



TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 9240 : 2012

Xuất bản lần 1

**CHẤT THẢI RẮN – PHƯƠNG PHÁP THỬ CHIẾT CHẤT THẢI
THEO TỪNG MẸ**

Standard test method for single batch extraction method for wastes

HÀ NỘI - 2012

Lời nói đầu

TCVN 9240:2012 được xây dựng trên cơ sở chấp nhận hoàn toàn tương đương với ASTM D 5233 – 92 đã được xem xét và phê duyệt lại năm 2009 *Standard test method for single batch extraction method for wastes* với sự cho phép của ASTM quốc tế, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428, USA. Tiêu chuẩn ASTM D5233 – 92 (2009) thuộc bản quyền ASTM quốc tế;

TCVN 9240:2012 do Tổng cục Môi trường biên soạn, Bộ Tài nguyên và Môi trường đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Chất thải rắn – Phương pháp thử chiết chất thải theo từng mẻ

Standard test method for single batch extraction method for wastes

1 Phạm vi áp dụng

- 1.1 Phương pháp thử này áp dụng cho chiết các mẫu chất thải rắn hoặc cặn bùn đã xử lý hoặc chưa xử lý, hoặc các mẫu chất thải hóa rắn để đưa ra chỉ dẫn về khả năng chiết.
- 1.2 Phương pháp thử này nhằm cung cấp dịch chiết cho các phép đo nồng độ các chất cần phân tích. Các giá trị đo được có thể so sánh dựa theo một dãy hoặc các mức đã chọn trong một số những ứng dụng.
- 1.3 Nếu áp dụng phương pháp thử này chỉ để so sánh đạt/không đạt và phép phân tích tổng thể chất thải chứng tỏ là các chất phân tích riêng rẽ không có trong chất thải, hoặc là các mức nồng độ chấp nhận được chọn không có khả năng vượt quá, thì không cần thiết tiến hành phương pháp thử này.
- 1.4 Nếu áp dụng phương pháp thử này chỉ để so sánh đạt/không đạt và phép phân tích bất cứ một phần dịch lỏng nào của dịch chiết cho biết là nồng độ của các chất phân tích mục tiêu bằng hoặc trên các mức nồng độ chấp nhận, ngay cả sau khi tính đến việc pha loãng các phần khác của dịch chiết, thì chất thải đó không phù hợp với phương pháp thử này. Với trường hợp như vậy không cần thiết phân tích các phần còn lại của dịch chiết.
- 1.5 Phương pháp thử này nhằm cung cấp dịch chiết phù hợp để đo nồng độ của các chất phân tích mà không bay hơi ở điều kiện của phép thử.
- 1.6 Sự có mặt của các chất phân tích bay hơi có thể biết nếu sử dụng phương pháp thử này phát hiện ra các chất phân tích mục tiêu bay hơi trong dịch chiết thu được. Nếu nồng độ của các chất phân tích mục tiêu bằng hoặc vượt quá mức chấp nhận đối với chất phân tích đó, thì chất thải đó không đạt phép thử. Tuy nhiên, dịch chiết từ phương pháp thử này không nên được sử dụng để xác định nồng độ của các chất phân tích hữu cơ bay hơi.
- 1.7 Phương pháp thử này chỉ nhằm mô tả quy trình tiến hành một quá trình chiết theo mẻ. Phương pháp thử này không mô tả tất cả các yêu cầu về phân tích và lấy mẫu có thể kèm theo việc áp dụng phương pháp thử này.
- 1.8 Các giá trị được nêu theo đơn vị chuẩn SI hoặc theo đơn vị của Mỹ (inch-pound) là giá trị tiêu chuẩn. Các giá trị nêu ra trong ngoặc chỉ để cho mục đích thông tin.

1.9 Tiêu chuẩn này không đề cập đến các quy tắc an toàn liên quan đến việc áp dụng tiêu chuẩn. Người sử dụng tiêu chuẩn này phải có trách nhiệm lập ra các quy định thích hợp về an toàn và sức khoẻ, đồng thời phải xác định khả năng áp dụng các giới hạn quy định trước khi sử dụng. Xem Chú thích 8 về chú ý an toàn cụ thể.

4 Tài liệu viện dẫn

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

TCVN 2117:2009 (ASTM D1193 – 06), *Nước thuốc thử - Yêu cầu kỹ thuật*

ASTM D75, *Practice for sampling aggregates (Thực hành lấy mẫu tổ hợp)*

ASTM D420, *Guide to site characterization for engineering design and construction purposes (Hướng dẫn xác định đặc tính địa điểm cho mục đích thiết kế xây dựng và kỹ thuật)*

ASTM D635, *Terminology relating to soil, rock and contained fluids (Thuật ngữ liên quan đến đất, đá và dịch lỏng chứa trong đó)*

ASTM D1129, *Terminology relating to water (Thuật ngữ liên quan đến nước)*

ASTM D2234/D2234M, *Practice for collection of a gross sample of coal (Thực hành thu thập mẫu tổng của than)*

ASTM D3370, *Practice for collection of a gross sample of coal (Thực hành lấy mẫu nước từ các ống dẫn kín)*

ASTM E122, *Practice for calculating sample size to estimate, with specified precision, the average for a characteristic of a lot or process (Thực hành tính toán cỡ mẫu để ước lượng với độ chụm được qui định, giá trị trung bình cho một đặc tính của một lô hoặc quá trình)*

ASTM ES 16, *Practice for the generation of environmental data related to waste management activities (Thực hành tạo lập dữ liệu môi trường liên quan đến hoạt động quản lý chất thải).*

4 Thuật ngữ

Thuật ngữ dùng trong phương pháp thử này xem ở phần thuật ngữ tại ASTM D1129

4 Tóm tắt phương pháp (Xem Hình 1)

4.1 Đối với chất thải chứa chất rắn khô dưới 0,5 %, dịch lọc của chất thải sau khi lọc qua màng lọc sợi thủy tinh 0,6 μm đến 0,8 μm được coi là dịch chiết của phương pháp. Đối với chất thải như vậy, không yêu cầu tiến hành chiết.

4.2 Đối với chất thải chứa chất rắn khô nhiều hơn hoặc bằng 0,5 %, Nếu có dịch lỏng thì cần được tách ra khỏi pha rắn và bảo quản để phân tích sau đó. Còn pha rắn được chiết với một lượng dịch chiết bằng 20 lần lượng cân của pha rắn. Dịch chiết được dùng là một hàm số của tính kiềm của pha rắn của chất thải. Tiếp theo quá trình chiết, dịch chiết thể lỏng được tách khỏi pha rắn bằng quá trình lọc qua màng lọc sợi thủy tinh 0,6 μm đến 0,8 μm .

4.3 Nếu thích hợp (nghĩa là sẽ không phải gộp nhiều pha), pha lỏng ban đầu của chất thải được thêm vào dịch chiết thể lỏng và chúng được phân tích cùng với nhau. Nếu không thích hợp, các pha lỏng được phân tích tách biệt và kết quả được gộp lại theo cách toán học để thu được nồng độ trung bình theo thể tích.

5 Ý nghĩa và ứng dụng

5.1 Phương pháp thử này nhằm tạo ra một dịch chiết với nồng độ chất phân tích mục tiêu đại diện cho quá trình rỉ ra như dự kiến theo điều kiện mô phỏng, và điều này có thể so sánh được với mức nồng độ được chấp nhận trong các hoạt động chôn lấp, xử lý hoặc sản xuất chất thải.

5.2 Điều kiện chiết của phương pháp thử này được chọn để mô phỏng theo một kịch bản xử lý có khả năng mà các chất thải có thể chịu tác động.

5.3 Mục đích của phương pháp thử này là lượng axit trong dịch chiết phản ánh axit sẵn có từ nước rỉ rác của một khu chôn lấp cụ thể nơi chất thải đô thị và chất thải công nghiệp được chôn lấp cùng nhau.

5.4 Mục đích của phương pháp thử này là không để cho pH của dịch chiết thấp hơn pH của nước rỉ rác của một khu chôn lấp cụ thể nơi chất thải đô thị và chất thải công nghiệp được chôn lấp cùng. Do vậy, pH của dịch chiết được chọn theo những cân nhắc sau đây:

(1) pH không thấp hơn $4,93 \pm 0,05$ cho quá trình chiết những chất thải với khả năng trung hòa axit thấp hơn axit sẵn có trong toàn bộ thể tích của dịch chiết được dùng trong phương pháp này (Dịch chiết số 1).

(2) pH $2,88 \pm 0,05$, được qui định bằng pH của axit, cho quá trình chiết những chất thải với khả năng trung hòa axit cao hơn axit sẵn có trong toàn bộ thể tích của dịch chiết được dùng trong phương pháp này (Dịch chiết số 2).

5.5 Diễn giải và sử dụng các kết quả của phương pháp thử này bị hạn chế do giả thiết của kịch bản chôn lấp phối hợp đơn lẻ và do các yếu tố ảnh hưởng đến thành phần của nước rỉ rác bãi chôn lấp và hóa chất hoặc những khác biệt giữa một dịch chiết được chọn dùng và nước rỉ rác bãi chôn lấp.

5.6 Phương pháp thử này có thể bị ảnh hưởng do các thay đổi sinh học trong chất thải và phương pháp không được thiết kế để cách ly hoặc để đo ảnh hưởng của các quá trình như vậy.

5.7 Phương pháp thử này tạo ra các dịch chiết dùng được cho phép xác định cả các thành phần đa số và thiểu số. Khi thành phần thiểu số được xác định, điều đặc biệt quan trọng là cần chú ý trong lưu giữ và bảo quản mẫu để tránh các khả năng nhiễm bẩn mẫu.

5.8 Kỹ thuật khuấy, tốc độ khuấy, tỷ lệ chất lỏng/chất rắn và điều kiện lọc được qui định trong phương pháp này có thể là không phù hợp để chiết tất cả các loại chất thải.

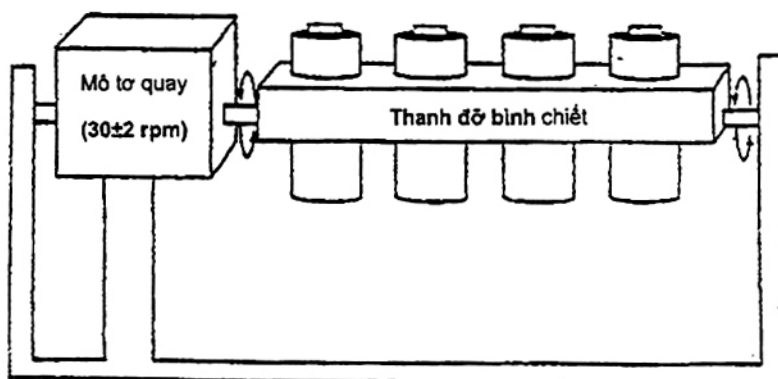
5.9 Phương pháp thử này nhằm để chiết các mẫu ở trạng thái vật lý nguyên bản của nó vì không có bất cứ quá trình làm giảm kích thước nào. Tuy nhiên, sự tương tác mẫu/dụng cụ chiết được dự kiến để tương quan với các điều kiện môi trường mà chất thải có thể trải qua.

5.10 Những điều kiện chiết qui định trong phương pháp thử này được kỳ vọng để thu được các nồng độ ở trạng thái ổn định, được xác định bằng tỷ lệ dịch chiết/chất rắn và quãng thời gian chiết, mà những điều kiện chiết này có thể hoặc không thể phù hợp với nồng độ của sự cân bằng.

6 Dụng cụ và vật liệu

6.1 Dụng cụ khuấy, có khả năng làm quay bình chiết quay vòng (xem Hình 2) với tốc độ 30 ± 2 r/min, với trục quay nằm ngang và đi qua trung tâm của bình chiết.

CHÚ THÍCH 1: Có thể sử dụng các dụng cụ tương tự có trục quay bố trí khác nếu có tính năng tương đương.



Hình 2 – Dụng cụ khuấy quay

6.2 Bình chiết, Các bình phù hợp gồm các bình hình trụ, dung tích tối thiểu 2 lít, đủ để chứa mẫu và dịch chiết. Bình chiết có thể được làm từ các vật liệu nhựa khác nhau, tùy thuộc vào các chất phân tích được quan tâm và bản chất của chất thải. Các bình bằng nhựa, ngoại trừ bình polytetrafluoroetylen, không nên sử dụng nếu cần phân tích các chất hữu cơ. Các bình này cần phải chắc và chịu được tác động của các mảnh mẫu va đập vào bình và phải có đệm gioăng bịt kín. Nên sử dụng loại băng polytetrafluoroetylen để đảm bảo bịt kín bình. Không nên sử dụng bình thủy tinh vì có thể bị vỡ.

CHÚ THÍCH 2: Các bình thích hợp là loại bình có đường kính khoảng từ 4 inch đến 4,5 inch (từ 102 mm đến 114 mm), chiều cao khoảng từ 8,5 inch đến 13 inch (từ 216 mm đến 330 mm).

6.3 Dụng cụ lọc, nên thực hiện tất cả các quá trình lọc bên trong tủ hút khí độc. Các loại nước cần được lọc bằng quá trình lọc sử dụng áp suất dương với loại khí trơ đã được tinh chế trước, như nitơ.

6.3.1 Giá đỡ màng lọc, có thể giữ được màng lọc sợi thủy tinh và có khả năng chịu được áp suất cần cho quá trình chiết (tối đa là 50 psi hoặc 345 kPa). Các dụng cụ này cần phải có thể tích chứa 300 mL và phải được lắp để chứa được loại màng lọc có kích thước tối thiểu 47 mm. (Nên dùng loại giá đỡ màng lọc có sức chứa trong 2,2 L và được lắp để chứa được màng lọc đường kính 142 mm).

6.3.1.1 Vật liệu của kết cấu, Các dụng cụ lọc cần phải được làm từ vật liệu trơ, không thôi nhiễm hoặc hấp phụ các chất phân tích được quan tâm. Dụng cụ thủy tinh, polytetrafluoroetylen hoặc bằng thép không gỉ loại 316 có thể được sử dụng khi các chất phân tích quan tâm vừa là chất hữu cơ và cả vô cơ. Dụng cụ làm từ polyetylen tỷ trọng cao (HDFE), từ polypropylen (PP) hoặc polyvinylclorua (PVC) có thể dùng được khi các chất vô cơ được quan tâm.

6.4 Màng lọc, làm từ thủy tinh bosilicat, không có các vật liệu liên kết và có kích thước lỗ hiệu dụng từ 0,6 μm đến 0,8 μm . Không được sử dụng màng lọc sơ bộ. Khi các chất phân tích được quan tâm là chất vô cơ, thì lúc đó màng lọc cần phải được rửa axit nitric 1N bằng cách ba lần súc rửa liên tiếp với nước thuốc thử loại II quy định trong TCVN 2117. (Nên dùng ít nhất 1 lít nước cho 1 lần súc rửa). Màng lọc sợi thủy tinh là dễ vỡ cho nên cần phải cẩn thận.

6.5 pH mét, có thể đọc được đến 0,01 đơn vị và có thể đo chính xác đến $\pm 0,05$ đơn vị ở 25 °C.

6.6 Cân phòng thí nghiệm, độ chính xác $\pm 0,01$ g (Tất cả các phép đo khối lượng là trong phạm vi $\pm 0,1$ g).

6.7 Cốc mỏ Beaker hoặc bình nón Elenmayer, bằng thủy tinh dung tích 500 mL và 2 L.

6.8 Mặt kính đồng hồ, có đường kính thích hợp để đặt được các cốc mỏ (cốc Beaker) hoặc bình tam giác (bình Elenmayer).

6.9 Khuấy từ.

6.10 Khuôn, hình trụ, làm từ vật liệu trơ không hấp phụ và không gây nhiễm bẩn, dùng để đúc mẫu thí nghiệm.

6.11 Dao trộn, mép thẳng được làm từ thép không gỉ.

6.12 Giấy không thấm hoặc giấy láng.

6.13 Bình định mức, loại 1L.

6.14 Tủ sấy, loại lò kiểm soát được nhiệt độ có khả năng duy trì nhiệt độ từ 85 °C đến 115 °C ± 5 °C.

6.15 Pipet chia độ, có vạch chia 0,1 mL.

6.16 Bếp điện, có lắp máy khuấy kiểm soát được nhiệt độ và có thể duy trì nhiệt độ ở 50 °C ± 3 °C.

6.17 Ống đong chia độ, độ chính xác $\pm 3\%$.

7 Thuốc thử

7.1 Độ tinh khiết của thuốc thử, sử dụng hóa chất cấp thuốc thử trong tất cả các phép thử. Nếu không có quy định riêng, thì sử dụng các hóa chất có độ tinh khiết tương đương nhưng không được làm giảm độ chính xác của phép thử.

7.2 Độ tinh khiết của nước, Nếu không có các quy định riêng, thì nước được đề cập đến trong tiêu chuẩn này là nước thuốc thử, loại II như quy định trong TCVN 2117 (ASTM 1193-06).

7.3 Axit clohydric (HCl), 1 N, được chuẩn bị từ thuốc thử cấp tinh khiết ACS.

7.4 Axit nitric (HNO₃) 1 N, được chuẩn bị từ thuốc thử cấp tinh khiết ACS.

7.5 Natri Hydroxit (NaOH), 1 N, được chuẩn bị từ thuốc thử cấp tinh khiết ACS.

7.6 Axit axetic băng (CH₃COOH) được chuẩn bị từ thuốc thử cấp tinh khiết ACS.

7.7 Dịch chiết, cần phải chuẩn bị một số lọ hoặc một số thể tích dịch chiết tương ứng với số phép chiết. Thể tích cần cho một lần chiết đơn lẻ khoảng 2 lít. Dịch chiết cần phải được quan sát thường xuyên để xem có tạp chất hay không. pH của dịch chiết cần phải được đo trước khi chiết để đảm bảo các dịch chiết đó được chuẩn bị đúng. Nếu thấy dịch chiết có tạp chất hoặc pH không nằm trong khoảng quy định thì cần đổ bỏ và pha dịch chiết mới.

7.7.1 Dịch chiết số 1, Cho 5,7 mL axit axetic băng vào 500 mL nước thuốc thử, thêm 64,3 mL NaOH 1N và pha loãng đến thể tích 1 L. Nếu pha đúng, pH của dịch chiết này sẽ là $4,93 \pm 0,05$.

7.7.2 Dịch chiết số 2, Hòa loãng 5,7 mL axit axetic băng với nước thuốc thử đến thể tích 1 L. Nếu pha đúng, pH của dịch chiết này sẽ là $2,88 \pm 0,05$.

8 Lấy mẫu

8.1 Nếu phải thử nghiệm mẫu đại diện của chất thải thì sử dụng phương pháp lấy mẫu ASTM được biên soạn cho chất thải của ngành công nghiệp cụ thể, nếu có sẵn phương pháp này (xem ASTM D75, ASTM D420, ASTM D3370, ASTM D653 và ASTM D2234/D2234M).

8.2 Tất cả mẫu phải được thu thập theo kế hoạch lấy mẫu phù hợp để đảm bảo mẫu mang tính tổng thể và đại diện (xem ASTM E122).

8.3 Khi có sẵn các phương pháp riêng, cần phải dùng phương pháp luận lấy mẫu đối với các vật liệu có dạng vật lý giống nhau.

8.4 Điều quan trọng là mẫu của chất thải phải đại diện theo diện tích bề mặt, vì những biến động theo diện tích bề mặt sẽ ảnh hưởng trực tiếp đến đặc tính chiết của mẫu. Mẫu của chất thải cần phải chứa một phân bố đại diện các kích thước hạt.

CHÚ THÍCH 3: Thông tin về lấy mẫu đại diện có thể xem trong *Lý thuyết và thực hành lấy mẫu* của Pierre Gy

8.5 Cần phải có khoảng 100 g mẫu pha rắn cho mỗi lần chiết. Đánh giá sơ bộ cũng cần 100 g mẫu pha rắn. Có thể cần cỡ mẫu lớn hơn cũng, tùy theo hàm lượng chất rắn của mẫu chất thải (xem 10.2.9 về phần trăm chất rắn).

8.6 Cần phải tạo ra đủ dịch chiết sao cho thể tích sẽ đủ cho tất cả các phép phân tích như yêu cầu. Nếu thể tích dịch chiết tạo được từ thực hiện một mẻ chiết mà sẽ không đủ để tiến hành tất cả các phép phân tích cần thực hiện, thì nên tiến hành nhiều mẻ chiết và dịch chiết thu được từ mỗi mẻ chiết được gộp lại và lấy ra một phần để phân tích.

8.7 Để đánh giá các chất thải đã được hóa rắn hoặc được ổn định hóa, hoặc cả hai, mẫu có thể được đúc thành hình trụ mà sẽ cho vào được trong dụng cụ chiết. Các hình trụ như vậy có thể dùng để đánh giá. Mẫu đúc có thể được để xử lý trong 30 ngày trước khi tiến hành quy trình chiết. Đối với các vật liệu nguyên khối khác, có thể tạo thành lõi sao cho vừa với dụng cụ chiết. Các vật liệu thải áp dụng quy trình đúc hoặc tạo thành lõi có thể gồm có vật liệu bê tông, đá, mặt sắt, v.v...

8.8 Cần có thêm mẫu cho các biện pháp kiểm soát chất lượng.

9 Xử lý và chuẩn bị mẫu

9.1 Đối với các chất thải rắn dễ chảy thành dòng, thu mẫu theo yêu cầu của Điều 8 bằng cách chia tư mẫu nhận được trên một tấm giấy láng không thấm hoặc trên một vật liệu khác mềm không gây nhiễm bẩn, như sau:

9.1.1 Đổ mẫu lên phần chính giữa của tờ giấy.

9.1.2 Dàn mẫu nhẹ nhàng với dao trộn phù hợp cho đến khi mẫu trải đều với chiều dày ít nhất bằng hai lần đường kính của hạt lớn nhất có trong mẫu.

9.1.3 Tiếp tục trộn mẫu bằng cách nhấc một góc của tờ giấy và kéo thấp về phía góc đối diện làm sao cho vật liệu mẫu lăn tròn. Để góc giấy trở về vị trí như ban đầu của nó. Tiếp tục thao tác này với từng góc theo hướng chiều kim đồng hồ. Làm đi làm lại mười lần.

9.1.4 Nhấc cùng lúc cả bốn góc của tờ giấy vào giữa trung tâm và giữ bốn góc cùng với nhau, nhấc toàn bộ tờ giấy lên cao để tạo thành hình chiếc túi đựng mẫu.

9.1.5 Làm lại bước thao tác 9.1.2

9.1.6 Nhẹ nhàng chia mẫu thành bốn phần với dao trộn mép thẳng, với điều kiện là một phần mẫu chỉ là một luống mẫu đã được dàn thành ụ. Cố gắng không ấn dao trộn quá mạnh để tránh làm hư hại các hạt mẫu.

9.1.7 Lấy một phần và gạt các phần kế tiếp.

9.1.8 Nếu còn cần giảm thể tích mẫu thêm nữa thì làm nhắc lại từ 9.1.3 đến 9.1.7. Sử dụng một thể tích mẫu để cho 100 g chất rắn cho mỗi mẻ chiết. Cung cấp mẫu bổ sung cho đánh giá sơ bộ.

9.2 Đối với chất thải rắn được tạo lõi ở hiện trường hoặc được đúc khuôn trong phòng thí nghiệm, thì cắt lấy một phần mẫu đại diện khoảng 100 g cho mỗi lần chiết cộng với mẫu để đánh giá sơ bộ. Lấy mẫu để đánh giá sơ bộ cùng thời gian với lấy các mẫu để thử nghiệm.

9.2.1 Nếu cần, tạo hình cho mẫu sao cho kích thước lớn nhất của mẫu sẽ không vượt quá bán kính của bình chiết. (Vật liệu chiết cần phải dịch chuyển dễ dàng trong khi bị ngập đầy dịch chiết).

9.3 Không được thêm chất bảo quản vào mẫu trước khi chiết.

9.4 Đối với chất thải có nhiều pha, thì cần trộn kỹ để đảm bảo lấy được mẫu đại diện.

9.5 Các mẫu được lưu giữ ở 4 °C để giảm thiểu các thay đổi do các quá trình sinh học. Nếu xảy ra kết tủa thì toàn bộ mẫu (kể cả kết tủa) hiện có ở nhiệt độ phòng (xem 4.1 và 4.2) cần được sử dụng.

9.6 Dịch chiết và dịch lọc của phương pháp cần được chuẩn bị cho phân tích và phân tích càng nhanh càng tốt. Các dịch chiết và dịch lọc hoặc các phần của chúng dùng cho xác định các chất phân tích là kim loại cần được axit hóa bằng axit nitric đến pH < 2, nếu không, sẽ dẫn đến kết tủa. Để giảm thiểu thất thoát, các dịch chiết và dịch lọc hoặc các phần của chúng dùng cho xác định nhiễm bẩn hữu cơ không để tiếp xúc với khí quyển.

9.7 Thời gian giữ mẫu tối đa (tính theo ngày) được nêu trong Bảng 1.

Bảng 1 — Thời gian giữ mẫu tối đa, ngày

Thành phần	Từ khi thu thập mẫu ở hiện trường đến khi chiết	Từ khi kết thúc chiết đến khi bắt đầu lọc, giờ	Từ khi chiết theo phương pháp đến khi chiết phân tích	Từ khi chiết để phân tích đến khi phân tích hóa	Tổng thời lượng, ngày
Hữu cơ	14	2	7	40	61
Thủy ngân	28	2	—	28	56
Vô cơ, trừ Hg	180	2	—	180	360

10 Đánh giá sơ bộ và quy trình chiết trước

10.1 Thực hiện đánh giá phương pháp sơ bộ với ít nhất phần mẫu nhỏ từ 100 g chất thải. Mẫu nhỏ này có thể không trải qua quá trình chiết thực sự. Những đánh giá sơ bộ này gồm xác định những nội dung sau đây: (1) phần trăm chất rắn, (2) chất thải có chứa chất rắn khô trên 0,5 % hay không và (3) loại dịch chiết nào trong hai loại dịch chiết được dùng để chiết chất thải.

10.2 **Xác định sơ bộ phần trăm chất rắn** – Phần trăm chất rắn được định nghĩa là phần của mẫu chất thải (như là phần trăm của toàn bộ mẫu w/w) không có chất lỏng được ép chảy ra bằng sử dụng áp suất như mô tả dưới đây.

10.2.1 Nếu chất thải hiển nhiên sẽ không có dịch lỏng chảy ra khi sử dụng lọc áp suất theo phương pháp này (nghĩa là 100 % chất thải là chất rắn) thì tiến hành theo 10.4.

CHÚ THÍCH 4: Một số vật liệu nhìn có vẻ là chất rắn khô nhưng có thể tiết ra dịch lỏng khi chịu tác động của áp suất, ví dụ chất hấp phụ, bã lọc, sơn và các loại bùn. Nếu không chắc chắn thì tiến hành đến bước lọc (10.2.2).

10.2.2 Nếu mẫu là chất lỏng hoặc là có nhiều pha, cần tách chất lỏng/chất rắn để thực hiện đánh giá sơ bộ về phần trăm chất rắn. Việc này liên quan đến dụng cụ lọc như mô tả trong 6.3, và quy trình được mô tả từ 10.2.3 đến 10.2.9.

10.2.3 Cân trước màng lọc và bình sẽ dùng chứa hứng dịch lọc.

10.2.4 Lắp giá đỡ màng lọc và màng lọc theo hướng dẫn của nhà chế tạo. Đặt màng lọc lên màn đỡ và vận chặt.

10.2.5 Cân ra một mẫu đại diện của chất thải (tối thiểu 100 g) và ghi lại lượng cân này.

10.2.6 Để cho các lớp mỏng sên sệt đứng yên để pha rắn lắng xuống. Nếu chất thải lắng chậm thì có thể li tâm trước khi lọc. Nếu li tâm thì dịch lỏng được gạn ra và lọc theo quá trình lọc của phần chất rắn của mẫu chất thải qua cùng hệ thống lọc như nhau.

10.2.7 Chuyển toàn bộ mẫu chất thải vào giá đỡ màng lọc (pha lỏng và pha rắn). Dàn đều mẫu chất thải khắp bề mặt của màng lọc. Để mẫu trong dụng cụ lọc về nhiệt độ phòng trước khi lọc.

CHÚ THÍCH 5: Nếu một vài vật liệu thải (> 1 % lượng cân mẫu ban đầu) đã dính vào bình đựng được dùng để chuyển mẫu vào dụng cụ lọc thì xác định lượng cân của phần mẫu dính này và được trừ khỏi lượng cân của mẫu được xác định trong 10.2.5 để biết đúng lượng cân thực của mẫu sẽ được lọc.

10.2.7.1 Từ từ dùng áp suất nhẹ từ 1 psi đến 10 psi (7 kPa đến 70 kPa), cho đến khi khí nén di chuyển qua màng lọc. Nếu ở thời điểm này chưa đạt đến áp suất dưới 10 psi (69 kPa) và không thấy thêm chất lỏng nào chảy qua màng lọc trong quãng thời gian 2 min thì tăng từ từ áp suất từ 10 psi (69 kPa) đến mức tối đa là 50 psi (345 kPa). Sau mỗi lần tăng áp suất 10 psi (69 kPa), nếu khí nén không di chuyển qua màng lọc và nếu không thấy thêm chất lỏng chảy qua màng lọc trong quãng thời gian 2 min thì tăng tiếp áp suất một lần 10 psi. Khi khí nén bắt đầu di chuyển qua màng lọc hoặc khi dịch lỏng ngừng chảy ở áp suất 50 psi (nghĩa là quá trình lọc không cho ra thêm dịch lọc nào trong thời gian 2 min) thì dừng lọc.

CHÚ THÍCH 6: Áp suất cao áp dụng tức thời có thể làm hỏng màng lọc sợi thủy tinh và gây tắc nghẽn.

10.2.8 Vật liệu trong màng lọc được coi là pha rắn của chất thải và dịch lọc được coi là pha lỏng.

CHÚ THÍCH 7: Một số chất thải, như chất thải dầu mỡ và một số loại chất thải sơn sẽ chứa một số vật liệu giống như chất lỏng. Ngay cả sau khi áp dụng lọc áp suất như mô tả trong 10.2.7, vật liệu này có thể không lọc được. Nếu gặp trường hợp như vậy, vật liệu bên trong dụng cụ lọc được coi là pha rắn. Không thay thế màng lọc ban đầu ở mọi tình huống. Chỉ sử dụng một màng lọc.

10.2.9 Xác định lượng cân của pha lỏng bằng cách trừ lượng cân của bình chứa dịch lọc (xem 10.2.3) khỏi tổng lượng cân của bình này và dịch lọc. Xác định lượng cân của pha rắn của mẫu chất thải bằng cách trừ lượng cân của pha lỏng ra khỏi tổng lượng cân của mẫu chất thải, như được xác định theo 10.2.5 hoặc 10.2.7. Ghi lại lượng cân của các pha lỏng và pha rắn. Tính phần trăm chất rắn như sau:

$$\text{Phần trăm chất rắn} = \frac{\text{lượng cân của chất rắn (10.2.9)}}{\text{tổng lượng cân của chất thải (10.2.5 hoặc 10.2.7)}} \times 100 \quad (1)$$

10.3 Nếu phần trăm chất rắn được xác định theo 10.2.9 là bằng hoặc lớn hơn 0,5 %, làm tiếp với pha rắn đã lọc theo 10.3.1. Nếu phần trăm chất rắn được xác định theo 10.2.9 là nhỏ hơn 0,5 %, thì pha lỏng ban đầu trở thành dịch chiết của phương pháp này. Đo pH và làm tiếp với dịch chiết này của phương pháp đến 11.16.

10.3.1 Lấy pha rắn và màng lọc ra khỏi dụng cụ lọc.

10.3.2 Sấy màng lọc và pha rắn ở nhiệt độ $100\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ cho đến khi hai lượng cân liên tiếp thu được cùng một giá trị trong giới hạn 1 % của lần cân sau cùng. Ghi lại lượng cân cuối cùng.

CHÚ THÍCH 8: Thận trọng Đảm bảo là chất rắn được sấy không bị bốc cháy. Nên dùng lò sấy được thông gió vào tủ hút hoặc thiết bị thích hợp khác.

10.3.3 Tính toán phần trăm chất rắn khô như sau:

$$\text{Phần trăm chất rắn khô} = \frac{(\text{lượng cân của chất thải khô + màng lọc}) - \text{khối lượng bị của màng lọc}}{\text{lượng cân ban đầu của chất thải (10.2.5 hoặc 10.2.7)}} \quad (2)$$

10.3.4 Nếu phần trăm chất rắn khô là nhỏ hơn 0,5 %, thì pha lỏng ban đầu trở thành dịch chiết của phương pháp. Làm tiếp với dịch chiết này đến 11.16. Đo pH của dịch chiết. Nếu phần trăm chất rắn khô là lớn hơn hoặc bằng 0,5 %, quay trở lại từ bắt đầu của mục này và lọc một phần nhỏ, còn tươi mới của chất thải để xác định dịch chiết thích hợp (10.4). Vì mẫu nguyên bản đã bị phá hủy do sấy và đánh giá sơ bộ ban đầu đã được hoàn thành, làm tiếp theo 11.3 để tiến hành quy trình chiết với một mẫu mới.

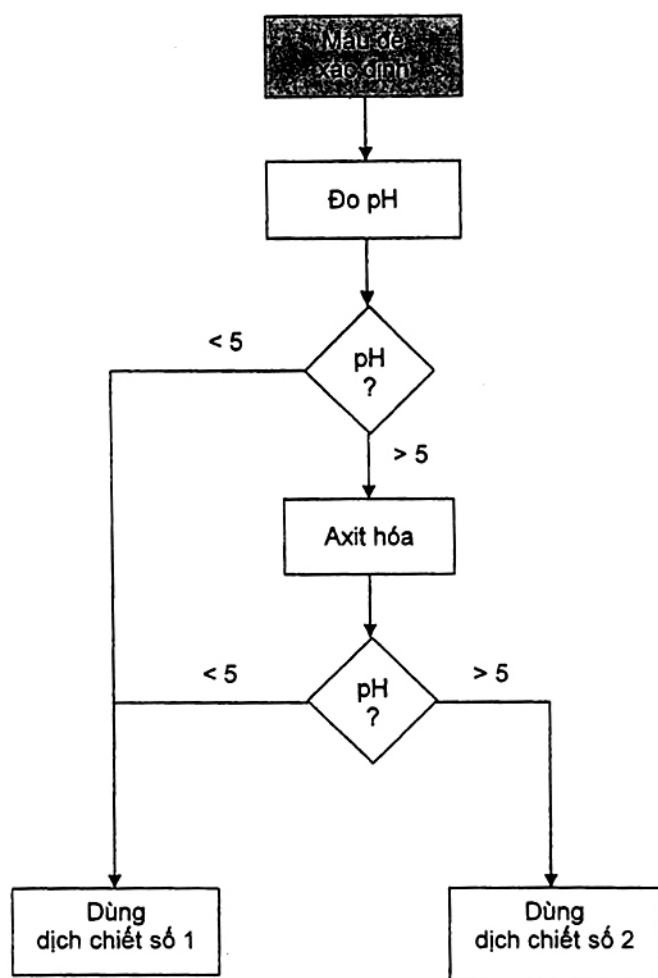
10.4 Xác định dịch chiết thích hợp (xem Hình 3) — Nếu hàm lượng chất rắn khô của chất thải lớn hơn hoặc bằng 0,5 %, tiến hành phép xác định dịch chiết thích hợp (7.7) được dùng cho quá trình chiết như sau:

10.4.1 Cân một mẫu phụ nhỏ của pha rắn của chất thải; giảm chất rắn, nếu cần đến kích thước đường kính mảnh khoảng 1 mm hoặc nhỏ hơn; chuyển 5 g pha rắn của chất thải vào cốc mở dung tích 500 mL hoặc vào một bình tam giác.

10.4.2 Thêm 96,5 mL nước dùng cho phân tích vào cốc mở, đập lại với mặt kính đồng hồ và khuấy kỹ trong 5 min bằng máy khuấy từ. Đo và ghi lại pH. Nếu $\text{pH} < 5$ thì sử dụng dịch chiết số 1. Tiến hành đến Điều 11.

10.4.3 Nếu pH ở 10.4.2 là > 5 thì thêm vào 3,5 mL axit HCl 1N, đập lại với mặt kính đồng hồ, làm nóng đến $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ và giữ ở nhiệt độ này trong 10 min.

10.4.4 Để dung dịch nguội đến nhiệt độ phòng và ghi lại pH. Nếu $\text{pH} < 5$ thì sử dụng dịch chiết số 1, nếu $\text{pH} > 5$ thì sử dụng dịch chiết số 2. Tiến hành đến Điều 11.



Hình 3 – Phép xác định dịch chiết

10.5 Nếu lượng nhỏ của chất thải được dùng để đánh giá sơ bộ (10.2 đến 10.4) được xác định là 100 % chất rắn tại bước 10.2.1, thì chất thải này có thể được dùng cho phép chiết trong Điều 11 (giả thiết rằng mẫu chất thải vẫn còn lại đủ 100 g). Lượng nhỏ của chất thải được trải qua quá trình 10.2.7 có thể là phù hợp để dùng cho Điều 11 nếu có được một lượng chất rắn phù hợp (như được xác định bằng 10.2.9). Lượng chất rắn cần thiết cũng tùy thuộc là lượng dịch chiết sẽ được tạo ra đủ hay không để dùng cho quá trình phân tích đối với các chất phân tích đã định. Nếu lượng chất rắn đủ vẫn còn lại thì đi tiếp theo đến 11.11.

11 Quá trình chiết

11.1 Yêu cầu cần một cỡ mẫu tối thiểu là 100g (pha rắn và pha lỏng). Cỡ mẫu lớn hơn cũng có thể cần trong một số trường hợp, tùy theo hàm lượng chất rắn của mẫu chất thải (phần trăm chất rắn, xem 10.2), pha lỏng ban đầu (dịch chiết) có hòa trộn được hay không với dịch chiết thể nước của chất rắn; các chất vô cơ, hữu cơ bán bay hơi, hóa chất trừ cỏ, trừ sâu, tất cả có cần phân tích hay không. Nếu

lượng dịch chiết được tạo ra từ một lần chiết đơn lẻ không đủ cho việc tiến hành tất cả các phép phân tích thì có thể tiến hành nhiều hơn một lần chiết và dịch chiết thu được từ mỗi lần có thể được gộp lại và lượng mẫu nhỏ được lấy ra để phân tích.

11.2 Nếu chất thải không cho chất lỏng nào khi trải qua lọc áp suất (nghĩa là 100 % là chất rắn; 10.2), thì cân ra một mẫu đại diện của chất thải (tối thiểu là 100 g) và tiến hành theo 11.10.

11.3 Nếu mẫu giống như chất lỏng hoặc mẫu nhiều pha, cần phải tách pha lỏng/pha rắn. Điều này liên quan đến dụng cụ lọc như được mô tả trong 6.3 và được trình bày trong các điều từ 11.4 đến 11.9.

11.4 Cân trước bình sẽ dùng để hứng chứa dịch lọc.

11.5 Lắp màng lọc, giá đỡ màng lọc theo hướng dẫn của nhà chế tạo. Đặt màng lọc lên màn đỡ và vận chặt. Rửa màng lọc với axit nếu cần phân tích chất vô cơ (xem 6.4).

CHÚ THÍCH 9: Những màng lọc được rửa bằng axit có thể dùng cho tất cả các quá trình chiết, ngay cả khi các chất vô cơ không được quan tâm.

11.6 Cân ra một mẫu đại diện của chất thải (tối thiểu 100 g) và ghi lại lượng cân này. Nếu chất thải chứa chất rắn khô < 0,5 % (10.3) thì phần chất lỏng của chất thải, sau khi lọc được coi là dịch chiết của phương pháp. Vì thế, cần lọc đủ mẫu sao cho lượng chất lỏng đã lọc sẽ đủ cho tất cả các phép phân tích theo yêu cầu. Đối với chất thải chứa chất rắn khô > 0,5 % (10.2 hoặc 10.3), sử dụng thông tin về phần trăm chất rắn khô thu được ở mục 10.2 để xác định cỡ mẫu tối ưu (tối thiểu là 100 g) để lọc. Cần phải lọc đủ phần chất rắn để giúp cho các phân tích được thực hiện với dịch chiết của phương pháp.

11.7 Để yên các lớp mỏng sên sệt để pha rắn lắng xuống. Chất thải lắng chậm thì có thể li tâm trước khi lọc. Chỉ sử dụng li tâm như là một sự trợ giúp cho quá trình lọc. Nếu li tâm chất thải thì dịch lỏng được gạn ra và lọc theo quá trình lọc phần chất rắn của mẫu chất thải qua cùng hệ thống lọc như nhau.

11.8 Chuyển toàn bộ mẫu chất thải vào giá đỡ màng lọc (pha lỏng và pha rắn). Dàn đều mẫu chất thải khắp bề mặt của màng lọc. Để mẫu trong dụng cụ lọc có được nhiệt độ phòng trước khi lọc.

CHÚ THÍCH 10: Nếu một vài vật liệu thải (>1 % lượng cân mẫu ban đầu) đã dính vào bình đựng được dùng để chuyển mẫu vào dụng cụ lọc thì xác định lượng cân của phần mẫu dính này và trừ đi khỏi lượng cân của mẫu được xác định trong 10.2.5 để biết đúng lượng cân thực của mẫu sẽ được lọc.

11.8.1 Từ từ dùng áp suất nhẹ từ 1 psi đến 10 psi (7 kPa đến 70 kPa), cho đến khi khí nén di chuyển qua màng lọc. Nếu ở thời điểm này chưa đạt đến áp suất dưới 10 psi (69 kPa) và không thấy thêm chất lỏng nào chảy qua màng lọc trong quãng thời gian 2 min thì tăng từ từ áp suất từ 10 psi (69 kPa) đến mức tối đa là 50 psi (345 kPa). Sau mỗi lần tăng áp suất 10 psi (69 kPa), nếu khí nén không di chuyển qua màng lọc và nếu không thấy thêm chất lỏng chảy qua màng lọc trong quãng thời gian 2 min thì tăng tiếp áp suất một lần 10 psi. Khi khí nén bắt đầu di chuyển qua màng lọc hoặc khi dịch lỏng ngừng chảy ở áp suất 50 psi (nghĩa là quá trình lọc không cho ra thêm dịch lọc nào trong thời gian 2 min), thì dừng lọc.

CHÚ THÍCH 11: Áp suất cao áp dụng tức thời có thể làm hỏng màng lọc sợi thủy tinh và gây tắc nghẽn.

11.9 Vật liệu trong màng lọc được coi là pha rắn của chất thải và dịch lọc được coi là pha lỏng. Đo pH của dịch lọc. Đo thể tích của dịch lọc (V_f) nếu số liệu được gộp lại. Sử dụng ống đong chia độ để đo thể tích. Pha lỏng lúc này có thể được phân tích (xem 11.13) hoặc bảo quản ở 4°C cho đến khi phân tích.

11.10 Nếu chất thải chứa các chất rắn khô < 0,5 % (xem 10.3), làm tiếp theo 11.14. Nếu chất thải chứa các chất rắn khô > 0,5 % (xem 10.2 hoặc 10.3), làm tiếp theo 11.11.

11.11 Chuyển toàn bộ tồn lưu chất rắn giữ lại ở màng lọc, hoặc là mẫu chất rắn nếu đã không cần lọc, vào một bình chiết. Kể cả màng lọc nếu nó đã được dùng để tách chất lỏng ban đầu khỏi pha rắn.

11.12 Xác định lượng dịch chiết cho vào dụng cụ chiết như sau:

$$\text{lượng cân dịch chiết} = \frac{20 \times \text{phần trăm chất rắn (10.2.9)} \times \text{lượng cân màng lọc chất thải (11.6 hoặc 10.2.9)}}{100} \quad (3)$$

Cho lượng dịch chiết thích hợp từ từ vào bình chiết (xem 10.4). Đậy kín bình chiết (nên sử dụng bằng polytetrafluoroetylen để đảm bảo chặt kín), lắp chặt vào dụng cụ khuấy quay và quay ở 30 r/min $\pm$ 2 r/min trong 18 h $\pm$ 2 h. Nhiệt độ môi trường (nghĩa là nhiệt độ phòng nơi thực hiện quá trình chiết) cần được duy trì ở 23 °C $\pm$ 2 °C trong quãng thời gian chiết.

CHÚ THÍCH 13: Khi quá trình khuấy tiếp diễn, đối với một vài loại chất thải (ví dụ chất thải chứa vôi hoặc canxi cacbonat có thể sinh ra khí cacbon dioxide), bên trong bình chiết có thể tích tụ áp suất. Để làm giảm sự tăng áp suất, bình chiết có thể được đưa vào trong tủ hút khí độc và thỉnh thoảng cần thận mở nắp (ví dụ sau 15 min, sau 30 min và 1 h).

11.13 Trong vòng 2 h, tiếp theo sau 18 h $\pm$ 2 h chiết, bắt đầu quá trình tách vật liệu trong bình chiết thành pha lỏng và pha rắn bằng cách lọc qua một màng lọc sợi thủy tinh mới như được nêu trong 11.8. Đối với quá trình chiết dịch chiết sau cùng của phương pháp, màng lọc sợi thủy tinh có thể được thay nếu thấy cần thiết để lọc được nhanh. Màng lọc cần được rửa axit (xem 6.4) nếu liên quan đến các chất vô cơ.

11.14 Chuẩn bị dịch chiết của phương pháp như sau:

11.14.1 Nếu chất thải không chứa pha lỏng ban đầu, vật liệu lỏng lọc được thu được từ 11.13 được coi là dịch chiết của phương pháp. Đi tiếp theo 11.15.

11.14.2 Nếu thích hợp (ví dụ, không phải gộp nhiều pha lại), gộp dịch lỏng đã lọc tạo ra từ bước 11.13 với pha lỏng ban đầu của chất thải thu được trong bước 11.8. Dịch lỏng được gộp lại này được coi là dịch chiết của phương pháp. Đi tiếp theo 11.15.

11.14.3 Nếu pha lỏng ban đầu của chất thải như thu được trong bước 11.8 là không hoặc có thể tương thích với dịch lỏng lọc được ở 11.13 thì không gộp các dịch lỏng này. Phân tích các dịch lỏng này, được coi là dịch chiết của phương pháp, và gộp các kết quả lại như mô tả trong 11.15.

11.15 Tiếp theo sau việc thu gom dịch chiết của phương pháp, cần đo và ghi lại pH của dịch chiết này. Cần phải đo thể tích của dịch chiết (V_2) nếu thể tích này là được gộp lại theo cách toán học. Sử dụng ống đong chia độ để đo thể tích. Lấy ra ngay phần mẫu nhỏ để phân tích từ dịch chiết và bảo quản. Lượng mẫu nhỏ để phân tích kim loại phải được axit hóa với axit nitric 1 N đến pH < 2. Nếu quan sát thấy kết tủa khi thêm axit nitric vào lượng nhỏ của mẫu nhỏ thì phần còn lại của dịch chiết để phân tích kim loại sẽ không được axit hóa và dịch chiết này cần phải được phân tích càng nhanh càng tốt. Tất cả các mẫu nhỏ phải được bảo quản lạnh (4 °C) cho đến khi phân tích. Dịch chiết của phương pháp cần được chuẩn bị và phân tích theo các phương pháp phân tích thích hợp. Dịch chiết của phương pháp được dùng để phân tích kim loại cần được xử lý bằng axit trừ khi việc xử lý này có thể gây ra thất thoát các chất ô nhiễm kim loại. Nếu phép phân tích một dịch chiết chưa qua xử lý cho thấy nồng độ bất kỳ kim loại ô nhiễm nào được quy định vượt quá mức chấp nhận, thì chất thải đó không phù hợp với phép thử này và việc xử lý dịch chiết là không cần thiết. Tuy nhiên, chỉ số liệu từ các dịch chiết chưa được xử lý không thể được sử dụng để chứng tỏ là chất thải đáp ứng mức chấp nhận đã qui định. Nếu các pha riêng rẽ được phân tích tách biệt, thì xác định thể tích của các pha riêng lẻ (đến $\pm 3\%$) bằng sử dụng phễu tách và ống đong chia độ. Tiến hành các phép phân tích phù hợp và gộp các kết quả lại bằng trung bình trọng số theo thể tích:

$$\text{Nồng độ chất phân tích} = \frac{(V_1) \cdot (C_1) + (V_2) \cdot (C_2)}{V_1 + V_2} \quad (4)$$

Trong đó

V_1 là thể tích của pha ban đầu (dịch lọc, L)

C_1 là nồng độ của chất ô nhiễm quan tâm trong pha ban đầu (mg/L)

V_2 là thể tích của dịch chiết (L) và

C_2 là nồng độ của chất phân tích quan tâm trong dịch chiết (mg/L).

CHÚ THÍCH 14: Nếu V_1 hoặc V_2 đã không tìm được, thì dùng giới hạn phù hợp vào trong tính toán.

11.16 So sánh nồng độ chất phân tích của dịch chiết phương pháp này với các giá trị so sánh được áp dụng. Tham khảo theo Điều 13 về các yêu cầu đảm bảo chất lượng.

12 Báo cáo

12.1 Báo cáo các thông tin sau đây:

12.1.1 Tất cả các giá trị pH của dịch chiết phương pháp này;

12.1.2 Nồng độ của tất cả các chất phân tích quan tâm như đo được trong 11.6 hoặc tính toán được trong 11.15;

12.1.3 Loại dịch chiết được sử dụng;

12.1.4 Hàm lượng chất rắn của mẫu, và

12.1.5 Hàm lượng chất rắn khô của mẫu nếu hàm lượng chất rắn là > 0,5 %.

13 Yêu cầu đảm bảo chất lượng

13.1 Duy trì tất cả các dữ liệu, kể cả dữ liệu đảm bảo chất lượng và lưu giữ sẵn sàng để tham chiếu hoặc thanh tra.

13.2 Tất cả các biện pháp kiểm soát chất lượng được mô tả trong các phương pháp phân tích tương ứng cần phải được tuân theo. Nếu các yêu cầu kiểm soát chất lượng phân tích không được quy định trong phương pháp tương ứng, thì tuân thủ các yêu cầu trong 11.3 và 11.4 và tham khảo theo ASTM ES 16.

13.3 Sử dụng tối thiểu một mẫu trắng (sử dụng cùng dịch chiết và dụng cụ như được sử dụng cho các mẫu) cho từng mười mẻ chiết đã được thực hiện như một phép kiểm tra để xác định xem có xảy ra các hiệu ứng nhớ từ dụng cụ chiết hay không.

13.4 Cần thực hiện một mẫu thêm cho từng loại chất thải để xem các thành phần của nền mẫu chất thải có khác nhau đáng kể hay không.

CHÚ THÍCH 15: Nền giả thiết từng mẫu có các thành phần khác nhau trừ khi các dữ liệu trước đó sẽ chỉ ra là không phải (ví dụ, lấy mẫu thường kỳ của các dòng thải của quá trình ở trạng thái ổn định). Nếu hơn 20 mẫu của cùng chất thải đang được thử nghiệm, mẫu thêm phải được tiến hành cho từng lô 20 mẫu.

13.4.1 Nếu cần, mẫu thêm được thêm vào sau quá trình lọc và gộp lại của dịch chiết phương pháp và trước bảo quản.

13.4.2 Mức nồng độ của mẫu thêm cần phải được xác lập ở mức chấp nhận phù hợp. Nếu nồng độ chất phân tích trong dịch chiết của phương pháp là thấp hơn một phần hai mức chấp nhận, mức nồng độ mẫu thêm có thể là thấp bằng một phần hai của nồng độ chất phân tích. Tuy nhiên, không được thấp hơn giới hạn định lượng hoặc một phần năm mức chấp nhận. Nhằm tránh sự sai khác trong các hiệu ứng nền mẫu, thành phần mẫu thêm cần phải được bổ sung theo cùng thể tích danh định của dịch chiết phương pháp được dùng phân tích mà không bổ sung mẫu thêm.

13.4.3 Mục đích của mẫu thêm là để giám sát tính năng của phương pháp phân tích được dùng và để xác định xem có sự cản trở của nền mẫu hay không. Việc sử dụng các phương pháp hiệu chuẩn nội bộ, cải biên các phương pháp phân tích khác, hoặc sử dụng các phương pháp phân tích thay thế có thể cần để đo một cách chính xác nồng độ chất phân tích của dịch chiết theo phương pháp này khi độ thu hồi của mẫu thêm dưới tính năng phát hiện của phương pháp phân tích được dự kiến sử dụng.

13.4.4 Thời gian lưu giữ mẫu được chấp nhận được nêu trong 9.7. Vượt quá thời gian lưu giữ mẫu thì không được chấp nhận để chứng thực mọi sự tuân thủ với mức chấp nhận, nhưng mẫu vẫn có thể được dùng nếu mẫu không dùng để chứng minh sự tuân thủ.

14 Độ chụm và độ chệch

14.1 Độ chụm: Độ chụm của quy trình trong phương pháp thử để đo sự phân hủy mẫu, tăng diện tích bề mặt này đã được đánh giá. Những phần còn lại trên rây cỡ lỗ 9,5 mm được đo trong ba phòng

thí nghiệm. Trong mỗi phòng thí nghiệm các mẫu đúp, nguyên khối không lọt qua qua rây cỡ lỗ 9,5 mm của bốn vật liệu độ bền cao và bốn vật liệu độ bền thấp đã được chiết (xem Bảng 2). Lượng cân của các phần còn lại trên rây cỡ lỗ 9,5 mm đã đo và được tính là phần trăm của lượng cân mẫu ban đầu.

Bảng 2 - Dữ liệu về độ chụm

	Độ bền cao	Độ bền thấp
Trung bình, %	21,0	1,9
Lệch chuẩn, %	3,0	0,63

14.2 Độ chệch: Quy trình trong Phương pháp thử này để đo tạo ra dịch chiết không có độ chệch vì giá trị của dịch chiết chỉ được định ra theo phương pháp này.