

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 13668-4:2023**

**ISO 21268-4:2019**

Xuất bản lần 1

**CHẤT LƯỢNG ĐẤT – QUY TRÌNH NGÂM CHIẾT ĐỂ THỬ  
NGHIỆM HÓA HỌC VÀ ĐỘC HỌC SINH THÁI ĐỐI VỚI  
ĐẤT VÀ VẬT LIỆU GIỐNG ĐẤT –  
PHẦN 4: ẢNH HƯỞNG CỦA pH SỰ NGÂM CHIẾT KHI  
BỔ SUNG AXIT/BAZƠ BAN ĐẦU**

*Soil quality – Leaching procedures for subsequent chemical and  
ecotoxicological testing of soil and soil-like materials –*

*Part 4: Influence of pH on leaching with initial acid/base addition*

**HÀ NỘI – 2023**

## Mục lục

|                                                                                                         | Trang |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|
| 1 Phạm vi áp dụng .....                                                                                 | 7     |
| 2 Tài liệu viện dẫn .....                                                                               | 8     |
| 3 Thuật ngữ và định nghĩa .....                                                                         | 8     |
| 4 Nguyên tắc .....                                                                                      | 10    |
| 5 Thuốc thử .....                                                                                       | 11    |
| 6 Thiết bị, dụng cụ .....                                                                               | 11    |
| 7 Xử lý sơ bộ mẫu .....                                                                                 | 13    |
| 8 Cách tiến hành .....                                                                                  | 15    |
| 9 Tính kết quả .....                                                                                    | 20    |
| 10 Báo cáo thử nghiệm .....                                                                             | 21    |
| 11 Phân tích xác định .....                                                                             | 21    |
| 12 Đặc tính tính năng .....                                                                             | 21    |
| Phụ lục A (Tham khảo) Ví dụ về quy trình tách pha chất lỏng/chất rắn đối với các mẫu đất .....          | 23    |
| Phụ lục B (Tham khảo) Thực hiện và sử dụng phép thử nghiệm – Ảnh hưởng của pH lên việc ngâm chiết ..... | 25    |
| Phụ lục C (Tham khảo) Xác định sơ bộ mức tiêu thụ axit/bazơ .....                                       | 29    |
| Phụ lục D (Tham khảo) Dữ liệu về độ lặp lại và độ tái lập .....                                         | 34    |
| Phụ lục E (Tham khảo) Tính thời gian ly tâm phụ thuộc vào tốc độ ly tâm và kích thước rôto .....        | 37    |
| Thư mục tài liệu tham khảo .....                                                                        | 39    |

## **Lời nói đầu**

**TCVN 13668-4:2023** hoàn toàn tương đương với ISO 21268-4:2019.

**TCVN 13668-4:2023** do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 190 *Chất lượng đất* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Bộ TCVN 13668 (ISO 21268), *Chất lượng đất – Quy trình ngâm chiết để thử nghiệm hóa học và độc học sinh thái đối với đất và các vật liệu giống đất* gồm các tiêu chuẩn sau:

- TCVN 13668-1:2023 (ISO 21268-2:2019), Phần 1: Mẻ thử nghiệm sử dụng tỷ lệ chất lỏng trên chất rắn là 2 l/kg chất khô
- TCVN 13668-2:2023 (ISO 21268-2:2019), Phần 2: Mẻ thử nghiệm sử dụng tỷ lệ chất lỏng trên chất rắn là 10 l/kg chất khô;
- TCVN 13668-3:2023 (ISO 21268-3:2019), Phần 3: Phép thử dòng thấm thấu ngược;
- TCVN 13668-4:2023 (ISO 21268-4:2019), Phần 4: Ảnh hưởng của pH đến sự ngâm chiết khi bổ sung axit/bazơ ban đầu.

## Lời giới thiệu

Ở nhiều quốc gia, các thử nghiệm đã được phát triển để xác định các đặc tính và đánh giá các chất được tách ra từ các vật liệu. Việc tách ra các chất hoà tan khi tiếp xúc với nước được coi là cơ chế chính của việc tách ra, dẫn đến nguy cơ tiềm ẩn đối với môi trường trong quá trình sử dụng hoặc thải bỏ vật liệu. Các thử nghiệm này nhằm để xác định các đặc tính chiết của vật liệu. Sự phức tạp của quá trình ngấm chiết nên việc đơn giản hoá là cần thiết.<sup>[1]</sup>

Không phải tất cả các khía cạnh liên quan đến biểu hiện ngấm chiết đều được đưa ra trong tiêu chuẩn (xem các yếu tố ảnh hưởng tại Phụ lục A)

Các phép thử để xác định đặc tính vật liệu nói chung có thể được chia thành ba loại như được nêu trong ISO 18772<sup>[2]</sup> và EN 12920<sup>[3]</sup>. Các mối liên hệ giữa các phép thử được tóm tắt dưới đây:

- a) Các phép thử “xác định đặc tính cơ bản” được sử dụng để thu được thông tin về biểu hiện ngấm chiết ngắn hạn và dài hạn và các đặc tính đặc trưng của vật liệu. Tỷ lệ lỏng/rắn (L/S) thành phần dịch ngấm chiết, các yếu tố kiểm soát sự ngấm chiết, ví dụ như pH, thế oxy hoá khử, khả năng tạo phức, vai trò của cacbon hữu cơ hoà tan (DOC), sự lão hoá của vật liệu và các thông số vật lý, được đề cập trong các thử nghiệm này.
- b) Các phép thử “sự phù hợp” được sử dụng để xác định xem vật liệu có tuân thủ các đặc tính quy định hoặc các giá trị tham chiếu cụ thể hay không. Các phép thử tập trung vào các biến chính và đặc tính chiết đã được xác định trước đó bằng các phép thử đặc tính cơ bản.
- c) Các thử nghiệm “xác nhận tại chỗ” được sử dụng như một thử nghiệm nhanh để xác nhận rằng vật liệu giống với vật liệu đã được thử nghiệm. Các thử nghiệm xác nhận tại chỗ không nhất thiết là các thử nghiệm ngấm chiết

Các quy trình thử nghiệm được nêu trong phương pháp này thuộc nhóm b): các phép thử đặc tính cơ bản.

Tiêu chuẩn này được biên soạn dựa trên CEN/TS 14429:2005<sup>[4]</sup>. Đặc biệt, các yêu cầu về phân tích và thử nghiệm về độc học sinh thái của các chất hữu cơ đã được xem xét sửa đổi. Các nghiên cứu xác nhận giá trị sử dụng đã được chấp nhận từ US-EPA<sup>[5]</sup>

## Chất lượng đất – Quy trình ngâm chiết để thử nghiệm hóa học và độc học sinh thái đối với đất và vật liệu giống đất –

### Phần 4: Ảnh hưởng của pH đến sự ngâm chiết khi bổ sung axit/bazơ ban đầu

*Soil quality – Leaching procedures for subsequent chemical and ecotoxicological testing of soil and soil-like materials –*

*Part 4: Influence of pH on leaching with initial acid/base addition*

#### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phép thử để cung cấp thông tin về việc ngâm chiết ngắn hạn và dài hạn và các tính chất đặc trưng của các vật liệu.

Tiêu chuẩn này được xây dựng để đo sự tách ra các chất vô cơ và hữu cơ từ đất và vật liệu giống đất cũng như tạo ra các dịch rửa giải để thử nghiệm độc học sinh thái tiếp theo. Đối với thử nghiệm độc học sinh thái, xem ISO 15799 và ISO 17616. Điều kiện cân bằng nêu trong tiêu chuẩn này được thiết lập bằng cách bổ sung các lượng xác định của axit hoặc bazơ để đạt được giá trị pH cuối cùng mong muốn.

CHÚ THÍCH 1: Các chất hữu cơ dễ bay hơi bao gồm các chất có khối lượng phân tử thấp trong các hỗn hợp như dầu khoáng.

CHÚ THÍCH 2: Không phải lúc nào cũng có thể tối ưu hóa đồng thời các điều kiện thử nghiệm đối với các chất vô cơ và hữu cơ và các điều kiện thử nghiệm tối ưu cũng có thể khác nhau giữa các nhóm chất hữu cơ khác nhau. Các yêu cầu thử nghiệm đối với các chất hữu cơ thường nghiêm ngặt hơn so với các yêu cầu đối với các chất vô cơ. Các điều kiện thử nghiệm thích hợp để đo sự tách ra các chất hữu cơ thường có thể được áp dụng cho các chất vô cơ.

CHÚ THÍCH 3: Trong phân loại các chất hữu cơ, có sự khác biệt đáng kể giữa biểu hiện của các hợp chất phân cực hơn, hòa tan tương đối trong nước và các chất hữu cơ kỵ nước (HOC) không phân cực. Trong trường hợp các hợp chất HOC không phân cực, các cơ chế tách ra (ví dụ liên kết hạt hoặc liên kết cacbon hữu cơ hòa tan) có thể chủ yếu hơn cũng như thất thoát hấp thụ của các HOC hòa tan trên các vật liệu khác nhau mà chúng tiếp

## TCVN 13668-4:2023

xúc (ví dụ: bình, bộ lọc). Phép thử và kết quả chỉ được sử dụng để ngâm chiết các chất hữu cơ khi đã xem xét kỹ các đặc tính cụ thể của chất cần xác định và các vấn đề tiềm ẩn liên quan.

CHÚ THÍCH 4: Đối với thử nghiệm độc học sinh thái, các dịch rửa giải cần tách ra được cả chất vô cơ và hữu cơ. Trong tiêu chuẩn này, thử nghiệm độc học sinh thái có nghĩa là bao gồm phép thử độc tính gen.

Phương pháp thử nghiệm tạo ra dịch rửa giải, sau đó có thể được đặc trưng bởi các phương pháp vật lý, hóa học và độc học sinh thái phù hợp với các phương pháp tiêu chuẩn hiện có. Thử nghiệm không phù hợp với các chất dễ bay hơi ở điều kiện môi trường xung quanh.

Đối với mục đích của các thử nghiệm độc học sinh thái, dải pH liên quan (xem 8.2) thường trong khoảng từ pH 5 đến pH 9.

Phép thử này chủ yếu nhằm sử dụng cho các mục đích kiểm soát thường lệ và không sử dụng độc lập để mô tả tất cả các đặc tính ngâm chiết của đất. Cần có các thử nghiệm ngâm chiết bổ sung cho mục tiêu mở rộng đó. Tiêu chuẩn này không đề cập đến các vấn đề liên quan đến sức khỏe và an toàn. Tiêu chuẩn này chỉ xác định các đặc tính ngâm chiết nêu trong Điều 5.

## 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 4851 (ISO 3696), *Nước dùng để phân tích trong phòng thử nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*

TCVN 6492 (ISO 10523), *Chất lượng nước – Xác định độ pH*

TCVN 6648 (ISO 11465), *Chất lượng đất – Xác định hàm lượng chất khô và hàm lượng nước trên cơ sở khối lượng – Phương pháp khối lượng*

TCVN 6663-3 (ISO 5667-3), *Chất lượng nước – Lấy mẫu – Phần 3: Bảo quản và xử lý mẫu nước*

TCVN 12402-1 (ISO 7027-1), *Chất lượng nước – Xác định độ đục – Phần 1: Phương pháp phân tích định lượng*

## 3 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này sử dụng các thuật ngữ và định nghĩa sau:

### 3.1

**Thử nghiệm ngâm chiết (leaching test)**

Phép thử trong đó vật liệu được đưa vào tiếp xúc với chất ngâm chiết (3.2) trong các điều kiện xác định nghiêm ngặt và một số chất của vật liệu được chiết.

**3.2****Chất ngâm chiết (leachant)**

Chất lỏng được sử dụng trong thử nghiệm ngâm chiết (3.1)

CHÚ THÍCH 1: Trong tiêu chuẩn này, chất ngâm chiết được quy định trong 6.1.

**3.3****Dịch rửa giải (eluate)**

Dung dịch thu được từ thử nghiệm ngâm chiết (3.1)

CHÚ THÍCH 1: Dịch rửa giải còn được gọi là dịch chiết.

**3.4****Tỷ lệ chất lỏng trên chất rắn (liquid to solid ratio)**

L/S

Tỷ lệ giữa tổng thể tích chất lỏng (L tính bằng lít) dùng để chiết mẫu đất với khối lượng khô của mẫu (S tính bằng kg chất khô)

CHÚ THÍCH 1: L/S được biểu thị bằng l/kg.

**3.5****Hàm lượng chất khô (dry matter content)**

$W_{dm}$

Tỷ lệ giữa khối lượng của phần chất khô còn lại, được xác định theo TCVN 6648 (ISO 11465) và khối lượng tương ứng chưa xử lý, tính bằng phần trăm

**3.6****Hàm lượng nước (water content)**

$W_{H_2O}$

Tỷ lệ giữa khối lượng nước chứa trong vật liệu "nhận được" và phần cặn khô tương ứng của vật liệu, tính bằng phần trăm

CHÚ THÍCH: Cơ sở để tính hàm lượng nước là khối lượng của phần cặn khô thu được trong tiêu chuẩn này, như quy định trong TCVN 6648 (ISO 11465) (để xác định hàm lượng nước của đất).

**3.7****Mẫu phòng thí nghiệm (laboratory sample)**

Mẫu hoặc các mẫu con được gửi đến phòng thí nghiệm hoặc phòng thí nghiệm nhận được.

**3.8****Mẫu thử nghiệm (test sample)**

Mẫu được chuẩn bị từ mẫu phòng thí nghiệm (3.7), từ đó các phần mẫu thử (3.9) được lấy ra để thử nghiệm hoặc phân tích.

### **3.9**

#### **Phần mẫu thử (test portion)**

Lượng vật liệu có kích thước thích hợp để đo nồng độ hoặc các đặc tính quan tâm khác được lấy ra từ mẫu thử nghiệm (3.8)

CHÚ THÍCH 1: Phần mẫu thử có thể được lấy trực tiếp từ mẫu phòng thí nghiệm (3.7) nếu không cần xử lý sơ bộ mẫu, nhưng thường phần mẫu thử được lấy từ mẫu thử nghiệm.

CHÚ THÍCH 2: Phần mẫu đồng nhất về kích cỡ, độ mịn thì không cần chuẩn bị thêm, có thể được xem như một phần mẫu thử.

### **3.10**

#### **Vật liệu giống đất (soil-like material)**

Đất được đào lên, vật liệu được nạo vét, đất qua chế tạo, đất được xử lý và vật liệu san lấp

## **4 Nguyên tắc**

Phần thử nghiệm chưa xử lý hoặc sau khi xử lý sơ bộ thích hợp có cỡ hạt nhỏ hơn hoặc bằng 2 mm, tiếp xúc với nước có nồng độ canxi clorua thấp ( $0,001 \text{ mol/l}$ ) thấp hoặc nước đã loại khoáng (5.1) trong các điều kiện quy định. Một số phần thử nghiệm riêng biệt (đến tám phần) được ngâm chiết ở tỷ lệ L/S cố định ( $L/S = 10 \text{ l/kg}$ ) với các chất ngâm chiết có chứa các lượng axit hoặc bazơ đã chọn trước khác nhau để đạt được các giá trị pH tĩnh ở cuối thời gian chiết (xem 8.4). Mỗi chất ngâm chiết được thêm vào với ba bước khi bắt đầu thử nghiệm. Trong phép thử hoàn chỉnh, tám giá trị pH cuối cùng được yêu cầu, với pH từ 4 đến pH 12 (giá trị thấp nhất 4 và giá trị cao nhất 12). Lượng axit hoặc bazơ cần thiết để bao trùm dải pH có thể được lấy từ kết quả của phép chuẩn độ sơ bộ, từ dữ liệu thực nghiệm có sẵn trên vật liệu cần thử nghiệm hoặc từ tùy chọn lượng axit và bazơ tiêu thụ tối đa đã xác định trước. Các phép thử được thực hiện tại một thời gian tiếp xúc cố định khi kết thúc mà điều kiện cân bằng có thể đạt được đối với hầu hết các chất trong hầu hết các vật liệu giống đất. Điều kiện cân bằng được xác định trong tiêu chuẩn này, được xác minh vào cuối giai đoạn chiết.

Kết quả được biểu thị bằng miligam trên lít (mg/l) của các chất cho từng giá trị pH cuối cùng. Đối với mỗi giá trị pH cuối cùng, lượng axit được thêm vào cũng được biểu thị bằng  $\text{mol H}^+/\text{kg}$  chất khô và lượng bazơ được thêm vào được biểu thị bằng  $\text{âm mol H}^+/\text{kg}$  chất khô.

CHÚ THÍCH 1: Thử nghiệm này cũng có thể được thực hiện bằng cách sử dụng bộ phận kiểm soát pH liên tục. Các kết quả thông thường nhất quán (xem Phụ lục B).

CHÚ THÍCH 2: Có thể biểu thị kết quả theo cách khác (mg/kg chất khô).

Từ lượng axit và bazơ được sử dụng để đạt đến độ pH cuối đã cho, cũng có thể được xác định khả năng trung hòa axit (ANC) hoặc khả năng trung hòa bazơ (BNC) của đất hoặc vật liệu giống đất.

CHÚ THÍCH 3: Dải pH được đề cập trong quá trình thử nghiệm có thể được giới hạn đến dải pH liên quan đến đất và vật liệu giống đất cần được xác định (xem 8.2).

CHÚ THÍCH 4: Chất ngâm chiết được thêm  $\text{CaCl}_2$  0,001 mol/L để giảm đến mức thấp nhất sự huy động của DOC do cường độ ion quá thấp của chất ngâm chiết. Ở mức  $\text{CaCl}_2$  0,001 mol/L tạo phức của kim loại với clorua phải được coi là không đáng kể.

Các chất trong các dịch rửa giải được đo bằng cách sử dụng các phương pháp phân tích nước được điều chỉnh để đáp ứng các tiêu chí phân tích dịch rửa giải. Dịch rửa giải cũng có thể được áp dụng để thử nghiệm độc học sinh thái hoặc độc tính di truyền tiếp theo.

Sau khi thử nghiệm, các điều kiện ngâm chiết (độ pH, độ dẫn điện, DOC và tùy chọn, độ đục và thể oxy hóa khử do vật liệu quyết định) được ghi lại.

CHÚ THÍCH 5: Các thông số này thường kiểm soát sự ngâm chiết của các vật liệu giống đất và do đó rất quan trọng để kiểm tra phép thử ngâm chiết.

## 5 Thuốc thử

**5.1 Nước đã loại khoáng** hoặc nước đã loại ion hoặc nước có độ tinh khiết tương đương ( $5 < \text{pH} < 7,5$ ) có độ dẫn điện  $< 0,5 \text{ mS/m}$  phù hợp với nước loại 3 quy định trong TCVN 4851 (ISO 3696) được dùng để pha dung dịch  $\text{CaCl}_2$  0,001 mol/L.

**5.2 Canxi clorua** ( $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), loại tinh khiết phân tích.

**5.3 Natri azua** ( $\text{NaN}_3$ ), loại tinh khiết phân tích

**5.4 Axit nitric** ( $\text{HNO}_3$ ) nồng độ từ 0,1 mol/l đến 5 mol/l và dung dịch tráng rửa có 0,1 mol/l.

**5.5 Natri hydroxit** ( $\text{NaOH}$ ) hoặc kali hydroxit ( $\text{KOH}$ ) 0,1 mol/l đến 5 mol/l.

CHÚ THÍCH: Việc sử dụng  $\text{KOH}$  thay vì  $\text{NaOH}$  có thể tăng cường việc ngâm chiết các cation nhất định như  $\text{NH}_4^+$  và  $\text{Cs}^+$  bằng trao đổi cation.

**5.5 Dung môi hữu cơ** (axeton, loại phân tích) để tráng và làm sạch.

## 6 Thiết bị, dụng cụ

**6.1 Bình thủy tinh borosilicat**, có độ tinh khiết cao phù hợp với TCVN 6663-3 (ISO 5667-3), với dung tích danh định 1 L, **bình thủy tinh** có nắp bằng vật liệu trơ, ví dụ PTFE (polytetrafluetylen). Việc tráng rửa là bắt buộc và cần đảm bảo rằng các bình đã sử dụng trước đây không có mức nền của chất phân tích.

CHÚ THÍCH 1: Nếu chỉ phân tích các thông số vô cơ, thì các vật liệu thay thế, ví dụ như bình HDPE/PP là thích hợp, ngoại trừ đối với các mẫu chưa được bảo quản để phân tích thủy ngân.

CHÚ THÍCH 2: Để ngăn ngừa các hợp chất hữu cơ bị phân hủy do ánh sáng, cần sử dụng phòng tối, bình thủy tinh tối màu hoặc bọc lá nhôm xung quanh thiết bị ngâm chiết.

Nếu cần phân tích thông số bo, thì có thể sử dụng bình nhựa bất kỳ, ví dụ: PTFE (polytetrafluetylen).

## TCVN 13668-4:2023

Thể tích 1 L được chọn kết hợp với khối lượng,  $m_D$ , 60 g để giảm thiểu khoảng trống phía trên trong bình. Khi  $m_D = 15$  g và 30 g, thì phải sử dụng các bình 250 ml và 500 ml tương ứng. Đối với mẫu vật liệu có tỷ trọng thấp, có thể có sai lệch so với yêu cầu này trong khi vẫn đảm bảo khoảng trống phía trên bình nhỏ nhất. Sự sai lệch này phải được báo cáo.

CHÚ THÍCH 3: Thủy tinh chất lượng cao được coi là phù hợp cho cả kim loại và các chất hữu cơ, đặc biệt, vì dải pH thường được bao phủ trong thử nghiệm đất không đạt được các điều kiện ( $pH > 10$  và  $pH < 3$ ) mà bản thân thủy tinh có thể bị hòa tan một phần. Đối với thử nghiệm độc học sinh thái, cần thu được dịch rửa giải chứa các chất vô cơ và hữu cơ, điều này nhấn mạnh sự cần thiết phải tạo ra dịch rửa giải thích hợp.

CHÚ THÍCH 4: Có thể phải xử lý nhiệt đối với dụng cụ thủy tinh đã qua sử dụng ở 550 °C để loại bỏ vết của chất phân tích. Tuy nhiên, phương pháp xử lý này đã được chứng minh là làm tăng khả năng hấp phụ các chất hữu cơ từ không khí.

**6.2 Thiết bị khuấy trộn** ( $5 \text{ min}^{-1}$  đến  $10 \text{ min}^{-1}$ ) hoặc **bàn lăn**, tốc độ quay khoảng  $10 \text{ min}^{-1}$ . Có thể sử dụng các thiết bị lắc trộn khác với điều kiện cho kết quả tương đương. Các thiết bị khuấy trộn này được quy định bởi vì cần tránh mài mòn quá mức dẫn đến giảm đáng kể kích thước hạt.

**6.3 Thiết bị lọc**, thiết bị lọc chân không (từ 2,5 kPa đến 4,0 kPa) hoặc thiết bị lọc áp suất cao ( $< 0,5 \text{ MPa}$ ). Rửa sạch là bắt buộc. Khi phân tích các chất bán bay hơi, không được sử dụng phương pháp lọc chân không.

**6.4 Màng lọc 0,45  $\mu\text{m}$** , được tráng rửa trước hoặc làm sạch tương tự [ví dụ tráng bằng  $\text{HNO}_3$  0,1 mol/l (5.4) và nước (5.1)] (chỉ dùng để phân tích các chất vô cơ).

Màng lọc phải được chọn để không hấp thụ (hoặc tách ra) các chất cần xác định.

CHÚ THÍCH: Điều này có thể được kiểm tra bằng các thực nghiệm sơ bộ.

**6.5 Phin lọc sợi thủy tinh**, có độ tách sợi 0,7  $\mu\text{m}$

Phin lọc phải được chọn sao cho không hấp phụ (hoặc tách ra) các chất cần xác định.

CHÚ THÍCH: Điều này có thể được kiểm tra bằng các thực nghiệm sơ bộ.

**6.7 Sàng**, có kích thước mắt sàng danh định 2 mm

CHÚ THÍCH: Do quá trình sàng, mẫu có thể bị nhiễm bẩn ở mức ảnh hưởng đến sự ngâm chiết của một số chất cần phân tích, ví dụ crom, niken và molybden từ dụng cụ bằng thép không gỉ hoặc các chất hóa dẻo từ sàng nhựa.

**6.7 Máy ly tâm**, hoạt động ở 20 000g đến 30 000g dùng ống ly tâm PFA (perfluoroalkoxy alkan), FEP (etylen propylen flo hóa) hoặc các ống bằng vật liệu thay thế tương đương với cả hợp chất vô cơ và hữu cơ và thích hợp cho tốc độ ly tâm cao.

CHÚ THÍCH: Có thể kiểm tra khả năng hấp thụ các chất hữu cơ kỵ nước vào ống ly tâm bằng thực nghiệm sơ bộ.

Ngoài ra, nếu không có máy ly tâm tốc độ cao, có thể sử dụng máy ly tâm hoạt động ở 2 000g đến 2 500g sử dụng bình thủy tinh kết hợp với tăng thời gian ly tâm. Phải làm mát để duy trì nhiệt độ mong muốn.

**6.8 Bình thủy tinh, có nắp vận và lót bằng PTFE để ly tâm**

**6.9 Thiết bị đo độ dẫn điện.**

**6.10 Máy đo pH, phù hợp với TCVN 6492 (ISO 10523).**

**6.11 Máy đo thế oxy hóa khử, (tùy chọn).**

**6.12 Cân, có độ chính xác ít nhất là 0,1 g.**

**6.13 Bộ chia mẫu, để lấy mẫu phụ từ các mẫu phòng thử nghiệm (tùy chọn).**

**6.14 Máy đo độ đục, như quy định trong TCVN 12402-1 (ISO 7027-1).**

**6.17 Thiết bị nghiền**

CHÚ THÍCH: Do việc giảm cỡ hạt, nên sự ô nhiễm mẫu có thể xảy ra ở mức độ có thể ảnh hưởng sự ngấm chiết một số chất cần phân tích, ví dụ crom, niken và molybden từ thiết bị thép không gỉ.

## **7 Xử lý sơ bộ mẫu**

### **7.1 Chuẩn bị mẫu phòng thí nghiệm và quy định cỡ hạt**

Lấy mẫu phòng thí nghiệm đại diện có khối lượng ít nhất là 2 kg (chất khô) (ví dụ theo quy định trong bộ ISO 18400 và ISO 23909) và phải được bảo quản trong bao bì kín và ở nhiệt độ thấp (4 °C), để tránh những thay đổi không mong muốn trong vật liệu (xem ví dụ: ISO 18400-105).

Thử nghiệm phải được thực hiện trên đất hoặc vật liệu giống đất được sàng đến cỡ hạt < 2 mm (ví dụ như trong TCVN 6647 (ISO 11464)). Vật liệu có nguồn gốc tự nhiên với kích thước lớn phải được tách ra và loại ra khỏi mẫu. Loại và số lượng tất cả các vật liệu bị loại ra phải được ghi lại. Nếu vật liệu kích thước lớn có nguồn gốc nhân tạo và được cho là có chứa các chất cần phân tích, thì phần này có thể được chuẩn bị lại hoặc thử nghiệm mẫu thay thế.

Nếu mẫu phòng thử nghiệm không thể đồng nhất hoặc không sàng do có chứa nước, trong trường hợp này chỉ được phép làm khô mẫu phòng thí nghiệm [ví dụ theo TCVN 6647 (ISO 11464)]. Nhiệt độ làm khô không được vượt quá 30 °C.

CHÚ THÍCH 1: Sàng và làm khô mẫu ở nhiệt độ hơn 30 °C, cũng như nghiền mẫu, có thể làm thất thoát các chất dễ bay hơi (hữu cơ và vô cơ) và có thể làm thay đổi các đặc tính ngấm chiết.

CHÚ THÍCH 2: Do việc sàng, nên có thể xảy ra mẫu bị nhiễm bẩn ở mức có thể ảnh hưởng đến sự ngấm chiết của một số chất cần phân tích, ví dụ: crom, nickel và molybden từ thiết bị bằng thép không gỉ hoặc chất hóa dẻo từ sàng nhựa.

## 7.2 Chuẩn bị mẫu thử

Sử dụng bộ chia mẫu (6.13) hoặc dùng phương pháp hình nón chia tư để chia mẫu phòng thí nghiệm và lấy ra phần mẫu thử. Cỡ mẫu thử yêu cầu phụ thuộc vào thể tích dịch rửa giải cần thiết cho mục đích cụ thể và các phép thử phân tích hóa học và/hoặc độc học sinh thái tiếp theo cần thực hiện trên dịch rửa giải.

CHÚ THÍCH 1: Nếu cần để phân tích hóa học hoặc thử nghiệm độc học sinh thái, có thể thu được thể tích dịch rửa giải lớn hơn bằng cách gộp các dịch rửa giải từ các thử nghiệm lặp lại sau khi ly tâm (hoặc lọc). Cách khác, các thể tích dịch rửa giải lớn hơn cũng có thể được tạo ra trong một thử nghiệm, với điều kiện là duy trì các tỷ lệ về L/S và khoảng trống tối thiểu.

CHÚ THÍCH 2: Lượng mẫu thử yêu cầu phụ thuộc vào sự phân bố cỡ hạt của đất cần phân tích (xem ISO 23909). Lượng mẫu được quy định này thường sẽ là đủ. Trong các trường hợp cụ thể, có thể chấp nhận một lượng mẫu nhỏ hơn, ví dụ, nếu vì lý do sẵn có ít vật liệu hơn, với điều kiện là phép thử có thể được thực hiện như quy định từ 7.2 đến 7.4.

## 7.3 Xác định hàm lượng chất khô và hàm lượng nước

Toàn bộ mẫu thử, phù hợp với tiêu chí cỡ hạt trong 7.2, không được làm khô thêm. Hàm lượng nước của mẫu thử phải được xác định trên một phần mẫu thử riêng biệt đã được làm khô ở  $(105 \pm 5) ^\circ\text{C}$ . Nếu mẫu đất được làm khô trong không khí trước khi thử nghiệm, thì phải xác định hàm lượng chất khô  $w_{dm}$  của mẫu được làm khô trong không khí. Điều này phải được tính đến khi điều chỉnh L/S. Khối lượng khô của mẫu phải được xác định ở  $(105 \pm 5) ^\circ\text{C}$  theo TCVN 6648 (ISO 11465) và hàm lượng chất khô được tính bằng Công thức (1):

$$w_{dm} = 100 \times m_D / m_W \quad (1)$$

Trong đó:

$w_{dm}$  là hàm lượng chất khô, tính bằng phần trăm (%);

$m_D$  là khối lượng của mẫu đã được làm khô, tính bằng kilôgam (kg);

$m_W$  là khối lượng của mẫu chưa sấy khô, tính bằng kilôgam (kg).

Hàm lượng nước ( $w_{H_2O}$  tính bằng %) được tính theo Công thức (2):

$$w_{H_2O} = 100 \times (m_W - m_D) / m_D \quad (2)$$

CHÚ THÍCH: Nếu có các hợp chất bay hơi hoặc không ổn định trong mẫu đất thì không thể sử dụng phương pháp khối lượng để xác định chính xác hàm lượng nước.

## 7.4 Chuẩn bị phần mẫu thử

Từ mẫu thử chuẩn bị ít nhất 8 phần mẫu thử. Dựa vào mẫu thử đã đồng nhất và yêu cầu thể tích dịch rửa giải cho phép phân tích, lấy phần mẫu thử  $m_D = (15 \pm 1) \text{ g}$  hoặc  $(30 \pm 1) \text{ g}$  hoặc  $(60 \pm 1) \text{ g}$  [được cân chính xác đến 0,1 g (6.12)] theo chất khô ( $m_D$ ) theo Công thức (3).

$$m = 100 \times m_D / w_{dm} \quad (3)$$

Sử dụng bộ chia mẫu (6.13) hoặc áp dụng phương pháp hình nón và chia tư để chia mẫu.

CHÚ THÍCH: Việc chia mẫu hoặc chia tư mẫu có thể dẫn đến hao hụt các chất bán bay hơi (vô cơ và hữu cơ).

Theo yêu cầu tối thiểu về thể tích dịch rửa giải cho các mục đích phân tích, có thể cần sử dụng phần mẫu thử lớn hơn và thể tích chất ngâm chiết lớn hơn tương ứng. Sai lệch so với tiêu chuẩn này phải được ghi rõ trong báo cáo thử nghiệm.

Nếu phép thử được thực hiện trên mẫu đã được làm khô trong không khí, sử dụng  $w_{dm,AD}$  thay cho  $w_{dm}$  để xác định khối lượng mẫu của phần mẫu thử.

## 8 Cách tiến hành

### 8.1 Thời gian ngâm chiết (thời gian tiếp xúc)

Quy trình ngâm chiết bao gồm ba giai đoạn xác định như sau:

- Giai đoạn A (bổ sung axit/bazo) từ  $t_0$  đến  $(t_0 + 4 \text{ h})$  đối với việc bổ sung axit/bazo theo ba bước;
- Giai đoạn B (giai đoạn cân bằng) từ  $(t_0 + 4 \text{ h})$  đến  $(t_0 + 44 \text{ h})$  chu kỳ cân bằng;
- Giai đoạn C (khoảng thời gian xác nhận) từ  $(t_0 + 44 \text{ h})$  đến  $(t_0 + 48 \text{ h})$  để xác minh điều kiện cân bằng.

Tổng thời gian ngâm chiết (tiếp xúc) (A + B + C) là 48 h.

### 8.2 Dải pH

Thử nghiệm đầy đủ phải bao phủ dải pH từ pH 4 đến pH 12 (nghĩa là giá trị thấp nhất  $\geq 4$  và giá trị cao nhất  $\leq 12$ ) với tám giá trị pH được thử nghiệm, bao gồm cả pH tự nhiên (không bổ sung axit hoặc bazo). Chênh lệch lớn nhất giữa hai giá trị pH liên tiếp không được vượt quá 1,5 đơn vị pH.

Để đảm bảo rằng có thể thu được các giá trị pH thích hợp trong một lần phân tích, có thể chuẩn bị các bình bổ sung, chỉ những bình có giá trị pH cuối cùng mong muốn được giữ lại để phân tích.

Dải pH bao phủ bởi phép thử có thể bị giới hạn trong dải pH liên quan đến vật liệu cụ thể và vấn đề được xem xét. Dải pH cần bao trùm có thể phụ thuộc vào các đặc tính cụ thể của mẫu đất, thông tin có sẵn về mẫu và các yêu cầu của thử nghiệm. Số lượng các mức pH được xem xét có thể được giảm xuống, ví dụ đối với mục đích của thử nghiệm độc học sinh thái tương ứng. Dải pH liên quan thường từ pH 5 đến pH 9.

### 8.3 Phép thử nghiệm ngâm chiết

#### 8.3.1 Yêu cầu chung

Quy trình sau đây áp dụng cho từng giá trị pH được chọn để thử nghiệm.

### 8.3.2 Chuẩn bị chất ngâm chiết

Xác định mức tiêu tốn axit hoặc bazơ để đạt được các giá trị pH liên quan là A (mol H<sup>+</sup>/kg chất khô) hoặc B (mol OH<sup>-</sup>/kg chất khô) và tổng thể tích chất ngâm chiết.

CHÚ THÍCH: Mức tiêu tốn axit hoặc bazơ đối với các giá trị pH được xem xét có thể thu được từ thông tin sẵn có, từ các quy trình sơ bộ trong Phụ lục B, hoặc từ thông tin trong Phụ lục C.

Tính thể tích  $V_L$  của chất lỏng để thiết lập tỷ lệ L/S là  $10 \pm 0,2$  (l/kg) đối với cỡ mẫu thử thực tế  $m$  (xem 7.4), bao gồm cả thể tích axit hoặc bazơ, theo Công thức (4)

$$V_L = [10 - w_{H_2O} / (\rho_{H_2O} \times 100)] \times m_D \quad (4)$$

Trong đó:

$V_L$  là thể tích chất ngâm chiết được sử dụng (l);

$m_D$  là khối lượng khô của phần mẫu thử (kg);

$\rho_{H_2O}$  là tỷ trọng của nước (thường là 1 kg/l);

$w_{H_2O}$  là hàm lượng nước của phần mẫu thử (%).

Chuẩn bị chất ngâm chiết từ CaCl<sub>2</sub> 0,001 mol/l (xem 5.1) và axit hoặc bazơ (5.4 hoặc 5.5) theo sự tiêu hao axit/bazơ để có pH quan tâm.

Chuẩn bị chất ngâm chiết đã điều chỉnh bằng axit theo Công thức (5) và Công thức (6).

$$V_L = V_d + V_A \quad (5)$$

$$V_A = \frac{n_A \times m_D}{C_A} \quad (6)$$

Trong đó:

$V_L$  là thể tích chất ngâm chiết đã chuẩn bị, tính bằng mililit (ml);

$V_d$  là thể tích của CaCl<sub>2</sub> 0,001 mol/l đã dùng, tính bằng mililit (ml);

$V_A$  là thể tích axit cần dùng, tính bằng mililit (ml);

$n_A$  là lượng axit tiêu thụ để có pH cụ thể, tính bằng mol H<sup>+</sup>/kg chất khô;

$m_D$  là khối lượng khô của phần mẫu thử, tính bằng gam (g) (xem 7.4);

$C_A$  là nồng độ của axit, tính bằng mol trên lít (mol/l) (xem 5.4).

Chuẩn bị chất ngâm chiết được điều chỉnh bằng bazơ theo Công thức (7) và Công thức (8):

$$V_L = V_d + V_B \quad (7)$$

$$V_B = \frac{n_B \times m_D}{C_B} \quad (8)$$

Trong đó:

$V_L$  là thể tích chất ngâm chiết đã chuẩn bị, tính bằng mililít (ml);

$V_d$  là thể tích của  $\text{CaCl}_2$  0,001 mol/L đã dùng, tính bằng mililít (ml);

$V_B$  là thể tích bazơ cần dùng, tính bằng mililít (ml);

$n_A$  là lượng bazơ tiêu thụ để có pH cụ thể, tính bằng mol OH<sup>-</sup>/kg chất khô;

$m_D$  là khối lượng khô của phần mẫu thử, tính bằng gam (g) (xem 7.4);

$C_B$  là nồng độ của bazơ, tính bằng mol trên lít (mol/l) (xem 5.5).

Chia thể tích  $V_L$  của chất ngâm chiết thành 3 phần bằng nhau,  $V_L/3$ .

### 8.3.3 Bước ngâm chiết

Tiến hành thử nghiệm ở nhiệt độ  $(22 \pm 3)^\circ\text{C}$ .

Chọn cỡ bình thích hợp theo cỡ phần mẫu thử. Đối với  $m_D = 15\text{ g}$ ,  $30\text{ g}$  và  $60\text{ g}$ , thì bình có kích thước tương ứng là 250 ml, 500 ml và 1 000 ml.

Cho một trong các phần mẫu thử vào bình (6.1) đã tráng rửa.

Bổ sung thể tích chất ngâm chiết  $V_L/3$ , vào ba thời điểm khác nhau:

- Phần thứ nhất tại  $t_0$ ;
- Phần thứ hai tại  $t_0 + 30\text{ min}$ ;
- Phần thứ ba tại  $t_0 + 2\text{ h}$ .

Đậy nắp bình và khuấy trộn huyền phù (xem 6.2) giữa mỗi lần thêm chất ngâm chiết. Đo và ghi lại độ pH (xem hướng dẫn bên dưới) và nếu quan sát thấy sự sai lệch so với độ pH dự kiến tại thời điểm đó, thì chuẩn bị thêm các bình đã điều chỉnh bằng axit/bazơ.

Cần tính đến sự phát sinh carbon dioxit khi sử dụng chất ngâm chiết có tính axit. Điều này có thể dẫn đến tích tụ áp suất. Khi điều này được dự kiến hoặc quan sát được, thì áp suất có thể được điều chỉnh bằng mở bình một vài lần trong quá trình thử nghiệm. Tuy nhiên, quá trình sinh khí chính sẽ xảy ra trong giai đoạn đầu tiên bổ sung axit.

Tiếp tục khuấy trộn sau lần bổ sung chất ngâm chiết cuối cùng cho đến  $t = t_0 + 48\text{ h}$ .

Đo và ghi lại độ pH:

- Đo và ghi lại pH tại các thời điểm  $t_0 + 4\text{ h}$ ,  $t_0 + 44\text{ h}$ ,  $t_0 + 48\text{ h}$ .
- Vì pH được đo trực tiếp trong huyền phù, nên cần rửa kỹ điện cực pH và làm khô ngay trước và giữa các lần sử dụng để không làm ô nhiễm huyền phù.

## TCVN 13668-4:2023

- Để đo pH, ngừng khuấy và để hỗn hợp lắng trong 5 min. Đo pH bằng cách đưa điện cực sạch vào phần nổi phía trên.
- Giá trị pH đo được trước khi lọc ở  $t_0 + 48$  h sẽ là giá trị được chỉ định để phân tích dịch rửa giải.
- Ghi lại sai lệch pH giữa các khoảng thời gian  $t_0 + 4$  h và  $t_0 + 44$  h

CHÚ THÍCH 1: Đối với các giá trị pH cao ( $\text{pH} > 9$ ), thì sự hấp thụ  $\text{CO}_2$  có thể ảnh hưởng đến việc ngâm chiết. Điều này có thể được giảm thiểu bằng cách giảm tối đa thời gian tiếp xúc với không khí trong quá trình xử lý.

CHÚ THÍCH 2: Giá trị pH ở  $t_0 + 4$  h được sử dụng để kiểm tra xem việc chỉnh pH thích hợp bằng cách bổ sung axit hoặc bazơ đã đạt hay chưa.

CHÚ THÍCH 3: pH được đo trực tiếp trong bình ở  $t_0 + 48$  h trước khi lọc vì việc lọc có thể làm thay đổi độ pH trong dịch rửa giải.

Độ lệch giữa pH ở  $t_0 + 44$  h và pH ở  $t_0 + 48$  h không được vượt quá 0,3 đơn vị pH, là giới hạn để đạt đến điều kiện cân bằng. Nếu yêu cầu này không được đáp ứng thì việc này phải được ghi vào báo cáo thử nghiệm. Nếu quá nhiều điểm thực nghiệm bị lệch (nhiều hơn ba trong số tám điểm), thì kết luận là phép thử này không thể áp dụng cho vật liệu đó.

CHÚ THÍCH 4: Khi điều kiện cân bằng là bắt buộc thực hiện đối với mục đích sử dụng cụ thể, nhưng không đáp ứng được trong thử nghiệm, thì có thể tiếp tục thử nghiệm đến tối đa 7 ngày đối với tất cả 8 điểm thực nghiệm (các giá trị pH đã chọn) để tránh kết hợp các kết quả ở 48 giờ với các kết quả ở thời gian ngâm chiết lâu hơn. Trong trường hợp này, độ lệch pH có thể được giới hạn ở 0,3 đơn vị pH trong 24 h qua (tối đa giữa ngày thứ sáu và ngày thứ bảy). Các điểm thực nghiệm không phù hợp với các điều kiện mới này sẽ không được sử dụng và thực tế này sẽ được đề cập trong báo cáo. Quy trình cụ thể này không phải là một phần của tiêu chuẩn này.

### 8.3.4 Bước tách pha chất lỏng/chất rắn

Để chất rắn dạng huyền phù lắng trong (15 + 5) min.

Chuyển phần nổi phía trên vào ống ly tâm (6.7). Các vật chứa ly tâm phải được chọn sao cho không hấp phụ (hoặc tách ra) các chất phân tích.

Có hai lựa chọn để ly tâm:

- a) Ly tâm dịch rửa giải 30 min ở 2 000 g đến 3 000 g dùng máy ly tâm tốc độ cao (6.7)
- b) Ly tâm dịch rửa giải 5 h ở 2 000 g đến 3 000 g trong bình thủy tinh bằng máy ly tâm tốc độ thấp hơn (6.7).

Phải làm mát để duy trì nhiệt độ ở  $(22 \pm 3) ^\circ\text{C}$ .

CHÚ THÍCH 1: Dựa trên định luật Stoke, kết quả của cả hai phương pháp ly tâm được mong đợi là như nhau. Có thể áp dụng các kết hợp khác nhau giữa gia tốc ly tâm và thời gian với các điều kiện tương đương được tính toán liên quan đến đặc điểm kỹ thuật của roto (xem hướng dẫn trong Phụ lục E).

Giảm nhẹ tốc độ ly tâm để tránh tạo huyền phù trở lại. Thời gian giảm tốc không được quá 20 min.

**CHÚ THÍCH 2:** Trong trường hợp các chất khối lượng nhẹ (ví dụ: các hạt than) vẫn nổi sau khi ly tâm, có thể áp dụng phương pháp phin lọc sợi thủy tinh (6.5) để loại bỏ các hạt này hoặc để giảm độ đục.

Sau khi ly tâm, dịch rửa giải phải được chuyển ngay đến vật chứa thích hợp để đo pH và thế oxy hóa khử và bảo quản để phân tích hóa học và/hoặc thử nghiệm độc học sinh thái tiếp theo.

Nếu chỉ để đo các chất vô cơ, thì có thể bỏ qua bước ly tâm và dịch rửa giải đã gạn có thể được lọc trực tiếp bằng cách sử dụng màng lọc thích hợp (6.4) và thiết bị lọc chân không hoặc áp suất (6.3). Khi việc lọc này không thể thực hiện được trong vòng ít hơn 1 h với lưu lượng dòng ít nhất là 30 ml/cm<sup>2</sup>/h, thì quy trình tách pha rắn - lỏng, phải xem xét và áp dụng cụ thể đối với từng trường hợp. Cần ghi lại chi tiết trong báo cáo thử nghiệm. Quy trình cụ thể này không bao gồm việc sử dụng các chất phụ gia.

**CHÚ THÍCH 3:** Đối với các chất vô cơ, thường ly tâm trước dung dịch rửa giải ở 2 000g đến 3 000g trong 20 min trước khi lọc sử dụng bình thủy tinh có nắp vặn và lớp phủ polytetrafluoroethylen (hoặc nếu có thể, sử dụng bình ngâm chiết trực tiếp) trước khi lọc. Có thể áp dụng tốc độ cao hơn hoặc thời gian dài hơn (xem Phụ lục E).

**CHÚ THÍCH 4:** Quy trình tách chất rắn-lỏng cụ thể như vậy có thể bao gồm việc lắng, lọc trước trên bộ lọc thô hơn, ly tâm, lọc trên bộ màng lọc kích thước lớn, lọc ở áp suất cao, lọc ở áp suất tăng dần sau giai đoạn đầu không có áp suất, v.v...

**CHÚ THÍCH 5:** Một ví dụ về quy trình tách pha rắn-lỏng cụ thể được nêu trong Phụ lục A và đã được áp dụng cho các mẫu đất.

Xác định thể tích dịch rửa giải,  $V_E$ , hoặc ghi lại thể tích của phần dung dịch đã dùng.

Đo ngay độ dẫn điện (tính bằng mS/m), nhiệt độ, DOC và pH của dịch rửa giải. Khuyến nghị đo độ đục, điện thế oxy hóa khử ( $E_h$ , tính bằng mV).

**CHÚ THÍCH 6:** Việc phân tích DOC trong dịch rửa giải là cần thiết, vì nồng độ DOC thường cho thấy có dao động lớn trên toàn dải pH áp dụng và việc này có liên quan đến cả việc tách ra các chất vô cơ cũng như các chất hữu cơ.

Tiến hành xử lý ngay với dịch rửa giải theo quy định trong 8.5.

#### 8.4 pH tự nhiên

Lặp lại 8.3 đối với phần mẫu thử không bổ sung axit hoặc bazơ, xác định thể tích  $\text{CaCl}_2$  0,001 mol/L được bổ sung. Đo pH sau các khoảng 4 h, 44 h và 48 h như trong 8.2.

#### 8.5 Chuẩn bị tiếp dịch rửa giải để phân tích

Nếu cần, chia dịch rửa giải thành một số lượng mẫu phụ thích hợp cho các phân tích hóa học khác nhau và bảo quản chúng phù hợp với các yêu cầu trong TCVN 6663-3 (ISO 5667-3).

Vì dịch rửa giải dùng cho các phân tích sinh học không chứa  $\text{NaN}_3$  (xem 5.1), nên sự phân hủy sinh học các chất hữu cơ có thể xảy ra trong quá trình thử nghiệm và trong thời gian bảo quản dịch rửa giải. Do đó, nên thực hiện các phép phân tích sinh học đối với dịch rửa giải có chứa các chất hữu cơ càng sớm càng tốt sau khi hoàn thành thử nghiệm ngâm chiết.

## 8.6 Kiểm tra mẫu trắng

Các phép thử mẫu trắng phải được thực hiện trong các khoảng thời gian đều để kiểm tra mức độ thực hiện hoàn chỉnh quy trình thử nghiệm. Để thu được ba phép thử mẫu trắng khác nhau, thực hiện các quy trình trong 8.3 và 8.5 không có vật liệu rắn có bổ sung như sau:

- Cả hai hàm lượng tối đa axit và bazơ vào chất ngâm chiết có thể tích tương tự như được sử dụng trong các phép thử;
- Axit để thu được dung dịch có pH 4;
- Bazơ để thu được dung dịch có pH 12.

Dịch rửa giải của phép thử mẫu trắng phải đáp ứng các yêu cầu tối thiểu như sau: trong dịch rửa giải của phép thử mẫu trắng, nồng độ của mỗi nguyên tố được xem xét phải nhỏ hơn 20 % nồng độ được xác định trong dịch rửa giải của vật liệu được thử nghiệm hoặc nhỏ hơn 20 % nồng độ trong dịch rửa giải của giá trị giới hạn mà kết quả đo sẽ được so sánh. Các nguyên tố được xem xét là tất cả các nguyên tố được xác định trong quá trình rửa giải của vật liệu được thử nghiệm.

Nếu các yêu cầu trên không đáp ứng được thì cần phải giảm thiểu sự ô nhiễm. Kết quả thử mẫu trắng không được trừ ra khỏi các kết quả của thử nghiệm ngâm chiết vật liệu.

Quy định trên không đề cập đến bước sàng, bước nghiền hoặc bước tách. Để giảm thiểu sự ô nhiễm có thể xảy ra trong ba bước này, nên xử lý một phần đại diện của mẫu phòng thử nghiệm qua thiết bị sàng, thiết bị nghiền và qua thiết bị tách và loại bỏ vật liệu đó sau đó. Điều này không bao gồm tình huống được mô tả trong chú thích của 6.6.

## 9 Tính kết quả

Nồng độ của các chất trong dung dịch chiết được đo bằng các phương pháp phân tích thích hợp. Các nồng độ này được tính bằng mg/l. Kết quả cuối cùng là phần khối lượng, được tính trên cơ sở thể tích dung dịch chiết và khối lượng của phần mẫu thử được sử dụng tính bằng mg/kg chất khô.

Tính lượng chất ngâm chiết ra khỏi vật liệu, tính theo hàm lượng chất khô của vật liệu ban đầu, theo Công thức (9):

$$A = \rho_{consti} \times \left\{ \left( V_L / m_D \right) + \left[ w_{H_2O} / \left( \rho_{H_2O} \times 100 \right) \right] \right\} \quad (9)$$

Trong đó:

- $A$  là sự tách ra của chất ở tỷ lệ L/S = 10 (mg/kg chất khô);
- $\rho_{consti}$  là nồng độ của một chất cụ thể trong dịch rửa giải (mg/l);
- $V_L$  là thể tích chất ngâm chiết được sử dụng (l);
- $w_{H_2O}$  là hàm lượng nước được tính từ Công thức (2);
- $m_D$  là khối lượng của phần mẫu thử đã khô (kg);
- $\rho_{H_2O}$  là khối lượng riêng của nước (thường là 1 kg/l).

## 10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm các nội dung sau:

- a) Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) Địa chỉ của phòng thử nghiệm, tên của người chịu trách nhiệm;
- c) Tất cả thông tin cần thiết để nhận dạng đầy đủ về mẫu;
- d) Thông tin về xử lý sơ bộ mẫu;
- e) Hàm lượng nước;
- f) Loại chất ngâm chiết;
- g) Lượng axit hoặc bazơ tiêu tốn để đạt được các giá trị pH liên quan tính bằng mol  $H^+$ /kg chất khô và bằng mol  $OH^-$ /kg chất khô, tương ứng;
- h) Lực/tốc độ ly tâm, thời gian và kiểu loại bình được sử dụng, số đọc nhiệt độ;
- i) Mô tả chi tiết về bước lọc và kết quả của các phép thử hấp phụ trên phin lọc được áp dụng nếu cần báo cáo về các hợp chất hữu cơ kỵ nước;
- j) Các kết quả thử nghiệm bao gồm ít nhất pH, độ dẫn điện, các nồng độ đo được (mg/l), lượng chất tách ra (mg/kg chất khô) và giới hạn phát hiện đối với từng chất;
- k) Mọi chi tiết tùy chọn bất kỳ hoặc bất kỳ sai lệch nào so với quy định của tiêu chuẩn này và hoạt động có thể ảnh hưởng đến kết quả.

## 11 Phân tích xác định

### 11.1 Yêu cầu chung

Do bước phân tích không có trong phạm vi của tiêu chuẩn này do đó phương pháp phân tích được áp dụng cùng với giới hạn định lượng phải được báo cáo.

### 11.2 Thông tin phép thử trắng

Các nội dung sau phải được đưa vào báo cáo thử nghiệm:

- Ngày thực hiện phép thử trắng cuối cùng;
- Kết quả của phép thử trắng, bao gồm các yếu tố được xem xét đối với vật liệu được thử và các mức trên đó kết quả có thể được coi là hợp lệ, khi so sánh với các nồng độ đo được, tính bằng mg/L.

## 12 Đặc tính tính năng

Các đặc tính tính năng của phương pháp như được xác định trong đánh giá xác nhận so sánh của phương pháp US-EPA 1313 được đưa ra trong Phụ lục D. Phương pháp US-EPA 1313 có hiệu năng rất giống với hiệu năng của quy trình quy định trong tiêu chuẩn này cả về cách chuẩn bị mẫu (mẫu đất bị ô nhiễm được sử dụng để đánh giá xác nhận có cỡ hạt < 2 mm), thời gian cân bằng (48 h) và phạm

## **TCVN 13668-4:2023**

vi áp dụng của các phương pháp này bao gồm cả đất. Sự khác biệt chính trong quy trình thử nghiệm này là bổ sung axit/bazơ vào huyền phù. Phương pháp US-EPA 1313 mô tả việc một bước bổ sung trong khi tiêu chuẩn này quy định việc bổ sung axit/bazơ trong ba bước. Phương pháp US-EPA 1313 sử dụng dải giá trị pH rộng hơn so với dải pH quy định trong tiêu chuẩn này và do đó, kết quả đánh giá xác nhận chỉ từ pH 4 đến pH 12 được sử dụng ở Phụ lục D. Do có sự tương đồng mạnh giữa phương pháp US-EPA 1313 và tiêu chuẩn này, nên giả định các dữ liệu về độ lặp lại và độ tái lập (xem Phụ lục D) có thể sử dụng cho tiêu chuẩn này.

## Phụ lục A

(Tham khảo)

### Ví dụ về quy trình tách pha chất lỏng/chất rắn đối với các mẫu đất

#### A.1 Yêu cầu chung

Phạm vi ban đầu của các thử nghiệm ngâm chiết bao gồm và đặc biệt là các chất rắn có chứa lượng muối hòa tan lớn. Tính khả thi của các phương pháp này có những hạn chế khi cần xác định độ hòa tan của các chất trong các mẫu đất, đặc biệt là khi kim loại nặng bị oxy hóa, hấp phụ hoặc liên kết hữu cơ khá khó hòa tan trong các vật liệu đó. Mặc dù có độ hòa tan thấp, các kim loại nặng vẫn quan trọng theo quan điểm môi trường. Độ hòa tan "tinh khiết" của kim loại nặng trong mẫu đất bị ô nhiễm càng thấp thì ảnh hưởng tương đối của các phần hạt keo trong dịch rửa giải đến kết quả cuối cùng càng cao.

Đặc biệt trong trường hợp của các mẫu đất mịn giàu mùn nhưng ít chất điện ly, thì các bánh lọc được tạo ra trong quá trình lọc có các lỗ xốp rất mịn và ít chất keo lọt qua màng lọc. Do đó, việc sinh ra các bánh lọc này ảnh hưởng phần lớn đến "độ hòa tan" của kim loại nặng, được xác định bằng phương pháp này. Để có được kết quả có thể so sánh được, cần quy định các yếu tố xác định chiều cao của bánh lọc. Ngoài các đặc tính của mẫu, độ dày của bánh lọc chủ yếu được xác định bởi đường kính phin lọc và thể tích của dịch rửa giải được lọc. Sự hấp thụ của bánh lọc có thể được giảm bớt khi một phần dung dịch chiết được lọc.

#### A.2 Thiết bị

**A.2.1 Bộ lọc áp suất,** dùng cho màng lọc (đường kính 142 mm).

**A.2.2 Màng lọc,** cỡ lỗ 0,45  $\mu\text{m}$ .

Nếu sử dụng kích thước cho màng lọc khác, thì thể tích cần lọc sẽ được sửa đổi theo bề mặt màng lọc; điều kiện tiên quyết là mối quan hệ giữa thể tích được lọc và bề mặt màng lọc được tuân thủ [mối quan hệ: thể tích khoảng 1 l cho bề mặt màng lọc 158  $\text{cm}^2$  (đường kính 142 mm)].

**A.2.3 Vật liệu hỗ trợ tiếp xúc** (tiếp xúc với dịch chiết), bằng polytetrafluoroethylen.

#### A.3 Cách tiến hành

Để lắng các hạt lớn, để yên huyền phù 15 min sau khi lắc.

Gạn gần như hoàn toàn chất lỏng nổi phía trên vào ống ly tâm hoặc bình.

Áp dụng ly tâm (30 min ở 2 000g).

Gạn gần như hoàn toàn chất lỏng nổi phía trên vào màng lọc áp suất.

## **TCVN 13668-4:2023**

Sau 5 min lọc không áp suất, dùng áp suất 100 kPa để lọc nhanh. Nếu sau 15 min mà ít hơn 2/3 lượng dịch rửa giải đi qua màng lọc thì tăng áp suất lên 200 kPa. Nếu cần, tăng áp suất lên tối đa 350 kPa sau 30 min. Tiếp tục lọc cho đến khi tất cả phần nổi phía trên của quá trình ly tâm đi qua màng lọc. Nếu sau 2 h vẫn chưa lọc xong thì dừng quá trình lọc, thu lấy phần dịch lọc chưa hoàn chỉnh và chuẩn bị để phân tích.

Sử dụng quy trình này, có thể giảm đáng kể các sai số có thể xảy ra do tỷ lệ keo, kim loại nặng hòa tan trong dịch lọc. Sau đó, không gạn phần dịch lọc đầu tiên và cho luôn vào màng lọc, phương pháp này khá phổ biến trong một số phòng thí nghiệm.

## Phụ lục B

(Tham khảo)

### Thực hiện và sử dụng phép thử nghiệm – Ảnh hưởng của pH lên việc ngâm chiết

#### B.1 So sánh chế độ vận hành phép thử với liên tục kiểm soát pH - Ảnh hưởng của pH đến việc ngâm chiết

Hai chế độ hoạt động có thể được áp dụng để đo ảnh hưởng của pH đến việc ngâm chiết: bằng cách kiểm soát liên tục (tự động) pH hoặc bằng cách bổ sung lượng axit hoặc bazơ đã chọn trước. Cả hai chế độ đều nhằm mục đích xác định độ pH ảnh hưởng đến việc giải phóng các chất vô cơ và hữu cơ ra khỏi mẫu đất hoặc vật liệu giống đất.

Trong phép thử nêu trong tiêu chuẩn này, điều kiện cân bằng được thiết lập tại các giá trị pH khác nhau, theo kết quả của phản ứng giữa lượng axit hoặc bazơ đã chọn trước và các phần mẫu thử đất. Thực hiện giảm kích thước mẫu để đạt đến điều kiện cân bằng nhanh.

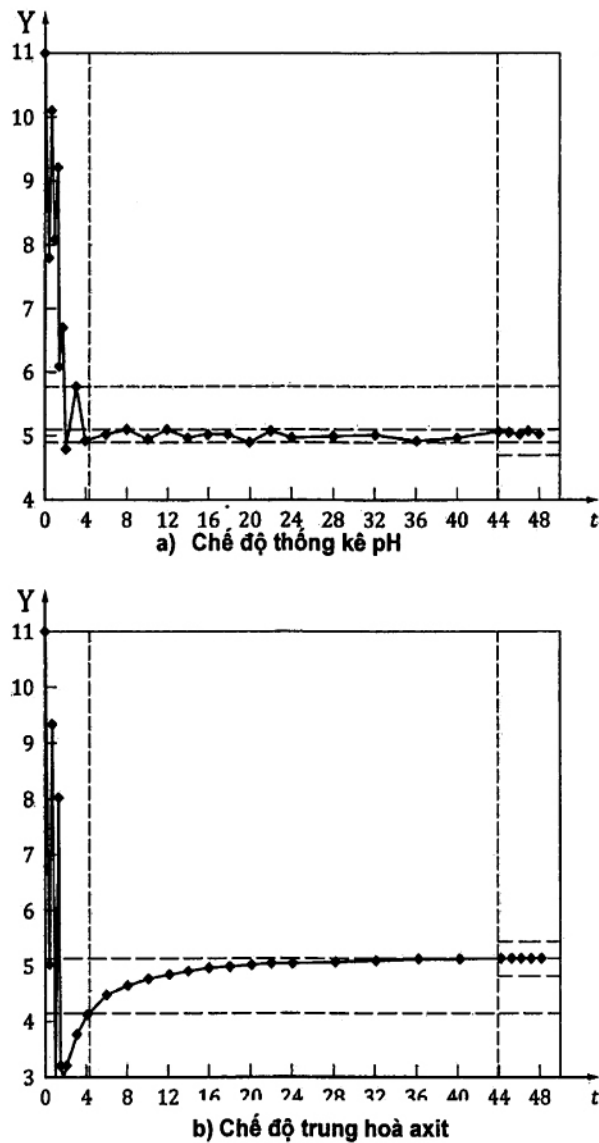
Ngoài ảnh hưởng của pH đến việc ngâm chiết, phép thử giải quyết ảnh hưởng của pH đến việc ngâm chiết bằng cách kiểm soát liên tục pH (xem CEN/TS 14997) phù hợp để kiểm soát độ hòa tan ở độ pH xác định chính xác. Thử nghiệm ảnh hưởng của pH đến việc ngâm chiết bằng cách kiểm soát pH liên tục có thể phù hợp, đặc biệt khi các vật liệu được thử nghiệm có khả năng đệm rất thấp hoặc trong trường hợp đo ảnh hưởng của pH đến việc ngâm chiết ở độ pH mà sự thay đổi nhỏ của pH dẫn đến thay đổi mạnh việc giải phóng chất. Hình B.1 cho thấy các xu hướng điển hình của việc điều chỉnh pH để trung hòa các vật liệu kiềm đến điểm cài đặt mong muốn (ví dụ: pH 5) bằng cách sử dụng chế độ pHstat (phần a) và chế độ ANC (phần b).

#### B.2 Biểu thị kết quả

Có thể thu được ba bản đồ họa thể hiện kết quả. Chúng cung cấp biểu thị trực quan về kết quả thử nghiệm theo xu hướng (xem B.3):

- pH ở  $t_0 + 48$  h (xem 8.3.3) so với lượng axit/bazơ được thêm vào (đường ANC và BNC), biểu thị bằng mol  $H^+/OH^-$  trên kg chất khô;
- Nồng độ của từng chất phân tích trong dịch rửa giải theo thang log, tính bằng miligam trên lít (mg/l), so với pH ở  $t_0 + 48$  h;
- Nồng độ của mỗi chất được phân tích trong dịch rửa giải theo thang tuyến tính, tính bằng miligam trên lít (mg/l), so với lượng axit hoặc bazơ được thêm vào (mmol/ $H^+/OH^-$  trên kg chất khô).

Trong trường hợp cần đến các lượng ngâm chiết ( $U_x$ ) (mg/kg đất khô), chúng có thể được tính trực tiếp bằng cách nhân nồng độ tính bằng miligam trên lít (mg/l) với giá trị L/S (thường là  $L/S = 10$  l/kg vật liệu khô).



Hình B.1 – Những thay đổi pH điển hình trong hai chế độ thử nghiệm xác định ảnh hưởng của pH đến việc ngâm chiết vật liệu kiềm ở pH cuối cùng khoảng 5

**B.3 Phạm vi và giới hạn ứng dụng của thử nghiệm**

Phép thử này cung cấp thông tin về ảnh hưởng của pH đến việc ngâm chiết trong các điều kiện thử nghiệm quy định trong tiêu chuẩn này. Phép thử này không trực tiếp tính đến ảnh hưởng của các thông số khác, như ảnh hưởng của axit và bazơ khác với axit nitric/natri hydroxit được sử dụng trong thử nghiệm, có tính đến cacbon hữu cơ hòa tan, sự tạo phức, điều kiện oxy hóa khử.

Phương pháp thử này là phép thử thông số đặc trưng, như quy định trong EN 12920. Việc áp dụng riêng phương pháp thử này là không đủ để xác định tính chất ngấm chiết chi tiết của đất trong các điều kiện cụ thể.

**CHÚ THÍCH:** Điều này thường yêu cầu áp dụng một số phương pháp thử nghiệm, mô hình hóa hành vi và xác nhận mô hình, như quy định trong EN 12920.

Do đó, với điều kiện là axit nitric/natri hydroxit được sử dụng trong thử nghiệm, cũng như các điều kiện thử nghiệm khác, có liên quan đến tình huống được xem xét, thử nghiệm này nhằm

- a) Định tính và định lượng khả năng chịu được tác động của axit-bazơ của vật liệu thông qua nồng độ đo được, phụ thuộc vào pH và nồng độ axit/bazơ cần thiết để đạt đến pH cuối cùng đã định;
- b) Xác định các xu hướng tác động hóa học và mức độ dễ tiêu của các chất tại các giá trị pH khác nhau trong các điều kiện thử nghiệm quy định trong thử nghiệm này. Các giá trị này có thể được sử dụng làm đầu vào để lập mô hình tác động hóa học sử dụng các mô hình địa hóa (ví dụ: MINTEQA2, GEOCHEM WORKBENCH, PHREEQC, ECOSAT, ORCHESTRA, CHESS, SPEC, v.v...). Trong nhiều trường hợp, cũng cung cấp thông tin về việc kiểm soát độ hòa tan đặc thù và cơ chế giải phóng (ví dụ: xây dựng giả thuyết về cơ chế hòa tan);
- c) Cung cấp cơ sở tham chiếu cho các phép thử ngấm chiết khác nhau, vì đã chứng minh được rằng pH là một trong những yếu tố kiểm soát chính để phân biệt các phép thử với nhau;
- d) So sánh tính chất ngấm chiết liên quan đến độ pH, của cùng một thông số từ các loại đất khác nhau hoặc các loại vật liệu khác nhau để có thể chứng minh sự tương đồng trong các điều kiện kiểm soát độ hòa tan bất kể nền vật liệu mẫu;
- e) Cung cấp dữ liệu cho các mô hình, ví dụ, theo mối quan hệ sau: độ hòa tan =  $f$  (pH hoặc meq H<sup>+</sup>/g) trong bối cảnh hóa lý được liên kết với sự có mặt của các hợp chất khác trong vật liệu. Điều này không phải lúc nào cũng có thể thực hiện được với dữ liệu sẵn có.

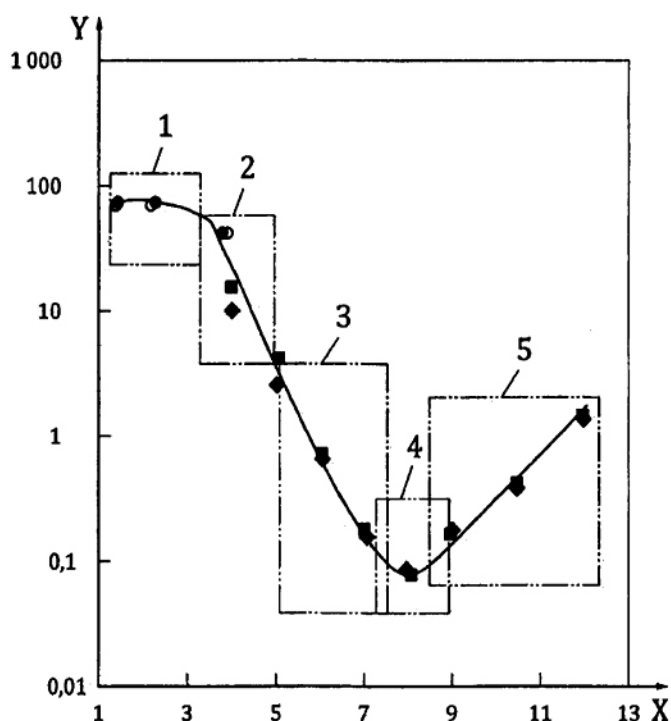
Ngược lại, phép thử này không để:

- Định lượng phần tối đa có thể tách ra, vì các nồng độ thu được tương ứng với trạng thái ổn định gần với trạng thái cân bằng hóa học. Ví dụ, các giá trị thu được đối với độ pH thấp nhất và ở độ pH cao chỉ có thể được coi là phần tối đa kim loại và oxyanion có thể tách ra;
- Mô phỏng các tình huống thực tế trong các tình huống cụ thể, bởi vì, ngoài ra, cần có ít nhất thông tin về L/S thấp

#### **B.4 Ví dụ: Xác định độ nhạy ngấm chiết đối với pH trên dải pH phù hợp với môi trường**

Thử nghiệm cung cấp thông tin về độ nhạy ngấm chiết của các chất ra khỏi một vật liệu cụ thể đối với độ pH (xem B.2). Yếu tố này đã được tìm thấy là một thông số kiểm soát chính các chất trong hầu hết các vật liệu. Rõ ràng, dải pH liên quan đến một ứng dụng nhất định có thể bị giới hạn. Tuy nhiên, đối với các mục đích đặc trưng, thì dải pH đầy đủ từ ít nhất 4 đến 12 là quan trọng, vì các cách sử dụng

thông tin khác nhau liên quan đến các pH khác nhau. Trong Hình B.2, ngâm chiết dưới ảnh hưởng của pH được minh họa cho cadmi (Cd) từ bùn thải. Có thể thu được chỉ thị về độ lặp lại của phương pháp từ dữ liệu thử nghiệm lặp lại. Thử nghiệm được thực hiện với việc bổ sung axit/bazơ ban đầu. Hình B.2 cũng chỉ ra các dải pH điển hình của một số loại đất – “điều kiện của các tình huống”.



#### CHÚ DẪN

- |   |                                             |
|---|---------------------------------------------|
| X | pH                                          |
| Y | Cd ngâm chiết ở L/S = 10 mg/kg              |
| ◆ | Chế độ bổ sung ban đầu                      |
| ■ | Nhân đôi                                    |
| 1 | Phân hủy/bay hơi                            |
| 2 | Môi trường axit                             |
| 3 | Đất tự nhiên                                |
| 4 | Đất vôi                                     |
| 5 | Trạng thái xi măng bền vững của đất ô nhiễm |

**Hình B.2 – Minh họa ảnh hưởng của pH lên sự ngâm chiết của đất đã được cải tạo từ bùn cống bị ô nhiễm kim loại nặng, như được trong khoảng pH từ 4 đến 12 (thử nghiệm được thực hiện có bổ sung axit/bazơ ban đầu) và việc sử dụng của chúng liên quan đến các trường hợp khác nhau trên vật liệu giống nhau**

## Phụ lục C

(Tham khảo)

### Xác định sơ bộ mức tiêu thụ axit/bazơ

#### C.1 Yêu cầu chung

Để xác định lượng và nồng độ axit/bazơ, có thể sử dụng hai phương pháp:

- Quy trình chuẩn độ để ước tính ANC và BNC (xem C.2);
- Sự phân chia tùy ý lượng tiêu thụ tối đa axit/bazơ cho các giá trị pH cực đại (xem C.3).

#### C.2 Quy trình chuẩn độ để ước tính ANC và BNC

##### C.2.1 Thuốc thử

**C.2.1.1 Axit nitric** (mỗi lần phân tích), 0,1 mol/l đến 14,4 mol/l.

**C.2.1.2 Natri hydroxit (NaOH)** (hoặc **kali hydroxit (KOH)**, xem CHÚ THÍCH trong 5.5, 0,1 mol/l đến 5 mol/l.

**C.2.1.3 Nước cất**, nước đã loại khoáng hoặc nước có độ tinh khiết tương đương ( $5 < \text{pH} < 7$ ), có độ dẫn điện  $< 0,5 \text{ mS/m}$ .

##### C.2.2 Thiết bị

**C.2.2.1 Bình làm bằng polypropylen (PP), PTFE hoặc polyethylen (PE).**

**C.2.2.2 Thiết bị khuấy hoặc khuấy trộn**, bộ khuấy từ, sử dụng que khuấy từ được phủ polytetrafluoroetylen (PTFE), hoặc thiết bị khuấy cơ học làm bằng thủy tinh hoặc PTFE

**C.2.2.3 Máy chuẩn độ** (tùy chọn).

##### C.2.3 Phần mẫu thử

Các phần mẫu thử được chuẩn bị phù hợp với quy trình trong 7.4. Dựa trên tính không đồng nhất của mẫu, mà nên chọn cỡ phần mẫu thử là  $m_D = 15 \text{ g}$ ,  $30 \text{ g}$  hoặc  $60 \text{ g}$  (khối lượng khô), với dung sai  $\pm 1 \text{ g}$ .

##### C.2.4 Cách tiến hành

###### C.2.4.1 Chuẩn bị

Cho các phần mẫu thử vào các bình đã tráng rửa, một bình để chuẩn độ axit và một để chuẩn độ kiềm. Thử nghiệm nhằm mục đích đạt được tỷ lệ L/S cuối cùng là 10 sau khi thêm axit hoặc bazơ. Nếu L/S vượt quá 11 do vật liệu tiêu thụ nhiều axit hoặc bazơ ở giá trị pH cụ thể, thì nên sử dụng axit hoặc bazơ mạnh hơn để điều chỉnh pH.

## TCVN 13668-4:2023

Thêm một lượng nước đã loại khoáng,  $V$ , vào các bình để thiết lập tỷ lệ chất lỏng trên chất rắn (L/S) ở khoảng 9. Tính thể tích,  $V$ , giả định khối lượng riêng của nước là 1 g/ml:

$$V = 9 \times m_D - (m_W - m_D) \quad (C.1)$$

Trong đó:

$m_W$  là khối lượng phần mẫu thử chưa làm khô, tính bằng gam (g);

$m_D$  là khối lượng phần mẫu thử đã làm khô, tính bằng gam (g).

Ghi lại lượng nước  $V$  đã thêm vào.

CHÚ THÍCH: Nếu có sẵn thông tin về vật liệu liên quan đến ANC hoặc BNC, thì có thể sử dụng tỷ lệ L/S ban đầu khác để cho phép L/S cuối cùng giữ nguyên  $\leq 11$ .

### C.2.4.2 pH tự nhiên

Đặt hai bình đã được làm đầy lên thiết bị khuấy trộn. Khuấy trộn hoặc khuấy trong 1 h. Xác định pH của dịch rửa giải trực tiếp trong các bình sau khi để lắng 10 min.

### C.2.4.3 Chuẩn độ bằng axit

Thêm một phần axit (C.2.1.1), bằng tay hoặc sử dụng thiết bị chuẩn độ, vào một trong các bình từ C.2.4.1 và xác định pH trực tiếp trong bình sau 30 min. Ghi lại lượng và nồng độ axit đã thêm và độ pH thu được.

Lượng axit cần thiết để làm giảm độ pH khác nhau giữa các vật liệu, do đó, các phần ban đầu cần phải nhỏ để có thể thấy được mức độ của phản ứng đầu tiên của vật liệu.

Trong trường hợp nhu cầu axit cao, việc bổ sung thủ công axit mạnh khi bắt đầu xác định là thực tiễn và có thể sử dụng thời gian phản ứng ngắn hơn 30 min.

Tiếp tục thêm các phần axit và đo pH sau 0,5 h, lắc hoặc khuấy sau khi mỗi lần thêm. Lặp lại cho đến khi thu được toàn bộ dải pH từ pH tự nhiên (C.2.4.2) đến pH 4 hoặc thấp hơn và khoảng cách giữa các giá trị pH thu được nhỏ hơn 1,5 giá trị pH. Ghi lại lượng và nồng độ axit đã thêm và các giá trị pH thu được.

### C.2.4.4 Bổ sung bazơ

Thêm một phần bazơ (C.2.1.2) vào các bình còn lại từ C.2.4.1 và xác định pH trực tiếp trong bình sau 30 min. Ghi lại lượng và nồng độ bazơ đã thêm và pH thu được.

Trong trường hợp nhu cầu bazơ cao, việc bổ sung thủ công bazơ mạnh khi bắt đầu xác định là thực tiễn và có thể sử dụng thời gian phản ứng ngắn hơn 30 min.

Trong trường hợp cần đến bazơ cao, việc bổ sung liên tục bazơ mạnh khi bắt đầu xác định là thực tế và có thể sử dụng thời gian phản hồi ngắn hơn 30 min.

Tiếp tục thêm các phần bazơ và đo pH sau 30 min, khuấy trộn hoặc khuấy sau khi thêm từng phần bazơ. Lặp lại cho đến khi thu được toàn bộ dải pH từ pH ban đầu (C.2.4.2) đến pH 12 hoặc cao hơn và khoảng cách giữa các giá trị pH thu được nhỏ hơn giá trị pH 1,5.

Để không đánh giá thấp ANC hoặc BNC, nên đợi 24 h đối với pH 4 trong trường hợp vật liệu rất kiềm, hoặc pH 12 đối với vật liệu có khả năng đệm cao.

### C.2.5 Biểu thị kết quả

Dựng đường đồ thị pH so với lượng axit và bazơ, được biểu thị bằng mol H<sup>+</sup>/kg và mol OH<sup>-</sup>/kg

## C.3 Sự phân đoạn tùy chọn của việc tiêu thụ axit/bazơ tối đa để có các giá trị pH cực đại

### C.3.1 Yêu cầu chung

Đối với đất có khả năng axit-bazơ rất mạnh, việc thực hiện chuẩn độ thủ công có thể dẫn đến thời gian thử nghiệm kéo dài quá mức khi lượng tiêu thụ axit và bazơ tối đa để đạt được lần lượt là pH 4 và pH 12. Trong quy trình này, pH tự nhiên và mức tiêu thụ axit và bazơ ở pH 4 và pH 12 tương ứng được ước tính.

### C.3.2 Thuốc thử

**C.3.2.1 Axit nitric**, 0,1 mol/l đến 14,4 mol/l.

**C.3.2.2 Natri hydroxit (NaOH)**, 0,1 mol/l đến 5 mol/l.

**C.3.2.3 Nước cất**, nước đã loại khoáng hoặc nước có độ tinh khiết tương đương ( $5 < \text{pH} < 7$ ), có độ dẫn điện  $< 0,5 \text{ mS/m}$ .

### C.3.3 Thiết bị

**C.3.3.1 Bình làm bằng polypropylen (PP), PTFE hoặc polyetylen (PE)**

**C.3.5.2 Thiết bị khuấy hoặc khuấy trộn:** bộ khuấy từ, sử dụng que khuấy từ phủ polytetrafluoroethylen (PTFE), hoặc một thiết bị khuấy cơ học, bằng thủy tinh hoặc PTFE.

**C.3.3.3 Máy chuẩn độ**

### C.3.4 Phần mẫu thử

Chuẩn bị các phần mẫu thử theo 8.4. Dựa trên tính không đồng nhất của mẫu, nên chọn cỡ phần mẫu thử  $m_0 = 15 \text{ g}$ , hoặc 30 g hoặc 60 g (khối lượng khô) (với dung sai là  $\pm 1 \text{ g}$ ).

## C.3.5 Cách tiến hành

### C.3.5.1 Chuẩn bị

Cho hai trong số các phần mẫu thử vào các bình đã tráng rửa, một bình để chuẩn độ axit và một để chuẩn độ kiềm. Thử nghiệm nhằm mục đích đạt được tỷ lệ L/S cuối cùng là 10 sau khi thêm axit hoặc bazơ. Nếu L/S vượt quá 11 do vật liệu tiêu thụ nhiều axit hoặc bazơ ở giá trị pH cụ thể, thì nên sử dụng axit hoặc bazơ mạnh hơn để điều chỉnh pH.

## TCVN 13668-4:2023

Thêm một lượng,  $V$ , nước đã loại khoáng vào bình để thiết lập tỷ lệ chất lỏng trên chất rắn (L/S) khoảng 9. Tính thể tích,  $V$  như sau, giả định khối lượng riêng của nước là 1 g/ml:

$$V = 9m_D - (m_W - m_D) \quad (C.2)$$

Trong đó:

$m_W$  là khối lượng của phần mẫu thử chưa làm khô, tính bằng gam (g);

$m_D$  là khối lượng của phần mẫu thử đã làm khô, tính bằng gam (g).

Ghi lại lượng nước  $V$  đã thêm vào.

CHÚ THÍCH: Nếu có sẵn thông tin về vật liệu liên quan đến ANC hoặc BNC, thì có thể sử dụng tỷ lệ L/S ban đầu khác để cho phép L/S cuối cùng giữ nguyên  $\leq 11$ .

### C.3.5.2 pH tự nhiên

Đặt hai bình đã được làm đầy vào thiết bị khuấy. Lắc hoặc khuấy trong 1 h. Xác định pH của dịch rửa giải trực tiếp trong các bình sau khi để lắng 10 min.

### C.3.5.3 Chuẩn độ bằng axit

Chuẩn độ một trong các bình trong C.3.3.1 bằng axit nitric (C.3.2.1) trong thiết bị chuẩn độ được cài đặt ở pH 4. Xác nhận lượng axit tiêu thụ trong khoảng thời gian chuẩn độ là 24 h. Ghi lại lượng và nồng độ axit đã bổ sung và giá trị pH thu được.

Nếu cần giảm thời gian thực hiện để hoàn thành điểm cuối cùng này, thì có thể giảm cỡ mẫu xuống dưới 0,5 mm (vì việc phân tích không thể biết trước được).

Nếu không có thiết bị chuẩn độ, có thể tiến hành chuẩn độ thủ công để đạt pH 4 càng sớm càng tốt, bao gồm cả thời gian chờ qua đêm để xác nhận các điểm đo cuối cùng.

Nếu cần giảm thời gian thực hiện để hoàn thành điểm cuối cùng này, thì có thể giảm cỡ mẫu xuống dưới 0,5 mm (vì việc phân tích không thể biết trước được).

### C.3.5.4 Bổ sung bazơ

Chuẩn độ bình còn lại trong C.3.3.1 bằng bazơ (C.3.2.2) trong thiết bị chuẩn độ đặt ở pH 12. Xác nhận mức tiêu thụ bazơ trong khoảng thời gian chuẩn độ 24 h. Ghi lại lượng và nồng độ bazơ đã thêm và pH thu được.

Nếu không có thiết bị chuẩn độ, có thể tiến hành chuẩn độ thủ công để đạt pH 12 càng sớm càng tốt, bao gồm cả thời gian chờ qua đêm để xác nhận các điểm đo cuối cùng.

Nếu cần giảm thời gian thực hiện để hoàn thành điểm cuối cùng này, thì có thể giảm cỡ mẫu xuống dưới 0,5 mm (vì việc phân tích không thể biết trước được).

### C.3.6 Biểu thị kết quả

Mức tiêu thụ axit để đạt đến pH 4 và mức tiêu thụ bazơ để đạt đến pH 12 được ghi lại cùng với pH tự nhiên.

Chia lượng axit cho hai lần số lượng các giá trị pH dự định kiểm tra trong dải pH axit (dải pH do kết quả của việc thêm axit).

Chia lượng bazơ cho hai lần số lượng các giá trị pH dự định được kiểm tra trong dải pH kiềm (dải pH do kết quả của việc thêm bazơ).

CHÚ THÍCH 1: Ví dụ, nếu tìm các giá trị pH giữa pH tự nhiên và pH 4 và nếu lượng axit tiêu thụ tối đa là 5 mol/kg  $H^+$ , thì chuẩn bị 10 dung dịch axit khác nhau có nồng độ từ 50 mmol/l  $H^+$  đến 500 mmol/l  $H^+$  ở các khoảng cách đều nhau.

CHÚ THÍCH 2: Phương pháp này cho phép hạn chế việc đánh giá sai ANC và BNC và lựa chọn bảy dung dịch cần phân tích sau khi đạt được pH tính. Điều này cũng cho phép lựa chọn các dung dịch dẫn đến cùng một giá trị pH, nghĩa là trong vùng pH tiềm năng tương ứng với khả năng đệm của vật liệu (ví dụ: cacbonat) được quan tâm.

CHÚ THÍCH 3: Do tính đệm của nền mẫu, mà các phản cách đều nhau thường không dẫn đến giá trị pH cuối cùng thích hợp. Việc tăng gấp đôi số lượng bình cũng không thu được các giá trị pH cuối cùng có khoảng cách thích hợp. Bằng phép nội suy, có thể ước tính lượng thích hợp cần thiết từ đường đồ thị pH cuối cùng so với lượng tiêu thụ axit/bazơ.

**Phụ lục D**

(Tham khảo)

**Dữ liệu về độ lặp lại và độ tái lập****D.1 Mẫu đất được sử dụng trong nghiên cứu so sánh liên phòng thí nghiệm**

Phép thử so sánh liên phòng sự ngấm chiết phụ thuộc vào pH của các chất trong đất bị ô nhiễm đã được thực hiện với 8 phòng thử nghiệm. Dữ liệu về độ lặp lại và độ tái lập đối với mẫu đất bị ô nhiễm (từ cơ sở luyện kim) được chọn vì vật liệu này thuộc phạm vi áp dụng của tiêu chuẩn này. Đất bị ô nhiễm kim loại nặng và được lấy từ một cơ sở luyện kim ở Mỹ. Khoảng 320 kg đất hiện trường bị ô nhiễm (được xác định bằng mã vật liệu CFS) được thu gom trong các thùng nhựa 5 US-gallon (19 l) và chuyển đến phòng thử nghiệm để xử lý. Toàn bộ lô đất được sàng để vượt qua sàng cỡ lỗ 2 mm để loại bỏ đá lớn và các loại rác khác được chuyển vào một tấm bạt nhựa màu xanh sạch để trộn chia nhỏ mẫu theo hình nón. Sau khi đồng nhất, đất được chia vào các lọ HDPE 1 l chứa khoảng 1 kg mỗi lọ để phân phối cho các phòng thử nghiệm tham gia so sánh liên phòng. Mỗi phòng thử nghiệm tham gia nhận được sáu lọ (6 kg) mẫu đất được chọn ngẫu nhiên để sử dụng trong thử nghiệm, trong khi phòng thử nghiệm chuẩn giữ lại 12 lọ được chọn ngẫu nhiên (12 kg). Thông tin chi tiết về nghiên cứu so sánh liên phòng đầy đủ có trong báo cáo cuối cùng của US-EPA<sup>[5]</sup>.

**D.2 Kết quả so sánh liên phòng thử nghiệm**

Đánh giá thống kê được thực hiện theo TCVN 6910-2 (ISO 5725-2) sau khi chuyển đổi log của các kết quả thử nghiệm. Các giá trị trung bình, độ lệch chuẩn lặp lại ( $s_r$ ) và độ lệch chuẩn tái lập ( $s_R$ ) thu được được thể hiện trong Bảng D.1.

**Bảng D.1 – Kết quả các nghiên cứu so sánh thử nghiệm liên phòng sự ngấm chiết phụ thuộc pH của các chất<sup>(5)</sup> từ đất ruộng bị ô nhiễm (CFS)**

| Nồng độ     |         |          | Khoảng nồng độ |                |             | Phòng thí nghiệm |       |   | Thu được | Đã lọc  | Được dùng      |                |
|-------------|---------|----------|----------------|----------------|-------------|------------------|-------|---|----------|---------|----------------|----------------|
| Phương pháp | nền mẫu | thông số | pH             | tối thiểu mg/l | tối đa mg/l | %RSDr            | RSDR% | p | Ngoại lệ | Tổng số | Số lượng < DLT | tổng được dùng |
| 1313        | CFS     | Sb       | 4,0            | 0,643 9        | 12,158      | 13               | 19    | 8 |          | 27      | 0              | 27             |
|             |         |          | 5,5            | 0,071 0        | 0,237 9     | 21               | 43    | 8 |          | 27      | 0              | 27             |
|             |         |          | 7,0            | 0,021 5        | 0,051 4     | 18               | 23    | 8 |          | 27      | 0              | 27             |
|             |         |          | 8,0            | 0,016 4        | 0,048 5     | 16               | 33    | 8 |          | 27      | 0              | 27             |
|             |         |          | 9,0            | 0,023 5        | 0,043 7     | 17               | 21    | 8 |          | 27      | 0              | 27             |
|             |         |          | 10,5           | 0,020 3        | 0,037 8     | 14               | 18    | 8 |          | 27      | 0              | 27             |
|             |         |          | 12,0           | 0,005 0        | 0,019 6     | 18               | 47    | 8 |          | 27      | 0              | 27             |
| 1313        | CFS     | As       | 4,0            | 0,993 9        | 29,802      | 24               | 26    | 8 |          | 27      | 0              | 27             |
|             |         |          | 5,5            | 0,070 9        | 0,265 7     | 29               | 37    | 8 |          | 27      | 0              | 27             |
|             |         |          | 7,0            | 0,013 8        | 0,049 9     | 19               | 31    | 8 |          | 27      | 0              | 27             |
|             |         |          | 8,0            | 0,013 2        | 0,047 3     | 25               | 37    | 8 |          | 27      | 0              | 27             |
|             |         |          | 9,0            | 0,021 6        | 0,048 0     | 16               | 24    | 8 |          | 27      | 0              | 27             |
|             |         |          | 10,5           | 0,054 0        | 0,136 4     | 9                | 25    | 8 |          | 27      | 0              | 27             |
|             |         |          | 12,0           | 0,122 4        | 0,310 5     | 12               | 30    | 8 |          | 27      | 0              | 27             |
| 1313        | CFS     | Ba       | 4,0            | 0,022 2        | 0,040 8     | 13               | 19    | 8 |          | 27      | 0              | 27             |
|             |         |          | 5,5            | 0,020 1        | 0,048 5     | 9                | 36    | 8 |          | 27      | 0              | 27             |
|             |         |          | 7,0            | 0,058 7        | 0,128 5     | 7                | 36    | 8 |          | 27      | 0              | 27             |
|             |         |          | 8,0            | 0,059 5        | 0,122 5     | 6                | 20    | 8 |          | 27      | 0              | 27             |
|             |         |          | 9,0            | 0,064 0        | 0,106 6     | 4                | 14    | 8 |          | 27      | 0              | 27             |
|             |         |          | 10,5           | 0,097 7        | 0,194 1     | 13               | 22    | 8 |          | 27      | 0              | 27             |
|             |         |          | 12,0           | 0,005 5        | 0,018 2     | 27               | 35    | 8 |          | 27      | 0              | 27             |
| 1313        | CFS     | B        | 4,0            | 0,476 3        | 0,705 7     | 4                | 12    | 8 |          | 27      | 0              | 27             |
|             |         |          | 5,5            | 0,270 2        | 0,380 6     | 8                | 9     | 8 |          | 27      | 0              | 27             |
|             |         |          | 7,0            | 0,139 9        | 0,202 6     | 7                | 9     | 8 |          | 27      | 0              | 27             |
|             |         |          | 8,0            | 0,099 9        | 0,156 4     | 8                | 10    | 8 |          | 27      | 0              | 27             |
|             |         |          | 9,0            | 0,091 2        | 0,174 0     | 7                | 14    | 8 |          | 27      | 0              | 27             |
|             |         |          | 10,5           | 0,123 1        | 0,172 8     | 5                | 9     | 8 |          | 27      | 0              | 27             |
|             |         |          | 12,0           | 0,059 5        | 0,114 2     | 11               | 15    | 8 |          | 27      | 0              | 27             |
| 1313        | CFS     | Cd       | 4,0            | 324,156        | 525,316     | 6                | 15    | 8 |          | 27      | 0              | 27             |
|             |         |          | 5,5            | 138,777        | 414,012     | 18               | 25    | 8 |          | 27      | 0              | 27             |
|             |         |          | 7,0            | 18,800         | 86,171      | 28               | 63    | 8 |          | 27      | 0              | 27             |
|             |         |          | 8,0            | 0,0707         | 45,920      | 55               | 233   | 8 |          | 27      | 0              | 27             |
|             |         |          | 9,0            | 0,0119         | 0,244 8     | 35               | 132   | 8 |          | 27      | 0              | 27             |
|             |         |          | 10,5           | 0,001 1        | 0,005 0     | 51               | 68    | 8 |          | 27      | 0              | 27             |
|             |         |          | 12,0           | 0,001 1        | 0,009 5     | 49               | 114   | 8 |          | 27      | 0              | 27             |

RSDr là độ lệch chuẩn lặp lại

RSDR là độ lệch chuẩn tái lập

p là số phòng thí nghiệm còn lại trong đánh giá thống kê

CHÚ THÍCH 1 Tất cả các phòng thử nghiệm tiến hành mỗi phép thử lặp lại 3 lần với một phòng thí nghiệm (phòng thí nghiệm tham chiếu) tiến hành lặp lại 6 lần.

CHÚ THÍCH 2 Không có phân tích ngoại lệ nào được thực hiện.

CHÚ THÍCH 3 Không có dữ liệu nào bị xóa khỏi phân tích (tức là "đã lọc") do nồng độ trắng.

CHÚ THÍCH 4 Không có dữ liệu nào được "lọc do nguyên nhân".

CHÚ THÍCH 5 Dữ liệu nồng độ in nghiêng cho biết các giá trị được đặt thành 1/2 DLT.

CHÚ THÍCH 6 Đối với phép thử CEN, chỉ có thể tính được RSDr.

Bảng D.1 – (kết thúc)

| Nồng độ     |         |          | Khoảng nồng độ |                   |                | Phòng thí nghiệm |       |   | Thu được | Đã lọc  | Được dùng         |                   |
|-------------|---------|----------|----------------|-------------------|----------------|------------------|-------|---|----------|---------|-------------------|-------------------|
| Phương pháp | nền mẫu | thông số | pH             | tối thiểu<br>mg/l | tối đa<br>mg/l | %RSDr            | RSDR% | p | Ngoại lệ | Tổng số | Số lượng<br>< DLT | tổng<br>được dùng |
| 1313        | CFS     | Ca       | 4,0            | 1 109,1           | 1 426,7        | 4                | 7     | 8 |          | 27      | 0                 | 27                |
|             |         |          | 5,5            | 799,54            | 1 004,9        | 5                | 7     | 8 |          | 27      | 0                 | 27                |
|             |         |          | 7,0            | 628,17            | 736,67         | 3                | 5     | 8 |          | 27      | 0                 | 27                |
|             |         |          | 8,0            | 586,717           | 705,716        | 2                | 5     | 8 |          | 27      | 0                 | 27                |
|             |         |          | 9,0            | 563,234           | 712,348        | 2                | 6     | 8 |          | 27      | 0                 | 27                |
|             |         |          | 10,5           | 535,989           | 666,371        | 3                | 6     | 8 |          | 27      | 0                 | 27                |
|             |         |          | 12,0           | 526,177           | 670,362        | 3                | 7     | 8 |          | 27      | 0                 | 27                |
| 1313        | CFS     | Pb       | 4,0            | 49,477            | 72,739         | 5                | 10    | 8 |          | 27      | 0                 | 27                |
|             |         |          | 5,5            | 40,576            | 74,852         | 12               | 19    | 8 |          | 27      | 0                 | 27                |
|             |         |          | 7,0            | 0,610 3           | 18,290         | 17               | 42    | 8 |          | 27      | 0                 | 27                |
|             |         |          | 8,0            | 0,105 9           | 11,816         | 26               | 112   | 8 |          | 27      | 0                 | 27                |
|             |         |          | 9,0            | 0,067 0           | 0,306 8        | 15               | 53    | 8 |          | 27      | 0                 | 27                |
|             |         |          | 10,5           | 0,126 8           | 11,254         | 45               | 80    | 8 |          | 27      | 0                 | 27                |
|             |         |          | 12,0           | 30,297            | 128,551        | 32               | 50    | 8 |          | 27      | 0                 | 27                |
| 1313        | CFS     | Mo       | 4,0            | 0,004 0           | 0,027 1        | 43               | 47    | 8 |          | 27      | 0                 | 27                |
|             |         |          | 5,5            | 0,003 6           | 0,012 5        | 11               | 35    | 8 |          | 27      | 0                 | 27                |
|             |         |          | 7,0            | 0,007 5           | 0,018 0        | 17               | 21    | 8 |          | 27      | 0                 | 27                |
|             |         |          | 8,0            | 0,009 2           | 0,162 4        | 27               | 110   | 8 |          | 27      | 0                 | 27                |
|             |         |          | 9,0            | 0,048 6           | 0,4620         | 21               | 114   | 8 |          | 27      | 0                 | 27                |
|             |         |          | 10,5           | 0,497 6           | 12,453         | 7                | 30    | 8 |          | 27      | 0                 | 27                |
|             |         |          | 12,0           | 11,946            | 18,864         | 4                | 15    | 8 |          | 27      | 0                 | 27                |
| 1313        | CFS     | Se       | 4,0            | 0,205 6           | 0,292 5        | 6                | 11    | 8 |          | 27      | 0                 | 27                |
|             |         |          | 5,5            | 0,094 9           | 0,170 9        | 12               | 17    | 8 |          | 27      | 0                 | 27                |
|             |         |          | 7,0            | 0,058 8           | 0,104 8        | 14               | 16    | 8 |          | 27      | 0                 | 27                |
|             |         |          | 8,0            | 0,0761            | 0,165 2        | 14               | 19    | 8 |          | 27      | 0                 | 27                |
|             |         |          | 9,0            | 0,096 9           | 0,179 2        | 9                | 19    | 8 |          | 27      | 0                 | 27                |
|             |         |          | 10,5           | 0,233 4           | 0,558 1        | 9                | 28    | 8 |          | 27      | 0                 | 27                |
|             |         |          | 12,0           | 0,305 2           | 0,676 5        | 12               | 21    | 8 |          | 27      | 0                 | 27                |
| 1313        | CFS     | V        | 4,0            | 0,043 5           | 0,111 3        | 12               | 27    | 8 |          | 27      | 0                 | 27                |
|             |         |          | 5,5            | 0,028 4           | 0,052 7        | 4                | 20    | 8 |          | 27      | 0                 | 27                |
|             |         |          | 7,0            | 0,024 4           | 0,042 8        | 4                | 21    | 8 |          | 27      | 0                 | 27                |
|             |         |          | 8,0            | 0,023 6           | 0,042 0        | 3                | 20    | 8 |          | 27      | 0                 | 27                |
|             |         |          | 9,0            | 0,022 4           | 0,041 3        | 3                | 19    | 8 |          | 27      | 0                 | 27                |
|             |         |          | 10,5           | 0,019 7           | 0,040 3        | 3                | 25    | 8 |          | 27      | 0                 | 27                |
|             |         |          | 12,0           | 0,018 3           | 0,042 3        | 5                | 28    | 8 |          | 27      | 0                 | 27                |

RSDr là độ lệch chuẩn lặp lại

RSDR là độ lệch chuẩn tái lập

p là số phòng thí nghiệm còn lại trong đánh giá thống kê

CHÚ THÍCH 1 Tất cả các phòng thí nghiệm tiến hành mỗi phép thử lặp lại 3 lần với một phòng thí nghiệm (phòng thí nghiệm tham chiếu) tiến hành lặp lại 6 lần.

CHÚ THÍCH 2 Không có phân tích ngoại lệ nào được thực hiện.

CHÚ THÍCH 3 Không có dữ liệu nào bị xóa khỏi phân tích (tức là "đã lọc") do nồng độ trắng.

CHÚ THÍCH 4 Không có dữ liệu nào được "lọc do nguyên nhân".

CHÚ THÍCH 5 Dữ liệu nồng độ in nghiêng cho biết các giá trị được đặt thành 1/2 DLT.

CHÚ THÍCH 6 Đối với phép thử CEN, chỉ có thể tính được RSDr.

## Phụ lục E

(Tham khảo)

### Tính thời gian ly tâm phụ thuộc vào tốc độ ly tâm và kích thước rôto

#### E.1 Yêu cầu chung

Trong 8.3.4 đưa ra hai phương án ly tâm dịch rửa giải làm ví dụ (ly tâm trong 30 min ở 20 000g đến 30 000g bằng máy ly tâm tốc độ cao hoặc 5 h ở 2000g đến 3 000g). Kết quả của cả hai phương pháp ly tâm được cho là có thể tương đương. Phụ lục này đưa ra hướng dẫn để tính kết hợp thay thế khác của gia tốc ly tâm và thời gian liên quan đến đặc tính kỹ thuật của rôto để đảm bảo các điều kiện có thể so sánh được (hiệu quả lọc) cho bất kỳ phương án nào khác được áp dụng.

#### E.2 Tính toán

Cần xem xét các nguyên tắc cơ bản sau đây để đảm bảo các điều kiện ly tâm có thể so sánh được:

Thông thường, lực ly tâm tương đối (RCF) được biểu thị bằng bội số của  $g$  phụ thuộc vào tốc độ rôto  $n$  (số vòng quay trên phút,  $n.\text{min}^{-1}$ ) và vào bán kính của rôto  $r$  (tính bằng cm), xem Công thức (E.1):

$$RCF = 0,000\,01118 \cdot n^2 \cdot r \quad (\text{E.1})$$

Tùy thuộc vào tốc độ rôto, mỗi rôto được đặc trưng bởi hệ số  $k$ , mô tả mức độ hiệu quả lắng cặn. Hệ số  $k$  càng nhỏ thì quá trình lắng càng hiệu quả. Thông thường, hệ số  $k$  của rôto được quy định trong biểu dữ liệu của nó và có thể được sử dụng để tính thời gian ly tâm cần thiết để có được hiệu suất tương tự đối với các tốc độ rôto khác nhau.

Hệ số  $k$  có thể được tính toán bằng cách sử dụng Công thức (E.2):

$$k = \frac{2,53 \cdot (\ln r_{\max} - \ln r_{\min})}{n^2} \cdot 10^{11} \quad (\text{E.2})$$

Trong đó:

$k$  là hệ số cụ thể của rôto;

$r_{\max}$  là bán kính lớn nhất của trục rôto tính bằng cm;

$r_{\min}$  là bán kính nhỏ nhất của trục rôto tính bằng cm;

$n$  là tốc độ rôto tính bằng vòng/phút,  $n.\text{min}^{-1}$ .

Hệ số  $k$  phải được xác định để so sánh cả hai tốc độ rôto. Thời gian ly tâm cần thiết để đạt được hiệu quả lắng như nhau được tính theo Công thức (E.3)

$$t_a = t_b \cdot \frac{k_a}{k_b} \quad (\text{E.3})$$

## TCVN 13668-4:2023

Trong đó:

$k_a$  là hệ số của rôto cụ thể ở tốc độ rôto  $a$ ;

$k_b$  là hệ số của rôto cụ thể ở tốc độ rôto  $b$ ;

$t_b$  là thời gian ly tâm ở tốc độ rôto  $b$ , tính bằng phút (min);

$t_a$  là thời gian ly tâm ở tốc độ rôto  $a$ , cần thiết để có được hiệu suất lắng tương tự như đối với tốc độ quay  $b$  trong khoảng thời gian  $t_b$ , tính bằng phút (min).

### Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] Harmonisation of leaching/extraction tests, 1997. Studies in Environmental Science, 70 (eds. Van der Sloot, H.A., Heasman, L., Quevauviller, Ph., Elsevier Science, Amsterdam), 292 pp.
- [2] Van der Sloot H.A., Hjelmar O., Bjerre Hansen J., Wotke P., Lepom P., Leschber R., Bartet B., Debrucker N., Validation of CEN/TC 292 Leaching Tests and Eluate Analysis Methods PrEN 12457 parts 1-4, ENV 13370 and ENV 1250. In: Co-operation with CEN/TC 308, 2001, ECN-C-01-117
- [3] Hund-Rinke K., Kördel W., Hennecke D., Eisenträger A., Heiden S., Bioassays for the Ecotoxicological and Genotoxicological Assessment of Contaminated Soils (Results of a Round Robin Test). Part I. Assessment of a Possible Groundwater Contamination: Ecotoxicological and Genotoxicological Tests with Aqueous Soil Extracts, JSS - J. Soil & Sediments, 2(1), 2002, pp. 43-50
- [4] Van der Sloot H.A., Harmonisation of leaching/extraction procedures for sludge, compost, soil and sediment analyses. Chapter 7. In: Single and Sequential Extraction Procedures for Soil and Sediment Fractionation Studies (ed. Quevauviller Ph., Royal Society of Chemistry), 2002, pp. 142-174
- [5] Garrabrants A.C., Kosson D.S., Stefanski L., DeLapp R., Seignette P.A.F.B., van der Sloot H.A., Kariher P., Baldwin M., 2012) Interlaboratory Validation of the Leaching Environmental Assessment Framework (LEAF) Method 1313 and Method 1316. EPA-600/R-12/623.
- [6] TCVN 6496 (ISO 11047), *Chất lượng Đất – Xác định cadimi, crom, coban, đồng, chì, kẽm, mangan, niken trong dịch chiết đất bằng cường thủy – Phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa và không ngọn lửa.*
- [7] TCVN 6647 (ISO 11464), *Chất lượng đất – Xử lý sơ bộ mẫu để phân tích lý-hóa*
- [8] ISO 15176, *Soil quality – Characterization of excavated soil and other soil materials intended for re-use*
- [9] ISO 15799, *Soil quality – Guidance on the ecotoxicological characterization of soils and soil materials*
- [10] ISO 17616, *Soil quality – Guidance on the choice and evaluation of bioassays for ecotoxicological characterization of soils and soil materials*
- [11] ISO 18400-101, *Soil quality – Sampling – Part 101: Framework for the preparation and application of a sampling plan*
- [12] ISO 18400-104, *Soil quality – Sampling – Part 104: Strategies*
- [13] ISO 18400-105, *Soil quality – Sampling – Part 105: Packaging, transport, storage and preservation of samples*
- [14] ISO 18400-202, *Soil quality – Sampling – Part 202: Preliminary investigations*

**TCVN 13668-4:2023**

- [15] ISO 18772, *Soil quality – Guidance on leaching procedures for subsequent chemical and ecotoxicological testing of soils and soil materials*
  - [16] ISO 23909, *Soil quality – Preparation of laboratory samples from large samples*
  - [17] EN 12920, *Characterization of waste – Methodology for the determination of the leaching behaviour of waste under specified conditions*
  - [18] CEN/TS 14429, *Characterization of waste – Leaching behaviour tests – Influence of pH on leaching with initial acid/base addition*
  - [19] CEN/TS 14997, *Characterization of waste – Leaching behaviour tests – Influence of pH on leaching with continuous pH-control*
-