

ĐLVN 388 : 2021

**PHƯƠNG TIỆN ĐO TỔNG CHẤT RẮN LƠ LỬNG
TRONG NƯỚC CỦA TRẠM QUAN TRẮC MÔI
TRƯỜNG NƯỚC - QUY TRÌNH KIỂM ĐỊNH**

*Total suspended solids analyzers of water monitoring station –
Verification procedure*

HÀ NỘI – 2021

Lời nói đầu:

ĐLVN 388 : 2021 do Trung tâm Quan trắc môi trường miền Bắc biên soạn, Tổng cục Môi trường đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng ban hành.

Phương tiện đo tổng chất rắn lơ lửng trong nước của trạm quan trắc môi trường nước – Quy trình kiểm định

Total suspended solids analyzers of water monitoring station – Verification procedure

1 Phạm vi áp dụng

Văn bản kỹ thuật này quy định quy trình kiểm định ban đầu, kiểm định định kỳ và kiểm định sau sửa chữa đối với phương tiện đo tổng chất rắn lơ lửng trong nước của trạm quan trắc môi trường nước (nước mặt, nước thải) có phạm vi đo đến 500 mg/L.

Ghi chú: Văn bản kỹ thuật này có thể áp dụng đối với phương tiện đo tổng chất rắn lơ lửng trong nước của trạm quan trắc nước ngầm, phương tiện đo tổng chất rắn lơ lửng trong nước của trạm quan trắc nước biển.

2 Giải thích từ ngữ

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

2.1 Tổng chất rắn lơ lửng trong nước (TSS): là hàm lượng của tất cả các chất rắn vô cơ và hữu cơ có kích thước lớn hơn $2\mu\text{m}$ lơ lửng trong nước.

2.2 Dung dịch chuẩn TSS được chứng nhận (sau đây gọi là dung dịch chuẩn): là loại chất chuẩn có hàm lượng tổng chất rắn lơ lửng trong nước xác định.

2.3 Sai số cho phép lớn nhất (MPE - Maximum Permission Error): là chênh lệch lớn nhất cho phép (dương hoặc âm) giữa giá trị đo được trên phương tiện đo được kiểm định với giá trị của chuẩn được đưa vào phương tiện đo.

2.4 Độ tuyến tính (Linearity): là sự phụ thuộc tuyến tính giữa đại lượng đo được và nồng độ chất phân tích.

2.5 Độ lặp lại (Repeatability): là đại lượng đặc trưng cho mức độ gần nhau giữa kết quả của các phép đo liên tiếp cùng một đại lượng đo tiến hành trong các điều kiện đo như nhau. Độ lặp lại của kết quả đo được xác định thông qua độ lệch chuẩn (s).

2.6 Độ trôi (Drift): là sự sai lệch về giá trị đo được giữa phép đo đầu tiên với phép đo sau một khoảng thời gian nhất định của phương tiện đo.

2.7 PTĐ: Phương tiện đo tổng chất rắn lơ lửng của trạm quan trắc môi trường nước cần kiểm định.

2.8 TOC (Total Organic Compound): tổng các hợp chất hữu cơ.

2.9 Đơn vị đo: mg/L.

3 Các phép kiểm định

Phải lần lượt tiến hành các phép kiểm tra ghi trong Bảng 1.

Bảng 1

TT	Tên phép kiểm định	Theo điều mục của QTKĐ	Chế độ kiểm định		
			Ban đầu	Định kỳ	Sau sửa chữa
1	Kiểm tra bên ngoài.	7.1	+	+	+
2	Kiểm tra kỹ thuật.	7.2	+	+	+
3	Kiểm tra đo lường.	7.3			
3.1	Kiểm tra điểm “0”	7.3.3	+	+	+
3.2	Kiểm tra sai số	7.3.4	+	+	+
3.3	Kiểm tra độ tuyến tính	7.3.5	+	+	+
3.4	Kiểm tra độ lặp lại	7.3.6	+	+	+
3.5	Kiểm tra độ trôi	7.3.7	+	+	+

4 Phương tiện kiểm định

Phương tiện kiểm định được ghi trong Bảng 2.

Bảng 2

TT	Tên phương tiện kiểm định	Đặc trưng kỹ thuật đo lường cơ bản	Áp dụng cho điều mục của quy trình
1	Chuẩn đo lường		
	Dung dịch chuẩn TSS	- Giá trị chứng nhận phù hợp với dải đo cân kiểm định; - Độ không đảm bảo (ĐKĐB): $\leq 2\%$.	7.3
2	Phương tiện đo khác		
2.1	Dung dịch kiểm tra điểm “không”	- Nước tinh khiết đã được lọc qua bộ lọc 0,22 μm ; - Độ dẫn điện $\leq 0,055\ \mu\text{S/cm}$; - TOC $\leq 5\ \mu\text{g/L}$.	7.3.3
2.2	Phương tiện đo nhiệt độ và độ ẩm môi trường.	- Nhiệt độ: $(0 \div 50)\ \text{°C}$; Giá trị độ chia: $\leq 1\ \text{°C}$; - Độ ẩm không khí: $(25 \div 95)\ \%\text{RH}$; Giá trị độ chia: $\leq 1\ \%\text{RH}$.	5

TT	Tên phương tiện kiểm định	Đặc trưng kỹ thuật đo lường cơ bản	Áp dụng cho điều mục của quy trình
3	Phương tiện phụ		
3.1	Nước cất.	Nước loại 1 theo TCVN 4851 : 1989.	7
3.2	Bình xít tia.		7
3.3	Giấy thấm.		7
3.4	Cốc tối màu.	- Thể tích tối thiểu 2 L.	7
3.5	Giá đỡ.		7
3.6	Máy khuấy từ		7

5 Điều kiện kiểm định

Khi tiến hành kiểm định phải đảm bảo các điều kiện sau đây:

- + Nhiệt độ: $(20 \div 30) ^\circ\text{C}$;
- + Độ ẩm không khí: $\leq 80 \%RH$ không đọng sương;

6 Chuẩn bị kiểm định

Trước khi tiến hành kiểm định phải thực hiện các công việc chuẩn bị sau đây:

- Chuẩn bị dung dịch kiểm tra điểm “0” bằng nước siêu sạch có thông số kỹ thuật như trong Mục 4.
- Chuẩn bị các điểm nồng độ dung dịch chuẩn có nồng độ tương ứng như sau:
 - + Điểm kiểm định thứ nhất có giá trị nồng độ nằm trong khoảng $(20 \pm 10) \%$ phạm vi đo cần kiểm định;
 - + Điểm kiểm định thứ hai có giá trị nồng độ nằm trong khoảng $(50 \pm 10) \%$ phạm vi đo cần kiểm định;
 - + Điểm kiểm định thứ ba có giá trị nồng độ nằm trong khoảng $(80 \pm 10) \%$ phạm vi đo cần kiểm định;
- Dung dịch chuẩn được cho vào cốc tối màu và được khuấy đều liên tục để tránh các chất rắn bị lắng xuống đáy.
- Trước khi tiến hành kiểm định, đầu đo của PTĐ phải được làm sạch với dung môi thích hợp tùy thuộc vào vật liệu chế tạo đầu đo, theo hướng dẫn của nhà sản xuất ghi trong tài liệu kỹ thuật, sau đó rửa lại bằng nước cất.
- Trước khi tiến hành kiểm định, PTĐ cần kiểm định và các dung dịch chuẩn phải được để ổn định tại nhiệt độ phòng kiểm định ít nhất 1 giờ trước khi tiến hành kiểm định.
- PTĐ cần kiểm định phải được vận hành theo hướng dẫn của nhà sản xuất và phải được

bật ổn định trước khi đo tối thiểu 30 phút.

7 Tiến hành kiểm định

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 PTĐ với các yêu cầu quy định trong tài liệu kỹ thuật về hình dáng, kích thước, hiển thị, nguồn điện sử dụng, nhãn hiệu và phụ kiện kèm theo.

7.2 Kiểm tra kỹ thuật

Phải kiểm tra kỹ thuật theo các yêu cầu sau đây:

- Kiểm tra trạng thái hoạt động bình thường của PTĐ theo tài liệu kỹ thuật của nhà sản xuất.
- Kiểm tra cấu trúc PTĐ bao gồm: vật liệu chế tạo, phương pháp đo, đầu điện cực, ...
- Kiểm tra bộ phận hiển thị bao gồm: phạm vi đo, giá trị độ chia, bộ phận ghi dữ liệu, bộ phận tính toán dữ liệu, hệ thống cảnh báo, cơ cấu hiệu chỉnh, bảo mật...

7.3 Kiểm tra đo lường

Phương tiện đo tổng chất rắn lơ lửng của trạm quan trắc môi trường nước được kiểm tra đo lường theo trình tự nội dung, phương pháp và yêu cầu sau đây:

7.3.1 Phương pháp kiểm định

Phương pháp kiểm định là so sánh kết quả đo trực tiếp giá trị TSS của dung dịch chuẩn bằng PTĐ cần kiểm định.

7.3.2.1 Sai số cho phép lớn nhất (MPE):

- Sai số cho phép lớn nhất tại điểm “0” quy định trong Bảng 3.

Bảng 3

Độ phân giải của PTĐ	MPE tại điểm “0”
mg/L	
0,01	± 0,1
0,1	± 1
1	± 2

- Sai số cho phép lớn nhất tại điểm kiểm tra ± 5 %.

7.3.2.2 Độ tuyến tính toàn thang đo (LFS):

- Độ tuyến tính toàn thang đo được xác định thông qua hệ số hồi quy tuyến tính (R^2)
- Độ tuyến tính toàn thang đo không được lớn hơn 1 % tương đối ($R^2 \geq 0,99$).

7.3.2.3 Độ lặp lại (R):

- Độ lặp lại của kết quả đo được xác định thông qua độ lệch chuẩn (s).

- Độ lệch chuẩn của kết quả đo không được lớn hơn $1/3 |MPE|$ tại điểm kiểm tra.

7.3.2.4 Độ trôi (D):

- Độ ổn định của kết quả đo được thể hiện thông qua độ trôi của kết quả đo sau mỗi 2 giờ làm việc.

- Độ trôi tại điểm nồng độ không được vượt quá giới hạn MPE tại điểm kiểm tra.

7.3.3 Kiểm tra điểm “0”

- Sử dụng dung dịch chuẩn điểm “0” như đã chọn ở Mục 6. Tiến hành đo lặp lại tối thiểu 3 lần liên tiếp điểm “0” bằng PTĐ cần kiểm định để xác định sai số tại điểm “0”. Ghi kết quả đo được vào biên bản ở Phụ lục 1.

- Sai số tuyệt đối tại điểm “0” không được vượt quá giới hạn MPE tại điểm “0” quy định trong Mục 7.3.2.1.

7.3.4 Kiểm tra sai số

- Chọn các dung dịch chuẩn tương ứng tại Mục 6. Tại mỗi điểm kiểm định, đầu đo của PTĐ phải được tráng tối thiểu 03 lần và ngâm 10 phút trong dung dịch chuẩn tương ứng.

- Dung dịch chuẩn phải được khuấy trộn liên tục ở tốc độ khuấy thấp để tránh bị lắng. Tiến hành đo lặp lại tối thiểu 03 lần liên tiếp bằng PTĐ. Ghi kết quả đo được vào biên bản ở Phụ lục 1.

- Sai số tương đối tại điểm kiểm tra được tính theo công thức sau:

$$\delta = \frac{\bar{C}_d - C_{ch}}{C_{ch}} \times 100 \quad (1)$$

Trong đó :

δ - Sai số tương đối của PTĐ tại điểm kiểm tra, %;

\bar{C}_d - Giá trị đọc trung bình 03 lần đo liên tiếp của PTĐ nồng độ dung dịch cần kiểm định, mg/L;

C_{ch} - Giá trị nồng độ của dung dịch chuẩn, mg/L

- Sai số δ không được vượt quá giới hạn MPE tại điểm kiểm tra quy định tại Mục 7.3.2.1.

7.3.5 Kiểm tra độ tuyến tính

- Độ tuyến tính toàn thang đo của PTĐ được kiểm tra bằng các điểm dung dịch chuẩn và phương pháp đo tương tự như Mục 7.3.4. Mỗi liên hệ giữa các giá trị đo được y_i và giá trị chuẩn x_i thể hiện bằng phương trình tuyến tính bậc 1:

$$y = a + bx, \text{ với } a = \bar{y} - b\bar{x} \quad (2)$$

- Độ tuyến tính của PTĐ được đánh giá dựa vào hệ số hồi quy. Hệ số hồi quy được tính toán như sau:

$$R^2 = b^2 \quad (3)$$

Trong đó:

R : hệ số hồi quy tuyến tính;

b: độ dốc của đường cong hiệu chuẩn:

$$b = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad (4)$$

\bar{y} : giá trị đo được trung bình 3 lần đo:

$$\bar{y} = \frac{\sum_{i=1}^n y_i}{n} \quad (5)$$

\bar{x} : giá trị trung bình của chuẩn:

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \quad (6)$$

- Độ tuyến tính toàn thang đo của PTĐ phải đáp ứng quy định tại Mục 7.3.2.2.

7.3.6 Kiểm tra độ lặp lại.

- Chọn 01 dung dịch chuẩn như đã chuẩn bị trong Mục 6 (trừ điểm 0) để tiến hành kiểm tra độ lặp lại.

- Dùng PTĐ đo tối thiểu 05 lần liên tiếp xác định nồng độ dung dịch chuẩn đã chọn. Ghi kết quả vào biên bản kiểm định ở Phụ lục 1.

- Độ lặp lại được tính theo độ lệch chuẩn s theo công thức sau:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (Y_i - \bar{Y})^2}{n-1}} \quad (7)$$

Trong đó:

n – số lần đo;

Y_i – giá trị đo thứ i;

\bar{Y} – giá trị đo trung bình.

- Độ lệch chuẩn s phải đáp ứng quy định tại Mục 7.3.2.3.

7.3.7 Kiểm tra độ trôi

- Chọn dung dịch chuẩn như Mục 7.3.6

- Dùng PTĐ đo 03 lần dung dịch chuẩn đã chọn, mỗi lần cách nhau 02 giờ. Ghi kết quả vào biên bản kiểm định ở Phụ lục 1.

- Sai lệch giữa các kết quả đo sau so với kết quả phép đo đầu tiên phải đáp ứng quy định tại Mục 7.3.2.4.

8 Xử lý chung

8.1 Phương tiện đo tổng chất rắn lơ lửng trong nước của trạm quan trắc môi trường nước sau khi kiểm định nếu đạt các yêu cầu quy định theo quy trình kiểm định này được niêm phong cơ cấu chỉnh (nếu có) và cấp chứng chỉ kiểm định (tem kiểm định, dấu kiểm định, giấy chứng nhận kiểm định ...) theo quy định.

8.2 Phương tiện đo tổng chất rắn lơ lửng trong nước của trạm quan trắc môi trường nước sau khi kiểm định nếu không đạt một trong các yêu cầu quy định của quy trình kiểm định

này thì không được cấp chứng chỉ kiểm định mới và xóa dấu kiểm định cũ (nếu có).

8.3 Chu kỳ kiểm định của phương tiện đo tổng chất rắn lơ lửng trong nước của trạm quan trắc môi trường nước: 12 tháng với điều kiện đảm bảo về bảo mật cơ cấu chính và tuân thủ các điều kiện về vận hành và bảo quản theo khuyến nghị của nhà sản xuất.

Tên cơ quan kiểm định

.....

BIÊN BẢN KIỂM ĐỊNH

Số:

Tên phương tiện đo:

Kiểu:Số:.....

Cơ sở sản xuất:Năm sản xuất:.....

Đặc trưng kỹ thuật:.....

.....

Cơ sở sử dụng:.....

Phương pháp thực hiện:.....

Chuẩn, thiết bị chính được sử dụng:.....

Điều kiện môi trường:.....

Người thực hiện:Ngày thực hiện:.....

Địa điểm thực hiện:.....

Chế độ kiểm định: Ban Đầu Định Kỳ Sau sửa chữa

KẾT QUẢ

1. Kiểm tra bên ngoài: Đạt Không đạt

2. Kiểm tra kỹ thuật: Đạt Không đạt

3. Kiểm tra đo lường:

- Kiểm tra điểm "0":

TT	Giá trị chuẩn	Kết quả đo	Sai số	MPE Tại điểm "0"
				(.....)
1				

Kết luận: Đạt Không đạt

- Kiểm tra sai số:

TT	Giá trị chuẩn	Kết quả đo	Sai số	MPE
				Tại điểm kiểm tra
(.....)				
1				
2				
3				

Kết luận:

Đạt

Không đạt

- Kiểm tra độ tuyến tính:

TT	Thang đo từ đến		
	Kết quả đo	Giá trị chuẩn	Hệ số hồi quy tuyến tính (R ²)
	(.....)		
1			
2			
3			
4			

Kết luận:

Đạt

Không đạt

- Kiểm tra độ lặp lại:

STT	Giá trị chuẩn:		
	Kết quả đo	Độ lệch chuẩn	Độ lệch chuẩn cho phép
	(.....)		
1			1/3 MPE Tại điểm kiểm tra
2			
3			
4			
5			

Kết luận: Đạt Không đạt

- Kiểm tra độ trôi:

STT	Giá trị chuẩn:			
	Thời gian đo	Kết quả đo	Sai số với phép đo đầu tiên	Giới hạn cho phép
	(.....)	(.....)		
1				
2				MPE Tại điểm kiểm tra
3				

Kết luận: Đạt Không đạt

4 Kết luận:.....

Người soát lại

Kiểm định viên

TÀI LIỆU THAM KHẢO

LUẬT ĐO LƯỜNG năm 2011.

ĐLVN 113 : 2003

Yêu cầu về nội dung và cách trình bày văn bản kỹ thuật Đo lường Việt Nam.

TCVN 6165 : 2009 (ISO/IEC GUIDE 99 : 2007)

Từ vựng quốc tế về đo lường học – khái niệm, thuật ngữ chung và cơ bản (VIM).

ASTM D5907 – 18

Standard test methods for filterable matter (Total Dissolved Solids) and nonfilterable matter (Total Suspended Solids) in water.

EPA METHODS 1983

Total suspended solids (TSS)

STANDARD OPERATING PROCEDURE FOR: TOTAL SUSPENDED SOLIDS