

**Đ****L****V****N** 279 : 2020

**DUNG DỊCH CHUẨN NỒNG ĐỘ OXY HÒA TAN  
QUY TRÌNH THỬ NGHIỆM**

*Dissolved oxygen standard solution  
Testing procedure*

**SOÁT XÉT LẦN 1**

**HÀ NỘI - 2020**

**Lời nói đầu:**

ĐLVN 279 : 2020 thay thế cho ĐLVN 279 : 2015.

ĐLVN 279 : 2020 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 nồng độ ôxy hoà tan

### Quy trình thử nghiệm

#### *Dissolved oxygen standard solution - Testing procedure*

### 1 Phạm vi áp dụng

Văn bản kỹ thuật này quy định quy trình thử nghiệm các dung dịch chuẩn nồng độ ôxy hoà tan có giá trị nồng độ trong khoảng:  $(0 \div 20)$  mg/L hoặc  $(0 \div 200)$  % dùng để kiểm định phương tiện đo nồng độ ôxy hoà tan.

### 2 Giải thích từ ngữ

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

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

**2.2** Dung dịch chuẩn điểm “0”: là dung dịch có nồng độ độ ôxy hoà tan bằng “0” trong dung dịch.

**2.3** Dung dịch chuẩn nồng độ ôxy hoà tan (bão hoà): là các dung dịch có nồng độ ôxy hoà tan bão hoà được xác định theo phương pháp chuẩn độ Winkler (phương pháp chuẩn đầu).

**2.4** Đơn vị đo: mg/L hoặc %.

### 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

### 4 Phương tiện thử nghiệm

Phải sử dụng các phương tiện thử nghiệm 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
<b>1</b>	<b>Chuẩn đo lường</b>		
	Hệ thống chuẩn độ	- Phương pháp chuẩn độ Winkler - Độ chính xác: 1 %.	6; 7.2
<b>2</b>	<b>Phương tiện đo khác</b>		
2.1	Cân phân tích	- Phạm vi đo: (0 ÷ 200) g; - Giá trị độ chia: 0,01 mg.	6
2.2	Bình định mức	- Dung tích: 50 mL; 1000 mL; - Độ chính xác: 0,06 mL.	6; 7.2
2.3	Pipet	- Dung tích: 1 mL và 2 mL; - Độ chính xác: 0,02 mL.	6; 7.2
2.4	Bể điều nhiệt	- Phạm vi đo: (0 ÷ 50) °C; - Giá trị độ chia: 0.01 °C	
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.	6; 7.2
<b>3</b>	<b>Phương tiện phụ</b>		
3.1	Nước de-ion	Nước loại 1 theo TCVN 4851 : 1989.	6; 7.2
3.2	Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (Sodium thiosulfate)	99,995 %	6; 7.2
3.3	KIO <sub>3</sub> (Potassium iodate )	99,995 %	6; 7.2
3.4	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (Dung dịch Sulphuric acid)	(95 ÷ 97) %	6; 7.2
3.5	MnSO <sub>4</sub> .H <sub>2</sub> O (Manganese(II)sulfate monohydrate )	(99,0 ÷ 101,0) %	7.2
3.6	KOH (Potassium hydroxide)	85 %	6; 7.2
3.7	KI (Potassium iodide ) rắn	99,5 %	6; 7.2
3.8	Dung dịch hồ tinh bột		6; 7.2
3.9	Cốc có mỏ	Dung tích tối thiểu 100 mL	7.2
3.10	Nước cất		7.2
3.11	Bình xịt tia		7.2
3.12	Giấy thấm		7.2

## **5 Điều kiện thử nghiệm**

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

- Nhiệt độ:  $(25 \pm 2)$  °C;
- Độ ẩm không khí:  $\leq 80$  %RH (không đọng sương).

## **6 Chuẩn bị thử nghiệm**

### **6.1 Pha chế dung dịch chuẩn độ (titrant) $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ nồng độ $(0,01 \div 0,025)$ M.**

### **6.2 Pha chế dung dịch đệm**

- Axit  $\text{H}_2\text{SO}_4$  5,3 mol/L: Lấy khoảng 290 mL axit  $\text{H}_2\text{SO}_4$  đậm đặc nồng độ 98 % chuyển vào bình định mức 1 L rồi định mức đến vạch bằng nước.

- Dung dịch  $\text{MnSO}_4$  2,1 mol/L: Cân chính xác đến 317,1 g  $\text{MnSO}_4$ ; chuyển vào bình định mức 1 L, thêm  $(600 \div 800)$  mL nước và lắc đến khi hòa tan hoàn toàn lượng  $\text{MnSO}_4$  rồi định mức đến vạch bằng nước.

- Pha hỗn hợp dung dịch kiểm: là hỗn hợp dung dịch KI và KOH

Cân chính xác 348,60g KI và 488,12 g KOH rồi định mức tới 1 L nước thì được hỗn hợp dung dịch KI có nồng độ 2,1 mol/L và KOH có nồng độ 8,7 mol/L.

- Dung dịch hồ tinh bột 10 %: Cân chính xác 10g hồ tinh bột trong 100 g nước (nếu cần).

### **6.3 Xác định nồng độ chuẩn của dung dịch chuẩn độ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$**

Xác định nồng độ dung dịch chuẩn  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ,

- Sấy  $\text{KIO}_3$  tại 120 °C trong 1 giờ, làm nguội trong bình hút ẩm.

- Cân khoảng  $(20 \div 30)$  mg  $\text{KIO}_3$ , ghi kết quả cân được vào biên bản ở phụ lục 1.

- Thêm khoảng 3 mL KI 10 % vào cốc chuẩn độ, thêm khoảng 5 mL axit  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,5 mol/L và định mức bằng nước tới 40 mL và chuẩn độ với dung dịch  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  chuẩn bị ở 6.1.

- Tiến hành lần lượt tối thiểu 3 phép đo liên tiếp. Ghi kết quả vào biên bản ở phụ lục 1.

Nồng độ thực của dung dịch chuẩn  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  được tính như sau:

$$c_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = \frac{1000 \times m_{\text{KIO}_3} \times z}{M_{\text{KIO}_3} \times V} \quad (1)$$

Trong đó:

$c_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$ : Nồng độ  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , mol/L;

V: Thể tích dung dịch  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  đã sử dụng tại điểm cuối, mL;

$m_{\text{KIO}_3}$ : Khối lượng của  $\text{KIO}_3$ , mg;

$M_{\text{KIO}_3}$ : Khối lượng mol phân tử của  $\text{KIO}_3$ , g;

z: Số điện tử trao đổi.

## **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 phải đảm bảo độ trong suốt, không vẩn đục, không lắng cặn.
- Kiểm tra các thông tin liên quan đến: 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 nồng độ oxy hòa tan 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 nồng độ oxy hòa tan là việc xác định nồng độ oxy hòa tan của dung dịch cần thử nghiệm bằng hệ thống chuẩn độ theo phương pháp chuẩn độ Winkler tại nhiệt độ  $(25 \pm 2)$  °C.

7.2.2 Chuẩn bị dung dịch thử nghiệm:

Chuẩn bị đồng thời 03 mẫu dung dịch cần thử nghiệm như sau:

- Lấy mẫu dung dịch cần thử nghiệm vào bình định mức 50 mL đến vạch, chú ý không được để có bọt khí trong bình.
- Thêm vào 1 mL dung dịch  $MnSO_4$  (2,1 mol/L) và 1 mL dung dịch kiềm KI ở đáy bình định mức bằng các xy lạnh có đầu kim dài. Chú ý bơm thật chậm và cẩn thận để tránh bọt khí lọt vào dung dịch.
- Bình định mức sau đó được đậy nút kín để đảm bảo không có không khí lọt vào. Đảo ngược bình vài lần để trộn đều các dung dịch. Nếu thấy có bọt khí trong bình phải bỏ đi chuẩn bị lại bình khác. Dung dịch lúc này xuất hiện màu nâu cam là do sự hình thành kết tủa của  $Mn(OH)_3$ .
- Dung dịch tiếp tục được axit hóa bằng cách thêm 1 mL dung dịch  $H_2SO_4$  (5,3 mol/L) vào dưới bề mặt của dung dịch. Đậy chặt bình định mức và đảo đều bình cho đến khi các dung dịch hòa tan hoàn toàn.

7.2.3 Xác định giá trị nồng độ oxy hòa tan trong mẫu:

- Chuẩn độ các mẫu thử nghiệm ở mục 7.2.2 bằng dung dịch  $Na_2S_2O_3$  đã chuẩn bị ở mục 6.3.
- Nồng độ oxy hòa tan (DO) trong mẫu thử nghiệm được tính theo phương trình:

$$DO(mg/L) = \frac{M_{O_2} \times C \times V_2 \times V_0 \times 1000}{4 \times V_1 \times (V_0 - V')}$$

Trong đó:

$M_{O_2}$ : Khối lượng phân tử của oxy (g/mol).

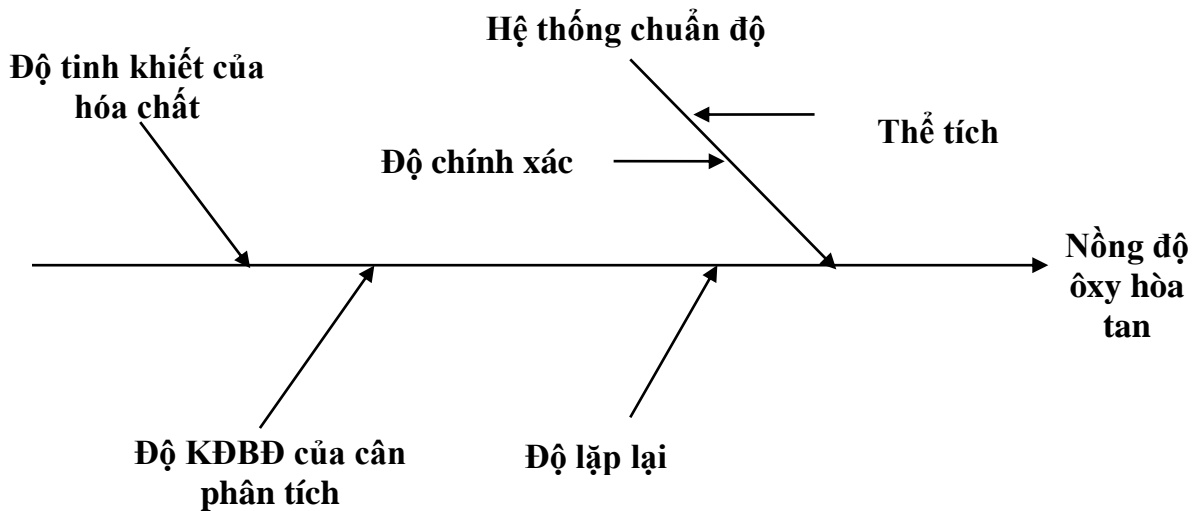
C : Nồng độ dung dịch chuẩn  $Na_2S_2O_3$  mol/L.

$V_0$ :: Thể tích bình chuẩn bị mẫu (mL).

- $V_1$ : Thể tích mẫu thử (dùng chuẩn độ) (mL).
- $V_2$ : Thể tích  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  tiêu tốn (mL).
- $V'$ : Thể tích  $\text{MnSO}_4$  và  $\text{KI}$  (mL).

### 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:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (3)$$

- Độ lệch chuẩn thực nghiệm của giá trị trung bình:

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

- Độ không đảm bảo chuẩn loại A:

$$u_A = \frac{s(\bar{x})}{\sqrt{n}} \quad (5)$$

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

7.3.2.1 Độ không đảm bảo gây nên bởi cân phân tích:

- Theo giấy chứng nhận hiệu chuẩn:

Ví dụ: trong giấy chứng nhận hiệu chuẩn ghi ĐKĐĐ của cân phân tích là a (mg) với mức tin cậy 95 % thì:

$$u_{cal} = \frac{a}{2} \quad (6)$$

## ĐLVN 279 : 2020

- Độ lặp lại của cân phân tích:

Độ lệch chuẩn thực nghiệm tính được sau khi tiến hành cân 1 lượng chất bất kỳ đến 1 g (10 lần) là  $b$  (mg).

- Độ không đảm bảo của khối lượng:

$$u_m = \sqrt{\left(\frac{a}{2}\right)^2 + b^2} \quad (7)$$

7.3.2.2 Độ không đảm bảo gây nên bởi độ tinh khiết của các hóa chất chuẩn:

Độ tinh khiết của hóa chất được chỉ dẫn theo catalogue nhà sản xuất:

Ví dụ: trên nhãn lọ  $KIO_3$  ghi độ tinh khiết 99,995 %.

cho nên  $P_{KIO_3} = 1,00000 \pm 0,00005$ .

$$u_{P_{KIO_3}} = \frac{0,00005}{\sqrt{3}} \quad (8)$$

7.3.2.3 Độ không đảm bảo gây nên bởi hệ thống chuẩn độ:

- Hệ thống chuẩn độ có độ chính xác là  $a$ , xác suất phân bố hình chữ nhật:

$$u_a = \frac{a}{\sqrt{3}} \quad (9)$$

- Ảnh hưởng bởi yếu tố thể tích bình định mức và pipet  $V_T$ :

+ Bình định mức (flask): thể tích 50 mL và có độ chính xác  $\pm d$  mL

$$u_{\text{flask}} = \frac{d}{\sqrt{6}} \quad (10)$$

+ Pipet: dung tích  $V$  mL có độ chính xác  $\pm e$  mL

$$u_{\text{Pipet}} = \frac{e}{\sqrt{6}} \quad (11)$$

+ Độ không đảm bảo  $V_T$ :

$$u_{V_T} = \sqrt{u_{\text{flask}}^2 + u_{\text{Pipet}}^2} \quad (12)$$

- Độ không đảm bảo của hệ thống chuẩn độ:

$$u_{\text{Tit}} = \sqrt{u_a^2 + u_{V_T}^2} \quad (13)$$

7.3.2.4 Độ không đảm bảo chuẩn loại B:

$$u_B = \sqrt{u_m^2 + u_P^2 + u_{\text{Tit}}^2} \quad (14)$$



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

$$u_c = \sqrt{u_A^2 + u_B^2} \quad (15)$$

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

$$U = k \cdot u_c \quad (16)$$

k là hệ số phủ ( $k = 2$  tương đương với xác suất tin cậy  $P = 0,95$ ).

**8 Xử lý chung**

**8.1** Dung dịch chuẩn nồng độ ôxy hòa tan sau khi thử nghiệm nếu có độ không đảm bảo đo  $\leq 2 \%$  được cấp giấy chứng nhận thử nghiệm chuẩn đo lường theo quy định.

**8.2** Dung dịch chuẩn nồng độ ôxy hòa tan sau khi thử nghiệm nếu có độ không đảm bảo đo  $> 2 \%$  thì không được cấp chứng chỉ thử nghiệm chuẩn đo lường.

.

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**1. Xác định giá trị nồng độ dung dịch chuẩn độ  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ :

TT	Chất chuẩn	m chất chuẩn (g)	$V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$ (mL)	Titer	$C_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$ (mol/L)
1					
2					
3					

2. Xác định giá trị nồng độ oxy hòa tan trong mẫu:

Lần đo \ Mẫu số	1.	2.	3.	.....	n.
	Nồng độ oxy hoàn tan				
	(mg/L)				
1					

Lần đo \ Mẫu số	1.	2.	3.	.....	n.
	Nồng độ ôxy hoàn tan				
	(mg/L)				
2					
3					
.....					
Trung bình:					
Độ KĐBĐ (U):					

(\*): Sau khi thử nghiệm xong, bình chứa dung dịch thử nghiệm được nút kín và bảo quản trong điều kiện tránh ánh sáng.

**Kết luận:** .....

**Người soát lại**

**Người thực hiện**