

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 12248-1:2018

ISO 12782-1:2012

Xuất bản lần 1

**CHẤT LƯỢNG ĐẤT –
CÁC THÔNG SỐ TỪ QUÁ TRÌNH CHIẾT DÙNG ĐỂ
LẬP MÔ HÌNH ĐỊA HÓA CÁC THÀNH PHẦN VÀ
SỰ TỒN TẠI CỦA CÁC THÀNH PHẦN TRONG ĐẤT
VÀ VẬT LIỆU – PHẦN 1: CHIẾT OXIT VÀ HYDROXIT
SẮT VÔ ĐỊNH HÌNH BẰNG AXIT ASCORBIC**

*Soil quality – Parameters for geochemical modelling of leaching and speciation of
constituents in soils and materials – Part 1: Extraction of amorphous iron oxides and
hydroxides with ascorbic acid*

HÀ NỘI - 2018

Lời nói đầu

TCVN 12248-1:2018 hoàn toàn tương đương với ISO 12782-1:2012.

TCVN 12248-1:2018 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.

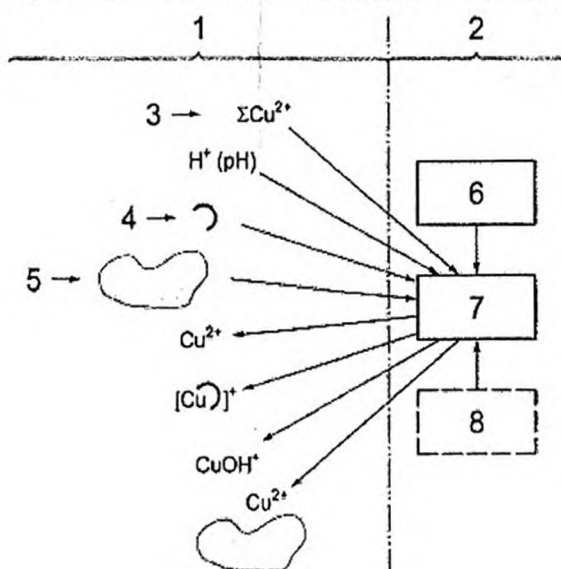
Bộ TCVN 12248 (ISO 12782) *Chất lượng đất - Các thông số từ quá trình chiết dùng để lập mô hình địa hóa các thành phần và sự tồn tại của các thành phần trong đất và vật liệu* gồm các tiêu chuẩn sau:

- TCVN 12248-1: 2018 (ISO 12782-1:2012), *Phần 1: Chiết oxit và hydroxit sắt vô định hình bằng axit ascorbic;*
- TCVN 12248-2: 2018 (ISO 12782-2:2012), *Phần 2: Chiết oxit và hydroxit sắt tinh thể bằng dithionit;*
- TCVN 12248-3: 2018 (ISO 12782-3:2012), *Phần 3: Chiết oxit và hydroxit nhôm bằng amoni oxalat/axit oxalic;*
- TCVN 12248-4: 2018 (ISO 12782-4:2012), *Phần 4: Chiết các chất mùn từ mẫu thể rắn;*
- TCVN 12248-5: 2018 (ISO 12782-5:2012), *Phần 5: Chiết các chất mùn từ mẫu nước.*

Lời giới thiệu

Ngoài các quá trình ngâm chiết để thử nghiệm hóa học và độc tính sinh thái của đất và các vật liệu khác bao gồm chất thải, các mô hình dự báo đang trở thành công cụ không thể thiếu trong đánh giá rủi ro môi trường của đất và các vật liệu này. Các mô hình là đòi hỏi cần thiết khi kết quả của các phép thử ngâm chiết trong phòng thử nghiệm sẽ được chuyển thành các kịch bản cụ thể ngoài hiện trường để đánh giá những rủi ro của việc di chuyển và tính khả dụng sinh học của chất gây ô nhiễm.

Trong vài năm qua, các mô hình địa hoá đã được chứng minh là các công cụ có giá trị để kết hợp với các dữ liệu thu được từ các chuẩn ngâm chiết đặc trưng, chẳng hạn như kiểm tra sự phụ thuộc pH và sự thẩm thấu. Các mô hình này có ưu điểm là dựa trên các thông số nhiệt động học cơ bản có giá trị chung. Để cho phép ngoại suy các dữ liệu ngâm chiết trong phòng thử nghiệm đối với tính di động và/hoặc tính khả dụng sinh học của một thành phần trong một kịch bản hiện trường cụ thể, các mô hình này yêu cầu các thông số đầu vào bổ sung cho các đặc tính đất cụ thể (xem Hình 1).



CHÚ DẪN

- 1 thử nghiệm
- 2 mô hình địa hóa
- 3 nồng độ kim loại để tiêu
- 4 các chất mùn hòa tan
- 5 bề mặt (chất rắn) phản ứng
- 6 cơ sở dữ liệu với hằng số ổn định
- 7 chương trình máy tính
- 8 giá thuyết

Hình 1 - Mối quan hệ giữa các số liệu thực nghiệm, thu được từ các thử nghiệm lọc/chiết trong phòng thử nghiệm, và lập mô hình hoá địa hóa của dạng tồn tại của kim loại nặng trong môi trường (sửa đổi theo M. Gfeller & R. Schulin, ETH, Zürich)

Các chuẩn ngấm chiết mô tả đặc tính, cung cấp thông tin về nồng độ chất gây ô nhiễm được quan tâm như là một hàm của tỷ lệ pH và tỷ lệ lỏng/rắn (L/S). Ngoài ra, một phân tích hoàn chỉnh hơn của nước ngấm chiết cũng cung cấp thông tin về thành phần ion chính và carbon hữu cơ hòa tan (DOC), là các thông số đặc biệt quan trọng đối với dạng tồn tại hóa học của các thành phần thông qua các quá trình như kết tủa, tạo phức và sự hấp phụ chọn lọc trên khoáng chất phản ứng và các bề mặt hữu cơ trong đất. Như minh họa trong Hình 1, ví dụ về đồng, lập mô hình địa hóa cho phép tính toán sự phân bố kim loại giữa những dạng tồn tại khác nhau của đồng trong hệ thống nghiên cứu. Điều này cung cấp thông tin cần thiết cho các mục đích đánh giá rủi ro, vì những dạng hóa học khác biệt đóng vai trò riêng biệt trong tính di động và khả dụng sinh học của kim loại đó trong đất. Ngoài các thông tin thu được từ các chuẩn ngấm chiết (trong trạng thái phát triển/định nghĩa hiện tại của chúng), cần thêm hai loại thông tin bổ sung sau đây.

- a) Nồng độ "dễ tiêu" (đôi khi còn được gọi là "hoạt tính" hoặc "trao đổi") của thành phần đó trong pha rắn, trái ngược với hàm lượng tổng số được xác định bởi sự phá hủy axit của nền mẫu rắn. Hàm lượng "dễ tiêu" này có thể nhận được bằng cách ngấm chiết ở pH thấp, điều kiện có thể đạt được bằng cách mở rộng dải pH trong phép thử ngấm chiết phụ thuộc pH (ISO/TS 21268-4) xuống pH $\approx 0,5$ đến pH ≈ 1 .
- b) Nồng độ các chất hữu cơ và khoáng chất dễ phản ứng trong đất tạo nên các vị trí gắn kết (hấp phụ) chủ yếu cho hầu hết các thành phần trong nền đất.

Các bề mặt phản ứng chủ yếu kiểm soát liên kết của các thành phần của quá trình hấp phụ với mẫu đất của các chất hữu cơ dạng hạt và các oxit (hydroxit) sắt và nhôm. Thông thường tính phản ứng của các bề mặt khoáng và hữu cơ này có thể thay đổi mạnh mẽ như là một hàm số của diện tích bề mặt/tinh thể đặc trưng của nó [oxit (hydroxit) sắt và nhôm] và thành phần (chất hữu cơ). Khi các kết quả nhằm sử dụng cho mục đích mô hình địa hóa nói trên liên quan đến các phép thử ngấm chiết, điều quan trọng là các phương pháp được chọn lọc cho các bề mặt phản ứng về các thông số hấp phụ nhiệt động học chung cũng phải phù hợp với nguyên tố chính quan trọng nhất và các nguyên tố vết.

Tiêu chuẩn này nhằm mục đích xác định hàm lượng sắt "dễ phản ứng" ở dạng các oxit sắt và hydroxyt sắt vô định hình trong đất và các vật liệu sử dụng chất chiết là axit ascorbic. Quy trình dựa trên tài liệu tham khảo [5], được mô tả trong Tài liệu tham khảo [6], trong khi các tham số hấp phụ nhiệt động học chung cho oxit (hydroxit) sắt vô định hình có trong Tài liệu tham khảo [7].

Các thông số nhiệt động học cho các mô hình hấp phụ khác với các chất được sử dụng trong tài liệu tham khảo [7] cũng có sẵn trong tài liệu này và cũng có thể được sử dụng để mô hình hóa sự liên kết của các thành phần với oxit (hydroxyt) sắt vô định hình.

Sắt có thể tồn tại dưới nhiều dạng trong đất, trong đó dạng quan trọng nhất là liên kết các thành phần vi lượng là các oxit và hydroxyt kết tinh và oxit không hòa tan (ví dụ như goethit, haematit, magnetit) và các oxit và hydroxyt sẽ hòa tan không được đề cập (ferrihydrit, oxit sắt (III) ngậm nước). Các dạng vô định hình và tinh thể có một phản ứng khác nhau đối với sự liên kết của các thành phần vi lượng cũng như kết quả của sự khác biệt trong các diện tích bề mặt cụ thể và các đặc tính của "vị trí" liên kết trên bề mặt.

Chất lượng đất – Các thông số từ quá trình chiết dùng để lập mô hình địa hóa các thành phần và sự tồn tại của các thành phần trong đất và vật liệu –

Phần 1: Chiết oxit và hydroxit sắt vô định hình bằng axit ascorbic

Soil quality – Parameters for geochemical modelling of leaching and speciation of constituents in soils and materials –

Part 1: Extraction of amorphous iron oxides and hydroxides with ascorbic acid

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng sắt “dễ phản ứng” ở dạng oxit và hydroxit sắt vô định hình trong đất và các vật liệu khác bằng cách sử dụng dịch chiết với axit ascorbic. Các vật liệu khác cũng bao gồm cả chất thải. Hàm lượng sắt “dễ phản ứng” có thể được dùng làm đầu vào trong mô hình địa hóa đại diện cho hàm lượng oxit (hydroxyt) sắt vô định hình.

CHÚ THÍCH Mặc dù chiết bằng amoni oxalat/axit oxalic TCVN 12248-3 (ISO 12782-3) thường được sử dụng để ước tính sắt “dễ phản ứng” dưới dạng oxit sắt và hydroxit, tiêu chuẩn này áp dụng cùng với TCVN 12248-2 (ISO 12782-2) cụ thể hơn để chiết hydroxit (oxit) sắt vô định hình và tinh thể.

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 4581 (ISO 3696), *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu và phương pháp thử*

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

TCVN 7538-1 (ISO 10381-1), *Chất lượng đất – Lấy mẫu – Phần 1: Hướng dẫn thiết kế chương trình lấy mẫu*

TCVN 12248-1:2018

TCVN 7538-2 (ISO 10381-2), *Chất lượng đất – Lấy mẫu – Phần 2: Hướng dẫn kỹ thuật lấy mẫu.*

TCVN 7538-3 (ISO 10381-3), *Chất lượng đất – Lấy mẫu – Phần 3: Hướng dẫn an toàn*

TCVN 7538-4 (ISO 10381-4), *Chất lượng đất – Lấy mẫu – Phần 4: hướng dẫn quy trình điều tra các vùng tự nhiên, bán tự nhiên và vùng canh tác*

TCVN 7538-5 (ISO 10381-5), *Chất lượng đất – Lấy mẫu – Phần 5: Hướng dẫn quy trình điều tra các vùng đô thị và vùng công nghiệp liên quan đến nhiễm bẩn đất.*

TCVN 7538-6 (ISO 10381-6), *Chất lượng đất – Lấy mẫu – Phần 6 – Hướng dẫn về thu thập, vận chuyển và lưu giữ mẫu đất để đánh giá các quá trình hoạt động sinh khối và tính đa dạng của vi sinh vật trong phòng thí nghiệm.*

TCVN 6647 (ISO 11464), *Chất lượng đất – Xử lý sơ bộ mẫu để phân tích lý – hóa*

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

EN 14899, *Characterization of waste — Sampling of waste materials — Framework for the preparation and application of a sampling plan (Đặc tính của chất thải – Lấy mẫu vật liệu chất thải – Kế hoạch chuẩn bị và áp dụng kế hoạch lấy mẫu).*

EN 15002, *Characterization of waste — Preparation of test portions from the laboratory sample (Đặc tính của chất thải – Chuẩn bị phần mẫu thử từ mẫu phòng thí nghiệm)*

CEN/TR 15310-3, *Characterization of waste — Sampling of waste materials — Part 3: Guidance on procedures for sub-sampling in the field (Đặc tính của chất thải – Lấy mẫu vật liệu chất thải – Phần 3: Hướng dẫn quy trình lấy mẫu bổ sung tại hiện trường).*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

3.1

Hàm lượng nước (water content)

Phần khối lượng (mass fraction)

w_w

Khối lượng nước bay hơi từ một mẫu đất khi được sấy đến khối lượng không đổi ở 105 °C, chia cho khối lượng khô của mẫu đất.

[TCVN 6495 (ISO 11074)]

3.2

Mẫu phòng thí nghiệm (laboratory sample)

Mẫu dùng để thử hoặc kiểm tra trong phòng thí nghiệm.

CHÚ THÍCH 1: Khi mẫu phòng thí nghiệm được tiếp tục chuẩn bị (giảm thiểu) bằng cách chia nhỏ, trộn, nghiền nhỏ, hoặc bằng việc kết hợp các bước này, để có được mẫu thử nghiệm. Khi không yêu cầu sự chuẩn bị mẫu

phòng thí nghiệm, thì mẫu phòng thí nghiệm là mẫu thử. Phần thử nghiệm được tách ra từ mẫu thử nghiệm để thực hiện thử hoặc để phân tích.

CHÚ THÍCH 2: Mẫu phòng thí nghiệm là mẫu cuối cùng về phương diện thu thập mẫu, nhưng nó cũng là mẫu khởi đầu về phương diện phòng thí nghiệm.

CHÚ THÍCH 3: Nhiều mẫu phòng thí nghiệm có thể được chuẩn bị và gửi đến các phòng thí nghiệm khác nhau hoặc các phòng thí nghiệm giống nhau cho những mục đích khác nhau.

[TCVN 6495 (ISO 11074)]

3.3

Mẫu thử (test sample)

Mẫu, được chuẩn bị từ mẫu phòng thí nghiệm, từ đó các phần thử nghiệm được lấy đi để thử nghiệm hoặc để phân tích; Phần này của vật liệu, kết quả từ mẫu phòng thí nghiệm bằng phương pháp xử lý sơ bộ mẫu phù hợp và có kích thước (thể tích/khối lượng) cần thiết cho việc thử nghiệm hoặc phân tích mong muốn.

CHÚ THÍCH 1: Được điều chỉnh theo ISO 11074:2005¹⁾.

3.4

Phần mẫu thử (test portion)

Phần phân tích (analytical portion)

Số lượng vật liệu, có cỡ nhất định để đo nồng độ hoặc các tính chất quan tâm khác, được lấy từ mẫu thử.

CHÚ THÍCH 1: Phần mẫu thử có thể được lấy từ mẫu ban đầu hoặc từ mẫu phòng thí nghiệm một cách trực tiếp nếu không có yêu cầu chuẩn bị mẫu (ví dụ với các chất lỏng), nhưng thường lấy từ mẫu thử đã được chuẩn bị.

CHÚ THÍCH 2: Một đơn vị hoặc một phần đã đồng nhất về tính chất, kích thước và độ mịn, thì không cần sự chuẩn bị tiếp theo, có thể là một mẫu thử.

[TCVN 6495 (ISO 11074)]

3.5

Vật liệu (material)

Đất được đào, vật liệu được nạo vét, đất nhân tác, đất được xử lý và vật liệu san lấp, và các vật liệu phù hợp khác có liên quan, bao gồm vật liệu cải tạo đất và vật liệu thải.

4 Nguyên lý

Nguyên lý chiết được chủ yếu dựa trên là sự khử dạng Fe(III) về dạng Fe(II) dễ hòa tan hơn, cũng như dựa trên ái lực tạo phức của ascorbat để chiết sắt từ vật liệu vô định hình.

Phân tích cần được tiến hành sử dụng kỹ thuật ICP-AES, ví dụ theo TCVN 6665 (ISO 11885).

¹⁾ Đã có TCVN 6495-2:2001 (ISO 11074-2:1998)

5 Thiết bị, dụng cụ

Các thiết bị sau đây cần được sử dụng. Tất cả vật liệu tiếp xúc với mẫu (vật liệu hoặc thuốc thử) không được nhiễm bẩn các hợp chất cần xác định hoặc hấp phụ với hợp chất quan tâm.

5.1 Ống ly tâm, ví dụ polycarbonat có kích thước thích hợp, được tráng rửa theo TCVN 6663-3 (ISO 5667-3).

5.2 Máy ly tâm, thích hợp ở 3000 g. với các điều kiện phù hợp khác, xem Phụ lục A.

5.3 Máy lắc đảo chiều (5 min^{-1} đến 10 min^{-1})

CHÚ THÍCH Các phương pháp lắc khác có thể được dùng nếu chứng minh là cho kết quả tương đương.

5.4 Bộ giữ cái lọc dùng cho sơ ranh, $0,2 \mu\text{m}$, xenlulo axetat, đường kính 30 mm, làm sạch với ít nhất 10 ml nước cất trước khi sử dụng.

5.5 Bình thủy tinh hoặc nhựa phòng thử nghiệm thông thường, được tráng rửa theo TCVN 6663-3 (ISO 5667-3).

5.6 Sơ ranh nhựa, 50 ml, được tráng rửa theo TCVN 6663-3 (ISO 5667-3).

5.7 Cân, độ chính xác ít nhất 1 mg.

5.8 Thiết bị sàng, với kích thước lưới danh định từ 2 mm đến 4 mm.

CHÚ THÍCH Do sàng, sự nhiễm bẩn mẫu có thể xảy ra ở mức độ ảnh hưởng đến dịch ngâm chiết của một số thành phần quan tâm, ví dụ coban và vonfram từ thiết bị cacbua vonfram hoặc crom, niken và molybden từ thiết bị thép không gỉ.

5.9 Bộ chia mẫu, để lấy mẫu phụ từ mẫu phòng thí nghiệm (tùy chọn).

5.10 Thiết bị nghiền: thiết bị cắt hoặc máy nghiền nhai.

CHÚ THÍCH Do nghiền, sự nhiễm bẩn mẫu có thể xảy ra ở mức độ ảnh hưởng đến dịch ngâm chiết của một số thành phần quan tâm, ví dụ coban và vonfram từ thiết bị cacbua vonfram hoặc crom, niken và molybden từ thiết bị thép không gỉ.

5.11 Thiết bị sục khí nitơ (N_2 , tinh khiết 99,999 %, $\text{O}_2 < 0,0003 \%$).

Tạo khí nitơ thành một dòng không đổi, ví dụ sử dụng van áp suất.

5.12 pH-met, có độ chính xác đo ít nhất $\pm 0,05$ đơn vị pH.

6 Thuốc thử

Thuốc thử được dùng phải đạt cấp độ phân tích và nước được dùng phù hợp với loại 3 theo TCVN 4851 (ISO 3696).

6.1 Nước: sử dụng nước cất hoặc nước đã loại khoáng với độ dẫn điện riêng $0,2 \text{ mS/cm}$ tại $25 \text{ }^\circ\text{C}$ và $\text{pH} > 5,6$.

6.2 Natri hydro cacbonat, $M(\text{NaHCO}_3) = 84,01 \text{ g/mol}$.

6.3 Trinatri xitrat ngậm hai phân tử nước, $M(\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 294,1 \text{ g/mol}$.

6.4 L(+) axit ascorbic, phù hợp với hóa sinh, $M(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6) = 176,13 \text{ g/mol}$.

6.5 Axit nitric, $c(\text{HNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$.

7 Xử lý mẫu trước

7.1 Cỡ mẫu

Lấy mẫu phải được tiến hành theo hướng dẫn về chuẩn bị kế hoạch lấy mẫu đối với vật liệu đất như được quy định ở TCVN 7538-1 (ISO 10381-1) đến TCVN 7538-6 (ISO 10381-6) và đối với chất thải theo EN 14899, để thu được mẫu phòng thí nghiệm đại diện. Cần có được một mẫu phòng thí nghiệm đại diện ít nhất 200 g (chất khô) đối với đất và vật liệu đất và 2 kg (chất khô) đối với vật liệu chất thải. Tiến hành các hướng dẫn để xử lý mẫu trước:

- Đối với đất và vật liệu đất theo TCVN 6647 (ISO 11464);
- Đối với chất thải theo CEN/TR 15310-3 và EN 15002.

Sử dụng một bộ chia mẫu (5.9) hoặc áp dụng chia 3 hoặc chia tư để chia mẫu.

CHÚ THÍCH Cỡ mẫu phòng thí nghiệm yêu cầu không phụ thuộc vào sự phân bố cỡ hạt của đất hoặc vật liệu được phân tích [xem TCVN 6862 (ISO 11277)]. Cỡ mẫu được quy định thường là đủ. Trong trường hợp cụ thể, cỡ mẫu nhỏ hơn có thể được chấp nhận – ví dụ, nếu vì các lý do cụ thể, vật liệu ít có sẵn – nếu thử nghiệm có thể được tiến hành như được quy định ở 7.2 và 7.3.

Bất kỳ sai lệch về cỡ mẫu hoặc các yêu cầu về thể tích phải được ghi lại trong báo cáo thử nghiệm.

7.2 Giảm cỡ hạt

7.2.1 Yêu cầu chung

Thử nghiệm phải được tiến hành trên vật liệu như đã được nhận.

7.2.2 Giảm cỡ hạt đất và vật liệu đất

Đối với đất và vật liệu đất, phần thử được chuẩn bị phải có cỡ hạt $\leq 2 \text{ mm}$. Nếu vật liệu quá cỡ không phải là nguồn gốc tự nhiên và vượt quá 5 % (theo khối lượng), toàn bộ phần quá cỡ phải được tách ra bằng sàng (xem 5.8) và nghiền sử dụng thiết bị nghiền phù hợp (5.10) Không tính đến vật liệu được nghiền mịn. Vật liệu quá cỡ có nguồn gốc tự nhiên (ví dụ đá, sỏi, cành cây...) trong mẫu phải được phân tách và loại bỏ. Dù việc giảm kích thước cần thiết đến cỡ nào thì các phần riêng lẻ, trừ trường hợp không thể nghiền được và bỏ đi trong khi giảm cỡ hạt, đều phải được gộp với nhau để tạo thành mẫu thử. Nếu mẫu phòng thí nghiệm không thể nghiền hoặc sàng do hàm lượng nước của chúng, trong trường hợp này, cho phép giảm hàm lượng nước cho đến khi mẫu thử có thể sàng được. Nhiệt độ làm khô phải không vượt quá $25 \text{ }^\circ\text{C}$.

7.2.3 Giảm cỡ hạt của chất thải

Đối với chất thải, thử nghiệm được tiến hành trên vật liệu với cỡ hạt ít nhất 95 % (theo khối lượng) < 4 mm. Do vậy, mẫu thử phải được sàng (xem 5.8). Nếu vật liệu quá cỡ vượt quá 5 % (theo khối lượng), toàn bộ phần quá cỡ phải được nghiền bằng cách sử dụng thiết bị nghiền (xem 5.10). Không tính đến vật liệu được nghiền mịn. Vật liệu không thể nghiền (ví dụ các phần kim loại như bu lông, đai ốc, mảnh, ..) trong mẫu phải được tách biệt và khối lượng và bản chất của vật liệu phải được ghi lại. Phương pháp giảm cỡ được áp dụng phải được lập thành tài liệu và ghi lại trong báo cáo thử. Dù việc giảm kích thước cần thiết đến cỡ nào thì các phần riêng lẻ, trừ trường hợp không thể nghiền được và bỏ đi trong khi giảm cỡ hạt và vật liệu có thể được sử dụng theo đoạn thứ 2 sau chú thích 1, đều phải được gộp với nhau để tạo thành mẫu thử. Nếu mẫu phòng thí nghiệm không thể nghiền hoặc sàng do hàm lượng nước của chúng, trong trường hợp này, cho phép giảm hàm lượng nước cho đến khi mẫu thử có thể sàng được. Nhiệt độ làm khô phải không vượt quá 25 °C. Bất kỳ sai lệch nào trong quy trình này phải được ghi lại trong báo cáo thử nghiệm.

CHÚ THÍCH 1: Vật liệu dạng sợi và chất dẻo có thể thường được giảm cỡ sau khi xử lý làm lạnh.

Bất kỳ bước làm khô nào cũng có thể thay đổi các đặc tính khác của chất thải. Cần thận để giảm thiểu những thay đổi như vậy.

Để giảm thiểu sự nhiễm bẩn có thể trong khi sàng, tách mảnh và chia, trước khi chuẩn bị mẫu thử, phần mẫu thử nên được xử lý qua các thiết bị để sàng, tách, chia, loại bỏ vật liệu sau đó. Khuyến cáo này không quy định cho sự nhiễm bẩn có thể đã được mô tả ở chú thích trong 5.8 và 5.10.

CHÚ THÍCH 2 Sự khác nhau quan trọng có thể xảy ra trong kết quả thử nghiệm ngâm chiết, phụ thuộc vào quy trình nghiền và vật liệu thải đã được nghiền. Sự sai khác liên quan đến cỡ hạt có thể được chứng minh bằng cách xác định sự phân bố cỡ hạt. Cần chú ý rằng, trong trường hợp sự phân bố cỡ hạt rất hẹp, những sai khác như vậy trong kết quả ngâm chiết có thể được tăng thêm, đặc biệt trong phần trên của dải cỡ hạt.

7.3 Xác định hàm lượng nước

Xác định hàm lượng nước của mẫu trên một phần mẫu thử riêng biệt ở (105 ± 5) °C theo TCVN 6648 (ISO 11465). Nếu mẫu đất được làm khô trong không khí trước khi thử, thì hàm lượng chất khô của mẫu được làm khô trong không khí cũng phải được xác định.

8 Quá trình

8.1 Chuẩn bị dung dịch chiết

Chuẩn bị dung dịch 50 g natri hydro cacbonat (6.2) và 50 g trinati xitrat ngậm hai phân tử nước (6.3) cho một lít nước. Sục khí bằng khí nitơ (5.11) trong 4 h. Thêm 20 g L(+) axit ascorbic (6.4) cho một lít. Sục khí bằng khí nitơ (5.11) lần nữa cho đến khi đạt pH cuối cùng bằng 8,0.

Chuẩn bị dung dịch chiết này ngay cho từng thử nghiệm vì không thể bảo quản.

8.2 Chiết

Sử dụng cân (5.7), cân phân mẫu thử tương đương với 10 g (đối với vật liệu ≤ 2 mm) hoặc 25 g (đối với vật liệu < 4 mm) chất khô và chuyển chúng vào một chai khô. Thêm 200 ml (đối với vật liệu ≤ 2 mm) hoặc 500 ml đối với vật liệu < 4 mm dung dịch chiết (8.1) và đậy kín chai. Lắc (xem 5.3) trong 24 h ở nhiệt độ phòng. Ly tâm đến thể tích phù hợp để phân tích trong 30 min ở 3000 g hoặc điều kiện ly tâm thích hợp như nêu tại Phụ lục A.

Dùng sơ ranh lấy dung dịch nổi phía trên và cho lọc dịch này qua giấy lọc 0,2 μm (5.4). Đổ bỏ 3 ml đầu tiên và thu phần còn lại của dịch lọc vào một chai. Bảo quản dịch lọc theo TCVN 6663-3 (ISO 5667-3) và phân tích (8.3).

CHÚ THÍCH Có thể dùng phần thử lớn hơn khi có các chỉ thị cho thấy vật liệu quá phức tạp nên không thu được đầy đủ độ tái lập của kết quả. Nếu dùng phần thử lớn hơn, cần tăng thể tích dung dịch chiết (8.1) một cách tương ứng.

Tiến hành với mẫu trắng của việc chiết.

8.3 Xác định phân tích

Phân tích dịch chiết axit hóa (xem 8.2) sử dụng kỹ thuật ICP-AES, ví dụ theo TCVN 6665 (ISO 11885).

9 Tính toán

Tính nồng độ sắt, tính bằng milimol trên kilogram (mmol/kg) của đất khô theo Công thức (1).

$$c_{Fe} = (\rho_{Fe} - \rho_{Fe,b}) \times \frac{V}{m} \times \frac{(100 + w_w)}{100} \times \frac{1}{55,85} \quad (1)$$

Trong đó

c_{Fe} là nồng độ của sắt chiết được trong mẫu dựa trên chất khô, tính bằng milimol trên kilogram (mmol/kg)

ρ_{Fe} là nồng độ khối lượng của sắt trong dịch chiết, tính bằng miligam trên lit (mg/l);

$\rho_{Fe,b}$ là nồng độ khối lượng của sắt trong mẫu trắng, tính bằng miligam trên lit (mg/l);

V là thể tích của dịch chiết được dùng, tính bằng mililit (ml);

m là khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam (g);

w_w là hàm lượng nước được xác định theo TCVN 6648 (ISO 11465), tính theo phần trăm (%) khối lượng.

10 Biểu thị kết quả

Báo cáo nồng độ của sắt chiết được trong mẫu dựa trên chất khô, tính bằng milimol trên kilogram (mmol/kg).

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm ít nhất các chi tiết sau:

- a) Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) Bất kỳ thông tin cần thiết để nhận dạng hoàn toàn mẫu;
- c) Viện dẫn phương pháp được dùng để phân tích, ví dụ TCVN 6665 (ISO 11885);
- d) Kết quả của phép xác định;
- e) Bất kỳ chi tiết nào là tùy chọn hoặc sai lệch với các yêu cầu trong tiêu chuẩn này và bất kỳ ảnh hưởng có thể ảnh hưởng đến kết quả.

Phụ lục A
(Tham khảo)

Các điều kiện ly tâm

A.1 Khái quát

Theo tiêu chuẩn này, bước đầu tiên của tách rắn/lỏng phải được thực hiện bằng ly tâm. Việc ly tâm nên thực hiện ở 3000 g trong 30 min.

Tuy nhiên, có thể nhận được hiệu suất tách tương tự ở các điều kiện ly tâm khác (thời gian ly tâm ngắn hơn ở tốc độ ly tâm lớn hơn hoặc thời gian ly tâm kéo dài ở tốc độ ly tâm thấp hơn). Để đảm bảo độ tái lập của ly tâm, các nguyên tắc sau phải được xem xét khi sai khác so với quy trình ly tâm khuyến cáo.

Nói chung, lực ly tâm tương đối ($F_{c,r}$, tính bằng g) phụ thuộc vào tốc độ của mô tơ, n (vòng quay trên phút, min^{-1}), và bán kính mô tơ, r (tính bằng cm) và được tính theo Công thức (A.1):

$$F_{c,r} = 0,00001118 \times (n)^2 \times r \quad (\text{A.1})$$

Về vấn đề này, mỗi mô tơ có một hệ số k đặc trưng mô tả hiệu suất tạo hạt của nó. Hệ số k nhỏ hơn, hiệu suất tạo hạt sẽ lớn hơn.

Hệ số này có thể được dùng để xác định thời gian yêu cầu để ly tâm tái lập tạo các tốc độ mô tơ khác nhau. Hệ số k có thể được tính sử dụng Công thức (A.2):

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

Trong đó

k là hệ số mô tơ cụ thể;

r_{\max} là bán kính lớn nhất từ trục, tính bằng centimet (cm);

r_{\min} là bán kính nhỏ nhất từ trục, tính bằng centimet (cm);

n là tốc độ mô tơ, vòng quay trên phút (min^{-1}).

Để tính thời gian cần tại tốc độ mô tơ khác để đạt được kết quả ly tâm như nhau, phải tính được hệ số k đối với cả hai tốc độ mô tơ. Sử dụng Công thức (A.3), thời gian có thể được xác định:

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

Trong đó

k_a là hệ số mô tơ cụ thể tại tốc độ a;

k_b là hệ số mô tơ cụ thể tại tốc độ b;

t_a là thời gian ly tâm với tốc độ mô tơ a, cần để đạt được hiệu suất tách như nhau như đối với tốc độ mô tơ b trong thời gian t_b , tính bằng phút (min);

t_b là thời gian ly tâm đối với tốc độ mô tơ b, tính bằng phút (min).

A.2 Ví dụ tính toán

Kích thước mô tơ: $r_{\max} = 9 \text{ cm}$, $r_{\min} = 3 \text{ cm}$, $\bar{r} = 6 \text{ cm}$

n cần cho $F_{c,r} = 3000 \text{ g}$ [xem Công thức (A.1)]:

$$n = \sqrt{\frac{3000}{0,00001118 \times 6}} = 6694 \text{ min}^{-1}$$

Yêu cầu n : 3000 min^{-1}

Câu hỏi: 6694 min^{-1} cho 30 min tương ứng với 3000 min^{-1} cho x_{\min} .

Tính hệ số k [xem Công thức (A.2)]:

a) 6694 min^{-1} :

$$k_{6694} = \frac{2,53 \times (\ln 9 - \ln 3)}{6694^2} \times 10^{11} = 6203$$

b) 3000 min^{-1} :

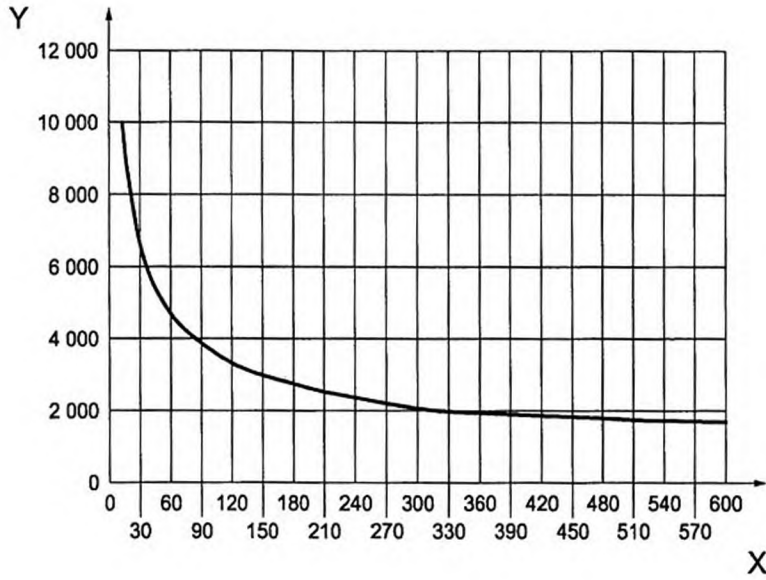
$$k_{3000} = \frac{2,53 \times (\ln 9 - \ln 3)}{3000^2} \times 10^{11} = 30883$$

Thời gian cần ở 3000 min^{-1} [xem Công thức (A.3)]:

$$t_{3000} = 30 \times \frac{30883}{6203} = 149,4 \text{ min}$$

Trả lời: tại 3000 min^{-1} thời gian ly tâm phải bằng 149 min.

Hình A.1 chỉ ra điểm thời gian ly tâm, t với tốc độ mô tơ, n , đối với kích thước mô tơ được mô tả ở trên (dựa trên 3000 g trong 30 min):

**CHÚ DẪN**

X thời gian ly tâm, tính bằng min

Y tốc độ mô tơ, r/min

Hình A.1 – Đồ thị thời gian ly tâm, t , với tốc độ mô tơ, n , đối với kích thước mô tơ được mô tả ở trên

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 6495 (ISO 11074), *Chất lượng đất – Thuật ngữ.*
- [2] TCVN 6862 (ISO 11277), *Chất lượng đất – Xác định thành phần cấp hạt trong đất khoáng – Phương pháp rây và sa lắng.*
- [3] TCVN 6665 (ISO 11885), *Chất lượng nước - Xác định nguyên tố chọn lọc bằng phổ phát xạ quang plasma cặp cảm ứng (ICP-OES).*
- [4] ISO/TS 21268-4, *Soil quality – Leaching procedures for subsequent chemical and ecotoxicological testing of soil and soil materials – Part 4: Influence of pH on leaching with initial acid/base addition*
- [5] FERDELMAN, D.G. *The distribution of sulphur, iron, manganese, copper, and uranium in a saltmarsh sediment core as determined by a sequential extraction method.* MSc thesis, University of Delaware, 1988.
- [6] KOSTKA, J.E., LUTHER III, G.W., 1994. Partitioning and speciation of solid phase iron in saltmarsh sediments. *Geochimica et cosmochimica acta*, Vol 58 (7), pp. 1701-1710.
- [7] DZOMBAK, D.A., MOREL, F.M.M. *Surface complexation modelling: hydrous ferric oxide*; John Wiley & Sons: New York, 1990.
- [8] GFELLER, M., SCHULIN, R., ETH Zürich, <http://www.randomdots.net>.
-