

Đ**L****V****N** 362 : 2020

**BỘ CHUẨN TRUYỀN QUA
QUY TRÌNH HIỆU CHUẨN**

Transmittance standard set - Calibration procedure

HÀ NỘI - 2020

Lời nói đầu:

ĐLVN 362 : 2020 do Ban kỹ thuật đo lường TC 14 “Phương tiện đo quang học” biên soạn, Viện Đo lường Việt Nam đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng ban hành.

Bộ chuẩn truyền qua - Quy trình hiệu chuẩn

Transmittance standard set - Calibration procedure

1 Phạm vi áp dụng

Văn bản kỹ thuật này quy định quy trình hiệu chuẩn bộ chuẩn truyền qua trong phạm vi độ truyền qua ($10^0 \div 10^2$) %, độ hấp thụ ($0 \div 2$) Abs; có độ không đảm bảo đo độ truyền qua $U_{95} \leq 0,3$ %, độ không đảm bảo đo độ hấp thụ $U_{95} \leq 4$ mAbs trong dải bước sóng (200 ÷ 900) nm dùng làm chuẩn để kiểm định phương tiện đo quang phổ tử ngoại-khả kiến (quang phổ UV-Vis).

2 Giải thích từ ngữ

Trong văn bản này, các từ ngữ dưới đây được hiểu như sau:

2.1 Bước sóng (Wavelength): là khoảng cách giữa hai đỉnh sóng (điểm mà sóng đạt giá trị lớn nhất), ký hiệu: λ (lambda), đơn vị: nm

2.2 Sự hấp thụ (Absorption): là sự chuyển đổi năng lượng bức xạ sang dạng năng lượng khác do tương tác với môi chất.

2.3 Độ truyền qua (Transmittance): là tỉ số thông lượng bức xạ được truyền qua trên thông lượng bức xạ chiếu tới (kí hiệu: $\tau = \frac{\varphi_{tr}}{\varphi_0}$). Trong đó φ_0 là phần thông lượng bức xạ sáng chiếu tới, φ_{tr} là phần thông lượng bức xạ truyền qua môi chất, ký hiệu: T

2.4 Độ hấp thụ (Absorbance): được xác định thông qua hàm logarithm cơ số 10 của tỉ lệ nghịch độ truyền qua (kí hiệu: $A = \lg \frac{1}{\tau}$), ký hiệu: Abs

2.5 Độ phân giải bước của máy đo quang phổ (Resolution of a spectrophotometer): là khả năng máy quang phổ phân biệt bước sóng của hai phát xạ liền kề hoặc hai vạch hấp thụ.

2.6 Độ rộng phổ (Spectral width): là sự khác nhau giữa giá trị bước sóng cao hơn và bước sóng thấp hơn mà tại đó giá trị thông lượng quang giảm đi một nửa so với giá trị lớn nhất giữa hai bước sóng.

3 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 qui trình
1	Kiểm tra bên ngoài	7.1
2	Kiểm tra kỹ thuật	7.2
3	Kiểm tra đo lường	7.3
4	Ước lượng độ không đảm bảo đo	8

4 Phương tiện hiệu chuẩn

Các phương tiện dùng để hiệu chuẩn được nêu trong Bảng 2.

Bảng 2

TT	Tên phương tiện dùng để hiệu chuẩn	Đặc trưng kỹ thuật đo lường cơ bản	Áp dụng cho điều mục của quy trình
1	Chuẩn đo lường		
	Hệ thống chuẩn quang phổ	- Bước sóng: + Phạm vi đo: (200 ÷ 900) nm + Độ chính xác: ≤ 0,08 nm - Độ hấp thụ: + Phạm vi đo: (0 ÷ 2) Abs + Độ chính xác: ≤ 3 mAbs - Độ truyền qua: + Phạm vi đo: (10 ⁰ ÷ 10 ²) % + Độ chính xác: ≤ 0,25 %	6; 7
2	Phương tiện phụ		
	Bộ dụng cụ làm sạch	Găng tay, dung dịch làm sạch chuyên dụng, vải lau không bụi, quả bóp...	6

5 Điều kiện hiệu chuẩn

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

Nhiệt độ: (23 ± 2) °C;

Độ ẩm: ≤ 50 %RH.

6 Chuẩn bị hiệu chuẩn

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

6.1 Chuẩn bị hệ thống chuẩn quang phổ UV-Vis.

Bật hệ thống chuẩn quang phổ và để ổn định trước khi tiến hành hiệu chuẩn ít nhất 30 phút.

6.2 Chuẩn bị các bộ chuẩn truyền qua cần hiệu chuẩn

Các bộ chuẩn truyền qua cần hiệu chuẩn được lau sạch bằng giấy chuyên dùng và chổi tóc mềm. Sau khi các bộ chuẩn được lau sạch sẽ đặt lên khay và để ổn định.

7 Tiến hành hiệu chuẩn**7.1 Kiểm tra bên ngoài**

Tiến hành kiểm tra bên ngoài theo các yêu cầu sau đây:

7.1.1 Bộ chuẩn truyền qua phải thể hiện rõ ký, nhãn hiệu, hoặc hãng sản xuất.

7.1.2 Hình dáng, kích thước phải đúng quy định với tài liệu kỹ thuật của nhà sản xuất

7.1.3 Bộ chuẩn truyền qua cần hiệu chuẩn không bị nứt vỡ, bị mốc, xước và không có chất hữu cơ bám dính trên bề mặt, ...

7.2 Kiểm tra đo lường

7.2.1 Kiểm tra vị trí đặt các bộ chuẩn.

Chuẩn phải được gá lắp vào bộ gá (sample holder) phù hợp với hình dạng, kích thước của tấm chuẩn truyền qua, tấm chuẩn truyền qua được lắp vào bộ gá trong hệ thống chuẩn quang phổ phải vuông góc với trục quang, không bị nghiêng, bị xoay.

7.2.2 Tiến hành hiệu chuẩn.

7.2.2.1 Cài đặt chế độ hiệu chuẩn bộ chuẩn cho hệ thống chuẩn quang phổ:

Chọn dải bước sóng, chế độ đo độ hấp thụ, khoảng bước sóng chạy (step), độ rộng phổ theo đặc trưng kỹ thuật của tấm chuẩn truyền qua trong vùng bước sóng (200 ÷ 900) nm và chạy chế độ đường nền (baseline hoặc zero).

7.2.2.2 Sau khi thực hiện chế độ quét đường nền (baseline hoặc zero) xong. Tiến hành đặt tấm chuẩn truyền qua vào đúng vị trí gá mẫu (sample holder) của hệ thống chuẩn quang phổ.

7.2.2.3 Thực hiện chế độ quét bước sóng (scan mode).

7.2.2.4 Sau khi thực hiện mỗi phép đo, tiến hành xác định độ truyền qua, độ hấp thụ trong dải phổ đã quét. Từ đó xác định độ truyền qua tại các bước sóng cần kiểm tra trong dải phổ (200 ÷ 900) nm. Ghi lại kết quả đo.

7.2.2.5 Thực hiện 5 lần phép đo lặp đối với từng tấm chuẩn truyền qua. Ghi lại các kết quả đo.

7.2.2.6 Thực hiện tương tự từ bước 7.2.2.1 đến 7.2.2.5 đối với các tấm chuẩn truyền qua khác.

8 Ước lượng độ không đảm bảo đo

8.1 Mô hình toán học:

- Độ truyền qua của bộ chuẩn truyền qua được xác định theo công thức sau:

$$T(\lambda) = (T(\lambda)_{dut} + T(\lambda)_{cf}) \quad [\%] \quad (1)$$

Trong đó:

- $T(\lambda)$: độ truyền qua cần xác định tại bước sóng λ [%];
- $T(\lambda)_{dut}$: độ truyền qua đo được bằng hệ thống chuẩn quang phổ tại bước sóng λ [%];
- $T(\lambda)_{cf}$: độ truyền qua hiệu chỉnh tại bước sóng λ của hệ thống chuẩn quang phổ [%].

8.2 Các thành phần độ không đảm bảo đo:

8.2.1 Độ không đảm bảo đo chuẩn thành phần phép đo độ truyền qua gây ra bởi hệ thống chuẩn quang phổ: $u(T(\lambda)_{dut})$

8.2.2 Độ không đảm bảo đo chuẩn thành phần gây ra bởi hệ số hiệu chỉnh độ truyền qua của hệ thống chuẩn quang phổ: $u(T(\lambda)_{cf})$

8.2.3 Độ không đảm bảo đo chuẩn thành phần gây ra bởi thành phần bước sóng của hệ thống chuẩn quang phổ: $u(\lambda)$

8.2.4 Độ không đảm bảo đo chuẩn tổng hợp: u_c

8.2.5 Độ không đảm bảo đo mở rộng: U_{95}

Ghi chú: *Tính toán chi tiết các thành phần độ không đảm bảo đo xem trong Phụ lục 2.*

Bảng 3. Các thành phần độ không đảm bảo đo

STT	Thành phần độ không đảm bảo đo	Kiểu, loại	Phân bố
1	Độ không đảm bảo đo chuẩn thành phần phép đo độ truyền qua gây ra bởi hệ thống chuẩn quang phổ: $u(T(\lambda)_{dut})$	B	Chuẩn
1.1	Độ không đảm bảo đo chuẩn thành phần phép đo lặp độ truyền qua của hệ thống chuẩn quang phổ: $u(T(\lambda)_{dut})_{repeat}$	A	Chuẩn
1.2	Độ không đảm bảo đo chuẩn thành phần độ phân giải phép đo độ truyền qua của hệ thống chuẩn quang phổ: $u(T(\lambda)_{dut})_{resolution}$	B	Chữ nhật
2	Độ không đảm bảo đo chuẩn thành phần gây ra bởi hệ số hiệu chỉnh độ truyền qua của hệ thống chuẩn quang phổ: $u(T(\lambda)_{cf})$	B	Chuẩn

STT	Thành phần độ không đảm bảo đo	Kiểu, loại	Phân bố
3	Độ không đảm bảo đo chuẩn thành phần gây ra bởi thành phần bước sóng của hệ thống chuẩn quang phổ: $u(\lambda)$	B	Chữ nhật
4	Độ không đảm bảo đo tổng hợp, u_c	B	Chuẩn
5	Độ không đảm bảo đo mở rộng, U_{95}	B	Chuẩn

9 Xử lý chung

9.1 Bộ chuẩn truyền qua (chuẩn độ hấp thụ) sau khi hiệu chuẩn nếu có độ không đảm bảo đo độ truyền qua $U_{95} \leq 0,4 \%$ trong phạm vi độ truyền qua ($10^0 \div 10^2$) % hoặc độ không đảm bảo đo độ hấp thụ $U_{95} \leq 5$ mAbs trong phạm vi độ hấp thụ ($0 \div 2$) Abs thì được cấp chứng chỉ hiệu chuẩn (tem hiệu chuẩn, dấu hiệu chuẩn, giấy chứng nhận hiệu chuẩn...) theo quy định.

9.2 Bộ chuẩn độ truyền qua (chuẩn độ hấp thụ) sau khi hiệu chuẩn nếu có độ không đảm bảo đo độ truyền qua $U_{95} > 0,4 \%$ trong phạm vi độ truyền qua ($10^0 \div 10^2$) % hoặc độ không đảm bảo đo độ hấp thụ $U_{95} > 5$ mAbs trong phạm vi độ hấp thụ ($0 \div 2$) Abs thì không được cấp chứng chỉ hiệu chuẩn mới và xóa dấu hiệu chuẩn cũ (nếu có).

9.2 Chu kỳ hiệu chuẩn của bộ chuẩn truyền qua (chuẩn độ hấp thụ): 12 tháng.

Tên cơ quan hiệu chuẩn

BIÊN BẢN HIỆU CHUẨN

Số: _____

Tên thiết bị: _____

Kiểu: _____ Số : _____

Cơ sở sản xuất: _____ Năm sản xuất : _____

Đặc trưng kỹ thuật: _____

Nơi sử dụng: _____

Phương pháp thực hiện: _____

Chuẩn, thiết bị chính được sử dụng: _____

Nhiệt độ: _____ Độ ẩm: _____

Địa điểm thực hiện: _____

KẾT QUẢ HIỆU CHUẨN

1. Kiểm tra bên ngoài:

TT	Nội dung kiểm tra	Yêu cầu	Kết quả	Kết luận	
				Đạt	Không đạt
1		Theo 7.1			
2					
3					

2. Kiểm tra kỹ thuật:

TT	Nội dung kiểm tra	Yêu cầu	Kết quả	Kết luận	
				Đạt	Không đạt
1		Theo 7.2			
2					
3					

3. Kiểm tra đo lường:

3.1. Độ truyền qua: %T

Số lần đo	Độ truyền qua tại các bước sóng (%)								
	...nm	...nm	...nm	...nm	...nm	...nm	...nm	...nm	...nm
1									
2									
3									
4									
5									
GTTB									
ĐKĐBĐ: U ₉₅ , k=2									

3.2. Độ hấp thụ: Abs

Số lần đo	Độ hấp thụ tại các bước sóng (Abs)								
	...nm	...nm	...nm	...nm	...nm	...nm	...nm	...nm	...nm
1									
2									
3									
4									
5									
GTTB									
ĐKĐBĐ: U ₉₅ , k=2									

3. Kết luận:

Người soát lại

Người thực hiện

HƯỚNG DẪN TÍNH TOÁN ĐỘ KHÔNG ĐẢM BẢO ĐO

1. Độ không đảm bảo đo chuẩn thành phần phép đo độ truyền qua gây ra bởi hệ thống chuẩn quang phổ: $u(T(\lambda)_{dut})$:

$$u(T(\lambda)_{dut}) = \sqrt{(u^2(T(\lambda))_{repeat} + u^2(T(\lambda))_{resolution}} \quad [\%] \quad (1)$$

1.1. Độ không đảm bảo đo chuẩn thành phần phép đo lặp độ truyền qua của hệ thống chuẩn quang phổ: $u(T(\lambda)_{dut})_{repeat}$:

$$u(T(\lambda)_{dut})_{repeat} = \frac{s}{\sqrt{n}} \quad [\%] \quad (2)$$

Trong đó:

- + s: độ lệch chuẩn ứng với n lần đo;
- + n: là số lần đo.

1.2. Độ không đảm bảo đo chuẩn thành phần độ phân giải phép đo độ truyền qua của hệ thống chuẩn quang phổ: $u(T(\lambda)_{dut})_{resolution}$:

$$u(T(\lambda)_{dut})_{resolution} = \frac{d}{2\sqrt{3}} \quad [\%] \quad (3)$$

Trong đó: d: là độ phân giải của hệ thống chuẩn quang phổ.

2. Độ không đảm bảo đo chuẩn thành phần gây ra bởi hệ số hiệu chỉnh độ truyền qua của hệ thống chuẩn quang phổ: $u(T(\lambda)_{cf})$

$$u(T(\lambda)_{cf}) = \frac{U_{cer}}{2} \quad [\%] \quad (4)$$

Trong đó: U_{cer} : là độ không đảm bảo đo hệ số hiệu chỉnh của hệ thống chuẩn quang phổ.

3. Độ không đảm bảo đo chuẩn thành phần gây ra bởi thành phần bước sóng của hệ thống chuẩn quang phổ: $u(\lambda)$

$$u(\lambda) = \frac{\Delta T}{\Delta \lambda} * \frac{u(\lambda)}{T(\lambda)} * 100 \quad [\%] \quad (5)$$

Trong đó:

- + ΔT : là biến thiên độ truyền qua tại bước sóng λ_i và λ_{i+1}
- + $\Delta \lambda$: là khoảng biến thiên bước sóng ứng với ΔT .
- + $u(\lambda)$: là độ không đảm bảo đo bước sóng của hệ thống chuẩn quang phổ.
- + $T(\lambda)$: là độ truyền qua đo được tại bước sóng λ .

4. Độ không đảm bảo đo chuẩn tổng hợp: u_c

$$u_c = \sqrt{u^2(T(\lambda)_{dut}) + u^2(T(\lambda)_{cf}) + u^2(\lambda)} \quad [\%] \quad (6)$$

5. Độ không đảm bảo đo mở rộng: U_{95}

$$U_{95} = k \times u_c \quad [\%] \quad (7)$$

Hệ số phủ $k = 2$ với mức độ tin cậy 95 % C.L.