

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 9720:2013

ASTM D 3082-09

Xuất bản lần 1

**CHẤT LƯỢNG NƯỚC – PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH
HÀM LƯỢNG BO TRONG NƯỚC**

Standard test method for boron in water

HÀ NỘI – 2013

Lời nói đầu

TCVN 9720:2013 được xây dựng trên cơ sở chấp nhận hoàn toàn tương đương với ASTM D 3082–09 *Standard test method for boron in water* với sự cho phép của ASTM quốc tế, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428, USA. Tiêu chuẩn ASTM D 3082–09 thuộc bản quyền ASTM quốc tế.

TCVN 9720:2013 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 147 *Chất lượng nước* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Chất lượng nước – Phương pháp xác định hàm lượng Bo trong nước

Standard test method for boron in water

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng Bo trong nước và nước thải bằng phương pháp chiết-so màu với curcumin trong khoảng nồng độ từ 0,1 mg/L đến 1,0 mg/L. Có thể mở rộng khoảng nồng độ bằng cách pha loãng mẫu thử.

1.2 Tiêu chuẩn này chỉ xác định được Bo hòa tan. Phương pháp này yêu cầu mẫu nước phải được lọc qua màng lọc có kích thước lỗ 0,45 μm trước khi phân tích.

1.3 Phương pháp này là phương pháp so màu rất nhạy với Bo có nồng độ thấp trong nước và yêu cầu thể tích mẫu phân tích tương đối nhỏ.

1.4 Độ chụm và độ chệch đã được xác định đối với nước tự nhiên và nước thải. Người sử dụng phương pháp này có trách nhiệm bảo đảm tính phù hợp của phương pháp này đối với các loại nước khác từ nguồn chưa được thử nghiệm.

1.5 Các giá trị tính theo hệ SI là giá trị tiêu chuẩn. Các giá trị trong ngoặc đơn dùng để tham khảo.

1.6 Tiêu chuẩn này không đề cập đến tất cả các vấn đề liên quan đến an toàn khi sử dụng. Người sử dụng tiêu chuẩn này có trách nhiệm thiết lập các nguyên tắc về an toàn và bảo vệ sức khỏe cũng như khả năng áp dụng phù hợp với các giới hạn quy định trước khi đưa vào sử dụng.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là rất 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, bổ sung (nếu có).

TCVN 2117 (ASTM D1193), *Nước thuốc thử – Yêu cầu kỹ thuật*.

ASTM D1066, *Practice for sampling steam (Thực hành lấy mẫu hơi nước)*.

ASTM D1129, *Terminology relating to water (Thuật ngữ liên quan đến nước)*.

ASTM D2777, *Practice for determination of precision and bias of applicable test methods of committee D19 on water (Thực hành xác định độ chụm và độ chệch của các phương pháp thử được sử dụng của Ban kỹ thuật D19 về nước)*.

TCVN 9720:2013

ASTM D3370, *Practice for sampling water from closed conduits (Thực hành lấy mẫu nước từ ống dẫn kín)*.

ASTM D4841, *Practice for estimation of holding time for water samples containing organic and inorganic constituents (Thực hành đánh giá thời gian lưu đối với các mẫu nước có các thành phần hữu cơ và vô cơ)*.

ASTM D5810, *Guide for spiking into aqueous samples (Hướng dẫn thêm chuẩn vào mẫu nước)*.

ASTM D5847, *Practice for writing quality control specifications for standard test methods for water analysis (Thực hành biên soạn các tiêu chuẩn kỹ thuật về kiểm soát chất lượng các tiêu chuẩn phương pháp thử đối với các phép phân tích nước)*.

ASTM E60, *Practice for analysis of metals, ores, and related materials by molecular absorption spectrometry (Thực hành phân tích các kim loại, quặng và các chất liên quan bằng phổ hấp thụ phân tử)*.

ASTM E275, *Practice for describing and measuring performance of ultraviolet and visible spectrophotometers (Thực hành mô tả và xác định hiệu suất của các máy quang phổ cực tím và khả kiến)*.

3 Thuật ngữ và định nghĩa

3.1 **Định nghĩa:** Xem định nghĩa các thuật ngữ sử dụng trong phương pháp thử này tại ASTM D1129.

4 Tóm tắt phương pháp

Mẫu nước chứa Bo hòa tan được axit hóa bằng axit clohydric và bay hơi đến khô với sự có mặt của curcumin sẽ tạo thành một phức màu đỏ gọi là roso-xyanua. Sản phẩm màu này được hòa tan trong cồn isopropyl và đo trên máy quang phổ.

5 Ý nghĩa và ứng dụng

5.1 Bo là nguyên tố cần thiết nhưng cũng gây hại đối với sự phát triển của cây trồng, còn nếu con người hấp thụ Bo với một lượng lớn thì sẽ ảnh hưởng tới hệ thần kinh trung ương. Do đó, cần có phương pháp để xác định nồng độ của Bo trong nước uống, nước tự nhiên và nước thải. Phương pháp phân tích này cung cấp phương tiện để xác định nồng độ Bo ở trong các loại nước nêu trên. Thời gian lưu các mẫu có thể được tính theo ASTM D4841.

5.2 Axit boric được sử dụng để kiểm soát thành phần hóa học của dòng neutron trong lò phản ứng hạt nhân. Phương pháp này được dùng để xác định trong trường hợp khi nồng độ Bo nằm trong giới hạn chấp nhận được.

6 Cản trở

6.1 Nồng độ nitrat khoảng trên 20 mg/L là bắt đầu ảnh hưởng tới kết quả phân tích. Độ cứng của nước ở mức khoảng 100 mg/L tính theo CaCO_3 làm tăng kết quả đo do độ đục vì các muối cứng không tan trong cồn isopropyl. Có thể loại vẫn đục bằng cách lọc dung dịch cuối qua màng lọc kích thước lỗ 0,45 μm trước khi đo trên máy quang phổ.

6.2 Màu của các hợp chất hữu cơ có trong mẫu cũng ảnh hưởng tới kết quả đo độ hấp thụ quang trên máy quang phổ. Nếu trong mẫu có hợp chất hữu cơ có màu thì có thể giảm thiểu ảnh hưởng của chất đó bằng cách sau: dùng pipet hút lấy một lượng dung dịch thích hợp cho vào đĩa platin (Chú thích 1). Kiểm hóa dung dịch trong đĩa bằng NaOH (20 g/L) dùng chỉ thị quỳ và cho thêm 3 giọt NaOH nữa. Làm bay hơi tới khô trên bề hơi nước hoặc bề điều nhiệt. Nếu cần, có thể phá chất hữu cơ bằng cách gia nhiệt từ 500 °C đến 550 °C trước khi xử lý. Để đĩa platin nguội và axit hóa bằng 5 mL HCl (1 + 19). Dùng thìa cao su nghiền để hòa tan chất cặn, rót dịch vào một ống ly tâm có chia độ, rửa đĩa platin bằng 3 mL hoặc 4 mL nước và đổ vào ống ly tâm. Thêm nước tới vạch 10 mL. Ly tâm thu lấy dịch trong. Tiến hành các bước nêu trên với mẫu trắng.

CHÚ THÍCH 1: Có thể dùng các loại đĩa làm bay hơi khác nhưng phải kiểm tra trước. Đĩa sứ hoặc gốm có thể chứa chất tẩy có Bo.

7 Thiết bị, dụng cụ

7.1 Tất cả các dụng cụ thí nghiệm sử dụng trong phương pháp phân tích này phải được làm từ nhựa hoặc không chứa Bo.

7.2 Bể điều nhiệt, có bộ kiểm soát nhiệt độ ở $55\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

7.3 Máy quang phổ, phù hợp để đo ở bước sóng 540 nm. Tiến hành đo màu trong phương pháp thử này phải tuân theo ASTM E60. Máy đo quang phổ phải phù hợp với ASTM E275. Đo độ hấp thụ quang sử dụng curvet 50 mm.

7.4 Đĩa làm bay hơi, có dung tích từ 100 mL đến 150 mL.

8 Thuốc thử

8.1 Sử dụng hóa chất cấp thuốc thử trong tất cả các phép thử. Nếu không có quy định riêng, thì sử dụng các hóa chất có độ tinh khiết tương đương nhưng không được làm giảm độ chính xác của phép thử.

8.2 Độ tinh khiết của nước, nếu không có các qui định riêng, thì nước được đề cập đến trong tiêu chuẩn này là nước thuốc thử, loại I, II, hoặc loại III quy định trong TCVN 2117 (ASTM D1193). Nước loại

TCVN 9720:2013

I là loại được ưu tiên sử dụng và được dùng rộng rãi. Loại II được chỉ định sử dụng trong các phép thử vòng nhằm kiểm tra phương pháp phân tích này.

CHÚ THÍCH 2: Người sử dụng phải bảo đảm loại nước thuốc thử được lựa chọn không chứa chất gây cản trở. Nước phải được sử dụng phân tích trong phương pháp thử nghiệm.

8.3 Dung dịch Bo gốc (1,00 mL = 1,00 mg B), làm khô khoảng 10 g tinh thể axit boric (H_3BO_3) trong bình hút ẩm có chứa gel silica trong 24 h (Chú thích 3). Hòa tan 5,719 g H_3BO_3 khô trong nước và pha loãng tới 1 L. Bảo quản dung dịch này trong chai nhựa hoặc bình chứa không có Bo. Cách khác là có thể sử dụng dung dịch gốc Bo đã được chứng nhận có bán sẵn trên thị trường.

CHÚ THÍCH 3: Nếu axit boric được gia nhiệt sẽ dần bị mất nước, đầu tiên chuyển thành axit metaboric (HBO_2) và cuối cùng bị mất nước hoàn toàn thành oxit khan (B_2O_3). Do đó, điều quan trọng là không được sử dụng lò nung để làm khô axit boric.

8.4 Dung dịch Bo chuẩn (1,00 mL = 0,010 mg B), dùng nước pha loãng một cách định lượng 10,0 mL dung dịch Bo gốc thành 1 L. Bảo quản trong chai nhựa hoặc bình chứa không có Bo.

8.5 Dung dịch curcumin, hòa tan 40 mg curcumin đã nghiền mịn và 5 g axit oxalic ($H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$) trong 80 mL cồn isopropyl. Cho vào 4,0 mL axit clohydric (HCl, khối lượng riêng 1,19) và bổ sung cồn isopropyl tới vạch 100 mL.

CHÚ THÍCH 4: Có những phương pháp so màu sử dụng các chất chỉ thị khác để phân tích Bo (phương pháp Carmine).

8.6 Axit clohydric (1 + 19), lấy 1 phần thể tích axit clohydric (khối lượng riêng 1,19) cho vào 19 phần thể tích nước.

8.7 Cồn isopropyl.

8.8 Dung dịch hydroxyt natri (20 g/L), hòa tan 2 g NaOH trong nước và pha loãng tới 100 mL.

9 Lấy mẫu

9.1 Lấy mẫu theo ASTM D1066 hoặc ASTM D3370.

9.2 Sau khi lấy mẫu, tiến hành lọc mẫu qua màng lọc kích thước lỗ 0,45 μm càng sớm càng tốt.

9.3 Mẫu phải được lấy và bảo quản trong chai polyetylen hoặc thủy tinh không chứa Bo và bền với kiềm. Không cần cách bảo quản nào khác.

10 Hiệu chuẩn và chuẩn hóa

10.1 Chuẩn bị một dãy dung dịch Bo chuẩn bao gồm khoảng nồng độ từ 0 mg/L đến 1,0 mg/L. Tạo ra các chuẩn bằng cách pha loãng các thể tích thích hợp của dung dịch Bo chuẩn (1,00 mL = 0,010 mg B) tới 100 mL.

10.2 Phát triển phức màu như chỉ dẫn từ 11.1 đến 11.4. Đo độ hấp thụ quang của mỗi dung dịch chuẩn tại 540 nm trong curvet 50 mm, sử dụng mẫu trắng (không chứa Bo) làm dung dịch đối chứng để đặt điểm 0 trên máy quang phổ. Vẽ đồ thị tương quan giữa độ hấp thụ quang và nồng độ trên giấy vẽ đồ thị tuyến tính. Đường hiệu chuẩn là tuyến tính trong khoảng từ 0,1 mg/L đến 1,0 mg/L.

11 Cách tiến hành

11.1 Dùng pipet lấy 1,0 mL dung dịch mẫu đã được lọc sạch có chứa từ 0,1 mg/L đến 1,0 mg/L Bo cho vào một đĩa làm bay hơi (xử lý các tạp chất hữu cơ đã nêu tại 6.2). Tiến hành một mẫu trắng và ít nhất một mẫu chuẩn song song với mẫu chưa biết nồng độ. Cho 4 mL dung dịch curcumin vào mỗi mẫu và dung dịch chuẩn, và sau đó xoay lắc nhẹ để hòa trộn các thành phần.

11.2 Đặt các đĩa làm bay hơi vào bể điều nhiệt được kiểm soát ở $55\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ và cho bay hơi tới khô. Khi thấy cặn trên đĩa đã khô, đợi thêm 15 min trước khi lấy ra. Để nguội tới nhiệt độ phòng.

11.3 Cho 10 mL cồn isopropyl vào mỗi đĩa và khuấy bằng que nhựa để bảo đảm cho phức màu đã được hòa tan hoàn toàn. Rửa đĩa làm bay hơi bằng cồn isopropyl và gộp nước rửa vào bình định mức 25 mL. Bổ sung cồn isopropyl tới vạch và trộn đều.

11.4 Nếu dung dịch bị đục, lọc qua màng lọc 0,45 μm trước khi đo độ hấp thụ. Đo độ hấp thụ của từng mẫu và mẫu chuẩn tại 540 nm trên máy quang phổ, sử dụng mẫu trắng để đặt điểm độ hấp thụ quang bằng 0. Ghi nồng độ Bo tính toán được từ đường chuẩn.

12 Tính toán

Phép tính toán là không cần thiết, vì có thể đọc trực tiếp nồng độ Bo của mẫu cần phân tích từ đường chuẩn, với điều kiện không có sự pha loãng hay cô đặc mẫu ban đầu.

13 Độ chụm và độ chệch

13.1 Độ chụm tổng và độ chụm do một người thực hiện của phương pháp này đối với 5 phòng thử nghiệm thay đổi theo nồng độ của Bo được xác định từ Hình 1 và Hình 2. Sự đánh giá phép thử gồm tổng số 7 người thực hiện phân tích từng mẫu trong 3 ngày liên tiếp, sử dụng nước thuốc thử và nước được lựa chọn cho phép thử.

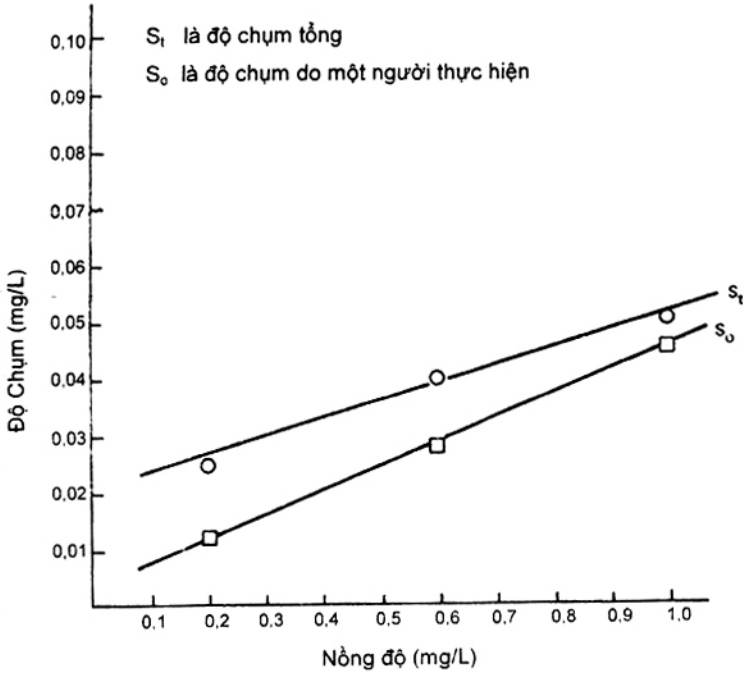
Độ chụm tổng đối với nước thuốc thử biến thiên tuyến tính theo nồng độ Bo được đo, và có thể được biểu thị theo công thức toán học dưới đây:

$$S_t = 0,030 X + 0,020$$

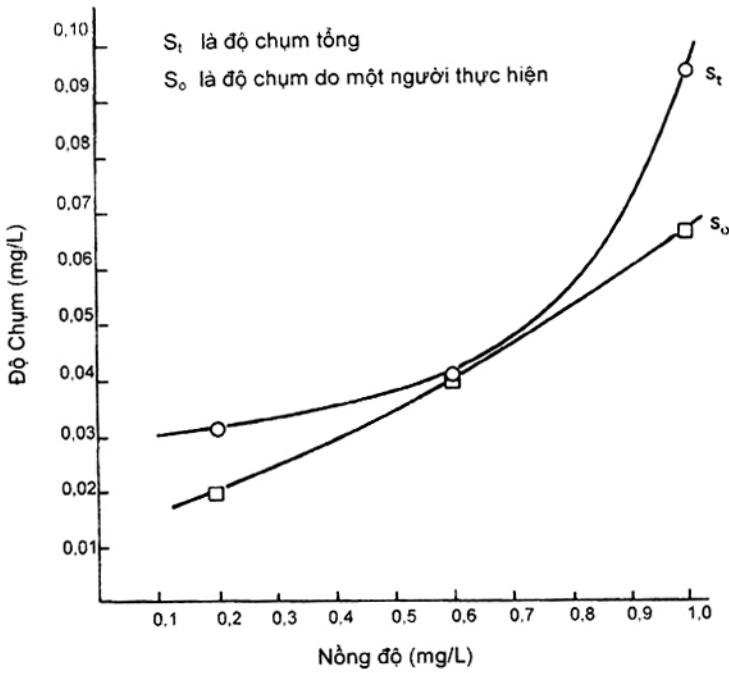
Trong đó:

S_t là độ chụm tổng, mg/L và

X là nồng độ của B, mg/L.



Hình 1 – Độ chụm thử nghiệm liên phòng đối với Bo trong nước thuốc thử bằng phương pháp so màu Curcumin



Hình 2 – Độ chụm thử nghiệm liên phòng của Bo trong nước tự nhiên và nước thải (số liệu kết hợp) bằng phương pháp so màu Curcumin

13.2 Kết quả thu hồi lượng Bo đã biết (từ axit boric) trong một dãy các chuẩn được pha ở 5 phòng thử nghiệm tham gia thí nghiệm được trình bày ở Bảng 1.

Bảng 1 – Số liệu độ thu hồi và độ chệch

Lượng thêm chuẩn mg/L	Lượng tìm thấy mg/L	Độ thu hồi %	Độ chệch %	Ý nghĩa thống kê (mức tin cậy 95 %)
Nước thuốc thử loại II				
1,000	0,993	99,3	- 0,7	Không
0,600	0,581	96,8	- 3,2	Không
0,200	0,201	100,5	+ 0,5	Không
Không phải nước thuốc thử (Nước được chọn)				
1,000	1,011	101,1	+ 1,1	Không
0,600	0,587	97,8	- 2,2	Không
0,200	0,200	100,0	0,0	Không

13.3 Nước được lựa chọn một cách tùy ý do các phòng thử nghiệm tham gia thẩm định phương pháp là nước tự nhiên và nước thải. Người sử dụng phương pháp này có trách nhiệm bảo đảm tính phù hợp của phương pháp này đối với các loại nước khác từ nguồn chưa được thử nghiệm.

13.4 Độ chệch và độ lệch của phương pháp thử này phù hợp với ASTM D2777-77, được áp dụng trong thời gian thử nghiệm liên phòng. Theo giới hạn ghi tại 1.4 của ASTM D2777-06, số liệu về độ chệch và độ lệch đáp ứng được yêu cầu hiện hành đối với những nghiên cứu liên phòng thử nghiệm.

14 Kiểm soát chất lượng

14.1 Để chắc chắn rằng giá trị phân tích nhận được theo các phương pháp thử này là có hiệu lực và chính xác trong giới hạn độ tin cậy của phép thử thì khi phân tích Bo cần phải tuân theo các quy trình QC dưới đây.

14.2 Hiệu chuẩn và kiểm chuẩn

14.2.1 Trước khi tiến hành phân tích các mẫu, để hiệu chuẩn thiết bị, cần phải phân tích ít nhất 3 mẫu chuẩn chứa nồng độ Bo nằm trong phạm vi nồng độ dự đoán của mẫu. Hệ số tương quan đường chuẩn phải bằng hoặc lớn hơn 0,990. Ngoài mẫu trắng hiệu chuẩn ban đầu, cần phân tích thêm một mẫu trắng hiệu chuẩn ở cuối mỗi đợt thử nghiệm để chắc chắn rằng không có vấn đề về tạp nhiễm trong mẻ phân tích đó.

14.2.2 Kiểm chuẩn thiết bị sau khi chuẩn hóa bằng cách phân tích một mẫu chuẩn có nồng độ bằng nồng độ của một mẫu hiệu chuẩn. Nồng độ mẫu chuẩn này nằm giữa dải chuẩn và phải nằm trong khoảng $\pm 15\%$ nồng độ đã biết.

TCVN 9720:2013

14.2.3 Nếu không thể kiểm chuẩn thì phải tiến hành hiệu chuẩn lại thiết bị.

14.3 Chứng minh ban đầu về năng lực của phòng thử nghiệm

14.3.1 Nếu một phòng thử nghiệm chưa từng thực hiện phép thử này trước đây, hoặc đã có sự thay đổi lớn về hệ thống thiết bị, ví dụ, có phân tích viên mới, thiết bị đo mới v.v, thì cần phải tiến hành nghiên cứu về độ chụm và độ chệch để chứng minh năng lực của phòng thử nghiệm đó.

14.3.2 Phân tích 7 mẫu lập của một dung dịch chuẩn pha từ một vật liệu chuẩn độc lập chứa nồng độ Bo ở khoảng giữa. Thành phần nền và thành phần hóa học của dung dịch phải tương đương với dung dịch đã sử dụng trong nghiên cứu thử nghiệm liên phòng. Mỗi mẫu lập phải được lấy thông qua phương pháp phân tích hoàn chỉnh bao gồm cả các bước bảo quản và xử lý mẫu sơ bộ.

14.3.3 Tính giá trị trung bình và độ lệch chuẩn của bảy kết quả và so sánh với dải độ chệch có thể chấp nhận trong Bảng 1. Nghiên cứu này phải được lập lại cho đến khi giá trị thu hồi nằm trong giới hạn đã nêu trong Bảng 1. Nếu sử dụng nồng độ khác với nồng độ đã khuyến nghị, xem các thông tin trong ASTM D5847 về áp dụng phép thử nghiệm F và phép thử nghiệm t khi đánh giá mức độ chấp nhận được của giá trị trung bình và độ lệch chuẩn.

14.4 Mẫu kiểm soát phòng thử nghiệm (LCS)

14.4.1 Để bảo đảm rằng phương pháp thử đang được kiểm soát, thì cần phân tích một LCS có nồng độ Bo đã biết cùng với mỗi mẻ phân tích hoặc với mỗi 10 mẫu. Nếu số lượng mẫu phải phân tích mỗi đợt là nhiều thì phải phân tích LCS sau mỗi 10 mẫu. Nếu có thể thì các mẫu kiểm soát của phòng thử nghiệm đối với mẻ phân tích lớn phải bao trùm dải phân tích. LCS phải được lấy qua tất cả các bước của phương pháp phân tích bao gồm cả các bước bảo quản mẫu và xử lý mẫu sơ bộ. Kết quả thu được đối với LCS ở khoảng giữa phải nằm trong khoảng $\pm 15\%$ của nồng độ đã biết.

14.4.2 Nếu kết quả không nằm trong khoảng giới hạn quy định thì phải ngừng phép phân tích cho đến khi vấn đề được khắc phục, và tất cả các mẫu trong mẻ phải được phân tích lại, hoặc những kết quả đó phải được đánh giá với chú giải là chúng không đạt các tiêu chí thực hành của phương pháp thử nghiệm này.

14.5 Mẫu trắng

14.5.1 Phân tích một mẫu trắng bằng nước thuốc thử cùng với mỗi mẻ phân tích. Nồng độ Bo có trong mẫu trắng phải ít hơn 0,5 lần nồng độ hiệu chuẩn thấp nhất. Nếu nồng độ Bo cao hơn mức này thì phải dừng việc phân tích mẫu cho đến khi loại bỏ được hết các tạp chất và mẫu trắng thể hiện không còn tạp chất hoặc cao hơn mức này, hoặc những kết quả đó phải được đánh giá với chú giải là chúng không đạt các tiêu chí thực hành của phương pháp thử nghiệm này.

14.6 Mẫu thêm chuẩn (MS)

14.6.1 Để kiểm tra những tác nhân gây nhiễu trong dung dịch nền cụ thể đang được thử nghiệm, tiến hành trên một MS trong ít nhất một mẫu của mỗi mẻ bằng cách thêm một lượng dịch của mẫu đã biết nồng độ Bo và sau đó phân tích mẫu.

14.6.2 Nồng độ thêm vào cộng với nồng độ Bo ban đầu của mẫu không được vượt quá nồng độ hiệu chuẩn cao. Lượng thêm vào phải tạo ra nồng độ trong mẫu được thêm bằng 2 đến 5 lần nồng độ chất phân tích trong mẫu chưa được thêm chuẩn, hoặc 10 đến 50 lần giới hạn phát hiện của phương pháp này, lấy nồng độ lớn hơn.

14.6.3 Tính phần trăm thu hồi của thêm chuẩn (P) theo công thức dưới đây:

$$P = 100 [A(V_s + V) - B V_s] / C V \quad (1)$$

Trong đó:

- A là chất phân tích có nồng độ đã biết (mg/L) trong mẫu đã được thêm chuẩn,
- B là chất phân tích có nồng độ đã biết (mg/L) trong mẫu chưa được thêm chuẩn,
- C là nồng độ đã biết (mg/L) của chất phân tích trong dung dịch thêm chuẩn,
- V_s là thể tích (mL) của mẫu được sử dụng, và
- V là thể tích (mL) của dung dịch thêm chuẩn đã được cho vào.

14.6.4 Giá trị phần trăm thu hồi của thêm chuẩn phải nằm trong khoảng giới hạn, dựa theo nồng độ của chất phân tích, được nêu trong ASTM D5810, Bảng 1. Nếu phần trăm thu hồi không nằm trong giới hạn đó thì trong mẫu được lựa chọn để thêm chuẩn có thể có tác nhân gây nhiễu. Trong trường hợp này có thể sử dụng một trong những cách khắc phục sau đây: phải loại bỏ tác nhân gây nhiễu, tất cả các mẫu trong mẻ phải được phân tích bằng một phương pháp thử mà không bị ảnh hưởng bởi nhiễu nền, hoặc những kết quả đó phải được đánh giá với chú giải là chúng không đạt các tiêu chí thực hành của phương pháp thử nghiệm này.

CHÚ THÍCH 5: Kết quả thu hồi thêm chuẩn có thể chấp nhận được phụ thuộc vào nồng độ của thành phần đang xét. Xem thêm thông tin trong ASTM D5810.

14.7 Mẫu đúp

14.7.1 Để kiểm tra độ chụm của các lần phân tích mẫu, phân tích một mẫu đúp 2 lần với mỗi mẻ. Nếu nồng độ của chất phân tích thấp hơn 5 lần giới hạn phát hiện đối với chất phân tích đó thì phải sử dụng mẫu đúp thêm chuẩn (MSD).

TCVN 9720:2013

14.7.2 Tính độ lệch chuẩn của các giá trị mẫu đúp và so sánh với độ chụm của chương trình nghiên cứu thử nghiệm liên phòng sử dụng thử nghiệm F. Xem thông tin về áp dụng thử nghiệm F trong 6.4.4 của ASTM D 5847.

14.7.3 Nếu kết quả vượt quá giới hạn độ chụm thì mẻ mẫu này phải được phân tích lại, hoặc những kết quả đó phải được đánh giá với chú giải là chúng không đạt các tiêu chí thực hành của phương pháp này.

14.8 Vật liệu chuẩn độc lập (IRM)

14.8.1 Để kiểm định lại giá trị định lượng của phương pháp thử nghiệm, tiến hành phân tích vật liệu chuẩn độc lập (IRM) được chuyển giao như một mẫu thông thường (nếu có) cho phòng thử nghiệm ít nhất mỗi quý một lần. Nồng độ của mẫu IRM phải nằm trong khoảng giữa nồng độ áp dụng cho phương pháp được lựa chọn. Các giá trị thu được phải nằm trong giới hạn kiểm soát do phòng thử nghiệm thiết lập.
