

ĐLVN 278 : 2015

**DUNG DỊCH CHUẨN ĐỘ ĐỤC
QUY TRÌNH THỬ NGHIỆM**

*Turbidity standard solution
Testing procedure*

HÀ NỘI – 2015

Lời nói đầu:

ĐLVN 278 : 2015 do Ban kỹ thuật đo lường TC 17 “Phương tiện đo hoá lý” biên soạn. Viện Đo lường Việt Nam đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng ban hành.

Dung dịch chuẩn độ đục - Quy trình thử nghiệm

Turbidity standard solutions - Testing procedure

1 Phạm vi áp dụng

Văn bản kỹ thuật này qui định quy trình thử nghiệm các dung dịch chuẩn độ đục có giá trị nồng độ danh định: (20, 200, 400, 800, 2000, 4000) NTU dùng để kiểm định phương tiện đo độ đục của nước.

2 Giải thích từ ngữ

Các từ ngữ trong văn bản này được hiểu như sau:

2.1 Độ đục: gây ra bởi sự hiện diện của chất hòa tan và huyền phù như đất sét, bùn, chất vô cơ, sinh vật phù du, các vi sinh vật khác, axit hữu cơ, chất màu trong chất lỏng.

2.2 Dung dịch chuẩn độ đục cần thử nghiệm (sau đây gọi tắt là dung dịch RM): là loại chất chuẩn thể lỏng có giá trị độ đục xác định.

2.3 Dung dịch chuẩn độ đục được chứng nhận (sau đây gọi tắt là dung dịch CRM): là loại chất chuẩn được chứng nhận thể lỏng có độ đục xác định.

2.4 Dung dịch trắng: Là dung dịch được dùng để thiết lập giá trị độ đục < 0,1 NTU của máy đo độ đục và thường là dung môi tinh khiết như nước đã khử ion.

2.5 Đơn vị đo:

NTU: Đơn vị đo độ đục khuếch tán (Nephelometric Turbidity Units).

FNU: Đơn vị đo độ đục Formazin khuếch tán (Formazin Nephelometric Units).

FTU: Đơn vị đo độ đục Formazin (Formazin Turbidity Units).

FAU: Đơn vị pha loãng Formazin (Formazin Attenuation Units).

1 NTU = 1 FNU = 1 FTU = 1 FAU.

3 Các phép thử nghiệm

Phải lần lượt tiến hành các phép thử nghiệm ghi trong bảng 1.

Bảng 1

TT	Tên phép thử nghiệm	Theo điều mục của ĐLVN
1	Kiểm tra bên ngoài	7.1
2	Kiểm tra đo lường	7.2
3	Ước lượng độ không đảm bảo của phép đo	7.3

ĐLVN 278 : 2015

4 Phương tiện thử nghiệm

Phương tiện thử nghiệm được ghi trong bảng 2.

Bảng 2

TT	Tên phương tiện thử nghiệm	Đặc trưng kỹ thuật đo lường cơ bản	Áp dụng cho điều mục của ĐLVN
1	Chuẩn đo lường		
	Dung dịch chuẩn độ đục được chứng nhận (CRM).	- Giá trị danh định: (20, 200, 400, 800, 2000, 4000) NTU. - Độ không đảm bảo đo: $\leq 2\%$.	6; 7.2
2	Phương tiện đo khác		
2.1	Thiết bị quang phổ tử ngoại khả kiến (UV/Vis)	Phạm vi đo: - Bước sóng: (190 ÷ 1100) nm; Độ chính xác: $\pm 0,5$ nm. - Độ hấp thụ: (0 ÷ 2) Abs; Độ chính xác: $\pm 0,004$ Abs (0 ÷ 1 Abs).	6; 7.2
2.2	Dung dịch trắng.	Nước loại 1 theo TCVN 4851 : 1989.	6
2.3	Bình định mức	- Dung tích: (50, 100, 200, 250, 500, 1000) mL. - Độ chính xác: $\pm (0,06 \div 0,4)$ mL.	6; 7.2
2.4	Pipet	- Dung tích: (1, 2, 3, 5, 10, 20, 25) mL; - Độ chính xác: $\pm (0,007 \div 0,03)$ mL.	6; 7.2
2.5	Phương tiện đo nhiệt độ và độ ẩm môi trường	- Nhiệt độ: (0 ÷ 50) °C; Giá trị độ chia: 1 °C. - Độ ẩm không khí: (25 ÷ 95) %RH; Giá trị độ chia: 1 %RH.	5
3	Phương tiện phụ		
3.1	Nước cất		7.2
3.2	Bình xịt tia		7.2
3.3	Giấy lọc		7.2
3.4	Cốc thủy tinh		7.2

5 Điều kiện thử nghiệm

Khi tiến hành thử nghiệm, phải đảm bảo các điều kiện môi trường sau đây:

- Nhiệt độ: (25 ± 5) °C;
- Độ ẩm không khí: ≤ 80 %RH (không đọng sương).

6 Chuẩn bị thử nghiệm

Trước khi tiến hành thử nghiệm phải thực hiện các công việc chuẩn bị sau đây:

- Các cốc thủy tinh đựng dung dịch CRM và dung dịch RM cần thử nghiệm phải được rửa sạch và sấy khô trước khi sử dụng;
- Chọn dung dịch CRM theo mục 4;
- Các dung dịch CRM và dung dịch RM cần thử nghiệm cần đặt trong phòng thử nghiệm tối thiểu 01 giờ trước khi tiến hành thử nghiệm;
- Vận hành thiết bị quang phổ tử ngoại khả kiến (UV/Vis) theo tài liệu quy định.

7 Tiến hành thử nghiệm

7.1 Kiểm tra bên ngoài

Phải kiểm tra bên ngoài theo các yêu cầu sau đây:

Kiểm tra bằng mắt để xác định sự phù hợp của dung dịch cần thử nghiệm với các yêu cầu như: Giá trị nồng độ danh định, thể tích, cơ sở sản xuất, ngày sản xuất/chế tạo, loại bình chứa, ngày mở nắp,...

7.2 Kiểm tra đo lường

Dung dịch chuẩn độ được kiểm tra đo lường theo trình tự nội dung, phương pháp và yêu cầu sau đây:

7.2.1 Phương pháp thử nghiệm dung dịch chuẩn độ được là việc xác định giá trị độ đục của dung dịch RM cần thử nghiệm trên thiết bị phân tích quang phổ tử ngoại khả kiến đã được dựng đường chuẩn bằng dung dịch chuẩn độ được chứng nhận tại nhiệt độ 25 °C.

7.2.2 Đối với dung dịch RM cần thử nghiệm có giá trị độ đục trong phạm vi (0 ÷ 400) NTU:

7.2.2.1 Thiết lập đường cong hiệu chuẩn (calibration curve) với tối thiểu 03 dung dịch CRM có giá trị nồng độ trong khoảng (0 ÷ 400) NTU trên thiết bị quang phổ tử ngoại khả kiến (UV/Vis) tại bước sóng 660 nm.

- Thực hiện tối thiểu 3 phép đo liên tiếp với mỗi dung dịch CRM đã chọn. Ghi kết quả đo được vào biên bản ở phụ lục.
- Xác định phương trình đường cong hiệu chuẩn: $y = ax + b$.

Trong đó:

y : Giá trị độ hấp thụ, Abs;

x : Giá trị độ đục của dung dịch chuẩn độ, NTU;

a, b : Hằng số và được xác định theo công thức sau:

$$b = \frac{\overline{xy} - \bar{x} \cdot \bar{y}}{\frac{S_{xx}}{n}}; a = \bar{y} - b\bar{x}$$

Với: $\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i$; $\bar{y} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i$; $\overline{xy} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i y_i$; $S_{xx} = \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2$

- Hệ số hồi quy R^2 của đường cong hiệu chuẩn không được nhỏ hơn 0,99.

7.2.2.2 Kiểm tra với dung dịch RM cần thử nghiệm

- Tiến hành đo tối thiểu 03 phép đo liên tiếp với mỗi dung dịch RM cần thử nghiệm. Ghi kết quả đo được vào biên bản ở phụ lục.

- Giá trị độ đục của dung dịch RM cần thử nghiệm là giá trị trung bình của các kết quả đo được tính theo phương trình $y = ax + b$ đã được xác định ở mục 7.2.2.1.

Trong đó:

y : Giá trị độ hấp thụ, Abs;

x : Giá trị độ đục của dung dịch cần thử nghiệm, NTU;

a, b : Hằng số.

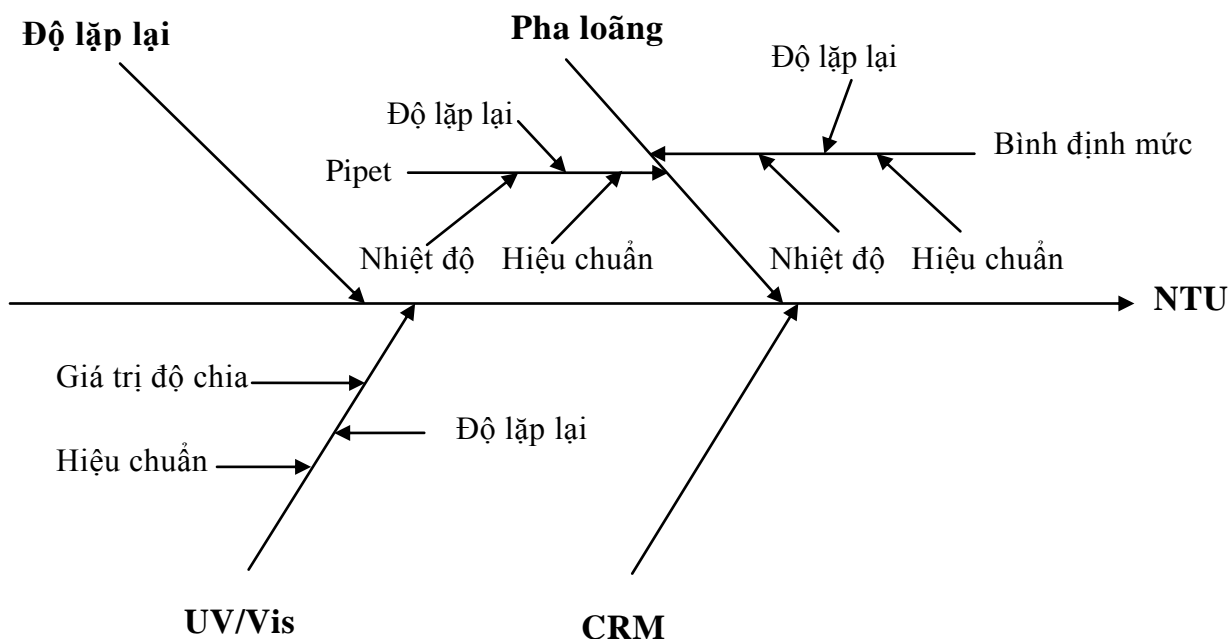
7.2.3 Đối với dung dịch RM cần thử nghiệm có giá trị độ đục > 400 NTU:

- Pha loãng dung dịch cần thử nghiệm sao cho giá trị độ đục nằm trong phạm vi (0 ÷ 400) NTU;

- Tiến hành tương tự như đối với 7.2.2.

7.3 Ước lượng độ không đảm bảo của phép đo

Độ không đảm bảo của phép đo ước lượng theo mô hình sau:



7.3.1. Ước lượng độ không đảm bảo chuẩn loại A

- Giá trị trung bình của n phép đo: $\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i$

- Độ lệch chuẩn thực nghiệm của giá trị trung bình: $s(\bar{x}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$

- Độ không đảm bảo chuẩn loại A: $u_A = \frac{s(\bar{x})}{\sqrt{n}}$

7.3.2. Ước lượng độ không đảm bảo chuẩn loại B:

7.3.2.1 Độ không đảm bảo chuẩn gây nên bởi thiết bị quang phổ tử ngoại khả kiến (UV/Vis):

Độ không đảm bảo đo trích dẫn là a với hệ số phủ k.

$$u_1 = u_{UV/Vis} = \frac{a}{k}$$

7.3.2.2 Độ không đảm bảo chuẩn gây nên bởi dung dịch chuẩn độ được chứng nhận

- Đối với trường hợp không pha loãng dung dịch chuẩn được chứng nhận: Dung dịch chuẩn độ được chứng nhận có độ không đảm bảo đo trích dẫn là b theo giấy chứng nhận với hệ số phủ k:

$$u_2 = u_{CRM} = \frac{b}{k}$$

- Đối với trường hợp phải pha loãng dung dịch chuẩn:

+ Dung dịch chuẩn độ được chứng nhận có độ không đảm bảo đo trích dẫn là c với hệ số phủ k theo giấy chứng nhận:

$$u_{CRM} = \frac{c}{k}$$

+ Độ không đảm bảo gây nên bởi pipet dùng để pha loãng dung dịch chuẩn:

Pipet có thể tích là V_{pipet} và độ không đảm bảo đo trích dẫn là d với hệ số phủ k theo giấy chứng nhận:

$$u_{pipet} = \frac{d}{k}$$

+ Độ không đảm bảo gây nên bởi bình định mức sử dụng để pha loãng dung dịch chuẩn:

Bình định mức có thể tích là V_{flask} và độ không đảm bảo đo trích dẫn là e với hệ số phủ k theo giấy chứng nhận:

ĐLVN 278 : 2015

$$u_{flask} = \frac{e}{k}$$

$$u_2 = \frac{u_{solution}}{C_{solution}} = \sqrt{\left(\frac{u_{CRM}}{C_{CRM}}\right)^2 + \left(\frac{u_{pipet}}{V_{pipet}}\right)^2 + \left(\frac{u_{flask}}{V_{flask}}\right)^2}$$

7.3.2.3 Độ không đảm bảo chuẩn loại B:

$$u_B = \sqrt{u_1^2 + u_2^2}$$

7.3.3. Ước lượng độ không đảm bảo chuẩn tổng hợp:

$$u_C = \sqrt{u_A^2 + u_B^2}$$

7.3.4. Ước lượng độ không đảm bảo chuẩn mở rộng:

$$U = k.u_C$$

Với k là hệ số phủ.

Các thành phần độ không đảm bảo đo

TT	Đại lượng X_i	Thành phần ĐKĐB, u_{xi}	Phân bố	Giá trị ước lượng ĐKĐB
I	Độ không đảm bảo chuẩn loại A			
	Độ lặp lại	u_A	chuẩn	$u_A = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n(n-1)}}$
II	Độ không đảm bảo chuẩn loại B			
	Thiết bị UV/Vis	u_1	chuẩn	$u_1 = u_{UV/Vis} = \frac{a}{k}$
	Dung dịch CRM	u_2	chuẩn	- Trường hợp không pha loãng $u_2 = u_{CRM} = \frac{b}{k}$
				- Trường hợp pha loãng $u_2 = \sqrt{\left(\frac{u_{CRM}}{C_{CRM}}\right)^2 + \left(\frac{u_{pipet}}{V_{pipet}}\right)^2 + \left(\frac{u_{flask}}{V_{flask}}\right)^2}$
		u_B	chuẩn	$u_B = \sqrt{u_1^2 + u_2^2}$
III	Độ không đảm bảo chuẩn kết hợp			
		u_c	chuẩn	$u_c = \sqrt{u_A^2 + u_B^2}$
IV	Độ không đảm bảo mở rộng			
		U	chuẩn	$U = k.u_C$ Với k là hệ số phủ

8. Xử lý chung

8.1 Dung dịch chuẩn độ đục sau khi thử nghiệm nếu có độ không đảm bảo đo $\leq 2,5$ % được cấp giấy chứng nhận thử nghiệm chuẩn đo lường theo quy định.

8.2 Dung dịch chuẩn độ đục sau khi thử nghiệm nếu có độ không đảm bảo đo $> 2,5$ % thì không được cấp chứng chỉ thử nghiệm chuẩn đo lường.

8.3 Kết quả thử nghiệm có giá trị trong 06 tháng.

Tên tổ chức thử nghiệm

BIÊN BẢN THỬ NGHIỆM
Số:

Tên mẫu thử nghiệm:.....
 Kiểu:.....Số:.....
 Cơ sở sản xuất:..... Năm sản xuất:.....
 Đặc trưng kỹ thuật:

.....

Phương pháp thực hiện:.....
 Cơ sở sử dụng:.....

.....

Điều kiện môi trường:
 Nhiệt độ:.....Độ ẩm:

Người thực hiện:.....
 Ngày thực hiện :.....
 Địa điểm thực hiện :.....

KẾT QUẢ THỬ NGHIỆM

1. Kiểm tra bên ngoài: Đạt yêu cầu: Không đạt yêu cầu

2. Kiểm tra đo lường

- Thiết lập đường cong hiệu chuẩn:

Loại dung dịch CRM Lần đo	Giá trị độ đục				
1					
2					
3					
.....					
Trung bình					
Đường hiệu chuẩn $y = ax + b$					
Hệ số hồi quy R^2 :					

- Kiểm tra dung dịch RM:

Loại dung dịch RM Lần đo	Giá trị độ đục				
1					
2					
3					
.....					
Trung bình :					

3. Ước lượng độ không đảm bảo của phép đo

Loại dung dịch RM Độ không đảm bảo đo	Giá trị độ đục				
u_A					
u_B	u_1				
	u_2				
u_C					
$U = k.u_C$					

Kết luận:

Người soát lại

Người thực hiện

TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. LUẬT ĐO LƯỜNG năm 2011.
2. ĐLVN 113 : 2003, “Yêu cầu về nội dung và cách trình bày văn bản kỹ thuật Đo lường Việt Nam”.
3. ĐLVN 131 : 2004, “Hướng dẫn đánh giá và trình bày độ không đảm bảo đo”.
4. TCVN 6165 : 2009 (ISO/IEC GUIDE 99 : 2007), “Tài liệu quốc tế về đo lường học – khái niệm, thuật ngữ chung và cơ bản” - (VIM).
5. JIS K 0801 : 1986, “Continuous Turbidimeter”.