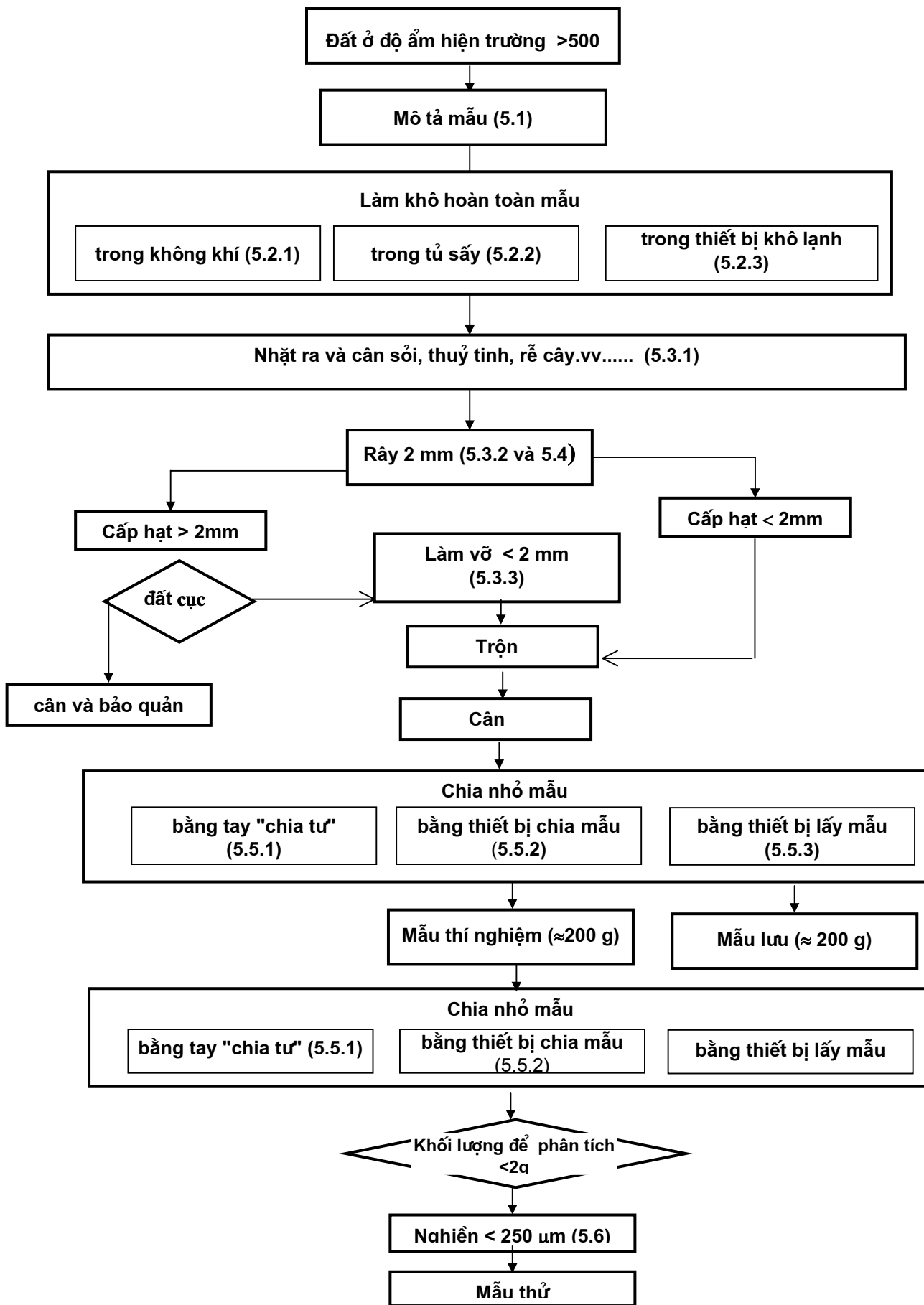
Chú thích

1. Làm khô ở nhiệt độ 40⁰C trong tủ sấy thích hợp hơn phơi khô trong không khí ở nhiệt độ phòng, vì tốc độ làm khô nhanh sẽ hạn chế những thay đổi do hoạt động của vi sinh vật.
2. Cần lưu ý rằng mỗi một kiểu xử lý sơ bộ đều ảnh hưởng đến một số tính chất của đất.
3. Bảo quản các mẫu đất gồm các mẫu đã nhận được, đã phơi khô trong 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 các độ hoà tan của cả phần vô cơ và phần hữu cơ. Xem [1].

TCVN 6647 : 2000

4. Đối với các mẫu lấy từ nguồn đất bị ô nhiễm, nên áp dụng các phép đo đặc biệt, cần tránh tiếp xúc với da và nên có các biện pháp đặc biệt khi làm khô các mẫu đất loại này (thông gió, lưu thông không khí .vv..). Mẫu có thể nguy hiểm vì sự có mặt của các chất ô nhiễm hoá học, thí dụ : bào tử nấm, hoặc mầm bệnh như leptospirosis và cần phải áp dụng các biện pháp để phòng an toàn thích hợp.

5. Trong tiêu chuẩn này, nói chung phải có sẵn ít nhất 500 g đất vừa mới lấy.



Hình 1 - Sơ đồ xử lý sơ bộ mẫu

TCVN 6647 : 2000

4 Thiết bị, dụng cụ

Điều chủ yếu là các thiết bị sử dụng không được cho thêm vào hoặc lấy đi bất kỳ chất nào đang khảo sát (thí 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 cần để phân tích lý - hoá riêng biệt thì điều này nên ghi trong tiêu chuẩn phân tích tương ứng (xem chú thích 6).

4.1 Tủ sấy, điều khiển được nhiệt độ, có thông gió cưỡng bức có khả năng duy trì nhiệt độ ở $40^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$.

4.2 Tủ làm khô lạnh, tùy chọn.

4.3 Máy làm vỡ, máy xay, cối và chày, búa bằng gỗ hoặc mặt mềm khác (xem chú thích 6).

4.4 Rây phẳng, phù hợp với ISO 565, cỡ lỗ rây 2 mm.

4.5 Máy trộn.

4.6 Sàng rung, tùy chọn (xem chú thích 6).

4.7 Dụng cụ lấy mẫu hoặc chia mẫu (xem chú thích 6).

4.8 Rây lưới, phù hợp với ISO 565, cỡ lỗ 250 μm hoặc cỡ qui định trong phương pháp thử có liên quan.

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

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

Chú thích 6 - Các thiết bị sử dụng không được qui định một cách chi tiết, dù rằng các bản vẽ của một số mục thiết bị phù hợp được giới thiệu ở hình A1 đến A4. Hầu hết các tiêu chuẩn quốc gia tương ứng đã chỉ rõ khá chi tiết các thiết bị và có thể sử dụng các thiết bị này, chỉ cần chúng đáp ứng các yêu cầu về tính năng cơ bản ghi rõ trong tiêu chuẩn này.

5 Cách tiến hành

Trình tự làm khô, phân chia thành phần nhỏ và làm giảm cỡ hạt được đề cập ở 5.2 và 5.3. Ở một số giai đoạn trong trình tự, người phân tích cần 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 tính chất của đất và mục đích của chương trình phân tích.

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

Cảnh báo - Cần có những biện pháp để phòng với các mẫu đất có tính nguy hiểm tiềm tàng.

Tránh mọi tiếp xúc với da và cần đề ra những qui định đặc biệt có liên quan đến quá trình làm khô (xả không khí, thông gió vv....)

Chú thích :

7. Nên cẩn thận, để tránh làm nhiễm bẩn mẫu theo đường không khí hoặc bụi bẩn (thí dụ từ môi trường trong phòng thí nghiệm hoặc giữa các mẫu được bảo quản hoặc xử lý gần nhau).
8. 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.
9. Nếu mẫu có độ đặc như bụi, một phần của mẫu có thể bị mất và điều này có thể làm biến đổi những tính chất lý - hoá của nó.

5.1 Mô tả mẫu

Xem xét mẫu đã nhận được và ghi lại dạng mẫu theo thuật ngữ thích hợp của quốc gia hoặc quốc tế, gồm cả các chi tiết về vật ngoại lai, những thực vật còn lại và các đặc điểm đáng lưu ý hoặc có liên quan khác.

5.2 Làm khô

Làm khô toàn bộ mẫu trong không khí hoặc 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 trình tự nêu ở 5.2.1, 5.2.2 hoặc 5.2.3. Làm khô cho đến khi khối lượng mẫu đất giảm không quá 5% (m/m) trong 24h.

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

Làm khô trong thiết bị lạnh có thuận lợi là ít khi mẫu được làm khô ở dạng cục, mà thường vỡ nhỏ ra.

5.2.1 Làm khô trong không khí

Dàn mỏng tất cả vật liệu thành một lớp không dày quá 15mm trên một cái khay không hút ẩm từ đất và không nhiễm bẩn.

Chủ yếu là tránh ánh nắng mặt trời trực tiếp.

Chú thích 10 – Ánh sáng mặt trời trực tiếp có thể tạo ra sự chênh lệch nhiệt độ lớn ở trong mẫu, đặc biệt giữa lớp đất phía trên đã khô một phần hoặc toàn bộ với những lớp đất phía dưới vẫn còn ẩm.

5.2.2 Làm khô trong tủ sấy

Dàn mỏng tất cả vật liệu thành một lớp không dày quá 15mm trên một cái khay không hút ẩm từ đất và không nhiễm bẩn. Đặt khay vào trong tủ sấy (4.1) và làm khô ở nhiệt độ không cao quá 40°C.

TCVN 6647 : 2000

5.2.3 Làm khô trong thiết bị lạnh

Làm khô toàn bộ vật liệu trong tủ làm khô lạnh (4.2) theo trình tự hướng dẫn của nhà sản xuất thiết bị.

Chú thích 11 – 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 với đất cát thường không quá 24h và với đất sét thường lớn hơn 48h. Đối với các loại đất có chứa tỷ lệ chất hữu cơ lớn (thí dụ rễ cây vv...) cần phải sấy từ 72h đến 96h.

5.3 Nghiền và loại bỏ các vật liệu thô

5.3.1 Loại bỏ đá v.v...

Nếu mẫu đất đã được làm khô ở dạng cục, nghiền mẫu là cần thiết. Trước khi nghiền loại bỏ đá, các mảnh thủy tinh và rác v.v... có kích thước lớn hơn 2 mm bằng cách rây (5.4) và nhặt bằng tay (xem chú thích 12). Lưu ý để hạn chế đến mức tối thiểu lượng vật liệu mịn dính vào đá bị loại bỏ v.v.... Xác định và ghi lại tổng khối lượng mẫu khô và khối lượng của vật liệu nào đó bị loại bỏ ở bước này.

Chú thích 12 – Nếu vật liệu xem xét là đất ô nhiễm hay phế thải, thì người phân tích có thể nghiền toàn bộ mẫu, bao gồm thí dụ như cả các mảnh xỉ, để lọt qua rây 2 mm.

5.3.2 Loại bỏ các vật liệu "tự nhiên" nhỏ hơn 2 mm

Sau khi loại bỏ các vật liệu ngoại lai có thể làm theo một trong hai cách:

- a) rây vật liệu nhỏ hơn 2 mm, ghi lại khối lượng của vật liệu lớn và nhỏ hơn 2 mm, nghiền loại lớn hơn 2mm (xem 5.3.3) và dùng máy trộn (4.5) trộn lại các phân đoạn hoặc:
- b) Nghiền toàn bộ mẫu (xem 5.3.3)

5.3.3 Giảm cỡ hạt lớn hơn 2 mm

Nghiền đất khô thành các hạt không lớn hơn 2 mm bằng các dụng cụ thích hợp (4.3). Các dụng cụ cần thiết phải được điều chỉnh hoặc sử dụng sao cho hạn chế đến mức tối thiểu việc nghiền nhỏ các hạt ban đầu (kết vón và khối kết).

5.4 Rây

Rây mẫu đã được làm khô và nghiền nhỏ bằng tay hoặc bằng máy rung. Loại bỏ và cân đá, các mảnh thực vật tươi và thủy tinh v.v... từ phần còn lại trên rây (xem 5.3.1). Nghiền riêng biệt đất cục còn lại trên rây và đưa trở lại mẫu. Thu thập toàn bộ hoặc một phần vật liệu để lại trên rây và xử lý riêng nếu cần (xem chú thích 12). Lưu ý hạn chế đến mức tối thiểu lượng vật liệu mịn dính vào đá đã tách riêng, v.v...

5.5 Lấy mẫu

Việc lấy mẫu là cần thiết khi mẫu không thể được bảo quản (mẫu thí nghiệm và mẫu lưu) hoặc sử dụng (mẫu thử) do cỡ mẫu. Để chuẩn bị mẫu thí nghiệm, chia mẫu đã được làm khô, nghiền nhỏ và rây (kích thước hiện tại <2 mm) thành các phần đại diện từ 200 g đến 300 g theo 5.5.1 hoặc 5.5.2 hoặc theo một trình tự thích hợp khác. Để chuẩn bị một mẫu thử, chia mẫu thí nghiệm thành các phần đại diện cho đến khi đạt được cỡ mẫu theo yêu cầu. Tránh việc tạo ra bụi càng nhiều càng tốt.

Chú thích 13 - Có thể cần phải xay mẫu (5.6) giữa các giai đoạn lấy mẫu để đảm bảo tính đồng đều do khối lượng của mẫu giảm. Các trình tự mô tả ở 5.5.1 và 5.5.2 có thể được sử dụng để tạo ra các mẫu / các phần thử của vật liệu nhỏ hơn 2 mm và khối lượng không nhỏ hơn 2 g.

Chọn phương pháp lấy mẫu (5.5.1, 5.5.2 hoặc 5.5.3) tùy theo đặc tính của mẫu, những yêu cầu của các phép xác định tiếp theo và thiết bị sẵn có.

5.5.1 Lấy mẫu bằng tay (chia tự)

Trộn kỹ mẫu đất bằng máy trộn thích 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. Lặp lại trình tự này cho đến khi đạt được khối lượng đất mong muốn.

5.5.2 Sử dụng dụng cụ chia mẫu:

Một thí dụ thích hợp về dụng cụ chia mẫu, loại nhiều rãnh (hộp rãnh) được nêu ở hình A.2. Dụng cụ này chia mẫu thành hai phần bằng nhau.

Chú thích 14 - Kích thước của dụng cụ cần phải được lựa chọn sao cho phù hợp với lượng và cỡ hạt của vật liệu cần được phân chia (xem hình A.2 và bảng A.1).

5.5.3 Lấy mẫu bằng máy

Hiện nay sẵn có nhiều thiết bị thích hợp cho việc lấy mẫu thường được sản xuất theo tiêu chuẩn quốc gia. Chúng có thể được sử dụng cho việc lấy mẫu phù hợp với tiêu chuẩn quốc gia tương ứng và những chỉ dẫn của nhà sản xuất.

Một thí dụ về thiết bị lấy mẫu bằng cơ học được minh họa ở hình A.3. Thiết bị này hoạt động theo trình tự sau đây:

Đổ mẫu đất vào trong phễu của thiết bị lấy mẫu (hình A.3) vặn chặt các chai đựng mẫu vào vị trí. Khởi động thiết bị lấy mẫu. Sau khi lấy mẫu, đổ những phần trong các chai vào các hộp đựng mẫu khác. Lặp lại trình tự 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 đều lại giữa mỗi bước trong quá trình lấy mẫu. Các phần đựng trong hơn một hộp chứa có thể được trộn đều và sử dụng cho các giai đoạn tiếp theo của trình tự lấy mẫu thông thường.

5.6 Nghiền

TCVN 6647 : 2000

Nếu phải lấy một mẫu thử nhỏ hơn 2 g để phân tích, điều thiết yếu là phải nghiền nhỏ hơn nữa phần hạt nhỏ hơn 2 mm.

Nghiền mẫu đại diện (xem 5.5) của đất đã được phơi khô, giã nhỏ và rây cho đến khi toàn bộ mẫu lọt qua rây 250 µm hoặc một cỡ qui định khác trong phương pháp thử (xem 4.8).

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.

Chú thích

15. Một số thông số được xác định thông qua sự chiết hoá học, thì việc nghiền mẫu là không được phép, bởi lẽ nó làm tăng diện tích riêng bề mặt và do đó gây nên phản ứng của mẫu.

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

6 Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả bao gồm các thông tin sau:

- a) theo tiêu chuẩn này;
- b) quá trình, trình tự và các thiết bị đã được sử dụng, bao gồm cả nhiệt độ làm khô;
- c) nhận dạng và mô tả mẫu hoàn chỉnh, gồm sự có mặt (và nếu cần cả khối lượng riêng) của đá, mảnh thuỷ tinh, các vật vụn v.v..., mùi (nếu có) và màu;
- d) các chi tiết khác không được qui định trong tiêu chuẩn này hoặc những chi tiết tùy chọn, và bất kỳ các nhân tố nào có thể ảnh hưởng đến kết quả.

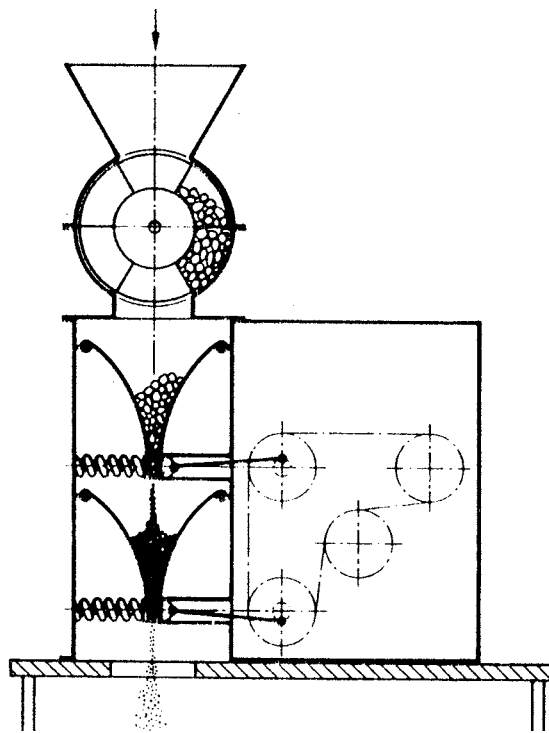
Phụ lục A

(tham khảo)

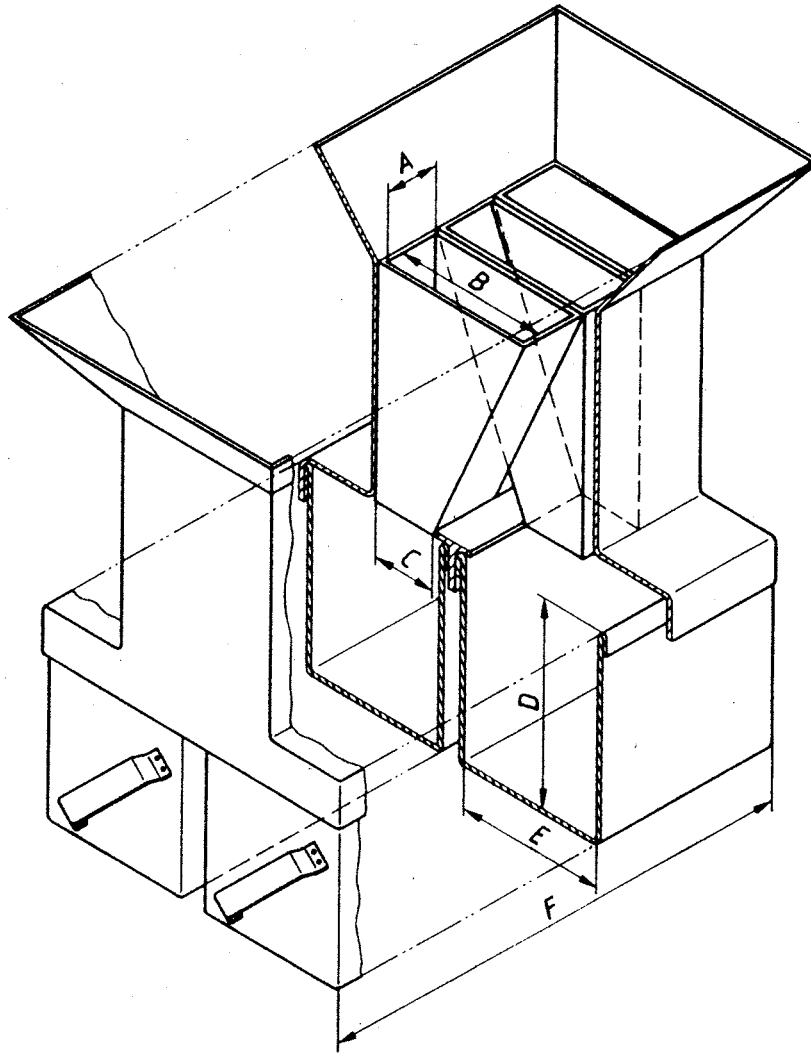
Các ví dụ về thiết bị

Các ví dụ thiết bị trong mục 4 được minh họa từ hình A1 đến A4.

Thiết kế của một thiết bị phân chia mẫu minh họa ở hình A2 là thích hợp nhưng có thể sử dụng những thiết kế lựa chọn khác, chỉ cần đảm bảo các yêu cầu chủ yếu.



Hình A 1 - Ví dụ máy làm vỡ đất bằng cơ học

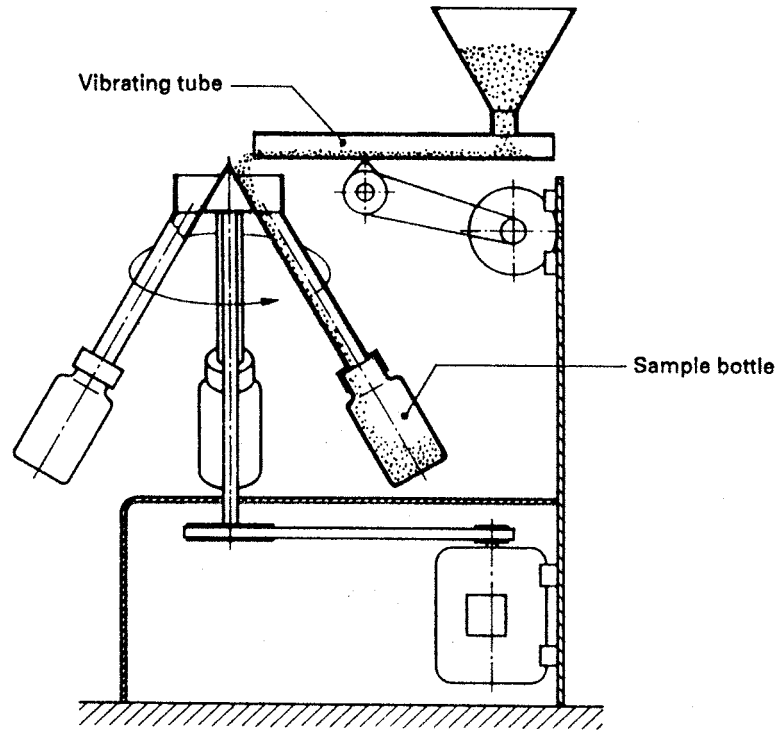


Hình A.2 - Ví dụ thiết bị lấy mẫu bằng cơ học

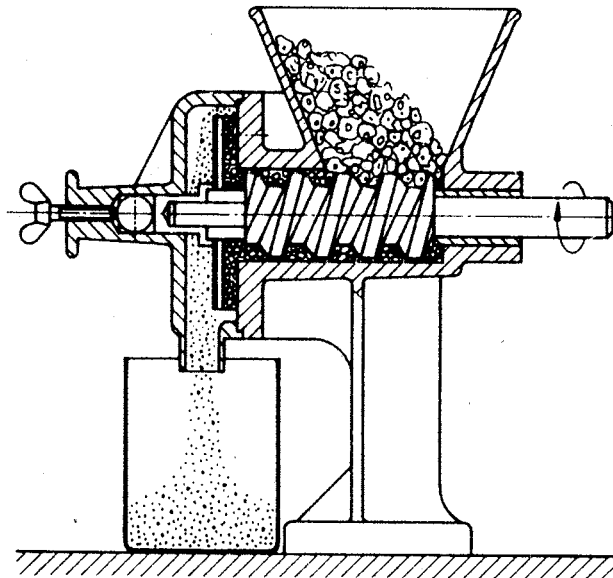
Bảng A1 - Kích thước của thiết bị lấy mẫu bằng cơ học

Tất cả các kích thước, trừ A, chỉ là xấp xỉ

Cỡ tối đa của mẫu mm	Số rãnh	Kích thước bên trong			Kích thước bên trong của hộp (ba kích thước theo yêu cầu)		
		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



Hình A 3 - Ví dụ máy lấy mẫu bằng cơ học



Hình A 4 - Ví dụ máy nghiền bằng cơ học

Phụ lục B

(tham khảo)

Tài liệu tham khảo

[1] Bartlett, R.J. Oxidation - reduction status of aerobic soil (Chapter 5), in : Chemistry of the soil environment, phương pháp. 77 - 103. American Society of Agronomy. Soil Science Society of America. ASA Special Publication No. 40 (1981), Madison, Wisconsin.
