

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6663 -13 : 2015

ISO 5667-13 : 2011

Xuất bản lần 2

**CHẤT LƯỢNG NƯỚC – LẤY MẪU -
PHẦN 13: HƯỚNG DẪN LẤY MẪU BÙN**

Water quality – Sampling

Part 13: Guidance on sampling of sludges

HÀ NỘI – 2015

TCVN 6663-13:2015

Lời nói đầu

TCVN 6663-13:2015 thay thế cho TCVN 6663-13:2009

TCVN 6663-13:2015 hoàn toàn tương đương với ISO 5667-13:2011.

TCVN 6663-13:2015 do Tổng cục Môi trường biên soạn, Bộ Tài nguyên và Môi trường đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Bộ tiêu chuẩn TCVN 6663 (ISO 5667) *Chất lượng nước – Lấy mẫu* gồm các tiêu chuẩn sau:

- Phần 1: Hướng dẫn thiết kế chương trình lấy mẫu và kỹ thuật lấy mẫu,
- Phần 3: Hướng dẫn bảo quản và lưu giữ mẫu nước,
- Phần 4: Hướng dẫn lấy mẫu nước hồ tự nhiên và hồ nhân tạo,
- Phần 5: Hướng dẫn lấy mẫu nước uống ở nhà máy xử lý và từ các hệ thống đường ống phân phối nước,
- Phần 6: Hướng dẫn lấy mẫu nước sông và suối,
- Phần 7: Hướng dẫn lấy mẫu nước và hơi trong các nhà máy hơi nước,
- Phần 8: Hướng dẫn lấy mẫu nước của căn ướt,
- Phần 9: Hướng dẫn lấy mẫu nước biển,
- Phần 10: Hướng dẫn lấy mẫu nước thải,
- Phần 11: Hướng dẫn lấy mẫu nước ngầm,
- Phần 13: Hướng dẫn lấy mẫu bùn nước cống và ở nhà máy xử lý nước,
- Phần 14: Hướng dẫn đảm bảo chất lượng lấy mẫu và lưu giữ mẫu nước môi trường,
- Phần 15: Hướng dẫn bảo quản mẫu và lưu giữ mẫu bùn và cặn trầm tích,

Bộ tiêu chuẩn ISO 5667 *Water quality – Sampling* còn các tiêu chuẩn sau:

- Part 12: Guidance on sampling of bottom sediments,
- Part 16: Guidance on biotesting of samples,
- Part 17: Guidance on sampling of suspended sediments,
- Part 18: Guidance on sampling of groundwater at contaminated sites,
- Part 19: Guidance on sampling of marine sediments,
- Part 20: Guidance on the use of sampling data for decision making – Compliance with thresholds and classification systems.

Lời giới thiệu

Tiêu chuẩn này phải được sử dụng cùng với TCVN 6663-1 (ISO 5667-1) và TCVN 6663-15 (ISO 5667-15). Thuật ngữ chung sử dụng theo các phần của TCVN 8184 (ISO 6107).

Thường tiến hành lấy mẫu và xác định các đặc tính vật lý và hóa học của bùn và các chất rắn liên quan cho các mục đích đặc thù. Phương pháp lấy mẫu đã nêu là phù hợp để sử dụng nhưng không cải biên loại trừ trong ánh sáng của mọi hệ số đặc biệt đã biết đối với phân tích để nhận được chất phân tích trong mẫu hoặc mọi hoạt động ghi chú cần cho lấy mẫu. Người tiến hành lấy mẫu phải có nhận thức đầy đủ về các yêu cầu an toàn trước khi tiến hành lấy mẫu.

Có thể không nhấn mạnh sự quan trọng của việc sử dụng kỹ thuật lấy mẫu hợp lệ nếu đánh giá phân tích tiếp theo. Quan trọng là người lấy mẫu và phân tích mẫu có nhận thức đầy đủ về bản chất tự nhiên của mẫu và mục đích của việc thực hiện phân tích đã được yêu cầu trước khi tiến hành mọi chương trình làm việc. Tích hợp đầy đủ với phòng thí nghiệm phân tích mẫu đảm bảo rằng có thể thực hiện phần lớn sự áp dụng hiệu quả của lấy mẫu ngẫu nhiên. Ví dụ, sử dụng kỹ thuật nghiên cứu điều tra phương pháp lấy mẫu đặc thù hỗ trợ cho phép đo có kết quả chính xác.

Tiêu chuẩn này có thể được áp dụng cho chủ đích lấy mẫu theo mục đích khác nhau, một số mục đích là để:

- a) Cung cấp số liệu để vận hành các nhà máy bùn hoạt tính;
- b) Cung cấp số liệu để vận hành các thiết bị xử lý bùn;
- c) Xác định nồng độ của chất ô nhiễm trong bùn nước thải để thải bỏ ra bãi rác;
- d) Phép thử xem có mâu thuẫn với giới hạn chất đã qui định khi bùn được sử dụng trong nông nghiệp;
- e) Cung cấp thông tin cho quá trình kiểm soát trong xử lý nước thải và nước sinh hoạt, bao gồm cả:
 - 1) Thêm hoặc rút bớt chất rắn,
 - 2) Thêm hoặc rút bớt chất lỏng;
- f) Cung cấp thông tin cho các khía cạnh thi hành pháp luật về việc loại bỏ nước thải và bùn hệ thống cấp nước;
- g) Nghiên cứu điều tra hệ thống cấp nước đặc biệt trong tính năng của thiết bị và quá trình mới;
- h) Chí phí tối ưu, ví dụ để chuyển bùn đến nơi xử lý hoặc thải bỏ.

Khi thiết kế chương trình lấy mẫu bùn, cần chủ động thiết lập các mục tiêu của nghiên cứu, do đó thông tin đạt được tương ứng với kết quả đã yêu cầu. Thêm vào đó, số liệu phải không bị bóp méo do sử dụng kỹ thuật không thích hợp, ví dụ nhiệt độ bảo quản mẫu không đủ hoặc lấy mẫu trên các phần không đại diện của nhà máy xử lý bùn.

Chất lượng nước – Lấy mẫu

Phần 13: Hướng dẫn lấy mẫu bùn

Water quality – Sampling

Part 13: Guidance on sampling of sludges

CẢNH BÁO – Người sử dụng tiêu chuẩn này cần thành thạo với các thực hành trong phòng thí nghiệm thông thường. Tiêu chuẩn này không đề cập tới mọi vấn đề an toàn liên quan đến người sử dụng. Trách nhiệm của người sử dụng là phải xác lập thực hành về an toàn, bảo đảm sức khỏe phù hợp với các quy định của quốc gia.

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này hướng dẫn lấy mẫu bùn từ các công trình xử lý nước thải, các công trình xử lý nước cấp và bùn từ các quá trình công nghiệp. Tiêu chuẩn này được áp dụng cho tất cả các loại bùn sinh ra từ các công trình nêu trên và các loại bùn có đặc tính tương tự, ví dụ như bùn từ bể tự hoại, đồng thời cũng hướng dẫn cách lập chương trình lấy mẫu và phương pháp lấy mẫu.

2 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 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).

TCVN 1693 (ISO 18283), *Than cứng và than cốc – Lấy mẫu thủ công.*

TCVN 5999 (ISO 5667-10) *Chất lượng nước – Lấy mẫu – Phần 10: Hướng dẫn lấy mẫu nước thải.*

TCVN 6663-1 (ISO 5667-1) *Chất lượng nước – Lấy mẫu – Phần 1: Hướng dẫn lập chương trình lấy mẫu và kỹ thuật lấy mẫu.*

TCVN 6663-14 (ISO 5667-14) *Chất lượng nước – Lấy mẫu – Phần 14: Hướng dẫn đảm bảo chất lượng lấy mẫu và xử lý mẫu nước môi trường.*

TCVN 6663-13:2015

TCVN 6663-15 (ISO 5667-15) *Chất lượng nước – Lấy mẫu – Phần 15: Hướng dẫn bảo quản và xử lý mẫu bùn và trầm tích.*

TCVN 8184¹⁾ (ISO 6107) (tất cả các phần), *Chất lượng nước – Thuật ngữ.*

ISO 5667-12, *Water quality – Sampling – Part 12: Guidance on sampling of bottom sediments (Chất lượng nước – Lấy mẫu – Phần 12: Hướng dẫn lấy mẫu trầm tích đáy).*

ISO/TR 8363²⁾ *Measurement of liquid flow in open channels – General guidelines for selection of method (Đo lưu lượng chất lỏng trong kênh hở – Hướng dẫn chung về cách chọn phương pháp).*

CEN/TR 13097, *Characterization of sludges – Good practice for sludge utilisation in agriculture (Xác định đặc tính của bùn – Thực hành tốt đối với sử dụng bùn trong nông nghiệp).*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Mục đích của tài liệu này, các thuật ngữ và định nghĩa được nêu trong TCVN 8184 (ISO 6701) và các thuật ngữ và định nghĩa sau:

3.1

Mẻ (batch)

Đơn vị sản phẩm sản xuất tại một nhà máy đơn lẻ sử dụng các thông số sản xuất thống nhất – hoặc một số đơn vị sản phẩm như vậy khi được lưu giữ cùng với nhau – và có thể phân định với các mục đích thu hồi và xử lý lại hoặc thải bỏ mà các thử nghiệm cho thấy là cần thiết.

3.2

Mẫu tổ hợp (composite sample)

Hai hoặc nhiều mẫu trộn lẫn với nhau theo các tỉ lệ thích hợp đã biết (gián đoạn hoặc liên tục), từ đó có thể thu được kết quả trung bình của một đặc tính mong muốn .

CHÚ THÍCH 1: Các tỉ lệ này thường dựa trên các phép đo theo thời gian hoặc lưu lượng.

CHÚ THÍCH 2: Theo TCVN 8184-2:2009 (ISO 6107-2:2006), 29.

3.3

Điểm kiểm soát tới hạn (critical control point)

Điểm, bước hoặc quy trình tại đó có thể áp dụng sự kiểm soát và là điều cần thiết yếu để ngăn ngừa, loại bỏ một mối nguy hoặc làm giảm bớt chúng tới mức có thể chấp nhận.

¹⁾ Trong bộ tiêu chuẩn ISO 6107, có 4 phần được biên soạn thành thành tiêu chuẩn quốc gia với số hiệu TCVN 8184 và có 2 phần được biên soạn thành tiêu chuẩn quốc gia với số hiệu khác, cụ thể là: TCVN 5982 (ISO 6107-3); TCVN 5983 (ISO 6107-4). Riêng ISO 6107-9 chưa được chấp nhận thành TCVN.

²⁾ ISO 8363 đã hủy.

3.4

Độ chênh áp suất hút ra (draw-off head)

Độ cao của bùn trên điểm chiết cung cấp áp suất thủy lực có sẵn để rút bùn khi loại bỏ dựa vào dòng chảy do trọng lực của bùn.

3.5

Lấy mẫu theo lưu lượng (flow-related sampling)

Lấy mẫu theo những khoảng thời gian thay đổi bị chi phối bởi dòng chảy vật chất.

CHÚ THÍCH: "Lấy mẫu theo lưu lượng" thường áp dụng cho bùn lỏng; xem thêm hướng dẫn trong TCVN 5999 (ISO 5667-10).

3.6

Mẫu đơn/mẫu gàu (grab sample)

Mẫu rời rạc được lấy một cách ngẫu nhiên (theo thời gian và/hoặc vị trí) từ một khối bùn.

CHÚ THÍCH: Theo TCVN 8184-2:2009 (ISO 6107-2:2006), 128.

3.7

Đống (heap)

Đống bùn đã loại nước có các kích thước gần bằng nhau.

3.8

Bùn lỏng (liquid sludge)

Bùn chảy dưới ảnh hưởng của trọng lực hoặc áp suất thấp dưới một ngưỡng nhất định.

[CEN/TR 15463:2007^[7]]

3.9

Đống dài (long pile)

Đống bùn đã loại nước có chiều dài lớn hơn chiều rộng.

3.10

Kênh hở (open channel)

Ông hoặc ống dẫn nơi bề mặt chất lỏng có áp suất khí quyển.

3.11

Lấy mẫu theo tỉ lệ (proportional sampling)

TCVN 6663-13:2015

Kỹ thuật để lấy mẫu từ dòng bùn đang chảy trong đó tần suất lấy mẫu (trong trường hợp lấy mẫu gián đoạn) hoặc lưu lượng hút mẫu (trong trường hợp lấy mẫu liên tục) tỉ lệ thuận với lưu lượng dòng chảy của bùn được lấy mẫu.

[TCVN 8184-2:2009 (ISO 6107-2:2006), 91].

3.12

Điểm kiểm soát chất lượng (quality control point)

Điểm, bước hoặc quy trình mà tại đó việc kiểm soát có thể được áp dụng và là điểm quan trọng hoặc thậm chí quyết định để mức chất lượng có thể được chấp nhận.

3.13

Hiệu suất lấy mẫu (sampling performance)

Độ chụm của lấy mẫu được đánh giá bằng các phương pháp kiểm soát chất lượng, ví dụ lấy mẫu lập, mẫu trắng hiện trường, mẫu kiểm soát hiện trường, so sánh giữa các thiết bị lấy mẫu và lấy mẫu tại các trạm chuẩn.

3.14

Bùn (sludge)

Hỗn hợp của nước và chất rắn được tách khỏi các loại nước khác nhau do kết quả của quá trình tự nhiên hoặc nhân tạo.

CHÚ THÍCH: Theo TCVN 8184-1:2009 (ISO 6107-1:2004), 67.

3.15

Bánh bùn (sludge cake)

Bùn được tạo ra từ thiết bị loại nước khỏi bùn .

VÍ DỤ: Nén lọc, ly tâm.

[EN 1085:2007⁵⁾, 9490].

3.16

Băng tải đứng yên (static belt)

Băng tải đứng yên khi vật liệu được vận chuyển trên một băng tải.

3.17

Lưu kho (stockpile)

Lưu giữ bùn đã xử lý cho đến khi chúng được sử dụng hoặc thải bỏ .

4 Xây dựng chương trình lấy mẫu

4.1 Mục tiêu lấy mẫu

Xác định mục tiêu của chương trình lấy mẫu là một bước quan trọng để đưa ra loại và chất lượng của thông tin thu thập được từ quá trình lấy mẫu.

Tùy theo mục tiêu của chương trình lấy mẫu có quan trắc kiểm soát quá trình hay quan trắc chất lượng dòng bùn thải đã qua xử lý hay không xử lý để đưa ra kiểu lấy mẫu thích hợp. Thông thường, một chương trình lấy mẫu nhằm vào điểm kiểm soát tới hạn và điểm kiểm soát chất lượng kết hợp với nhau trong quá trình bố trí thiết bị. Tham khảo CEN/TR 13097 về phân tích chi tiết mối nguy điểm kiểm soát tới hạn, cách tiếp cận để xác định điểm kiểm soát tới hạn và điểm kiểm soát chất lượng.

Chương trình lấy mẫu có thể bao gồm:

- Quan trắc dòng đầu vào;
- Quan trắc quá trình;
- Quan trắc dòng đầu ra;
- Kiểm tra và thử nghiệm thiết bị.

4.2 Những xem xét về tính biến động

Trong thiết kế chương trình lấy mẫu cần lưu ý nhất đến tính biến động, theo thời gian và không gian. Tính biến động xác định số lượng địa điểm, số lượng mẫu lập và tần suất lấy mẫu. Sự biến động mạnh của môi trường, sự xả thải công nghiệp kết hợp với thiết kế lấy mẫu nghèo nàn hoặc quá ít mẫu có thể dẫn đến số liệu biến thiên quá nhiều để phát hiện ra tác động, xáo trộn hoặc xu hướng. Tính không đồng nhất cục bộ, biến động lấy mẫu và biến động phân tích có thể được ước lượng và hiệu chỉnh dựa vào yêu cầu chất lượng số liệu (dựa trên phương pháp trong Thư mục tài liệu tham khảo [8]).

Ví dụ về độ biến động trong nước thải do thay đổi của quá trình bao gồm:

- Biến động hàng ngày và hàng tuần: các quá trình cụ thể, ví dụ làm sạch được lập thành biểu đồ, có thể luôn luôn xảy ra vào cùng một ngày trong tuần, dẫn tới kiểu biến động nhất quán trong chất lượng xả thải;
- Biến động theo mùa: trong cộng đồng với những thay đổi tải lượng theo mùa, ví dụ một khu nghỉ dưỡng hoặc nơi có quá trình chế biến thực phẩm (cá, rau quả), đặc tính của bùn cồng có thể thay đổi qua các kỳ trong một năm;
- Biến động theo sự kiện: dòng đầu vào (và đầu ra) từ trạm xử lý nước thải thay đổi sau khi có mưa do sự xâm nhập và chảy vào hệ thống cống pha loãng nồng độ, nhưng làm tăng thể tích của nước thải.

TCVN 6663-13:2015

Việc xem xét tính biến động quá trình phải được tính đến trong thiết kế chương trình quan trắc phụ thuộc vào mục tiêu quan trắc, ví dụ để xác định nồng độ tối đa của một chất ô nhiễm, độ biến động của xả thải hoặc nồng độ trung bình.

5. Thiết bị lấy mẫu và thùng chứa mẫu

5.1 Yêu cầu chung

Để lấy mẫu bùn lắng từ những điểm cố định cần phải lắp đặt thiết bị cố định, cho dù, đó chỉ là thêm một đường ống và van nối với nhà máy xử lý. Điều quan trọng là phải kiểm tra xem những thiết bị kiểu như thế có được thường xuyên làm sạch hay không và chúng có bị ăn mòn hay không. Ngoài ra, cũng cần phải xem xét đến khả năng kết quả thử nghiệm của thiết bị bị gây cản trở. Nói chung, cần tham khảo ý kiến của phòng thí nghiệm nơi tiến hành việc phân tích bùn trước khi lắp đặt mọi một thiết bị tại một điểm cố định hoặc khi triển khai một sơ đồ quy trình lấy mẫu mới.

5.2 Thiết bị lấy mẫu

Nói chung, thiết bị lấy mẫu bùn thực tế nhất phải được thiết kế và cấu tạo càng đơn giản càng tốt. Đặc tính vật lý của bùn phụ thuộc vào chủng loại và hàm lượng chất rắn. Hướng dẫn về lựa chọn thiết bị lấy mẫu cho các tình huống khác nhau được nêu trong Phụ lục A. Một số ví dụ cụ thể về thiết bị dùng để lấy mẫu bùn lắng trong những điều kiện nhất định được nêu trong Phụ lục B và C. Thiết bị lấy mẫu phải cứng và không bị ảnh hưởng bởi chất ô nhiễm; thiết bị phải được giữ sạch và không bị ăn mòn.

Mẫu tổ hợp của bùn lắng theo thời gian hoặc mẫu theo tỉ lệ lưu lượng thường được lấy bằng các đơn vị lấy mẫu tự động đã lập chương trình để lấy từng mẫu lỏng đơn lẻ tại các khoảng thời gian lựa chọn. Nói chung, thiết bị lấy mẫu tự động làm sạch ống kết nối mẫu trước khi lấy mẫu.

5.3 Bình chứa mẫu và lưu giữ mẫu

Bình chứa mẫu phải được chọn cẩn thận. Hướng dẫn cụ thể về bình chứa mẫu và bảo quản mẫu theo TCVN 6663-15 (ISO 5667-15) và trong mọi trường hợp, cần tham khảo ý kiến của người phân tích.

Mẫu để xác định độ ẩm toàn phần phải được lấy và đựng trong các bình chứa, không bị rò rỉ và kín khí, để hạn chế việc mất độ ẩm do bay hơi. Bình chứa mẫu phải được che chắn tránh mọi nguồn nhiệt trực tiếp, kể cả ánh sáng mặt trời, tại mọi thời điểm và được mang về phòng thí nghiệm bảo quản lạnh và/hoặc phân tích nhanh để giảm bớt nguy cơ tăng khí trong bình.

Ngoại trừ mẫu lấy để phân tích các chất hữu cơ vết, túi polyetylen hai lớp có thể dùng để lấy mẫu bánh bùn. Khi lấy mẫu bùn, bình chứa bằng polyetylen, polypropylen, polycacbonat và thủy tinh có thể thích hợp xét về mặt ổn định hóa học. Tuy nhiên cần phải thận trọng vì các bình chứa có thể chịu áp lực của khí sinh ra trong bùn nước thải và có thể dẫn đến nổ. Cần hết sức chú ý, đặc biệt khi dùng bình thủy tinh, phải có các biện pháp phòng ngừa áp suất khí tăng cao và giảm thiểu các mảnh bình vỡ ra khi bị nổ. Những hướng dẫn để khắc phục vấn đề này được nêu trong Điều 8. Một số nhà sản

xuất có thể cung cấp các nắp đậy tự điều chỉnh cân bằng áp suất cho các bình thủy tinh. Hướng dẫn về các biện pháp an toàn, tham khảo TCVN 6663-15 (ISO 5667-15).

Nên dùng bình chứa mẫu bằng thủy tinh khi phải xác định các chất hữu cơ, ví dụ như hóa chất bảo vệ thực vật, trong khi đó nên dùng bình chứa mẫu bằng polyetylen đối với việc lấy mẫu xác định các thông số chung như pH và chất khô. Bình chứa mẫu bằng polyetylen có thể không thích hợp cho việc lấy mẫu dùng cho phân tích kim loại vết, ví dụ như thủy ngân. Những bình loại này chỉ nên dùng khi đã kiểm tra cho thấy nhiều chỉ ở mức có thể chấp nhận được.

Sử dụng vật liệu đã quá thời gian sử dụng từ khoảng trống khuất góc trong đường ống lấy mẫu cũng có thể góp phần gây nhiễm bẩn mẫu do ăn mòn (xem 6.3.4), và đó có thể chính là một nguồn gây sai số tiềm ẩn nghiêm trọng nếu như không được loại bỏ.

Bình chứa mẫu phải làm bằng vật liệu phù hợp với bản chất của cả mẫu và những chất nhiễm bẩn dự kiến. Những hướng dẫn cụ thể về các loại bình chứa mẫu có thể dùng và làm sạch bình chứa mẫu có thể xem TCVN 6663-15 (ISO 5667-15).

6 Quy trình lấy mẫu

6.1 Chế độ lấy mẫu

6.1.1 Khái quát

Cách thích hợp nhất để lấy mẫu trong mọi hoàn cảnh phụ thuộc vào một số yếu tố:

- a) Nhân viên lấy mẫu tiếp cận điểm lấy mẫu;
- b) Tính thực tiễn của việc lắp đặt và bảo dưỡng các thiết bị tự động nếu như chúng thích hợp;
- c) Tính thực tiễn của việc can thiệp một cách an toàn vào dòng bùn lỏng đang chảy hoặc bánh bùn khi lấy mẫu thủ công; và
- d) Bản chất thiết kế hầm hoặc bồn chứa theo tính chất phân tầng của bùn lỏng.

Đối với một nhà máy được ấn định, khi lựa chọn địa điểm lấy mẫu, nên xem xét những vấn đề an toàn, thực tế đối với địa điểm lấy mẫu và tính đại diện đối với mẫu được lấy.

Khi có thể tiếp cận được bùn chảy thành dòng thì nên xem xét cả việc lấy mẫu liên tục cũng như gián đoạn. Số lượng mẫu lấy được càng nhiều, thì độ tin cậy về tính đại diện của mẫu bùn càng cao. Xem thêm thông tin trong TCVN 6663-1 (ISO 5667-1) và TCVN 6663-14 (ISO 5667-14). Có thể cần xem xét thêm tính đại diện đối với bùn rắn. Cần tham khảo thêm TCVN 1693 (ISO 18283) về hướng dẫn đánh giá thống kê lượng chất rắn. Khi đã lấy những mẫu không đại diện, số liệu phân tích cần được diễn giải cẩn thận.

Tuy nhiên, đối với mục đích kiểm soát, tốt nhất là nên lấy mẫu hàng ngày hoặc theo ca vì việc xác định mẻ mẫu hoặc giai đoạn lấy mẫu sẽ thay đổi tùy theo từng nhà máy. Lấy mẫu liên tục thực tiễn hơn khi

TCVN 6663-13:2015

bùn được tải trên băng tải có định lấy mẫu tự động. Lấy mẫu gián đoạn phù hợp hơn với việc lấy mẫu thủ công từ toa xe hay xe bồn tét.

6.1.2 Loại mẫu

Các loại mẫu cơ bản có thể cần bao gồm:

- Mẫu tổ hợp lấy từ mẫu liên tục hoặc mẫu đơn lấy từ bùn gom, mẫu bùn lỏng hoặc bánh bùn;
- Mẫu gàu lấy một cách ngẫu nhiên tại một dòng bùn lỏng hoặc băng tải chở bánh bùn, hoặc từ một điểm lấy mẫu từ đống bùn gom. Một loạt mẫu đơn, hoặc là mẫu bùn lỏng hoặc là mẫu bánh bùn, được lấy theo chương trình và được phân tích riêng rẽ, là một cải tiến của kỹ thuật này.

6.1.3 Lấy mẫu theo thời gian

Mẫu theo thời gian có thể là một dãy đã được lập chương trình cho các mẫu gàu nói chung sẽ được phân tích riêng biệt hoặc kết hợp thành một mẫu tổ hợp.

Để tính được khoảng thời gian lấy mẫu tối đa, t , tính bằng phút, giữa các giai đoạn lấy mẫu khi dùng cách lấy mẫu theo thời gian, dùng Công thức (1):

$$t = \frac{60 \times m}{qn} \quad (1)$$

Trong đó:

60 là số phút trong một giờ;

m là khối lượng của mẻ, tính bằng tấn;

q là lưu lượng dòng chảy tối đa, tính bằng tấn trên giờ;

n số lượng mẫu.

6.1.4 Lấy mẫu tổ hợp

6.1.4.1 Khái quát

Mẫu tổ hợp được chế tạo từ một số mẫu rời rạc đã được lấy từ một đống vật liệu và kết hợp thành một mẫu đơn. Mẫu đơn, tổ hợp này đại diện cho điều kiện trung bình trong đống vật liệu được lấy mẫu.

Mẫu tổ hợp phải được làm đồng nhất trước khi phân tích và có thể được giảm kích thước để cung cấp nhiều mẫu phụ (xem 6.4).

6.1.4.2 Số lượng mẫu phụ

Để tính số lượng mẫu tối thiểu cần lấy cho mẫu tổ hợp, dùng Công thức (2):

$$n = \left(\frac{1,96 \times s}{E} \right)^2 \quad (2)$$

Trong đó:

- 1,96 là giá trị z (số lượng độ lệch chuẩn so với giá trị trung bình) với mức tin cậy 95 %;
- s là độ lệch chuẩn ước tính từ lấy mẫu thử;
- E là sai số tối đa cho phép, biểu thị theo đơn vị của s ;
- n là số lượng mẫu.

Độ lệch chuẩn có thể ước lượng bằng cách lấy lặp lại và phân tích số mẫu gàu lớn (≥ 30), ví dụ tại trạm đang lắp đặt và kiểm tra ở những khoảng thời gian đều đặn.

6.1.4.3 Lấy mẫu liên tục

Trong việc lấy mẫu liên tục theo những khoảng thời gian đều đặn, các mẫu được lấy đồng nhất trong suốt quá trình cung cấp bùn, và sau đó được nhập lại thành mẫu tổ hợp.

6.1.4.4 Lấy mẫu gián đoạn hoặc lấy mẫu theo lô, chuyển

Khi lấy mẫu này, mẫu thường không được lấy theo những khoảng thời gian như nhau trong suốt quá trình cung cấp bùn trước khi trộn lại với nhau. Thay vào đó, bùn được xem như là một loạt mẻ và chỉ một tỉ lệ nhỏ được dùng để lấy mẫu. Dàn đều những mẻ đã chọn trong suốt quá trình cung cấp bùn và mẫu sẽ được lấy từ mỗi mẻ được chọn. Ví dụ như mẫu được lấy từ những bể chứa được chọn một cách ngẫu nhiên mà không cần biết đến nguồn gốc của bùn hay khối vật chất được vận chuyển đến.

Với kiểu sơ đồ này, sẽ phải chấp nhận một thực tế là cách tính trung bình theo thời gian sẽ bị ảnh hưởng bởi sự khác nhau giữa các mẻ, và sự khác nhau này khó có thể dự đoán trước được. Nếu lấy mẫu liên tục, để có độ tin cậy cần thiết, phải lấy thêm mẫu trong khoảng thời gian đó, vì khi đó sai số của việc lấy mẫu một mẻ chỉ là một phần của sai số toàn bộ.

6.1.4.5 Lấy mẫu theo lưu lượng

Theo phương pháp này, tiến hành lấy một lượng bùn tỉ lệ với tốc độ dòng tại điểm lấy mẫu ở cuối mỗi khoảng thời gian. Mẫu này có thể thêm vào mẫu tổ hợp hoặc mẫu tổ hợp một phần. Phương pháp này được áp dụng khi lấy mẫu bùn sơ cấp tại thời điểm tháo bùn, tức là khi bùn ra khỏi đầu bơm bùn, tốc độ thoát bùn sẽ giảm đi và do đó tỉ lệ lưu lượng sẽ thay đổi. Nếu cần có thông tin về chuyển khối, phải cân trọng khi đo tốc độ chảy liên quan và/hoặc độ lớn của mẻ bùn. Ví dụ cần phải có thông tin hàng ngày về tải lượng kim loại đối với bùn được bơm vào đất nông nghiệp.

6.2 Lấy mẫu lặp

Trong trường hợp lắp đặt một thiết bị lấy mẫu tự động, ví dụ như trên một băng tải, tốt nhất nên lắp thiết bị đó ở một điểm sao cho mẫu lấy tại điểm đó đại diện cho chất thải từ bộ phận cụ thể của nhà máy. Trong trường hợp này, nên dùng phương pháp lấy mẫu lặp để kiểm tra tính biến thiên của dòng thải tại điểm lấy mẫu đã được đề xuất. Phương pháp này có thể áp dụng cho cả bùn lỏng và bánh bùn.

Ví dụ, khi lấy mẫu lặp, hai mẫu sẽ được lấy bằng cách rót lần lượt các mẫu vào hai bình chứa dán nhãn A và B. Sau khi một số mẫu được thu theo kiểu lặp, cần kiểm tra các kết quả và số mẫu hay số mẻ được lấy

TCVN 6663-13:2015

mẫu cũng sẽ phải thay đổi theo hướng dẫn đưa ra trong TCVN 6663-1 (ISO 5667-1) và TCVN 6663-14 (ISO 5667-14). Sau khi tiến hành công việc này, có thể nhận thấy trong tương lai chỉ cần lấy số mẫu ít hơn so với dự tính ban đầu nhằm đạt được độ tin cậy cần thiết đối với việc lấy mẫu. Tham khảo TCVN 1693 (ISO 18283) về cách tính số mẫu nếu như mẫu có thể được xem là một mẫu khoáng.

Trong trường hợp phải kiểm chứng lại hiệu quả lấy mẫu, thì lấy mẫu lặp là một phương pháp lý tưởng. Việc này có thể thực hiện bằng cách lấy một loạt 10 mẫu theo hai lần giống hệt nhau (tức là lấy 20 mẫu) sau mỗi lần lấy 40 mẫu bình thường. Chỉ khi có kết quả của hai bộ 10 mẫu lặp và so sánh chúng với nhau mới có thể đánh giá xem việc lấy mẫu có gây ra thay đổi gì không. Nếu có cơ sở để tin rằng một lúc nào đó điều kiện lấy mẫu đã bị thay đổi, thì nên lấy thêm một bộ 10 mẫu lặp nữa và cho kiểm tra thống kê trước khi quyết định đổi sang một chế độ lấy mẫu thay thế.

Điều quan trọng là phải đảm bảo sao cho việc lấy mẫu để kiểm chứng không can thiệp quá mức bình thường. Muốn vậy thì luôn luôn lấy mẫu lặp, song trộn lẫn hai mẫu con với nhau và chuẩn bị mẫu kết hợp khi không cần đến kết quả lặp lại nữa.

6.3 Phương pháp luận

6.3.1 Khái quát chung

Không có hướng dẫn cụ thể về yêu cầu lấy mẫu bành bùn hay bùn lỏng. Ví dụ, có thể cần lấy mẫu bùn trong cả hai trạng thái từ một nhà máy nào đó để có thể tối ưu hóa quá trình lấy mẫu và chất lượng của bùn quan trắc được đối với thải bỏ cuối cùng.

6.3.2 Cơ mẫu

6.3.2.1 Bùn lỏng

Cần lưu ý rằng bùn lỏng loãng (hàm lượng chất rắn nhỏ) phải cần đến một thể tích khá lớn lượng vật chất lấy mẫu để có đủ lượng chất khô cần cho phân tích thực sự đại diện cho các thành phần như kim loại chẳng hạn. Phải luôn luôn hỏi ý kiến các nhà phân tích về khối lượng bùn cần lấy, và mẫu giảm đi tương ứng ở hiện trường trước khi đưa về phòng thí nghiệm. Khối lượng lớn mẫu tạo nên bởi sự kết hợp các mẫu đại diện cần phải được đồng nhất trước khi chia thành mẫu con. Nên kiểm tra quá trình trộn để đảm bảo hiệu quả của việc trộn lẫn các mẫu. Có thể làm đồng nhất mẫu ngay trong một bình chứa, ví dụ trong một thùng rác bằng nhựa và trộn bằng một mái chèo thích hợp để tránh việc sa lắng bùn.

6.3.2.2 Bành bùn

Để có được mẫu đại diện của bành bùn, khối lượng tích tụ luôn luôn là quá lớn đối với các công tác thực hiện trong phòng thí nghiệm. Do đó cần phải tiến hành việc giảm bớt kích thước mẫu, tốt nhất là ngay tại hiện trường theo như quy trình được mô tả trong 6.4.

~CHÚ THÍCH: Có ít tài liệu hướng dẫn về cơ mẫu. Đó là vì tiêu chí này phụ thuộc vào sự khác nhau của lượng mẫu cần lấy và cách thức tiến hành phân tích.

6.3.3 Lấy mẫu từ bể bùn và xe téc

Không thể luôn luôn đo được hoạt động của các bể bùn dùng để lắng, làm đặc nước thải hoặc bùn cồng, các bể phân huỷ hoặc các bể chứa khác qua các mẫu lấy được từ cửa vào và cửa ra của hệ thống đường ống. Sự chia tách các chất rắn xảy ra có thể được phát hiện bằng cách lấy mẫu những mặt cát và độ sâu khác nhau của một bể chứa. Để có thể tiếp cận đến các tầng khác nhau của bể, cần sử dụng một hệ thống ống hút được thiết kế hút từng nấc. Nếu như đã được lắp đặt, khi kiểm tra bể chứa có liên quan thường thấy có các thiết bị này. Phụ lục A đưa ra ví dụ về thiết bị có thể được dùng trong trường hợp không có hệ thống ống hút đã được lắp đặt sẵn.

Thông thường, cần có một mẫu bùn tổ hợp. Bùn trong bể chứa, khi có thể cần phải được trộn đều trước khi lấy mẫu. Cách khác, có thể lấy mẫu gàu bằng cách dùng một gàu cán dài lấy mẫu chất thải hoặc bằng cách thay đổi hướng dòng chảy cho chảy vào những bình chứa riêng biệt ở những khoảng ngẫu nhiên, nhằm tách việc lấy mẫu trộn với việc lấy mẫu sau đó. Kỹ thuật này giúp tránh sự phân tầng có thể xảy ra đối với một số loại bùn để yên trong bể chứa hoặc xe bồn (ví dụ như với loại bùn dễ lắng).

6.3.4 Lấy mẫu từ đường ống

Xem 6.1.4.5 về hướng dẫn lấy mẫu theo lưu lượng. Nếu trong ống đang tiến hành bơm, có thể lấy mẫu chính xác bằng cách lấy mẫu ở những khoảng cách thích hợp ở đầu ra của bơm hoặc ở những điểm thuận lợi tương tự. Tuy nhiên, các yếu tố như bản chất của bùn, tốc độ chảy, đường kính của đường ống và sự thô ráp của đường ống có thể ảnh hưởng đến hướng đi của hệ thống dòng lực dẫn đến phân dòng. Có thể hạn chế tối đa ảnh hưởng của vấn đề tiềm tàng này bằng cách cho phép dòng chảy cân bằng lại trước khi trích phần dòng mà từ đó có được mẫu con sau khi trộn. Nên rửa các bộ phận bên cạnh đường ống hoặc các van dùng khi bố trí lấy mẫu ít nhất ba lần so với thể tích để đảm bảo rửa sạch các thứ gây tắc khỏi đường ống. Khi lấy mẫu bằng cách này, cần kiểm tra trực tiếp bằng mắt để đảm bảo tốc độ chảy và độ đặc không thay đổi. Sự tắc ống do các vật liệu dạng sợi gây ra thường ảnh hưởng đến bản chất của bùn do tác dụng lọc của xơ sợi và do đó dẫn đến những kết quả không xác thực. Điều này có thể khó phát hiện tại thời điểm lấy mẫu, do đó cần phải lặp lại việc lấy mẫu để kiểm tra độ tin cậy của kết quả.

Một trường hợp đặc biệt là lấy mẫu bùn đặc từ ống cao áp trước máy lọc ép bùn. Trong trường hợp này, nếu bùn được lấy mẫu theo cách thông thường sẽ làm giảm nhanh áp suất, tính năng lọc của thiết bị lọc ép sẽ có thể bị hư hỏng do biến dạng trong van lấy mẫu. Để lấy mẫu bùn đặc với độ biến dạng tối thiểu, có thể dùng loại thiết bị đơn giản như trong Phụ lục B để giảm bớt vấn đề này. Lấy mẫu kiểu này thường được áp dụng nếu phải phân tích độ cản trở riêng đối với việc lọc để xác định liều lượng của hóa chất đối với hiệu quả ép.

6.3.5 Lấy mẫu từ kênh, mương hở

Nên dùng một cái xô đã biết khối lượng hoặc bơm, tùy theo hàm lượng chất rắn có trong bùn. Khi hàm lượng chất rắn tới 5 % có thể lấy mẫu ở mương hở miễn là nếu dùng bơm thì tốc độ trong ống hút vẫn đủ để giữ cho tất cả các hạt rắn ở trạng thái lơ lửng. Tốc độ này sẽ phải được xác định theo địa điểm bằng

TCVN 6663-13:2015

cách dùng đoạn ống trong suốt của bơm để kiểm tra bằng mắt hoạt động của quá trình hút. Cần lấy mẫu theo chiều ngang và chiều sâu của mương dẫn để đảm bảo có được một mẫu tổ hợp đại diện sau khi trộn lẫn các mẫu lẻ. Phải nhớ rằng các đặc tính vật lý của bùn có thể thay đổi khi bùn đi qua bơm, do sự biến dạng của các thành phần hạt. Thường chỉ dùng cách lấy mẫu từ mương hở đối với các nhà máy xử lý nước thải bằng phương pháp bùn hoạt tính, và do đó dùng xô đã biết khối lượng luôn phù hợp hơn.

6.3.6 Lấy mẫu bánh bùn từ nơi bùn tập trung thành khối lượng lớn và gom thành đống

Nói chung, thường ít khi cần lấy mẫu trong trường hợp này vì lý do an toàn và thường hạn chế cách lấy mẫu. Tuy nhiên, nếu phải lấy mẫu từ bãi bùn tập trung lớn và gom thành đống, cần áp dụng những hướng dẫn sau đây.

Khi lấy mẫu bùn ở các đống bùn để khô tự nhiên được lật lên từ các sản phẩm phân bón hay từ các đống bùn bánh, quan trọng là phải làm sao lấy được từng phần trong toàn bộ khối bùn đó chứ không chỉ từ lớp bề mặt. Bùn lấy từ các sản phẩm phân bón không được lẫn vật liệu sản phẩm, bởi vì sự có mặt của đất đá hay cát sẽ làm sai lệch kết quả do hàm lượng chất khô. Sự có mặt của các hạt đất đá hay cát chỉ được áp dụng nếu chúng cũng đại diện cho toàn bộ khối bùn đang được xử lý. Một thiết bị xúc bằng cơ khí có thể là công cụ thiết thực nhất, song đặc biệt phải luôn lưu ý để đảm bảo có được mẫu đại diện.

Sau khi đánh giá các yêu cầu về an toàn và thiết bị đã có sẵn, có thể cân nhắc việc lấy mẫu theo phương thức lấy mẫu lõi. Mẫu phải được lấy dọc theo chiều sâu của đống bùn. Mẫu tổ hợp được tạo ra từ số có ý nghĩa về thống kê, n_{sp} , của những lõi đó. Theo thống kê, n_{sp} được tính theo Công thức sau: -

$$n_{sp} = \frac{\sqrt{V}}{2}$$

Trong đó: V là thể tích danh định của đống bánh bùn, tính bằng mét khối.

Giá trị n_{sp} làm tròn về số nguyên, nên nằm trong khoảng từ 4 đến 30. Xem thêm hướng dẫn về lấy mẫu lõi trong ISO 5667-12.

Có thể thấy nhiều biến động trong số liệu của toàn bộ các đống bánh bùn, nhất là với những đống đã để thời gian lâu, khi đó các lớp trên mặt đống đã khô lại tạo thành lớp vỏ cứng tạo điều kiện cho các hoạt động yếm khí ở phía dưới được tăng cường, còn các hoạt động hiếu khí tăng nhanh ở các lớp gần bề mặt. Sự di chuyển của các loại chất dinh dưỡng do chảy rĩ trong những trường hợp này cũng có thể gây khó khăn khi lấy mẫu đại diện và/hoặc sử dụng các kết quả phân tích. Do đó các lớp bề mặt có thể cho ra những lý giải sai khi lấy lõi đến phần giữa hay đến hết chiều sâu của đống bánh bùn, do tỉ lệ giữa diện tích bề mặt và thể tích không đồng nhất mà tùy thuộc vào hình dạng của đống bánh bùn. Trong những trường hợp nhất định, cần cân nhắc việc dùng thiết bị xúc cơ khí để tiếp cận phần mặt đất của một đống bánh bùn nếu như lấy được mẫu đại diện đảm bảo an toàn.

6.3.7 Lấy mẫu từ xe goòng

Phương pháp duy nhất được coi là thích hợp để lấy mẫu từ xe goòng là lấy mẫu sao cho các mẫu đại diện cho tất cả các phần bùn trong xe goòng. Thông thường, khó tiếp cận phần lớn bùn trong xe

goòng và các phương pháp lấy mẫu thường tiến hành sau khi dỡ bùn ra khỏi xe. Phương pháp được chọn phụ thuộc vào cách thức thu bùn chỉ từ xe goòng và phụ thuộc vào loại xe goòng nào. Không nên lấy mẫu từ xe goòng theo cách định kỳ, song trong những trường hợp cần thiết phải dùng, ví dụ như khi phải chờ bùn đến bãi chôn lấp, thì cần áp dụng các hướng dẫn được đưa ra dưới đây.

Hiển nhiên là mẫu bùn lấy từ lớp bề mặt của xe goòng không thể đại diện cho độ ẩm của bùn nếu như bùn đã bị phơi ra ngoài mưa trong một thời gian, hoặc bị khô đi do trực tiếp tiếp xúc với không khí trong quá trình vận chuyển. Do đó, lấy mẫu từ phần trên của xe goòng để kiểm tra độ ẩm và hàm lượng tro là không thoả đáng. Thêm vào đó, các chú ý cần thiết về an toàn đối với việc tiếp cận định kỳ khiến cho công việc này khó có thể là một biện pháp được thực hiện thường xuyên.

Nếu lấy mẫu để xác định chất rắn khô hoặc lượng tro, cần phải lấy mẫu đồng nhất gián đoạn ở điểm xả từ xe goòng sau khi dỡ bùn ra, nếu như thấy rằng việc đó là an toàn, nghĩa là không lấy mẫu ở mặt lật của đồng bùn trên bãi chôn lấp.

6.3.8 Lấy mẫu bùn trên băng chuyển

6.3.8.1 Khái quát

Các mảng bùn được ép hoặc làm cứng thường có xu hướng bị phân lập theo kích thước hoặc tỷ trọng khi bị rung, các hạt mịn thường có xu thế rơi xuống dưới đáy. Để có được mẫu đại diện của vật chất trên băng tải, cần lấy toàn bộ phần tiết diện, kể cả bùn mịn. Nếu chất rắn trên băng tải có kích thước xấp xỉ như nhau, có thể lấy ngẫu nhiên các cục từ băng tải đang chuyển động.

6.3.8.2 Lấy mẫu trên băng tải đứng yên

Mẫu lấy từ một băng tải đứng yên trong những điều kiện này nên bắt đầu từ toàn bộ chiều rộng và chiều dày của lớp bùn trên băng. Cần lấy mẫu theo toàn bộ mặt cắt ngang với một đoạn chiều dài vừa đủ để có được khối lượng cần thiết. Sẽ rất thuận tiện nếu tìm được một vị trí thích hợp để lấy mẫu đều đặn bằng cách đánh dấu vào khung nằm sát băng tải.

6.3.8.3 Lấy mẫu ở điểm cuối băng tải

Cách lấy mẫu này được thực hiện tốt nhất bằng cách dùng một thiết bị thu tạm thời toàn bộ dòng bùn ở trạm trung chuyển hoặc ở điểm xả của băng tải. Ví dụ có thể lái cho dòng bùn chảy vào một thùng mẫu hoặc xe ba gác.

Khi không thể dùng băng tải được, cần lấy mẫu bùn khi băng tải vẫn đang chuyển động. Nếu có thể, lấy mẫu khi bùn được xả vào xe goòng/máng hình phễu; khi không thể làm được cách này, có thể lấy bùn khi bùn chuyển từ băng tải này sang băng tải khác, nếu như đủ bùn rơi vào gàu lấy mẫu. Điểm thích hợp là nơi bùn rơi từ băng tải xuống thanh chắn hoặc thang nạp bùn và khi đó có thể dựng một cái bệ giúp cho việc lấy mẫu thủ công dễ dàng và an toàn (xem Điều 8).

TCVN 6663-13:2015

Những kỹ thuật như vậy rất hữu ích đối với việc lấy mẫu đại diện khi nạp bánh bùn vào xe goòng. Nếu không thể dùng kỹ thuật thu gom như vậy ở trạm trung chuyển hay ở điểm thải, có thể thay thế bằng cách dùng băng tải định kỳ và xử lý bùn trên đó (xem 6.3.9).

6.3.8.4 Lấy mẫu thủ công trên băng tải đang chuyển động

Nên dùng một cái gàu hoặc xẻng để lấy mẫu từ một băng tải đang chạy. Cơ bản là phải lấy mẫu trên dòng đó sao cho không gây ra độ lệch nào. Đối với mẫu luân phiên, đưa xẻng vào từ bên trái và bên phải và đi qua toàn bộ dòng để đảm bảo mẫu có bánh bùn trong toàn bộ chiều ngang băng tải. Nếu kích thước của dòng băng tải quá lớn để lấy mẫu toàn bộ, có thể lấy mẫu liên tiếp từ các phần kế tiếp của dòng.

Cho dù băng tải có dừng hay không, cần kiểm soát việc nạp mẫu để tránh không lấy quá nhiều mẫu (Xem Điều 8).

6.3.8.5 Lấy mẫu bằng máy trên băng tải đang chuyển động

Loại máy đã được chế tạo để lấy mẫu khoáng từ băng tải và các dòng chảy có thể chuyển đổi để dùng đối với bánh bùn. Tuy nhiên, việc sử dụng những thiết bị như vậy không phổ biến. Trong trường hợp sử dụng những thiết bị như vậy là thiết thực, cần tiến hành phân tích thống kê về tính năng hoạt động của nó trước triển khai ứng dụng trên cơ sở làm việc liên tục.

6.3.9 Lấy mẫu bằng cột rỗng

Với kỹ thuật này, dòng bùn trên băng tải được làm chệch hướng vào một vùng đã đánh dấu sẵn, hoặc đã thiết kế đặc biệt như một thùng dài có các que gạt di chuyển được. Nếu thuận tiện, các que gạt này có thể được đặt ở vị trí trước khi băng tải chuyển tiếp giai đoạn chuyển động. Mẫu cần được rót vào khu vực lấp cột hoặc thùng chứa mẫu theo cách sao cho chúng phân bố một cách đồng đều.

Nếu không bố trí trước, thì từng cặp bộ que gạt được giằng với nhau và lồng vào cột ở những khoảng cố định dọc theo chiều dài của cột. Các thanh giằng giúp cho các que gạt cố kết với nhau trong quá trình lấy mẫu ra. Các que này phải gắn chặt với giá đỡ. Mẫu sẽ gồm tất cả các chất mẫu nằm giữa các cặp que gạt, bao gồm cả bùn mịn ở dưới đáy.

6.3.10 Lấy mẫu sau khi loại nước bằng ly tâm

Lắp đặt đốt bùn nội bộ sử dụng loại công nghệ này. Nói chung, điểm lấy mẫu được đặt sau khi bơm áp suất cao (tương tự với bơm bê tông) được dùng để chuyển bùn dính từ thiết bị ly tâm đến lò.

CHÚ THÍCH: Có thể các việc về đường ống nội bộ cần kiểm tra thường xuyên hơn so với khi sử dụng đối với bê tông.

6.4 Đồng nhất mẫu và giảm kích thước mẫu bánh bùn (phép chia tư)

6.4.1 Khái quát

Thông thường phải làm giảm khối lượng của tất cả các mẫu chất rắn lấy ở dạng khối hay đồng. Khi đó sẽ có được một mẫu dùng cho phòng thí nghiệm mà sau đó chính mẫu này lại được làm giảm khối lượng

xuống nữa để có được một lượng mẫu phù hợp cho việc phân tích. Do đó việc giảm khối lượng mẫu cần phải được tiến hành sao cho ở mỗi lần giảm đều có thể có được một phần đại diện của mẫu.

Mẫu phải được trộn đều bằng cách đánh thành đồng hình chóp trên một bề mặt sạch, phẳng và cứng. Sau đó đảo lật đồng mẫu này lại, ví dụ có thể dùng xẻng, để tạo thành một đồng hình chóp mới, và công đoạn này được tiến hành ba lần. Mỗi đồng hình chóp được tạo thành bằng cách đổ một xẻng đầy nguyên liệu lên trên đỉnh chóp, sao cho những phần rơi xuống cạnh hình chóp được phân bố càng đồng đều càng tốt, và tâm của chóp không bị thay đổi.

Sau đó đồng bùn được chia ra làm bốn phần, đồng nhất về cả độ dày và đường kính, phải chú ý đến hình dạng không đều nhau. Các góc phần tư đối nhau theo đường kính được giữ lại và trộn với nhau. Lặp lại công đoạn này cho đến khi hai góc phần tư cuối cùng tạo ra lượng mẫu cần thiết.

Các loại bùn có dạng bên ngoài giống thạch và thực chất là vật rắn khoáng như sỏi lẫn bùn nhão thường khó có thể làm đồng nhất bằng kỹ thuật nói trên. Dùng cách trộn, như cách thủ công hoặc cơ khí để trộn vừa xi măng có thể thích hợp hơn. Cũng có thể chia ra các mẫu con bằng cách kết hợp các góc phần tư đối nhau qua đường kính.

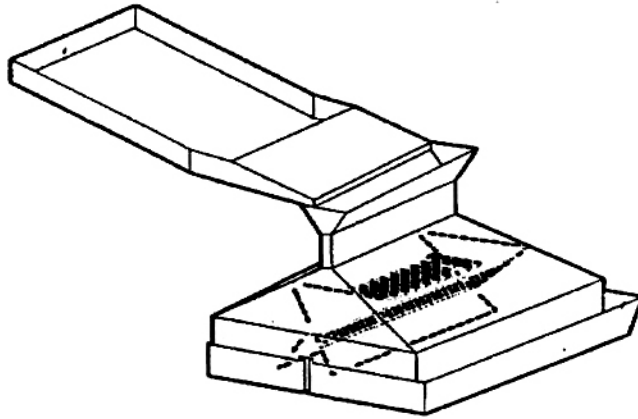
6.4.2 Giảm cỡ mẫu để tạo ra nhiều mẫu phụ

Khi cần có hai hay nhiều mẫu thí nghiệm từ một mẫu dạng khối, cần phải giảm khối lượng mẫu bằng cách chia tư. Toàn bộ phần mẫu dư không cần đến phải được hợp lại với nhau ở từng giai đoạn phân chia, được trộn đều và lại giảm tiếp xuống để tạo ra mẫu thí nghiệm thứ cấp. Nếu cần thiết phải lặp lại cách làm này để tạo ra số lượng mẫu thí nghiệm cần thiết.

Trong phòng thí nghiệm, khi xử lý nguyên liệu khô, phương pháp chia tư thường được tiến hành trên một mảnh nhựa mà sau đó chính nó lại dùng để trộn nguyên liệu và tạo ra khối mẫu mới dùng cho công đoạn giảm khối lượng tiếp theo. Tiến hành trộn lặp đi lặp lại việc chia các góc phần tư đối diện, bằng cách nhấc các mép của miếng nhựa và gập nó vào giữa và/hoặc bằng cách sử dụng các dụng cụ bằng chất dẻo.

Nên áp dụng quy trình này nếu phải chia nhỏ thành các mẫu thí nghiệm lặp. Quy trình kiểu này đảm bảo tính đồng nhất tối đa của hai mẫu lặp từ cùng một mẫu khối. Ví dụ như, sau khi đồng nhất mẫu, có thể chuẩn bị mẫu con để phân tích kim loại.

Cách khác có thể rót mẫu vào một hộp hình chóp đã được ngăn thành bốn bằng các tấm chia có chiều rộng lớn hơn đồng mẫu. Lấy ra các góc phần tư đối nhau qua đường kính (kể cả hạt mịn) rồi trộn lẫn với nhau. Lặp lại công đoạn này cho đến khi mẫu được giảm xuống một lượng đủ để cung cấp cho phân tích một mẫu có kích thước thích hợp. Khi mẫu được làm khô và đồng nhất, có thể dùng thiết bị như hộp phân tách (xem Hình 1) để chia nhỏ nữa nếu như có đủ nguyên liệu. Khi dùng hộp phân tách, phải phân bố nguyên liệu một cách đồng đều theo chiều ngang để đảm bảo mẫu được chia một cách đại diện. Nếu xử lý mẫu ướt theo cách này, có thể chúng không được phân chia một cách đồng đều và có thể gây ra hiện tượng tắc.



Hình 1 – Hộp chứa mẫu điển hình trong phòng thử nghiệm

7 Bảo quản mẫu

7.1 Khái quát chung

Các biện pháp lấy mẫu có thể phụ thuộc vào thời gian theo kỹ thuật phân tích sẽ sử dụng (ví dụ độ pH thay đổi theo thời gian). Ngoài ra, nếu cần thông tin gấp, có thể chấp nhận độ tin cậy thấp. Phải đánh giá dựa trên từng trường hợp nhất định. Ví dụ như khi nhiệt độ là thông số cần quan trắc, có thể không coi tính đồng nhất của mẫu là quan trọng nữa. Xem thêm hướng dẫn trong TCVN 6663-15 (ISO 5667-15).

Đối với một số loại bùn lỏng, đặc biệt là bùn nước cứng thô, toàn bộ chất rắn không đặc trưng, ví dụ như cát vón cục, có thể được tách ra bằng cách cho mẫu đi qua một lưới lọc bằng thép không gỉ hoặc bằng chất dẻo có kích thước mắt lưới không dưới 5 mm.

CHÚ THÍCH: Thép không gỉ có chứa crôm và niken. Cả hai nguyên tố này không bị tiết ra đáng kể vào mẫu, nhưng khi mẫu có pH rất cao hay rất thấp thì cần quan tâm đến sự có mặt của chúng. Với lưới lọc bằng chất dẻo, chất hoá dẻo sử dụng trong khi chế tạo lưới lọc có thể cản trở việc phân tích sinh học.

Các chất rắn không đặc trưng có thể cần cho các phân tích sâu hơn và nên giữ chúng lại. Một số mẫu có thể có thay đổi đáng kể do hoạt động sinh học và điều quan trọng là các mẫu như thế cần được phân tích sau khi lấy mẫu càng nhanh càng tốt.

Trước khi lưu mẫu trong kho có thể dùng một số hình thức xử lý bằng nhiệt thích hợp như nôi hấp, thí dụ như khi không cần quan tâm đến các thành phần dễ bay hơi và mẫu đang được giữ chỉ để xác định kim loại tổng hợp. Cần tham khảo thêm các hướng dẫn cụ thể từ những người phân tích mẫu.

7.2 Bảo quản

Nên giữ mẫu trong phòng thí nghiệm cho đến khi đã thu được tất cả các số liệu, phòng trường hợp cần điều tra lại các kết quả còn nghi ngờ. Thời gian bảo quản và điều kiện của mẫu bùn trong phòng thí nghiệm phải cụ thể với chất cần phân tích.

Mẫu phải được bảo quản không dài hơn thời gian bảo quản tối đa. Mẫu phải được bảo quản trong bình chứa mẫu phù hợp với (các) chất cần phân tích, có thêm chất bảo quản nếu cần. Hướng dẫn cụ thể, tham khảo thêm TCVN 6663-15 (ISO 5667-15), Bảng 1.

Phải tham khảo thêm nhà phân tích về hướng dẫn cụ thể.

8 An toàn

Có thể phải lấy mẫu từ hệ thống cống cũng như các trạm xử lý nước cống hoặc ở những điểm tương tự, nhưng trường hợp nào cũng có thể có rủi ro. Khi lựa chọn vị trí lấy mẫu và khi lấy mẫu bùn tiềm ẩn nguy hiểm, các khía cạnh an toàn và sức khỏe phải được tuân thủ. Nói chung, các hướng dẫn an toàn trong các phần khác của TCVN 6663 (ISO 5667) là thích hợp với nhiều trường hợp lấy mẫu (ví dụ tham khảo TCVN 5999 (ISO 5667-10), Điều 6).

Tuy nhiên, những hướng dẫn này không thay thế cho điều khoản của quy định về an toàn và sức khỏe của địa phương hay quốc gia, và phải luôn nghiên cứu kỹ trước khi tiến hành lấy mẫu.

9 Dán nhãn và báo cáo kết quả

Bình chứa mẫu phải được đánh dấu rõ ràng để sau này có thể lý giải hoàn chỉnh các kết quả phân tích. Tất cả các chi tiết liên quan đến mẫu phải được ghi lại trên nhãn dán vào bình chứa mẫu, ngoài ra còn phải ghi lại những kết quả phân tích hiện trường do người lấy mẫu tiến hành (thí dụ như độ pH). Có thể dùng hệ thống mã hóa, ví dụ như dùng hệ thống mã vạch. Khi cần nhiều bình chứa mẫu cho một lần lấy mẫu, nên phân định các bình bằng các mã số và ghi lại tất cả các chi tiết liên quan vào phiếu báo cáo lấy mẫu. Phải luôn luôn ghi vào các nhãn và phiếu lấy mẫu tại thời điểm lấy mẫu.

Mẫu phiếu báo cáo tùy thuộc vào mục đích lấy mẫu. Cần có các chi tiết sau:

- a) Tên nhà máy;
- b) Địa điểm lấy mẫu (phần mô tả này phải đủ hoàn chỉnh để cho phép người khác tìm được chính xác địa điểm này mà không cần có thêm chỉ dẫn);
- c) Ngày giờ lấy mẫu;
- d) Tên người lấy mẫu;
- e) Điều kiện thời tiết tại thời điểm lấy mẫu;
- f) Đặc điểm bên ngoài của mẫu;
- g) Thông tin về kỹ thuật bảo quản mẫu được sử dụng;
- h) Thông tin về các yêu cầu cụ thể đối với việc lưu giữ mẫu (ví dụ, cần giữ lạnh).

TCVN 6663-13:2015

Phụ lục A

(Tham khảo)

Những hỗ trợ cho lựa chọn thiết bị

Những áp dụng đề xuất cho các kiểu thiết bị lấy mẫu được liệt kê trong Bảng A.1.

Thiết bị lấy mẫu	Mục đích sử dụng chính	Ứng dụng			Kích thước lỗ mm	Chiều dài mẫu hoặc thể tích	Độ sâu tối đa của mẫu m	Khả năng trộn mẫu	Kích thước phù hợp để lấy mẫu phân tầng	Có thể được tiệt trùng	Phù hợp để phân tích ^{h*}
		L ^a	SP/P ^c	P ^d							
Ống lấy mẫu kiểu Dutch hoặc Edelman		—	++	—	40 đến 200	10 cm đến 15 cm	5 đến 10	0	++	Có thể	tm +++ vol -
Gầu múc		—	++	—	40 đến 200	10 cm đến 15 cm	3	0	+	Có thể	tm +++ vol -
Ống đục hình máng với tải trọng	Vật liệu mềm và kết dính	—	+++	—	10 đến 60	30 cm đến 100 cm	0,5 đến 10	+	+++	Có thể	tm +++ vol -
Máng cầm tay	Vật liệu kết dính	—	+++	—	25	30 cm đến 100 cm	0,5 đến 10	+	+++	Có thể	tm +++ vol -
Thiết bị lấy mẫu than bùn	Trầm tích/bùn	—	+++	—	25	50 cm	< 10	++	+++	Có thể	tm +++ vol +
Thiết bị lấy mẫu than bùn loại nhỏ	Bùn/trầm tích/bùn/phân ứng sinh học	—	+++	—	12	25 cm	< 3	++	+++	Có thể	tm +++ vol -
Thiết bị lấy mẫu bay hơi (không có khung chứa)	Vật liệu sẽ được phân tích để bay hơi	—	++	—	15 đến 40	5 cm đến 20 cm	< 10	+++	+++	Có thể	tm +++ vol +++
Thiết bị lấy mẫu piston	Vật liệu lỏng bão hòa không kết dính	—	+	—	30 đến 50	75 cm đến 200 cm	< 10	+++	+++	Khó khăn	tm +++ vol +
Thiết bị lấy mẫu piston với đầu cắt có thể khóa	Vật liệu lỏng bão hòa không kết dính dạng khô hơn	—	+	—	60 đến 70	50 cm đến 150 cm	< 10	+++	+++	Khó khăn	tm +++ vol +
Thiết bị lấy mẫu piston điều khiển từ xa	Vật liệu lỏng không kết dính bão hòa ở độ sâu lớn hơn	—	0	—	50 đến 70	500 cm	> 5	+++	+++	Không thể	tm +++ vol +

Bảng A.1 – Những áp dụng gợi ý cho các kiểu thiết bị lấy mẫu

Thiết bị lấy mẫu	Mục đích sử dụng chính	Ứng dụng			Kích thước lỗ mm	Chiều dài mẫu hoặc thể tích	Độ sâu tối đa của mẫu m	Khả năng trộn mẫu ^b	Kích thước phù hợp để lấy mẫu phân tầng ^b	Có thể được tiệt trùng	Phù hợp để phân tích ^{b,c}
		L ^a	SP	P ^d							
Muỗng	Vật liệu khô hoặc vật liệu	-	+	+ ¹	30		0	0	-	Có thể	tm +++ vol -
Xăng dẹt	Vật liệu khô hoặc vật liệu	-	++	++	200	20 cm	< 2	+	-	Có thể ^a	tm +++ vol +
Xăng có cạnh	Chất thải có các mảnh	-	++	++	150 đến 300	20 cm	< 1	+	-	Có thể	tm +++ vol +
Muỗng/cái bay		-	+	+ ¹		15 cm	< 0,5	0	-	Có thể	tm ++ vol -
Bình chịu tải/Giỏ có tải chứa/Bình mẫu	Chất lỏng và bùn chảy tự do	+++ ^a	-	-		500ml	15	-	-	Có thể	tm ++ vol +
Bình mẫu chịu tải	Chất lỏng	+++	-	-		500ml	15	-	-	Có thể	tm ++ vol +
Xylanh lấy mẫu có van (thiết bị lấy mẫu ở độ sâu)	Chất lỏng	+++	-	-				++	++	Có thể	tm ++ vol +
Thiết bị lấy mẫu đáy	Chất lỏng	+++	-	-		500 m	15	-	-	Có thể	tm ++ vol +
Thiết bị lấy mẫu cột	Chất lỏng	+++	-	-				+++	+++	Có thể	tm ++ vol +
Thiết bị lấy mẫu hình trống	Chất lỏng	+++	-	-			1	+++	+++	Có thể	tm ++ vol -
Thiết bị lấy mẫu hình ống	Chất lỏng	+++	-	-	20 đến 40		1,5	+++	+++	Có thể	tm +++ vol +++
Thiết bị lấy mẫu dưới ao	Chất lỏng	+	-	-		150 ml đến 600 ml	2,5 đến 4,5	-	-	Có thể	tm ++ vol -
Bơm chân không	Chất lỏng và hạt phân tán	+++	-	+++				-	-	Có thể	tm ++ vol -
Bơm nhu động	Chất lỏng, bùn và bùn	+	-	-				-	-	Có thể	tm ++ vol -
Van	Chất lỏng dưới áp lực	+++	-	-				-	-	Khó khăn	tm ++ vol -

Thiết bị lấy mẫu	Mục đích sử dụng chính	Ứng dụng			Kích thước lỗ mm	Chiều dài mẫu hoặc thể tích	Độ sâu tối đa của mẫu m	Khả năng trộn mẫu	Kích thước phù hợp để lấy mẫu phân tầng	Có thể được tiết trùng	Phù hợp để phân tích ^{a,b}
		L ^a	SP/ P ^d	P ^d							
Vòi nước	Chất lỏng, hạt phân tán tự do	+++	-	+++				-	-	Khó khăn	tm ++ vol -
Thiết bị lấy mẫu hạt	Hạt	-	-	+ ^h	12 đến 25	60 cm đến 100 cm		-	-	Có thể	tm ++ vol -
Dụng cụ lấy mẫu	Chất rắn mềm và chắc	-	+	+ ^h	12 đến 25	60 cm đến 100 cm		++	++	Có thể	tm ++ vol -
Ống tách		-	+	++	35 đến 125	30 cm đến 90 cm	< 1	+++	+++	Có thể	tm ++ vol +
Thiết bị lấy mẫu hình ống mỏng		-	++	-	50 đến 100	25 cm đến 90 cm	< 1	+++	+++	Có thể	tm ++ vol +
Thiết bị lấy mẫu đóng		-	+	++	0 đến 140	< 140 cm		++	++	Có thể	tm ++ vol -

^a Chất lỏng.
^b -/0/+/++/+++ quy mô từ "không thích hợp" đến "thích hợp nhất".
^c Bám bùn.
^d Vật liệu hạt.
 Ký hiệu sử dụng trong cột này là:
 tm thích hợp cho kim loại vết.
 vol thích hợp cho mẫu bay hơi.
 - Không thích hợp cho mẫu đại diện.
 + Không thích hợp cho chất lỏng nhớt.
 h Có thể khó lưu mẫu nếu là vật liệu hạt rất khô.

Bảng A.1 – (Kết thúc)

Phụ lục B

(Tham khảo)

Thiết bị lấy mẫu chân không

B.1 Bùn đặc từ các bình hồ

Đối với bùn đặc ví dụ như bùn thô, thiết bị lấy mẫu chân không như minh họa trong Hình B.1 đã được sử dụng thành công cho các trường hợp khi bể chứa vốn không có hệ thống đường ống để lấy mẫu phân tầng. Các ống lấy mẫu có thể được thiết lập để lấy mẫu ở những độ sâu xác định từ trên nóc bể xuống. Việc lắp đặt bao gồm một ống đường kính 25 mm, được nối đất (điện mát) với bể chứa, mỗi đoạn 2 m được bắt vít nối với nhau song không làm giảm đường kính lỗ, và tối đa có 5 đoạn như vậy. Hệ thống này được nối qua một ống mềm và van với một bình 10 l hoặc bình nón Buchner có thiết bị chắn bao quanh để tránh bị thương nếu chẳng may bình bị đổ; có thể tạo chân không bằng tay hoặc bằng bơm chân không chạy điện lắp mô tơ.

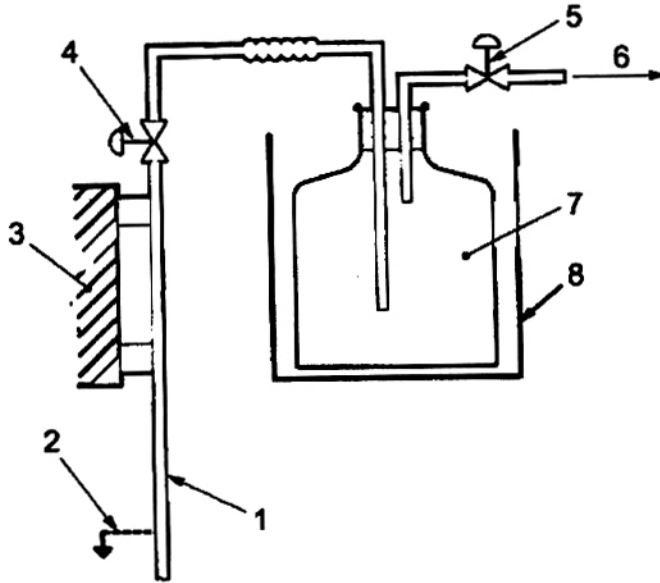
Cần phải có môi trường chân không tốt trong bình trước khi mở van vào ống lấy mẫu. Trước khi lấy mẫu, tháo bớt một số bùn sang lọ 10 l khác để rửa đường ống. Nên dùng một lượng bùn để rửa nhiều gấp ba lần thể tích tĩnh của lượng bùn cần lấy. Phương pháp này đặc biệt thích hợp cho việc lấy mẫu từ bể phân huỷ, lấy mẫu qua cửa ra ở trên nóc bể hoặc lấy qua các lớp bùn nổi kín trên mặt bể. Điều quan trọng là phải lấy hết lớp vỏ bùn khô ở điểm lấy mẫu trước khi nhúng ống nhôm vào. Để đảm bảo mẫu bùn mang tính đại diện, vị trí của ống lấy mẫu phải được xem xét cẩn thận.

CHÚ THÍCH: Trong trường hợp có một lớp rất nhớt hình thành trong bùn phân tầng, thiết bị này hút ra ít chất nhớt và lớp nước mưa ở trên bề mặt, do đó tạo được một mẫu không có tính đại diện.

Thiết bị này đã được chứng minh là không thích hợp với lấy mẫu bùn có thành phần chất rắn khô lớn hơn 6 % đến 8 % khối lượng mẫu.

B.2 Bùn loãng

Đối với lấy mẫu bùn loãng (tức là bùn có thành phần chất rắn ít hơn), ví dụ như trong các bể gạn lọc hoặc các bể lắng cuối cùng, có thể dùng thiết bị lấy mẫu bán sẵn thích hợp sử dụng ống dẻo loại nhỏ (đường kính không nhỏ hơn 6 mm). Phải chú ý rửa sạch tất cả các ống sau khi sử dụng để tránh sự tích lũy các màng vi khuẩn hoặc sự phát triển của tảo trên bề mặt bên trong của ống.



CHÚ DẪN:

- | | |
|-----------------------------|------------------------|
| 1 Lõi 25 mm (đường ống vào) | 5 Van ống ra |
| 2 Tiếp đất với bể chứa | 6 Tới chân không |
| 3 Hệ thống đỡ | 7 Bình chứa mẫu 10 lít |
| 4 Van ống vào | 8 Màn bảo vệ |

Hình B.1 – Thiết bị để xuất để lấy mẫu chân không bùn lỏng đặc

Phụ lục C

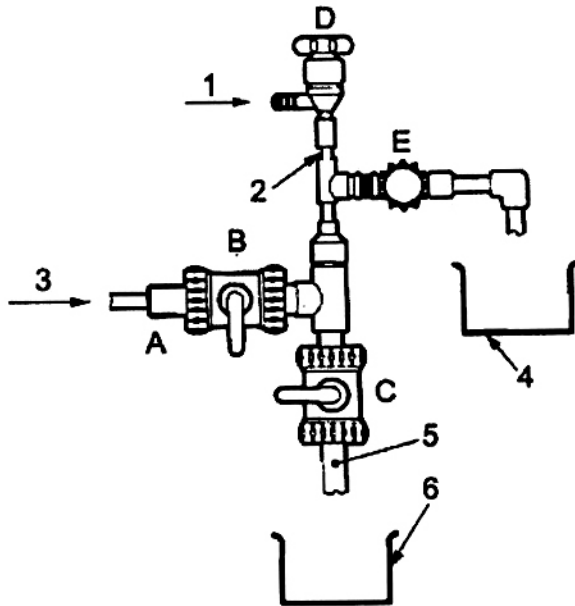
(Tham khảo)

Thiết bị lấy mẫu từ đường ống chịu áp lực

Việc lắp đặt van (xem Hình C.1) phải được nối với một hệ thống dụng cụ có khả năng đo và làm cân bằng áp suất trong bình lấy mẫu nối với hệ thống đường ống có áp suất. Thiết bị này đóng vai trò khóa áp suất cho phép áp suất giảm đi vào bình lấy mẫu. Quá trình vận hành này hỗ trợ việc xử lý mẫu an toàn và giảm đáng kể những ảnh hưởng biến dạng đối với bùn. Các bước sau đây là quy trình vận hành:

- a) Nối thiết bị với ống có áp suất cao tại điểm A, tất cả các van đều đóng.
- b) Mở van D và cho khí nén đi vào cho đến khi áp suất trong thiết bị bằng với áp suất vận hành của thiết bị lọc nén hoặc của đường ống cần xem xét.
- c) Đóng van D và mở van B.
- d) Mở nhẹ van E để cho khí thoát ra và bùn cần lấy mẫu đi vào qua van B đang được mở.
- e) Khi có bùn xuất hiện ở đường ra của van E, khoang lấy mẫu có đầy bùn. Đóng van E.
- f) Đóng van B và mở van E để giảm áp suất xuống bằng áp suất không khí.
- g) Mở van C và lấy mẫu bùn ra.

Để bù phần lượng bùn nằm lại trong ống lấy mẫu có áp suất cao A, phải lặp lại quy trình nói trên để có một lượng bùn sục qua ống gấp ba lần thể tích của ống đang lấy mẫu. Việc này đảm bảo cho bùn mới được lấy ra như là mẫu.

**CHÚ DẪN:**

- | | | | |
|-----------------------|-----------------------------|---|---------------------------------|
| 1 | Khí nén đi vào | 4 | Bình đựng |
| 2 | ống, đường kính ngoài 15 mm | 5 | ống PVC, đường kính ngoài 30 mm |
| 3 | ống dẫn bùn có áp suất cao | 6 | Bình lấy mẫu |
| A, B, C, D, E xem chữ | | | |

Hình C.1 – Bố trí van để xuất đối với lấy mẫu bùn lỏng trong điều kiện áp suất cao

Phụ lục D

(Tham khảo)

Số lượng mẫu tối thiểu trong mẫu tổ hợp – Ví dụ tính toán**D.1 Khái quát**

Số lượng mẫu phụ tối thiểu cần lấy để tạo thành mẫu tổ hợp được quy định trong 6.1.4.2. D.2 và D.3 mô tả ví dụ minh họa cho quá trình tính.

D.2 Lấy mẫu thử

Lấy mẫu thử được thực hiện để xác định độ biến động tiêu biểu giữa các mẫu bùn và để xác định cách nhiều mẫu cần được lấy để tạo thành một mẫu tổ hợp. Kết quả phân tích từ 30 mẫu được trình bày trong Bảng D.1.

Bảng D.1 – Phần khối lượng của đồng trong 30 mẫu thử

Phần khối lượng đồng mg/kg khối lượng khô		
235	275	218
216	270	242
284	274	289
291	290	323
293	289	297
238	229	264
224	276	295
256	201	240
322	346	336
321	335	319

Khối lượng đồng trung bình trong bùn, được ước tính từ 30 mẫu là 276,3 mg/kg khối lượng khô.

Rõ ràng rằng sai số lớn nhất cho phép trong khối lượng đồng ước tính của bùn phải là ± 30 mg/kg khối lượng khô.

D.3 Tính toán

Để tính số lượng mẫu tối thiểu cần lấy để tạo thành mẫu tổ hợp, dùng Công thức (2):

$$n = \left(\frac{1,96 \times s}{E} \right)^2 \quad (2)$$

Trong đó:

1,96 là giá trị z (số lượng độ lệch chuẩn so với giá trị trung bình) với mức tin cậy 95 %;

s là độ lệch chuẩn ước tính từ lấy mẫu thử;

E là sai số tối đa cho phép, biểu thị theo đơn vị của s ;

n là số lượng mẫu.

Dựa trên số liệu lấy mẫu thử, độ lệch chuẩn của khối lượng đồng, $s = 39,7$ mg/kg khối lượng khô.

Rõ ràng rằng sai số lớn nhất cho phép trong khối lượng đồng, $E = \pm 30$ mg/kg khối lượng khô.

Thay giá trị này vào Công thức:

$$n = \left(\frac{1,96 \times 39,7}{30} \right)^2 \doteq 2,60^2 = 6,73 \approx 7$$

Vì không thể lấy một phần của một mẫu, kết quả được làm tròn đến số nguyên.

Do vậy, trong ví dụ này, cần phải lấy 7 mẫu và trộn với nhau để tạo thành một mẫu tổ hợp.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] ISO 3534-2, *Statistics – Vocabulary and symbols – Part 2: Applied statistics*
 - [2] ISO 5667-16, *Water quality - Sampling - Part 16: Guidance on biotesting of samples.*
 - [3] TCVN 7538-4 (ISO 10381-4), *Chất lượng đất - Lấy mẫu - Phần 4: Hướng dẫn về quy trình nghiên cứu các địa điểm tự nhiên, gần tự nhiên và canh tác.*
 - [4] TCVN 7538-6 (ISO 10381-6), *Chất lượng đất – Lấy mẫu – Phần 6: Hướng dẫn về thu thập, xử lý và bảo quản mẫu đất ở điều kiện hiếu khí để đánh giá các quá trình hoạt động, sinh khối và tính đa dạng của vi sinh vật trong phòng thí nghiệm.*
 - [5] EN 1085:2007, *Wastewater treatment – Vocabulary.*
 - [6] EN 12832, *Characterization of sludges – Utilization and disposal of sludges – Vocabulary.*
 - [7] CEN/TR 15463:2007, *Characterization of sludges – Physical consistency – Thixotropic behaviour and piling behaviour.*
 - [8] CLARK, M.J.R., LAIDLAW, M.C.A., RYNEVELD, S.C., WARD, M.L. Estimating sampling variance and local environmental heterogeneity for both known and estimated analytical variance. *Chemosphere* 1996, **32**, pp. 1133-1151.
-