

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 12950:2020

ASTM D6051-15

Xuất bản lần 1

**CHẤT THẢI -
HƯỚNG DẪN VỀ LẤY MẪU TỔ HỢP VÀ MẪU PHỤ
HIỆN TRƯỜNG ÁP DỤNG CHO CÁC HOẠT ĐỘNG
QUẢN LÝ CHẤT THẢI MÔI TRƯỜNG**

*Standard guide for composite sampling and field subsampling for environmental waste
management activities*

HÀ NỘI – 2020

Lời nói đầu

TCVN 12950:2020 được xây dựng trên cơ sở chấp nhận hoàn toàn tương đương với ASTM D6051-15, *Standard guide for composite sampling and field subsampling for environmental waste management activities* với sự cho phép của ASTM quốc tế, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428, USA. Tiêu chuẩn ASTM D6051 thuộc bản quyền ASTM quốc tế.

TCVN 12950:2020 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 200 *Chất thải rắn* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Chất thải -

Hướng dẫn về lấy mẫu tổ hợp và mẫu phụ hiện trường áp dụng cho các hoạt động quản lý chất thải môi trường

Standard Guide for composite sampling and field subsampling for Environmental waste management activities

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Lấy mẫu tổ hợp và lấy mẫu phụ là các liên kết chính trong chuỗi lấy mẫu và các lần phân tích phải được thực hiện trong việc tuân thủ các mục tiêu và hướng dẫn của dự án để đảm bảo dữ liệu kết quả là đại diện. Tiêu chuẩn này đề cập đến những ưu điểm và sử dụng thích hợp về lấy mẫu tổ hợp, quy trình và kỹ thuật hiện trường để trộn mẫu tổ hợp và các thủ tục để thu thập các mẫu phụ không gây tranh cãi và chính xác từ một mẫu lớn hơn. Tiêu chuẩn này đề cập về những ưu điểm và hạn chế sử dụng các mẫu tổ hợp trong thiết kế kế hoạch lấy mẫu đặc tính của chất thải (chủ yếu là chất rắn) và các môi trường có khả năng bị ô nhiễm. Tiêu chuẩn này giả thiết rằng một thiết bị lấy mẫu thích hợp được chọn để thu thập một mẫu không gây tranh cãi.

1.2 Tiêu chuẩn này không đề cập đến vị trí các mẫu cần được thu thập (tùy thuộc vào các mục tiêu) (xem TCVN 12953:2020 [ASTM D6044 – 96]), lựa chọn thiết bị lấy mẫu, sai lệch được tạo ra từ việc lựa chọn thiết bị lấy mẫu không phù hợp, quy trình lấy mẫu hoặc bộ tập hợp mẫu vật đại diện từ một mẫu, hoặc giải thích thống kê dữ liệu kết quả và thiết bị được thiết kế để tự động lấy mẫu dòng chất thải. Tiêu chuẩn này cũng không cung cấp đủ thông tin để thiết kế thống kê kế hoạch lấy mẫu được tối ưu hóa, hoặc xác định số lượng mẫu để thu thập hoặc tính toán số lượng mẫu tối ưu để tổng hợp để đạt được các mục tiêu chất lượng dữ liệu được quy định (xem ASTM D5792). Quy trình tiêu chuẩn để lập kế hoạch các hoạt động lấy mẫu chất thải được đề cập trong TCVN 12949 (ASTM D4687).

1.3 Các quy trình trộn mẫu và lấy mẫu phụ được mô tả trong tiêu chuẩn này được coi là không phù hợp cho các mẫu được phân tích các hợp chất hữu cơ dễ bay hơi. Chất hữu cơ dễ bay hơi thường bị mất mát thông qua bay hơi trong thu thập, xử lý mẫu, trong khi vận chuyển và chuẩn bị mẫu phòng thí nghiệm trừ khi các thủ tục chuyên ngành được sử dụng. Quá trình trộn mẫu được tăng cường mô tả

TCVN 12950:2020

trong tiêu chuẩn này dự kiến sẽ gây ra đáng kể thất thoát của các thành phần dễ bay hơi. Quy trình chuyên ngành nên được sử dụng để tổ hợp các mẫu cho xác định các chất bay hơi chẳng hạn như kết hợp trực tiếp trong metanol (xem ASTM D4547).

1.4 Tiêu chuẩn này không đề cập đến tất cả các vấn đề liên quan đến an toàn, nếu có, khi sử dụng. Người sử dụng tiêu chuẩn này có trách nhiệm thiết lập các nguyên tắc về an toàn và bảo vệ sức khỏe cũng như khả năng áp dụng phù hợp với các giới hạn quy định trước khi đưa vào sử dụng.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là 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 12953:2020 (ASTM D6044-96), Hướng dẫn lấy mẫu đại diện cho quản lý chất thải và môi trường bị ô nhiễm,

ASTM C702, Practice for reducing samples of aggregate to testing size (Thực hành giảm mẫu phức hợp thành kích thước thử),

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

ASTM D4439, Terminology for geosynthetics (Thuật ngữ về địa kỹ thuật tổng hợp),

ASTM D4547, Guide for sampling waste and soils for volatile organic compounds (Hướng dẫn lấy mẫu chất thải và đất đối với các hợp chất hữu cơ bay hơi),

TCVN 12949 (ASTM D4687), Hướng dẫn lập kế hoạch chung về lấy mẫu chất thải,

ASTM D5088, Practice for decontamination of field equipment used at waste sites (Thực hành khử nhiễm thiết bị hiện trường tại các địa điểm thu gom chất thải),

ASTM D5792, Practice for generation of environmental data related to waste management activities: development of data quality objectives (ASTM D5792, Thực hành tạo số liệu môi trường liên quan đến các hoạt động quản lý chất thải: Phát triển các mục tiêu chất lượng số liệu),

ASTM E856, definitions of terms and abbreviations relating to physical and chemical characteristics of refuse derived fuel (Định nghĩa của các thuật ngữ và từ viết tắt liên quan đến các đặc tính lý hóa của nhiên liệu từ rác thải)¹⁾.

¹⁾ Tiêu chuẩn này đã bị hủy năm 2011

3 Thuật ngữ định nghĩa

3.1

Mẫu tổ hợp (composite sample)

Kết hợp hai hoặc nhiều hơn các mẫu.

3.2 Mẫu (sample)

Một phần nhỏ vật liệu được lấy ra từ một lượng vật liệu lớn hơn nhằm mục đích ước tính tính chất hoặc thành phần của lượng vật liệu lớn hơn đó.

3.3

Mẫu thử (specimen)

Một phần nhỏ cụ thể của vật liệu hoặc mẫu phòng thí nghiệm mà một phép thử được thực hiện với mẫu đó hoặc được thực hiện cho mục đích đó.

3.4

Mẫu phụ (subsample)

Một phần của mẫu được lấy cho mục đích ước tính tính chất hoặc thành phần của toàn bộ mẫu.

CHÚ THÍCH Trong tiêu chuẩn này, mẫu phụ cũng là một mẫu.

4 Tóm tắt hướng dẫn

4.1 Tiêu chuẩn này mô tả cách thu thập các mẫu tổ hợp, trái ngược với các mẫu riêng lẻ, có thể được sử dụng để: ước tính chính xác hơn nồng độ trung bình của chất phân tích của chất thải trong môi trường bị nhiễm bẩn, giảm chi phí, xác định một cách có hiệu quả sự vắng mặt hoặc có thể có mặt của một điểm nóng (khu vực tại chỗ bị nhiễm bẩn nặng), và khi kết hợp với kiểm tra lại các sơ đồ lấy mẫu, xác định hiệu quả vị trí các điểm nóng. Quy trình cụ thể để trộn một mẫu/các mẫu và thu thập các mẫu phụ để vận chuyển đến một phòng thí nghiệm được cung cấp.

5 Ý nghĩa và ứng dụng

5.1 Tiêu chuẩn này cung cấp hướng dẫn cho những người quản lý hoặc chịu trách nhiệm thiết kế các kế hoạch lấy mẫu và phân tích mẫu để xác định xem liệu sự tổ hợp mẫu có thể hỗ trợ thêm một cách hiệu quả hay không việc đáp ứng các mục tiêu nghiên cứu. Các mẫu phải được tổ hợp/tổng hợp đúng, nếu không thì thông tin hữu ích về phân bố ô nhiễm và khác biệt của mẫu có thể bị mất.

5.2 Các quy trình được mô tả để trộn mẫu và để thu được một mẫu phụ đại diện là được áp dụng rộng rãi cho lấy mẫu chất thải khi mong muốn vận chuyển số lượng vật liệu được giảm bớt tới phòng thí nghiệm. Các phần nội dung của tiêu chuẩn này về việc trộn và lấy mẫu phụ cung cấp hướng dẫn cho những người chuẩn bị lấy mẫu và kế hoạch phân tích và nhân sự ở hiện trường.

TCVN 12950:2020

5.3 Mặc dù tiêu chuẩn này chủ yếu tập trung vào vật liệu rắn, nhưng các thuộc tính và các giới hạn của lấy mẫu tổ hợp cũng được áp dụng như nhau đối với các mẫu chất lỏng tĩnh.

6 Thuộc tính của lấy mẫu tổ hợp để xác định đặc tính chất thải

6.1 Nhìn chung, các mẫu riêng lẻ được tổng hợp cần có cùng khối lượng; Tuy nhiên, lấy mẫu theo tỷ lệ có thể thích hợp trong một số trường hợp tùy thuộc vào mục tiêu.

Ví dụ: Nếu mục tiêu là xác định trung bình nồng độ trung bình chất ô nhiễm trong mỗi thùng chứa, thì tổ hợp các thể tích chất thải bằng nhau từ mỗi thùng sẽ là phù hợp. Nếu mục tiêu là xác định nồng độ chất gây ô nhiễm trung bình của chất thải chứa trong một nhóm thùng chứa, khối lượng của mỗi mẫu được tổ hợp phải tỷ lệ thuận với số lượng chất thải trong từng thùng. Một ví dụ khác về tỷ lệ lấy mẫu là ước tính nồng độ chất gây ô nhiễm của đất qua vùng không thấm nước. Nên thu thập lõi đất từ bề mặt đến lớp đất không thấm nước, bất kể chiều dài của lõi.

6.2 Những ưu điểm chính của tổ hợp mẫu bao gồm: giảm phương sai của trung bình ước tính nồng độ (1), tăng hiệu quả định vị/xác định các điểm nóng (2) và giảm lấy mẫu và chi phí phân tích (3). Những lợi thế chính được thảo luận trong đoạn sau. Tuy nhiên, một giả định nguyên tắc cần thiết để biện minh cho việc tổng hợp là chi phí phân tích là tương đối cao để lấy mẫu. Nói chung, sử dụng thích hợp tổ hợp mẫu có thể:

6.2.1 Giảm phương sai giữa các mẫu, nghĩa là cải thiện độ chính xác của ước lượng trung bình trong khi giảm xác suất đưa ra một quyết định không chính xác,

6.2.2 Giảm chi phí để ước tính tổng giá trị hoặc giá trị trung bình, đặc biệt khi chi phí phân tích vượt quá chi phí lấy mẫu (cũng có thể có hiệu quả khi khả năng phân tích là một hạn chế),

6.2.3 Xác định hiệu quả sự vắng mặt hoặc sự có mặt có thể có của các điểm nóng hoặc thùng chứa nóng và khi kết hợp với kế hoạch tái thử nghiệm, xác định ra các điểm nóng, mặc dù xác suất gặp phải một điểm nóng là thấp,

6.2.4 Đặc biệt có ích cho các tình huống, trong đó bản chất của phân bố của chất gây ô nhiễm có xu hướng tiếp giáp nhau và không ngẫu nhiên và phần lớn các phép phân tích là "không phát hiện" chất gây nhiễm bản cần quan tâm,

6.2.5 Cung cấp một mức độ cần thiết của tập hợp mẫu, chứ không phải các thống kê mẫu đơn lẻ.

6.3 Cải thiện sự chính xác trong lấy mẫu - Các mẫu luôn luôn được lấy để suy luận ra cho một khối lượng lớn vật liệu, và một tập hợp các mẫu tổ hợp từ một tập hợp không đồng nhất cung cấp một ước tính chính xác hơn về giá trị trung bình của một số lượng các mẫu rời rạc. Điều này xảy ra bởi vì tổ hợp là "một quá trình vật lý của trung bình hóa". Trung bình của các mẫu có độ chính xác cao hơn các mẫu riêng lẻ. Tương tự, một tập hợp các mẫu tổ hợp luôn chính xác hơn một số lượng bằng nhau của các mẫu riêng lẻ. Quyết định dựa trên một tập hợp các mẫu tổ hợp sẽ cho các mục đích thực tế, luôn cung cấp sự tin cậy thống kê lớn hơn so với một so sánh tập hợp các mẫu riêng lẻ.

6.3.1 Nếu muốn có độ chính xác ước tính của giá trị trung bình, thì cần nhiều hơn một mẫu tổ hợp; độ lệch chuẩn không thể được tính từ một mẫu tổ hợp. Tuy nhiên, độ chính xác của một mẫu tổ hợp đơn lẻ có thể là ước tính được khi có dữ liệu cho thấy mối quan hệ giữa độ chính xác của các mẫu riêng biệt tạo nên mẫu tổ hợp và độ chính xác của mẫu tổ hợp. Độ chính xác (độ lệch chuẩn) của mẫu tổ hợp là xấp xỉ độ chính xác của các mẫu riêng lẻ được chia bằng căn bậc hai của số lượng mẫu riêng lẻ trong mẫu tổ hợp.

6.4 Ví dụ 1 — mẫu tổ hợp đơn lẻ có thể được sử dụng cho mục đích ra quyết định được đưa ra ở đây. Giả sử giới hạn quy định là 1 mg/kg và tiêu chuẩn độ lệch 0,5 mg/kg cho các mẫu riêng lẻ. Nếu nồng độ của một vị trí được ước tính là khoảng 0,6 mg/kg, có bao nhiêu mẫu riêng lẻ nên được tổ hợp để có độ tin cậy tương đối cao mà nồng độ thực sự không vượt quá giới hạn quy định khi chỉ có một mẫu tổ hợp đã sử dụng? Giả sử tổ hợp được trộn đều, thì độ chính xác của một tổ hợp mẫu là một hàm của số lượng các mẫu như sau:

Số lượng mẫu đơn lẻ trong mẫu tổ hợp	Độ chính xác (độ lệch chuẩn $\div \sqrt{n}$) của một mẫu tổ hợp
2	0,35
3	0,29
4	0,25
5	0,22
6	0,20

Do đó, nếu sáu mẫu được bao gồm trong một mẫu tổ hợp, thì nồng độ mẫu tổ hợp bằng 0,6 mg/kg là hai độ lệch chuẩn dưới giới hạn quy định. Do đó, nếu nồng độ mẫu tổ hợp thực sự được quan sát là gần với 0,6 mg/kg, chúng ta có thể tự tin một cách hợp lý (khoảng 95 %) rằng nồng độ của vị trí lấy mẫu có sự ô nhiễm nằm dưới quy định giới hạn, chỉ sử dụng một mẫu tổ hợp.

6.5 Ví dụ 2 - khi độ lệch chuẩn của các mẫu riêng lẻ trong ví dụ trước là tương đối nhỏ, tạm gọi là 0,1 mg/kg. Khi đó độ lệch chuẩn của mẫu tổ hợp gồm 6 mẫu riêng lẻ là 0,04 mg/kg (0,1 mg/kg chia cho căn bậc hai là $6 = 0,04$ mg/kg), con số rất nhỏ tương quan với giới hạn quy định là 1 mg/kg. Trong trường hợp này, sự so sánh đơn giản của nồng độ tổ hợp với giới hạn quy định thường là hoàn toàn thích hợp cho mục đích ra quyết định.

6.5.1 Hiệu quả của việc tổ hợp mẫu phụ thuộc vào độ lớn tương đối của lấy mẫu và sai số phân tích. Khi nào độ không đảm bảo lấy mẫu cao so với sai số phân tích (như thường được coi là có trường hợp) thì tạo ra mẫu tổ hợp là rất hiệu quả trong nâng cao độ chính xác. Nếu sai số phân tích cao so với sai số môi trường, tổ hợp mẫu là ít hiệu quả hơn nhiều.

6.5.2 Vì tổ hợp mẫu là một quá trình vật lý trung bình hóa mẫu, các mẫu tổ hợp có xu hướng được phân bố chuẩn hơn các mẫu riêng lẻ. Hiệu ứng chuẩn hóa thường là một lợi thế vì khi tính toán trung

TCVN 12950:2020

binh, độ lệch chuẩn và khoảng tin cậy thường cho rằng dữ liệu là phân bố chuẩn. Mặc dù dữ liệu dư lượng môi trường không phân phối chuẩn là phổ biến, tổ hợp mẫu thường dẫn đến tính chuẩn gần đúng và tránh sự cần thiết phải chuyển đổi dữ liệu.

6.5.3 Thiết kế không gian của sơ đồ lấy mẫu tổ hợp có thể là quan trọng. Tùy thuộc vào địa điểm mà mẫu riêng lẻ được thu thập và được tổ hợp, mẫu tổ hợp có thể được sử dụng để xác định sự thay đổi không gian hoặc cải thiện độ chính xác của thông số đang được ước tính. Hình 1 và Hình 2 thể hiện cho một địa điểm được chia thành bốn ô. Tổ hợp tất cả các mẫu lại với cùng một số. Cách tiếp cận lấy mẫu trong Hình 1 tương tự như lấy mẫu ngẫu nhiên, ngoại trừ hiện tại các mẫu được tổ hợp lại. Mỗi mẫu tổ hợp trong trường hợp này là một mẫu đại diện của toàn bộ địa điểm, loại bỏ sự biến động giữa các ô, và dẫn đến độ chính xác được tăng lên trong việc ước tính nồng độ trung bình của địa điểm. Nếu cần ước tính biến động/thay đổi giữa các ô, thì lúc đó cách tiếp cận trong Hình 2 là phù hợp. Ngoài ra, nếu là cần thiết độ chính xác của ước tính nồng độ trung bình của ô, thì nhiều các mẫu tổ hợp nên được thu thập ô đó.

1	2	4	3
4	3	2	1
4	2	1	4
3	1	2	3

Hình 1 – Ví dụ về tổ hợp tại một địa điểm

1	1	2	2
1	1	2	2
3	3	4	4
3	3	4	4

Hình 2 – Ví dụ về tổ hợp các ô bên trong

6.6 Ảnh hưởng đến việc giảm chi phí - Vì các mẫu tổ hợp mang lại ước tính trung bình chính xác hơn so với cùng số lượng mẫu riêng lẻ, có khả năng để tiết kiệm đáng kể chi phí. Cho độ chính xác cao hơn liên quan với các mẫu tổ hợp, số lượng mẫu tổ hợp cần có để đạt được độ chính xác được xác định là nhỏ hơn số lượng mẫu được yêu cầu cho các mẫu riêng lẻ. Cơ hội tiết kiệm chi phí này là đặc biệt rõ rệt khi chi phí phân tích mẫu cao liên quan đến chi phí lấy mẫu, tổng hợp và phân tích.

6.7 Nhận biết thùng chứa nóng/điểm nóng và kế hoạch tái kiểm tra - Các mẫu có thể được kết hợp để xác định xem một mẫu riêng lẻ vượt quá giới hạn quy định hay không, miễn là giới hạn hành động tương đối cao được so với giới hạn phát hiện thực tế và nồng độ mẫu trung bình. Tùy thuộc vào sự khó khăn và xác suất phải lấy mẫu lại, có thể cần mong muốn giữ lại một phần của các mẫu riêng biệt cho phân tích có thể có tùy theo kết quả phân tích từ mẫu tổ hợp.

6.8 Ví dụ 3 - Một trăm thùng phuy được kiểm tra xác định xem nồng độ PCB có vượt quá 50 mg/kg hay không. Giả sử giới hạn phát hiện là 5 mg/kg và hầu hết thùng phuy có mức độ không thể phát hiện. Các mẫu tổ hợp từ mười thùng phuy để phân tích sẽ cho phép xác định rằng không thùng nào trong số thùng phuy trong tổ hợp vượt quá 50 mg/kg miễn là nồng độ của tổ hợp < 5 mg/kg. Nếu phát hiện nồng độ > 5 mg/kg, một hoặc nhiều hơn thùng phi có thể vượt quá 50 mg/kg và các phân tích bổ sung của từng thùng là cần thiết để xác định ra mọi thùng phuy nóng. Số tối đa các mẫu về mặt lý thuyết có thể được tổ hợp và vẫn phát hiện ra một mẫu nóng là giới hạn quan tâm chia cho giới hạn phát hiện thực tế (ví dụ: $50 \text{ mg/kg} \div 5 \text{ mg/kg} = 10$).

6.9 Ví dụ 4 - Giả sử mức độ nền của dioxin là không phát hiện được, và giới hạn phát hiện phân tích là $1 \mu\text{g} / \text{kg}$ và mức hành động là $50 \mu\text{g/kg}$. Các địa điểm được chia thành hệ thống ô lưới (thiết kế lấy mẫu hiệu quả nhất để phát hiện phân bố ngẫu nhiên điểm nóng) bằng cách sử dụng một thiết kế phù hợp và mẫu lõi đến độ sâu 10 cm được thu thập. Các mẫu tổ hợp được thu thập do chi phí phân tích cho dioxin là cao. Về lý thuyết, một nhóm đến tối đa 50 mẫu có thể được tổ hợp và nếu nồng độ kết quả là $< 1 \mu\text{g/kg}$, thì tất cả các mẫu được đại diện trong tổ hợp cần phải dưới $50 \mu\text{g/kg}$. Nếu chất gây ô nhiễm có nồng độ $> 1 \mu\text{g/kg}$, một hoặc nhiều điểm có thể tồn tại vượt quá $50 \mu\text{g/kg}$ trong khu vực được bao phủ bởi mẫu tổ hợp mặc dù vị trí chính xác và phạm vi khu vực sẽ không được biết mà không cần lấy mẫu và phân tích thêm. Tuy nhiên, tổ hợp ít mẫu hơn có thể sẽ thực tế hơn.

6.9.1 Hiệu quả tương đối của tổ hợp các mẫu riêng lẻ để phát hiện một điểm nóng phụ thuộc vào xác suất của một điểm nóng rời rạc được sử dụng để tạo thành một mẫu tổ hợp. Theo *Garner và cộng sự*. (xem tài liệu tham khảo [1]), nếu xác suất có thể ước tính là thấp, giả sử là 1 %, số lượng mẫu tối ưu tổng hợp là khoảng mười, sẽ giúp tiết kiệm chi phí khoảng 80 % (giả sử không có vấn đề giới hạn phát hiện). Khi xác suất lấy mẫu từ điểm nóng tăng lên 10 %, số lượng mẫu tối ưu để tổng hợp là 4, giúp tiết kiệm 40 % chi phí. Đến lúc xác suất lấy mẫu một điểm nóng tăng lên 40 %, không có chi phí lợi ích cho việc tổ hợp. Kế hoạch/sơ đồ tái lấy mẫu và thử nghiệm khác là có thể và có thể dẫn đến các tiềm năng tiết kiệm chi phí khác nhau.

7 Hạn chế của lấy mẫu tổ hợp

7.1 Những hạn chế chính của việc tổ hợp mẫu liên quan đến mất thông tin rời rạc có trong một mẫu đơn và khả năng pha loãng các chất gây ô nhiễm trong một mẫu với vật liệu không bị nhiễm bẩn; tuy nhiên, trong trường hợp đó, hệ số pha loãng có thể được sử dụng để ước tính số lượng tối đa của các mẫu có thể được tổ hợp. Các tình huống sau đây có thể không đóng góp hiệu quả - chi phí của việc tổ hợp mẫu:

TCVN 12950:2020

7.1.1 Khi tính toán ven của các giá trị mẫu riêng lẻ thay đổi bởi vì do tổ hợp, ví dụ, tương tác hóa học xảy ra giữa các thành phần trong các mẫu được tổ hợp hoặc chất bay hơi bị mất trong quá trình trộn,

7.1.2 Trường hợp mẫu tổ hợp không thể được trộn đúng cách và mẫu phụ hoặc toàn bộ mẫu tổ hợp không thể phân tích được,

7.1.3 Khi mục tiêu là phát hiện các điểm nóng và tỷ lệ lớn của các mẫu được kỳ vọng sẽ thử nghiệm phát hiện ra một thuộc tính của mẫu, đề án tổ hợp và thử nghiệm lại mẫu có thể không phải là chi phí có hiệu quả,

7.1.4 Khi chi phí phân tích thấp so với chi phí lấy mẫu (ví dụ, huỳnh quang tia X di động tại hiện trường chỉ mất 30 s mà không cần chuẩn bị mẫu, cho nên chi phí/mẫu rất thấp),

7.1.5 Khi mà các quy định chỉ định rằng một mẫu lấy bằng gầu xúc (mẫu gầu) phải là được thu thập (từ quan điểm kỹ thuật, thường thì một mẫu tổ hợp bao phủ một diện tích được hạn chế vẫn được ưa thích).

8 Quy trình trộn mẫu

8.1 Trước khi trộn mẫu, hướng dẫn cụ thể cho dự án liên quan đến việc thu thập mẫu nên được tuân theo, trong hướng dẫn có thể bao gồm việc loại bỏ các vật liệu mẫu ngoại lai như cành cây, cỏ, đá, v.v. Nếu các mẫu được sàng hoặc vật liệu lớn phải được loại bỏ, có thể cần phải ghi lại khối lượng vật liệu được loại bỏ để ước tính nồng độ chất gây ô nhiễm trong mẫu ban đầu. Theo lý thuyết lấy mẫu hạt, những khối lượng mẫu sau đây là đủ để đại diện các hạt kích thước tối đa tương ứng trong mẫu với độ lệch chuẩn tương đối là 15 %.

Khối lượng mẫu, g	Kích thước hạt tối đa, cm
5	0,170
50	0,37
100	0,46
500	0,79
1000	1,0
5000	1,7

8.1.1 Cần thiết là thường xuyên phải trộn một mẫu đơn lẻ hoặc mẫu tổ hợp và có được một hoặc các mẫu phụ đại diện để vận chuyển đến phòng thí nghiệm phân tích. Điều này xảy ra khi nhiều thùng chứa vật liệu giống hệt nhau được mong muốn lấy mẫu (ví dụ, các lọ mẫu tách riêng cho kim loại, chất hữu cơ bán bay hơi, v.v được mong muốn) hoặc khi kích thước mẫu ban đầu (hoặc mẫu tổ hợp) lớn hơn kích thước được phòng thí nghiệm chấp nhận. Ngay cả khi khối lượng mẫu ban đầu được chấp nhận, nó có thể mong muốn trộn kỹ mẫu trước vận chuyển đến phòng thí nghiệm phân tích. Tuy nhiên, một số mẫu đã được trộn lẫn tại hiện trường có thể tách riêng trong quá trình vận chuyển đến phòng thí nghiệm.

8.1.2 Một phòng thí nghiệm thường lấy 0,5 g đến 30 g mẫu thử (100 g cho một số thử nghiệm chiết) từ mẫu để phân tích. Mẫu thử thường được thu thập từ các vật liệu bề mặt trong các thùng chứa hoặc sau khi trộn tối thiểu. Thủ tục như vậy là không đủ để có được một mẫu thử đại diện nhỏ từ 100 đến 300 g mẫu. Quy trình trộn và lấy mẫu đặc biệt là cần thiết để có được một mẫu phụ đại diện trừ khi mẫu đã đồng nhất. Trộn mẫu hiện trường phải được coi là thiết yếu trừ khi được biết rằng mẫu trong thùng chứa là đồng nhất hoặc được biết rằng phòng thí nghiệm sẽ đồng nhất mẫu và thu thập một mẫu thử đại diện. Để giúp đảm bảo rằng mẫu vật được thu thập không thiên lệch và chính xác, phòng thí nghiệm phân tích cần được cung cấp hướng dẫn (tốt nhất là với cùng chuyển mẫu vận chuyển) về đồng nhất hóa và lấy một mẫu thử để phân tích. Ít phòng thí nghiệm làm theo thực hành tốt đồng nhất mẫu và lấy mẫu thử. Để đáp ứng cả mục tiêu lấy mẫu và phân tích, nhân viên hiện trường và phân tích và người dùng cuối của dữ liệu phải nhận thức được các tiêu chuẩn thực hành phòng thí nghiệm cho xử lý, trộn và lấy mẫu hoặc quy định như vậy về các thực hành với lô mẫu vận chuyển.

8.1.3 Để tránh việc lấy mẫu phụ, có thể thu thập mẫu nhỏ (hoặc mẫu tổ hợp) trực tiếp vào thùng chứa mẫu được chuyển đến phòng thí nghiệm (Chú ý: cỡ mẫu nhỏ có thể dẫn đến sai lệch bằng cách loại trừ các hạt lớn). Khi không cần thiết có trộn mẫu và lấy mẫu phụ tại hiện trường vì là phòng thí nghiệm đồng nhất mẫu, dù sao thì có thể nên trộn những mẫu như vậy tại hiện trường (xem 8.1.2).

8.1.4 Các mẫu đất, trầm tích, bùn và chất thải được thu thập cho các phân tích hợp chất hữu cơ dễ bay hơi thì cần phải được trộn và lấy mẫu phụ bằng cách sử dụng các quy trình được mô tả trong này tiêu chuẩn này nhưng các quy trình được chuyên ngành hóa khác như kết hợp mẫu trực tiếp vào metanol (xem ASTM D4547) có thể là thích hợp.

8.1.5 Một vấn đề đáng kể đối với việc phân tích mẫu rất nhỏ là thực tế khối lượng của mẫu càng nhỏ được chiết xuất hoặc phân tích, thì mẫu đó có thể càng ít đại diện hơn trừ khi được trộn kỹ/đồng nhất và ghép mẫu. Do đó, tổ hợp mẫu mà không trộn kỹ thì có thể vô hiệu hóa các lợi ích tiềm năng của việc tổ hợp mẫu.

8.1.6 Các phương pháp có thể áp dụng được cho trộn mẫu hiện trường, tùy thuộc vào nền mẫu, bao gồm trộn thủ công trong khay, trong rây sàng, giảm kích thước hạt, nhào, v.v. Đối với chất thải rất không đồng nhất như rác thải đô thị, hiện trường giao thông (mài) có thể cần thiết. Một số phương pháp này có thể là không phù hợp nếu mức ô nhiễm ở lượng vết là mối quan tâm chính. Nên xem xét sử dụng thiết bị dùng một lần để trộn để giảm thiểu các vấn đề khử nhiễm bản hiện trường. Đội nhân viên làm việc hiện trường cần phải sử dụng cẩn thận để đảm bảo rằng các mẫu không bị ô nhiễm trong quá trình lấy mẫu, quá trình trộn và lấy mẫu phụ.

8.1.7 Một khi mẫu đã được thu thập, có thể phải chia vào trong các thùng chứa riêng biệt cho các phân tích khác nhau. Một sự chia tách thực sự mẫu đất, trầm tích hoặc bùn có thể khó hoàn thành trong điều kiện hiện trường.

8.1.8 Sau đây là một số phương pháp phổ biến để trộn đất, bùn, v.v. Trong khi không phải lúc nào cũng có thể xác định là một mẫu được trộn đầy đủ, tuân theo các quy trình tiêu chuẩn và quan sát kết

TCVN 12950:2020

cấu mẫu, màu sắc mẫu và phân bố hạt của mẫu là những phương pháp thiết thực. Khi một số vật liệu không thể đồng nhất hóa, thì đi theo các quy trình lấy mẫu phụ trong Phần 9 sẽ giúp đảm bảo rằng một mẫu phụ đại diện là được thu thập. Trong một số điều kiện nhất định, một số trong các quy trình sau đây được áp dụng khi các chất gây ô nhiễm ở mức lượng vết được quan tâm.

8.1.8.1 Trộn khay/Chia tư - Một phương pháp phổ biến của trộn mẫu được gọi là chia tư. Đặt vật liệu vào trong đĩa mẫu bằng thủy tinh hoặc khay mẫu bằng thép không gỉ và chia thành bốn phần (chia tư). Trộn từng phần tư riêng, sau đó trộn tất cả các phần tư vào giữa của khay. Lặp lại quy trình này nhiều lần cho đến khi mẫu được trộn đầy đủ (thường là tối thiểu ba lần lặp lại). Nếu bát tròn được sử dụng để trộn mẫu, để đạt được trộn đầy đủ là bằng cách khuấy trộn vật liệu theo kiểu vòng tròn và thỉnh thoảng đảo vật liệu từ trên xuống dưới.

8.1.8.2 Trộn trên tấm hình vuông - Kết hợp các mẫu rây lọt qua một sàng không gây nhiễm bẩn vào một thùng trộn thích hợp. Trộn trong thùng chứa và đổ mẫu vào một tấm hình vuông 1 m làm bằng vật liệu không gây nhiễm bẩn như nhựa khi mẫu để phân tích kim loại hoặc bằng polytetrafluoroetylen khi mẫu để phân tích chất hữu cơ. Cuộn mẫu về phía sau và phía trước trên tấm vuông trong khi luân phiên nâng lên và đặt xuống các góc đối diện của tấm vuông đó. Điều này là thích hợp đối với vật liệu dạng hạt dễ chảy. Nếu tấm polytetrafluoroetylen được sử dụng, quy trình này có thể được chấp nhận cho trộn mẫu có các chất gây ô nhiễm ở mức nồng độ lượng vết.

8.1.8.3 Nhào mẫu - Đặt mẫu trong một túi không bị nhiễm bẩn và nhào như trong làm bánh mì để trộn mẫu. Điều này có thể thích hợp cho các vật liệu nhớt hoặc giống như đất sét. Nếu túi không bị nhiễm bẩn được sử dụng, thì phương pháp này sẽ được chấp nhận đối với các chất gây ô nhiễm ở mức nồng độ lượng vết.

8.1.8.4 Rây/Sàng và trộn mẫu - Nếu phòng thí nghiệm yêu cầu một mẫu thử nhỏ (1 đến 30 g) hoặc nếu mẫu thử nhỏ hơn kích thước của 1 hạt cụ thể được phòng thí nghiệm yêu cầu, thì có thể đập phá vỡ các hạt đã được tổ hợp hoặc rây sàng, hoặc cả hai, tiếp theo có thể cần thiết là trộn mẫu. Rây sàng chỉ cho phép các hạt nhỏ hơn kích thước mong muốn để lọt qua sàng vào khay trộn để trộn tiếp theo và lấy mẫu phụ vào thùng chứa. Sàng hoạt động tốt nhất với vật liệu dạng hạt tương đối khô. Sàng và loại ra các hạt lớn có thể dẫn đến kết quả rất sai lệch và chỉ nên được tiến hành khi được thiết kế vào trong một kế hoạch lấy mẫu.

8.1.8.5 Giảm kích thước hạt - Khi giảm kích thước hạt là thích hợp và các chất ô nhiễm lượng vết là mối quan tâm, thì các vật liệu không gây nhiễm bẩn và tương thích với các mục tiêu phân tích nên được sử dụng (ví dụ: thủy tinh, gốm, thép không gỉ). Các vật liệu khác có thể được chấp nhận nếu mức lượng vết của chất gây nhiễm bẩn không phải là một mối quan tâm. Phương pháp giảm kích thước mẫu có thể đơn giản như dùng búa để chia những mảnh mẫu lớn thành những mảnh nhỏ hơn mà kích thước là hoặc được chấp nhận trong phòng thí nghiệm hoặc có thể lọt qua rây. Phương pháp giảm kích thước này tạo ra một lượng nhiều vật liệu mịn mà có thể có hoặc không được đưa vào thùng chứa mẫu, và có thể tạo ra sai lệch kết quả. Máy/dụng cụ giảm kích thước hạt thì phức tạp hơn, chẳng hạn như máy nghiền bi, máy mài đĩa gốm, v.v. có sẵn, nhưng thường yêu cầu các mẫu tương đối khô và

khử nhiễm bẩn rất kỹ để tránh nhiễm bẩn chéo. Một quá trình như vậy có thể là phù hợp hơn để được tiến hành trong phòng thí nghiệm.

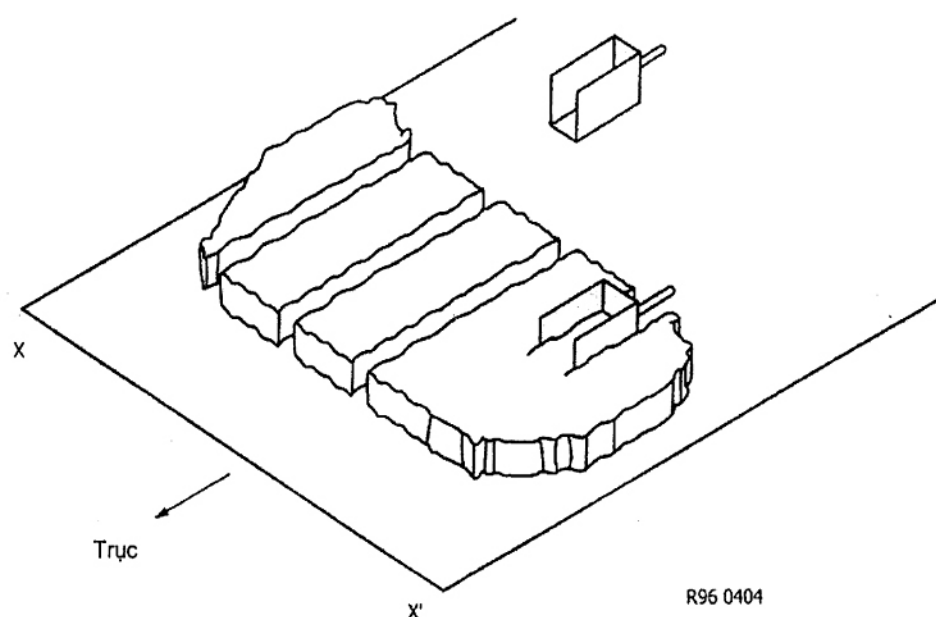
8.1.9 Với khử nhiễm bẩn triệt để (xem ASTM D5088) của bộ dụng cụ giảm kích thước hạt, sàng và khay trộn, những quy trình này có thể được chấp nhận cho các chất gây ô nhiễm có mức nồng độ lượng vết.

8.1.10 *Thiết bị trộn khác* - Bộ/súng chia tách, hình nón và chia tư, v.v, liên quan đến thiết bị và vật liệu khó khử nhiễm bẩn và khó sử dụng thường ngày để lấy mẫu quản lý chất thải. Vì các quy trình này không được sử dụng thường xuyên, nên các thiết bị không được xem xét đến trong tiêu chuẩn này. Tuy nhiên, các quy trình bộ/súng chia tách hình nón và chia tư và việc sử dụng các bộ súng chia tách được mô tả trong ASTM C702 và có thể được sửa đổi để lấy mẫu phụ môi trường bị ô nhiễm.

9 Quy trình lấy mẫu phụ hiện trường

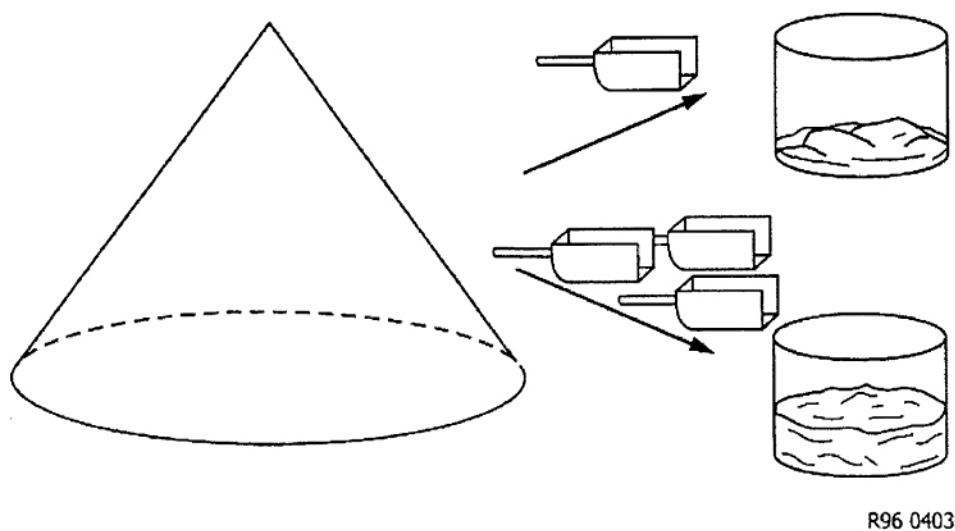
9.1 Nếu quy trình trộn có thể đảm bảo mẫu thực sự đồng nhất, việc lấy mẫu phụ sẽ đơn giản. Trộn nhiều loại kích thước hạt khác nhau có thể làm cho các hạt phân tách theo kích thước, và lấy mẫu phụ không đúng cách thức thì có thể tạo ra sai lệch. Vì tính đồng nhất thường không đạt được, nhân viên hiện trường nên sử dụng quy trình lấy mẫu phụ thích hợp để cung cấp được các mẫu phụ đại diện. Các quy trình sau đây là thích hợp để thu thập một mẫu đại diện từ một mẫu lớn hơn. Như đã lưu ý trước đó, bộ/súng chia tách và quy trình hình nón và chia tư cũng có thể được sử dụng để lấy mẫu phụ cũng như trộn mẫu (xem ASTM C702).

9.1.1 *Thia/muỗng hình chữ nhật* - Là bước cuối cùng của quá trình trộn, vật liệu được sắp xếp thành một đồng dọc theo trục dài của khay hình chữ nhật. Một muỗng xúc có đáy phẳng với các mặt bên thẳng đứng được di chuyển qua toàn bộ chiều rộng của trục ngắn của khay để thu thập một vệt mẫu của mẫu (Hình 3). Nhiều vệt khoảng cách đều nhau được thu thập cho đến khi thùng chứa mẫu phụ đầy. Nhiều thùng chứa được đổ mẫu bằng cách sắp xếp lại phần vật liệu mẫu còn lại và thu thập mẫu theo vệt như vừa mô tả.



Hình 3 - Muỗng hình chữ nhật được dùng để thu mẫu phụ theo vệt

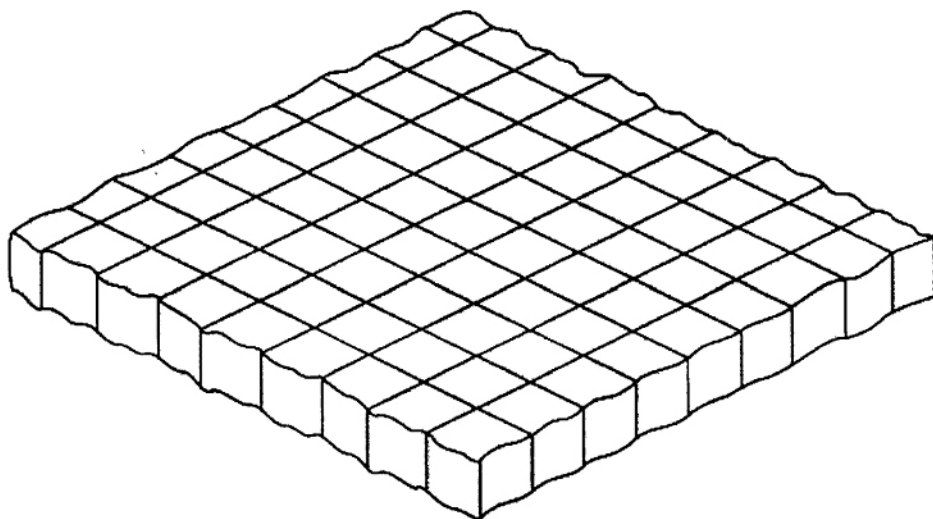
9.1.2 Thìa/muỗng xen kẽ - Khối lượng vật liệu cần thiết để đổ đầy các thùng chứa mẫu được so sánh với khối lượng của mẫu đã được pha trộn. Các muỗng của vật liệu đã trộn được đặt trong các thùng chứa mẫu hoặc được loại bỏ, nghĩa là, ba muỗng bị loại bỏ cho mỗi muỗng được lưu lại khi thu 25 % mẫu phụ (Hình 4). Cần cẩn thận là từng muỗng vật liệu có cùng kích thước và được thu thập một cách nhất quán để giảm thiểu sai lệch.



Hình 4 – Kỹ thuật muỗng xen kẽ lấy mẫu phụ

9.1.3 Phiến mỏng – Các vật liệu dính hoặc giống như đất sét như được thảo luận trong 8.1.8.3 về nhào mẫu. Vật liệu mẫu này được làm phẳng, được cắt thành các khối vuông (Hình 5) và các khối

vuông được kết lợp lại một cách ngẫu nhiên hoặc có hệ thống thành mẫu phụ. Mẫu phụ này cần được nhào lại trước khi chuyển đến phòng thí nghiệm trừ khi nó có thể được đảm bảo rằng phòng thí nghiệm sẽ đồng nhất hóa mẫu phụ trước khi lấy ra mẫu thử.



R95 1091

Hình 5 – Kỹ thuật lấy mẫu phụ phiến mỏng

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] Garner et al., "Composite Sampling for Environmental Monitoring in Principles of Environmental Sampling," in Principles of Environmental Sampling, American Chemical Society (ACS), Keith, L., ed., 1988, pp. 363–374.
 - [2] Mack, G. A., and Robinson, P. E., "Use of Composited Samples to Increase the Precision and Probability of Detection of Toxic Chemicals," in Environmental Applications of Chemometrics, ACS Symposium Series 292, ACS, Washington, DC, 1985, pp. 174–183.
 - [3] Rajagopal, R., and Williams, L. R., "Economics of Sample Compositing as a Screening Tool in Ground Water Monitoring," Ground Water Monitoring Review, 1989, pp. 186–192.
 - [4] Ramsey, C. A., Ketterer, M. E., and Lowery, J. H., "Application of Gy's Sampling Theory to the Sampling of Solid Waste Materials," in Proceedings of the EPA Fifth Annual Waste Testing and Quality Assurance Symposium, 1989, p. II-494.
 - [5] Pitard, F. F., "Pierre Gy's Sampling Theory and Practice," Sampling Correctness and Sampling Practice, Volume II, CRC Press, Boca Raton, FL, 1989, p. 247.
 - [6] U.S. Environmental Protection Agency (EPA), Description and Sampling of Contaminated Soils, A Field Pocket Guide, EPA/625/12-91/002, 1991.
-