

Số: 1697/QĐ-TĐC

Hà Nội, ngày 29 tháng 8 năm 2014

QUYẾT ĐỊNH

Về việc ban hành Văn bản Kỹ thuật Đo lường Việt Nam

TỔNG CỤC TRƯỞNG TỔNG CỤC TIÊU CHUẨN ĐO LƯỜNG CHẤT LƯỢNG

Căn cứ Luật Đo lường ngày 11 tháng 11 năm 2011;

Căn cứ Quyết định số 27/2014/QĐ-TTg ngày 04/4/2014 của Thủ tướng Chính phủ quy định chức năng, nhiệm vụ, quyền hạn và cơ cấu tổ chức của Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng;

Căn cứ Thông tư số 22/2013/TT-BKHCN ngày 26 tháng 9 năm 2013 của Bộ trưởng Bộ Khoa học và Công nghệ quy định về đo lường trong kinh doanh vàng và quản lý chất lượng vàng trang sức, mỹ nghệ lưu thông trên thị trường;

Căn cứ Quyết định 836/QĐ-TĐC ngày 23/05/2011 của Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng hướng dẫn trình tự thủ tục xây dựng ban hành văn bản kỹ thuật đo lường Việt Nam;

Xét đề nghị của Vụ trưởng Vụ Đo lường,

QUYẾT ĐỊNH:

Điều 1. Ban hành kèm theo quyết định này quy trình hiệu chuẩn tạm thời thiết bị huỳnh quang tia X (XRF) xác định hàm lượng vàng và quy trình thử nghiệm tạm thời chất chuẩn hàm lượng vàng.

Điều 2. Giao Viện Đo lường Việt Nam thực hiện hiệu chuẩn thiết bị huỳnh quang tia X (XRF) xác định hàm lượng vàng và thử nghiệm chất chuẩn hàm lượng vàng theo quy định tại các quy trình này để chỉ định tổ chức thử nghiệm xác định hàm lượng vàng.

Điều 3. Quyết định này có hiệu lực kể từ ngày ký.

Điều 4. Vụ trưởng Vụ Đo lường, Viện trưởng Viện Đo lường Việt Nam, Thủ trưởng các tổ chức, cá nhân có liên quan chịu trách nhiệm tổ chức, thực hiện Quyết định này./.

Nơi nhận:

- Viện ĐLVN; TTKT 1,2,3;
- TTĐT; TT Thông tin;
- Lưu: VT; ĐL.

p.



Trần Văn Minh

CHẤT CHUẨN HÀM LƯỢNG VÀNG
- QUY TRÌNH THỬ NGHIỆM TẠM THỜI

Reference materials of gold - Temporary testing procedure

*(Ban hành kèm theo quyết định 1697/QĐ-TĐC ngày 29 tháng 2 năm 2014
của Tổng cục trưởng Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng)*



Chất chuẩn hàm lượng vàng - Quy trình thử nghiệm tạm thời

Reference materials of gold - Temporary testing procedure

1. Phạm vi áp dụng

Văn bản kỹ thuật này quy định quy trình đo thử nghiệm phục vụ việc chứng nhận bộ chất chuẩn hàm lượng hợp kim vàng (Au) với các thông số kỹ thuật và yêu cầu cụ thể như sau:

- Giá trị nồng độ khối lượng Au danh định: $(30 \div 99,99) \%$.
- Vật liệu nền (matrix): Bạc (Ag) và/hoặc đồng (Cu).
- Được sử dụng cùng thiết bị huỳnh quang tia X (XRF) xác định hàm lượng vàng để định kỳ kiểm tra độ chính xác của thiết bị trong quá trình hoạt động sử dụng hằng ngày.

2. 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 quy trình
1	Kiểm tra bên ngoài	6.1
2	Kiểm tra kỹ thuật	6.2
3	Kiểm tra đo lường	6.3

3. Phương tiện thử nghiệm

Phương tiện thử nghiệm phục vụ việc đo thử nghiệm có đặc trưng kỹ thuật đo lường cơ bản được quy định trong bảng 2 dưới đây:

Bảng 2

TT	Tên phương tiện thử nghiệm	Đặc trưng kỹ thuật đo lường cơ bản	Áp dụng cho các phép thử của quy trình
1	Chuẩn đo lường		
1.1	Bộ chất chuẩn hàm lượng vàng (Au) được chứng nhận trên nền bạc (Ag) và/hoặc đồng (Cu).	Giá trị hàm lượng vàng (Au) danh định: $(30 \div 99) \%$. Độ không đảm bảo đo: $u \leq 0,04 \%$	6
1.2	Chất chuẩn hàm lượng vàng (Au) tinh khiết được chứng nhận.	Giá trị hàm lượng vàng (Au) danh định: $\sim 99,99 \%$. Độ không đảm bảo đo: $u \leq 0,005 \%$	6

2	Phương tiện sử dụng cùng với chuẩn		
2.1	Thiết bị huỳnh quang tia X tán xạ năng lượng micro (μ -EDXRF)	Phạm vi đo hàm lượng Au: (0 ÷ 99,99) %	6
3	Phương tiện khác		
3.1	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.	4
3.2	Dung dịch rửa, làm sạch bề mặt chất chuẩn hàm lượng vàng	Dung môi làm sạch là cồn tuyệt đối	5
3.3	Găng tay, panh gấp chất chuẩn hàm lượng vàng, áo blouse,...		5

4. Điều kiện chung thử nghiệm

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

- Nhiệt độ: (10 ÷ 30) °C;
- Độ ẩm không khí: (30 ÷ 80) %RH;
- Khu vực bố trí thiết bị cần tránh tác động bên ngoài như: máy phát điện, máy hàn, sóng điện từ, điện cao áp, ...

5. Chuẩn bị thử nghiệm

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

- Chọn chuẩn đo lường và phương tiện thử nghiệm theo bảng 2.
- Bật nguồn và vận hành thiết bị theo hướng dẫn của nhà sản xuất để thiết bị huỳnh quang tia X tán xạ năng lượng micro (sau đây gọi là thiết bị μ -EDXRF) ổn định.
- Làm sạch bề mặt chất chuẩn (đã chọn theo bảng 2) và các chất chuẩn cần thử nghiệm: Trước khi tiến hành thử nghiệm, loại bỏ nhiễm bẩn trên bề mặt chất chuẩn Au bằng cồn tuyệt đối, sau đó rửa lại với nước tinh khiết (nước cất 1 lần) và làm khô bề mặt mẫu.
- Chọn các dải đo (nếu có) quy định trên thiết bị μ -EDXRF.
- Thiết lập đường cong hiệu chuẩn (calibration curve) trên thiết bị μ -EDXRF với tối thiểu 05 chất chuẩn có hàm lượng Au danh định phân bố đều trong khoảng: (30 ÷ 99) % lần lượt từ thấp đến cao và 01 chất chuẩn có hàm lượng Au danh định 99,99%.

6. Tiến hành thử nghiệm

6.1 Kiểm tra bên ngoài

B

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

- Kiểm tra bằng mắt để xác định sự phù hợp của chất chuẩn vàng (Au) với các yêu cầu như: kích thước chất chuẩn, bề mặt chất chuẩn phải phẳng và nhẵn,

6.2 Kiểm tra kỹ thuật

Tiến hành kiểm tra độ chính xác của thiết bị μ -EDXRF:

+ Thực hiện tối thiểu 3 phép đo liên tiếp với mỗi chất chuẩn đã chọn. Ghi kết quả đo được vào biên bản ở phụ lục 1.

+ Sai số giữa trung bình kết quả đo được với giá trị chứng nhận của chất chuẩn không được lớn hơn:

0,05 % đối với mẫu chuẩn Au có hàm lượng từ 99 % trở lên;

0,1 % đối với mẫu chuẩn Au có hàm lượng từ 80 % đến 99 %;

0,15 % đối với mẫu chuẩn Au có hàm lượng dưới 80 %.

6.3 Kiểm tra đo lường (Xác định giá trị hàm lượng vàng (Au)):

6.3.1 Thử nghiệm xác định giá trị hàm lượng vàng (Au)

- Giá trị hàm lượng vàng của chất chuẩn Au cần đo thử nghiệm được so sánh trực tiếp với giá trị hàm lượng vàng (tương ứng) của các chất chuẩn Au được chứng nhận (quy định trong bảng 2) thông qua thiết bị μ -EDXRF có thông số kỹ thuật phù hợp với yêu cầu kỹ thuật quy định trong mục 3.

- Tiến hành đo chất chuẩn Au được chứng nhận tại tối thiểu 5 vị trí khác nhau (mỗi vị trí đo tối thiểu 1 lần) phân bố đều trên bề mặt của chất chuẩn. Ghi kết quả đo được vào biên bản ở phụ lục 1.

- Tiến hành đo chất chuẩn cần thử nghiệm tại tối thiểu 10 vị trí khác nhau (mỗi vị trí đo tối thiểu 1 lần) phân bố đều trên bề mặt của mẫu thử nghiệm (bao gồm cả điểm ở trung tâm). Ghi kết quả đo được vào biên bản ở phụ lục 1.

6.3.2 Tính toán giá trị hàm lượng vàng (Au)

- Giá trị hàm lượng của chất chuẩn Au cần thử nghiệm được xác định như sau:

$$[Au] = [Au]_{CRM} \times \frac{I_{[Au]}}{I_{[Au]CRM}}$$

Trong đó:

$[Au]$: giá trị hàm lượng Au của chất chuẩn cần đo thử nghiệm, %;

$[Au]_{CRM}$: giá trị hàm lượng Au của chất chuẩn được chứng nhận (theo GCN), %;

$I_{[Au]}$: giá trị đo được trên chất chuẩn cần chứng nhận, %;

6.4.4 Ước lượng độ không đảm bảo chuẩn mở rộng:

$$U = k \cdot u_C$$

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

7. Xử lý chung

Chất chuẩn vàng (Au) sau khi thử nghiệm nếu đạt yêu cầu quy định theo quy trình thử nghiệm này được cấp giấy chứng nhận kết quả đo thử nghiệm kèm theo độ không đảm bảo của phép đo.

Tên cơ quan thử nghiệm

BIÊN BẢN THỬ NGHIỆM

Số :

Tên mẫu thử nghiệm:

Kiểu: Số sản xuất:

Cơ sở sản xuất: Năm sản xuất:

Nước sản xuất:

Đặc trưng kỹ thuật:

Cơ quan đề nghị thử nghiệm:

Phương pháp thực hiện:

Điều kiện chung thử nghiệm:

Người thực hiện:

Tên đơn vị trực tiếp thử nghiệm:

Thời gian thử nghiệm từ đến

KẾT QUẢ THỬ NGHIỆM

1. Kiểm tra bên ngoài:

2. Kiểm tra kỹ thuật (Kiểm tra độ chính xác của thiết bị μ -EDXRF):

Chất chuẩn Au số :	1.	2.	3.	n.
Hàm lượng (%) :					
Phép đo					
1					
2					
3					
....					
Trung bình:					
Sai số:					
Sai số cho phép :					

B

3. Kiểm tra đo lường (Xác định giá trị hàm lượng vàng):

- Kết quả đo trên chất chuẩn Au quốc gia:

Chất chuẩn Au số :	1.	2.	3.	n.
Hàm lượng (%) :					
Phép đo					
1					
2					
3					
4					
5					
.....					
Trung bình:					

- Kết quả đo trên chất chuẩn Au cân thử nghiệm:

Mẫu số:	1.	2.	3.	n.
Hàm lượng (%) :					
Phép đo					
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					
9					
10					
.....					
Trung bình:					

Người soát lại

Người thực hiện



Handwritten signature or mark.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

V06.M-43.14

Mẫu chuẩn vàng (Au) – Quy trình thử nghiệm (Chứng nhận)

ĐLVN 113 : 2003

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

**THIẾT BỊ HUỖNH QUANG TIA X (XRF) XÁC ĐỊNH HÀM
LƯỢNG VÀNG - QUY TRÌNH HIỆU CHUẨN TẠM THỜI**

X-ray fluorescence spectrometers - Temporary Calibration procedure

*(Ban hành kèm theo quyết định 16.97/QĐ-TĐC ngày 29 tháng 8 năm 2014
của Tổng cục trưởng Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng).*

Thiết bị huỳnh quang tia X (XRF) xác định hàm lượng vàng - Quy trình hiệu chuẩn tạm thời

X-ray fluorescence Spectrometers - Temporary calibration procedure

1. Phạm vi áp dụng

Văn bản kỹ thuật này qui định quy trình hiệu chuẩn thiết bị huỳnh quang tia X (XRF) (sau đây gọi là thiết bị X-Ray) dùng để xác định hàm lượng nguyên tố kim loại vàng (Au) trên bề mặt các mẫu hợp kim vàng trang sức với các thông số đặc trưng kỹ thuật như sau:

- Phạm vi đo (Au): (0 ÷ 99,99) %;
- Sai số: được quy định theo từng dải đo, cụ thể như sau:
 - + Đối với vàng hợp kim có hàm lượng Au (30 ÷ 99) %: không nhỏ hơn 0,06 %;
 - + Đối với vàng hợp kim có hàm lượng Au từ 99 % trở lên: không nhỏ hơn 0,01 %.

2. Các phép hiệu chuẩn

Phải lần lượt tiến hành các phép hiệu chuẩn ghi trong bảng 1.

Bảng 1

TT	Tên phép hiệu chuẩn	Theo điều mục của quy trình
1	Kiểm tra bên ngoài	6.1
2	Kiểm tra kỹ thuật	6.2
3	Kiểm tra đo lường	6.3

3. Phương tiện hiệu chuẩn

Phương tiện hiệu chuẩn phục vụ việc hiệu chuẩn thiết bị X-Ray có đặc trưng kỹ thuật đo lường cơ bản được quy định trong bảng 2 dưới đây:

Bảng 2

TT	Tên phương tiện hiệu chuẩn	Đặc trưng kỹ thuật đo lường cơ bản	Áp dụng cho điều mục của quy trình
1	Chuẩn đo lường		
1.1	Bộ chất chuẩn vàng (Au) được chứng nhận trên nền bạc (Ag) và/hoặc đồng (Cu).	Giá trị hàm lượng vàng (Au) danh định: (30 ÷ 99) %. Độ không đảm bảo đo: $u \leq 0,04$ %	6.3

1.2	Chất chuẩn vàng (Au) tinh khiết được chứng nhận.	Giá trị hàm lượng vàng (Au) danh định: ~ 99,99 %. Độ không đảm bảo đo: $u \leq 0,005 \%$	6.3
2	Phương tiện khác		
2.1	Phương tiện đo nhiệt độ và độ ẩm môi trường.	- Nhiệt độ: $(0 \div 50) ^\circ\text{C}$; Giá trị độ chia: $1 ^\circ\text{C}$. - Độ ẩm không khí: $(25 \div 95) \%RH$; Giá trị độ chia: $1 \%RH$.	4
2.2	Dung dịch rửa, làm sạch bề mặt chất chuẩn vàng, nước tinh khiết.	Dung môi làm sạch là cồn tuyệt đối	5
2.3	Găng tay, panh gấp chất chuẩn vàng, áo blouse,...		5

4. Điều kiện hiệu chuẩn

Khi tiến hành hiệu chuẩn phải đảm bảo các điều kiện sau đây:

- Nhiệt độ: $(10 \div 30) ^\circ\text{C}$;
- Độ ẩm không khí : $(30 \div 80) \%RH$;
- Khu vực bố trí thiết bị cần tránh tác động bên ngoài như: máy phát điện, máy hàn, sóng điện từ, điện cao áp, ...

5. Chuẩn bị hiệu chuẩn

Trước khi tiến hành hiệu chuẩn phải chuẩn bị các công việc sau đây:

- Chọn tối thiểu 05 chất chuẩn theo mục 3 tại các điểm hiệu chuẩn có hàm lượng Au danh định phân bố đều trong khoảng: $(30 \div 99) \%$ và 01 chất chuẩn có hàm lượng Au danh định 99,99%.
- Bật nguồn thiết bị X-Ray và để ổn định ít nhất 30 phút trước khi hiệu chuẩn.
- Vận hành thiết bị theo đúng hướng dẫn sử dụng của nhà sản xuất thiết bị X-Ray.

- Làm sạch bề mặt chất chuẩn Au: Trước khi tiến hành thử nghiệm, loại bỏ nhiễm bẩn trên bề mặt chất chuẩn Au bằng cồn tuyệt đối, sau đó rửa lại với nước tinh khiết (nước cất 1 lần) và làm khô bề mặt chất chuẩn Au.

6 Tiến hành hiệu chuẩn

6.1 Kiểm tra bên ngoài

- Kiểm tra bằng mắt để xác định sự phù hợp của thiết bị X-Ray đối 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.

- Kiểm tra trạng thái hoạt động bình thường của thiết bị X-Ray theo tài liệu kỹ thuật.

6.2 Kiểm tra kỹ thuật (Kiểm tra độ tuyến tính) (áp dụng đối với các thiết bị X-Ray có khả năng đo được các giá trị năng lượng riêng biệt cho từng loại nguyên tố Au, Ag, Cu...)

- Chọn các dải đo (nếu có) quy định trên thiết bị X-Ray.

- Đối với thiết bị X-Ray không có dữ liệu đường nội chuẩn lưu trong phần mềm tính toán: Thiết lập đường cong hiệu chuẩn (calibration curve) trên bộ chất chuẩn vàng kèm theo thiết bị X-Ray của cơ sở sử dụng với tối thiểu 05 chất chuẩn vàng có các giá trị danh định xấp xỉ các giá trị danh định quy định trong mục 5 và phù hợp với dải đo cần hiệu chuẩn trên thiết bị X-Ray.

- Thực hiện tối thiểu 5 phép đo liên tiếp với mỗi chất chuẩn đã chọn. Ghi kết quả đo được vào biên bản ở phụ lục 1.

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

6.3 Kiểm tra đo lường (Kiểm tra độ chính xác)

- Lựa chọn tối thiểu 05 chất chuẩn có giá trị danh định (theo mục 5) phù hợp với dải đo cần hiệu chuẩn để kiểm tra độ chính xác của thiết bị X-Ray cần hiệu chuẩn.

- Tiến hành đo tối thiểu 5 phép đo liên tiếp với mỗi chất chuẩn đã chọn với các giá trị danh định lần lượt từ thấp đến cao. Ghi kết quả đo được vào biên bản ở phụ lục 1.

- Sai số tuyệt đối được tính theo công thức sau:

$$\Delta = C_d - C_{ch}$$

Trong đó :

Δ - Sai số tuyệt đối, %;

C_d - Giá trị hàm lượng Au đo được, %;

C_{ch} - Giá trị hàm lượng Au của chất chuẩn, %;

6.4 Ước lượng độ không đảm bảo của phép đo

6.4.1. 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 gây nên bởi độ phân giải của thiết bị cân hiệu chuẩn :

Thiết bị X-ray cân hiệu chuẩn có độ phân giải (giá trị độ chia) là a (%)

$$u_{res} = \frac{a}{2\sqrt{3}}$$

- Độ không đảm bảo chuẩn loại A:

$$u_A = \sqrt{\left(\frac{s(\bar{x})}{\sqrt{n}}\right)^2 + u_{res}^2}$$

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

Chất chuẩn vàng có độ không đảm bảo đo trích dẫn là b (theo Giấy chứng nhận), với k = 2 và p = 0,95:

$$u_B = \frac{b}{2}$$

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

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

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

$$U = k \cdot u_C$$

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

7. Xử lý chung

7.1 Thiết bị huỳnh quang tia X (XRF) xác định hàm lượng vàng sau khi được hiệu chuẩn, nếu đạt các yêu cầu quy định theo quy trình hiệu chuẩn này được cấp chứng chỉ hiệu chuẩn (tem hiệu chuẩn, giấy chứng nhận hiệu chuẩn,...) theo quy định kèm theo thông báo kết quả hiệu chuẩn.

7.2 Chu kỳ hiệu chuẩn: 01 năm.

Tên tổ chức hiệu chuẩn

BIÊN BẢN HIỆU CHUẨN

Số:

Tên thiết bị:.....

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 HIỆU CHUẨN

1. Kiểm tra bên ngoài:

2. Kiểm tra kỹ thuật (Kiểm tra độ tuyến tính):

Chất chuẩn số	1.	2.	3.	n.
Hàm lượng (%)					
Phép đo					
1					
2					
3					
4					
5					
Trung bình:					
Hệ số hồi quy R^2 :					

Be

3. Kiểm tra đo lường (Kiểm tra độ chính xác):

Chất chuẩn số	1.	2.	3.	n.
Hàm lượng (%)					
Phép đo					
1					
2					
3					
4					
5					
.....					
Trung bình :					

Người soát lại

Người thực hiện

TÀI LIỆU THAM KHẢO

V06.M-17.14

Phổ kế huỳnh quang tia X – Phương pháp hiệu chuẩn.

ĐLVN 113 : 2003

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

