

ĐLVN 385 : 2021

**PHƯƠNG TIỆN ĐO NỒNG ĐỘ ÔXY HÒA TAN CỦA
TRẠM QUAN TRẮC MÔI TRƯỜNG NƯỚC
QUY TRÌNH KIỂM ĐỊNH**

*Dissolved oxygen analyzers of water monitoring station –
Verification procedure*

HÀ NỘI – 2021

Lời nói đầu:

ĐLVN 385 : 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 nồng độ oxy hòa tan của trạm quan trắc môi trường nước - Quy trình kiểm định

Dissolved oxygen 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 phương tiện đo nồng độ oxy hòa tan của trạm quan trắc môi trường nước (nước mặt, nước thải) có phạm vi đo đến 20 mg/L; hoặc đến 200 % oxy hòa tan bão hòa.

Ghi chú: Văn bản kỹ thuật này có thể áp dụng đối với phương tiện đo nồng độ oxy hòa tan của trạm quan trắc nước ngầm, phương tiện đo nồng độ oxy hòa tan của trạm quan trắc nước biển.

2 Giải thích từ ngữ và đơn vị đo

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

2.1 Nồng độ oxy hòa tan: là lượng oxy có trong nước được tính bằng mg/l hay % bão hòa theo nhiệt độ. Phần trăm bão hòa là phần trăm tiềm tàng của nước để giữ oxy có mặt trong nước.

2.2 Dung dịch chuẩn điểm “0”: là dung dịch có nồng độ oxy hòa tan bằng “0” trong dung dịch.

2.3 Dung dịch oxy hòa tan bão hòa: là các dung dịch có nồng độ oxy hòa tan bão hòa trong nước tại các nhiệt độ xác định.

2.4 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.

2.5 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 nồng độ oxy hòa tan của trạm quan trắc môi trường nước cần kiểm định

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

ĐLVN 385 : 2021

2.9 DO (Dissolved Oxygen): Oxy hoà tan.

2.10 Đơn vị đo: mg/L hoặc % oxy hoà tan bão hoà.

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 lặp lại	7.3.5	+	+	+
3.4	Kiểm tra độ trôi	7.3.6	+	+	+

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		
1.1	Dung dịch chuẩn điểm “0”.	- Giá trị chuẩn: 0,0 mg/L; - Độ không đảm bảo (ĐKĐB): $\leq 0,1$ mg/L.	7.3.3
1.2	Thiết bị đo nồng độ oxy hoà tan chuẩn	- Phạm vi đo: đến 20 mg/L hoặc đến 200 % oxy hoà tan bão hoà; - ĐKĐB: $\leq 1/3$ MPE tại điểm kiểm tra.	7.3
2	Phương tiện khác		
2.1	Bể ổn nhiệt.	- Phạm vi đo: $(0 \div 50)$ °C; - Độ ổn định: $\leq 0,1$ °C.	7.3

TT	Tên phương tiện kiểm định	Đặc trưng kỹ thuật đo lường cơ bản	Áp dụng cho điều mục của quy trình
2.2	Thiết bị đo nhiệt độ.	- Phạm vi đo: $(0 \div 50) ^\circ\text{C}$; - Độ chính xác: $\leq 0,05 ^\circ\text{C}$.	7.3
2.3	Phương tiện đo nhiệt độ và độ ẩm môi trường.	- Nhiệt độ: $(0 \div 50) ^\circ\text{C}$; Giá trị độ chia: $\leq 1 ^\circ\text{C}$; - Độ ẩm không khí: $(25 \div 95) \%RH$; Giá trị độ chia: $\leq 1 \%RH$.	5
2.4	Nước siêu sạch	- Độ dẫn điện: $\leq 0,055 \mu\text{S}/\text{cm}$; - TOC: $\leq 5 \mu\text{g}/\text{L}$; - Đã lọc qua bộ lọc $0,22 \mu\text{m}$.	7
3	Phương tiện phụ		
3.1	Cốc thủy tinh	- Phù hợp với kích thước của đầu đo.	7
3.2	Bình xịt tia.		7
3.3	Nước cất.	- Nước loại 1 theo TCVN 4851 : 1989.	7
3.4	Giấy thấm.		7
3.5	Máy khuấy		6
3.6	Bơm khí	- Lưu lượng ra khoảng 1 L/min	6
3.7	Lưu lượng kế khí	- Phạm vi điều chỉnh: đến 2 L/min	6

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”: dung dịch chuẩn điểm “0” được chứa trong 1 cốc có nắp kín để tránh không khí lọt vào và được để ổn nhiệt tại $25 ^\circ\text{C}$.
- Chuẩn bị dung dịch kiểm tra điểm bão hòa bằng cách cho một cốc chứa nước siêu sạch vào bể ổn nhiệt và đặt ổn định nhiệt độ tại 03 điểm nhiệt độ trong dải từ $(0 \div 50) ^\circ\text{C}$ đồng thời dùng bơm thổi không khí với tốc độ khoảng 1 L/min vào cốc trong khoảng 2 giờ để

ĐLVN 385 : 2021

đạt đến bão hoà oxy. Việc tạo các điểm oxy bão hoà phải đảm bảo mỗi điểm có giá trị nồng độ oxy hoà tan bão hoà cách nhau tối thiểu từ $(2 \div 3)$ mg/L. Các giá trị nồng độ oxy hoà tan bão hoà trong nước theo nhiệt độ được tham chiếu đến Bảng A.3 trong Phụ lục A của tiêu chuẩn ISO 5814 : 2012.

- Thiết bị đo nồng độ oxy hòa tan chuẩn và PTĐ được để ổn định tại nhiệt độ môi trường kiểm định khoảng 2 giờ trước khi tiến hành kiểm định.
- Trước khi tiến hành kiểm định, đầu đo của PTĐ phải được làm sạch theo hướng dẫn của nhà sản xuất ghi trong tài liệu kỹ thuật, sau đó rửa lại bằng nước cất và lau khô bằng giấy thấm.
- Mỗi khi đầu đo DO của PTĐ được thay đổi môi trường đo thì cần để đầu đo ổn định trong tối thiểu 30 phút trước khi tiến hành đo.

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 nồng độ ôxy hòa tan được kiểm tra đo lường theo trình tự nội dung, phương pháp và yêu cầu sau đây:

7.3.1 Phương pháp kiểm định

So sánh kết quả đo trực tiếp giá trị nồng độ ôxy hòa tan của PTĐ cần kiểm định và giá trị nồng độ ôxy hòa tan đo được của thiết bị đo nồng độ oxy hòa tan chuẩn tại các nhiệt độ tương ứng.

7.3.2 Yêu cầu đo lường

7.3.2.1 Sai số cho phép lớn nhất (MPE):

- Sai số cho phép lớn nhất tại điểm kiểm tra $\pm 6 \%$.

7.3.2.2 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.

7.3.2.3 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 cho phép lớn nhất tại điểm “0”: $\pm 0,2 \text{ mg/L}$.

7.3.4 Kiểm tra sai số

- Đặt cố định đầu đo của PTĐ và thiết bị chuẩn vào cốc chứa dung dịch đã được làm bão hoà oxy. Tiến hành đo lặp lại tối thiểu 03 lần liên tiếp giá trị oxy hoà tan bằng thiết bị đo nồng độ oxy hoà tan chuẩn và PTĐ, ghi kết quả đo được vào biên bản ở Phụ lục 1.

- Tiến hành đo các điểm nồng độ oxy hoà tan bão hoà được chuẩn bị như trong Mục 6. Đầu đo của PTĐ và đầu đo của thiết bị đo nồng độ oxy hoà tan được ngâm trong dịch dịch tối thiểu 10 phút. Tại mỗi điểm đo lặp lại tối thiểu 03 lần liên tiếp. 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:

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

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;

\bar{c}_{ch} - Giá trị đọc trung bình 03 lần đo liên tiếp của thiết bị đo nồng độ oxy hoà tan 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 lặp lại.

- Chọn 01 điểm nồng độ oxy hoà tan tại nhiệt độ như đã chuẩn bị ở Mục 6.

- Tiến hành đo lặp lại tối thiểu 10 lần liên tiếp mỗi lần cách nhau 5 phút. 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:

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

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 7.3.2.2.

7.3.6 Kiểm tra độ trôi.

- Chọn điểm nồng độ oxy hòa tan như Mục 7.3.5.

- Dùng PTĐ và thiết bị chuẩn đo 03 lần điểm nồng độ 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 7.3.2.3.

8 Xử lý chung

8.1 Phương tiện đo nồng độ oxy hòa tan 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 cấp chứng chỉ kiểm định (tem kiểm định, dấu kiểm định, giấy chứng nhận kiểm định ...) theo quy định.

8.2 Phương tiện đo nồng độ ôxy hòa tan 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 nồng độ ôxy hòa tan của trạm quan trắc môi trường nước: 12 tháng với điều kiện đảm bảo về bảo mật cơ cấu chỉnh 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":

STT	Kết quả đo	Giá trị chuẩn	Sai số	MPE Tại điểm "0"
	(.....)			
1				± 0,2 mg/L
2				
3				

Kết luận: Đạt Không đạt

- Kiểm tra sai số:

TT	Nhiệt độ	Giá trị đo	Giá trị chuẩn	Sai số	MPE Tại điểm kiểm tra
	(°C)	(.....)			
1					
2					
3					

Kết luận: Đạt Không đạt

- Kiểm tra độ lặp lại:

STT	Nhiệt độ:°C		
	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: tại nhiệt độ.....°C

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.

ĐLVN 276 : 2014

Phương tiện đo nồng độ oxy hòa tan – Quy trình kiểm định.

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).

European Metrology Research Programme (EMRP)

Report on method for improved, gravimetric Winkler titration.

LG501 Revision 06, January 2007

Standard operating procedure for Dissolved Oxygen micro method, Winkler titration.

Hydrology Project

The chemistry of dissolved oxygen measurement.

American Public Health Association, American Water Works Association, Water Environment Federation – 1999

Standard methods for the examination of water and wastewater.