

CÔNG TY CỔ PHẦN TƯ VẤN VÀ DỊCH VỤ KIỂM ĐỊNH KỸ THUẬT TTP

PHÒNG THÍ NGHIỆM

Trụ sở: Lô 16 khu tái định cư dân dụng Bắc Phú Cát, Xã Thạch Hòa, Huyện Thạch Thất, TP. Hà Nội, Việt Nam.

QUY TRÌNH PHÊ DUYỆT PHƯƠNG PHÁP VÀ TÍNH ĐỘ KHÔNG ĐẢM BẢO ĐO

Mã số: **QT 07**

Lần ban hành: **01**

Ngày ban hành: **01/3/2021**

	Biên soạn	Xem xét	Phê duyệt
Họ tên	Lê Tuấn Anh	Nguyễn Trung Văn	Lê Hoàng Nhật Linh
Ký tên			

THEO DÕI SỬA ĐỔI TÀI LIỆU

TT	Vị trí	Nội dung sửa đổi	Ngày sửa đổi

1. Mục đích

Quy định trách nhiệm, trình tự tiến hành việc xem xét đánh giá các phương pháp thử, phương pháp tính toán độ không đảm bảo đo triển khai áp dụng trong PTN.

2. Phạm vi áp dụng

Áp dụng cho tất cả các phương pháp của PTN.

3. Tài liệu tham chiếu

- Sổ tay chất lượng, chương 09
- TCVN 6910:2001 Độ chính xác của phương pháp đo và kết quả đo.

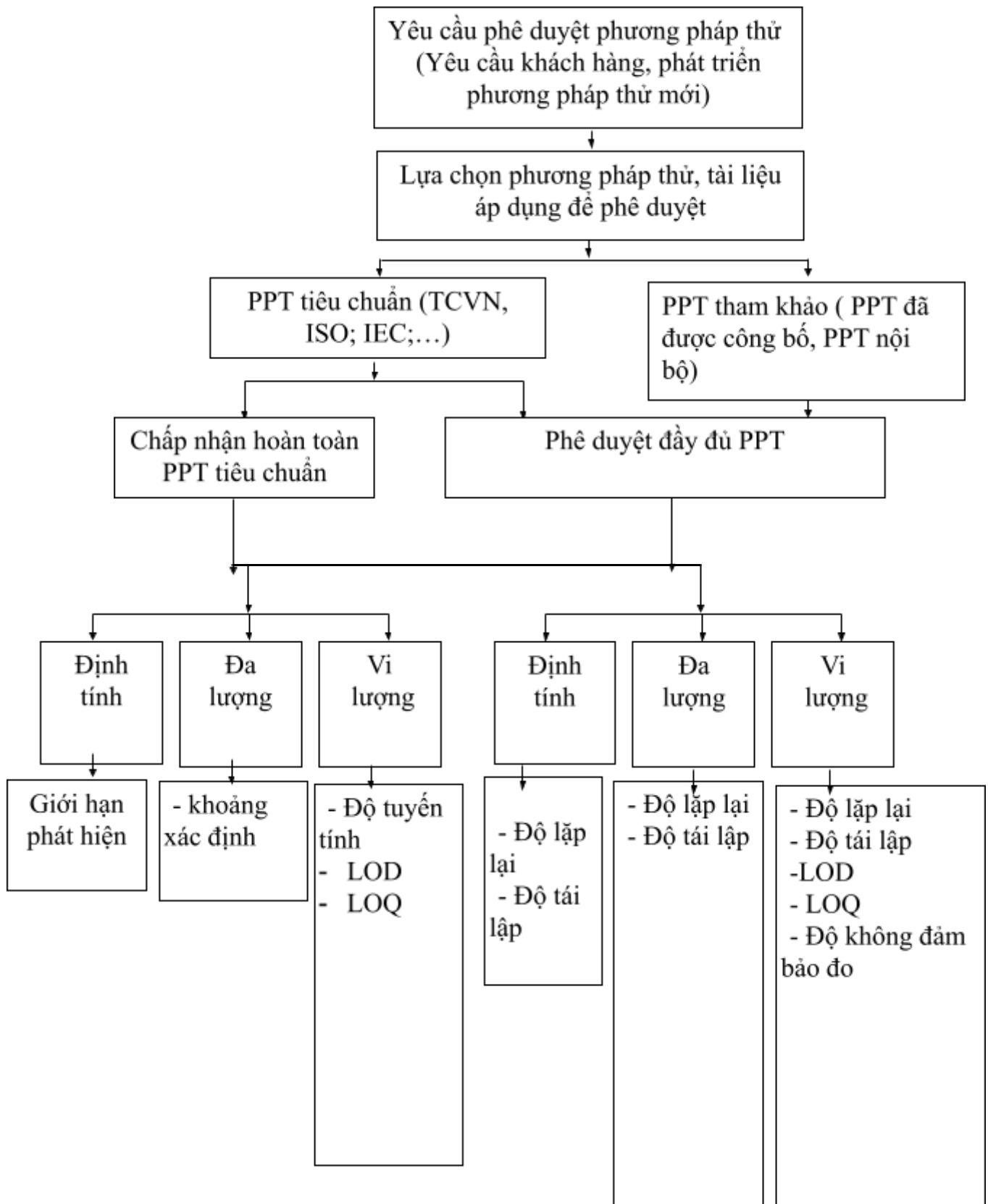
4. Thuật ngữ và giải thích**5. Trách nhiệm**

- Phụ trách kỹ thuật phối hợp với phụ trách chất lượng chịu trách nhiệm tổ chức thực hiện theo đúng quy trình này.
- Lãnh đạo tiến hành phê duyệt báo cáo

6. Nội dung**6.1. Phương pháp thử cần phê duyệt**

- Các phương pháp thử mới.
- Các phương pháp thử không tiêu chuẩn
- Các phương pháp thử do PTN xây dựng
- Phương pháp thử có thay đổi hoặc mở rộng phạm vi sử dụng

Lưu đồ đánh giá, phê duyệt phương pháp thử trước khi đưa vào sử dụng.



6.2. Cách xác định các thông số:**6.2.1. Độ lặp lại (Repeatability):**

Tiến hành làm thí nghiệm lặp lại nhiều lần (ít nhất 6 lần) trên cùng một mẫu, trên cùng một thiết bị trong một khoảng thời gian tương đối ngắn với nồng độ giống nhau. Độ lặp lại được tính theo độ lệch chuẩn:

$$SDr = \sqrt{\frac{\sum(X_i - \bar{X})^2}{n - 1}}$$

- Độ lệch chuẩn tương đối: % **RSDr** = $SDr * 100 / \bar{X}$
 - Trong đó:
 - + n : số lần tiến hành phép thử;
 - + X_i : Kết quả của lần thử nghiệm i+ SDr: Độ lệch chuẩn
 - + SDRr: Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại (%)
- Độ lặp lại tại chấp nhận tại các nồng độ khác nhau:

6.2.2. Độ tái lập/ Reproducibility:

Độ tái lập trong nội bộ phòng thử nghiệm được thực hiện bằng cách: thử nghiệm trên cùng một mẫu đồng nhất, thực hiện bởi các nhân viên khác nhau, thiết bị khác nhau (nếu có), ngày khác nhau. Mỗi nhân viên thực hiện n lần thử nghiệm (ít nhất 6 lần).

Và được tính tương tự như độ lặp lại.

***** Giới hạn chấp nhận của độ lặp lại và độ tái lập ở các nồng độ khác nhau:**

Nồng độ chất phân tích	% PRSD _R , max (tái lập)	% RSD _r , max (lặp lại)
100%	2	1.3
10%	2.8	1.9
1%	4	2.7
0.1%	5.7	3.8
100ppm	8	5.3
10ppm	11.3	7.5
1ppm	16	14
100ppb	22.6	18
10ppb	32	21
1ppb	45.3	30

6.3.3. LOD và LOQ

* Dựa vào độ lệch chuẩn:

Cách 1: Làm trên mẫu trắng

(mẫu trắng là mẫu có thành phần như mẫu thử nhưng không có chất phân tích)

Phân tích mẫu 10 lần song song, tính độ lệch chuẩn. Độ lệch chuẩn này phải khác 0.

$$LOD = \bar{x}_o + 3SD_o \quad LOQ = \bar{x} + 10SD_o$$

$$SD_o = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_{oi} - \bar{x}_o)^2}{n - 1}}$$

- Trong đó: SD_o : độ lệch chuẩn của mẫu trắng
 n : số lần thử nghiệm;
 x_{oi} : kết quả của mẫu trắng ở lần thử nghiệm thứ i
 \bar{x}_o : kết quả trung bình của mẫu trắng

Cách 2: Làm trên mẫu thử

(nên chọn mẫu thử có nồng độ thấp. Ví dụ trong khoảng 5-7 lần LOD ước lượng)

Phân tích 10 lần song song. Tính giá trị trung bình \bar{x} , và độ lệch chuẩn SD

$$LOD = 3 \times SD, \quad LOQ = 3 \times LOD$$

Đánh giá LOD đã tính được: tính $R = \bar{x} / LOD$

+ Nếu $4 < R < 10$ thì nồng độ dung dịch thử là phù hợp và LOD tính được là đáng tin cậy

+ Nếu $R < 4$ thì phải dùng dung dịch thử đậm đặc hơn, hoặc thêm một ít chất chuẩn vào dung dịch thử đã dùng và làm lại thí nghiệm và tính lại R

+ Nếu $R > 10$ thì phải dùng dung dịch thử loãng hơn, hoặc pha loãng dung thử đã dùng và làm lại thí nghiệm và tính lại R.

6.3. 4. Độ không đảm bảo đo

Thực hiện theo các bước sau:

- Phân tích mẫu chuẩn đã biết hàm lượng, hoặc phân tích một mẫu đồng nhất có hàm lượng xác định;
- Phân tích mẫu lặp lại tối thiểu 20 lần, tính kết quả các lần phân tích (các lần phân tích nên được bố trí các ngày khác nhau);
- Tính giá trị trung bình, độ lệch chuẩn và hệ số biến thiên của kết quả phân tích.
- Độ không đảm bảo đo được tính theo công thức sau:

$$u_R (\%) = t_{\alpha,k} \times CV_R (\%)$$

Trong đó:

u_R : Độ không đảm bảo đo tổng(%)

CV_R : Hệ số biến thiên của độ thu hồi hoặc hàm lượng (%)

$t_{\alpha,k}$: giá trị t-student tra bảng với mức ý nghĩa $\alpha = 0,05$

k : Bậc tự do ($k = n - 1$)

n : Số lần thử nghiệm

7. Hướng dẫn, biểu mẫu áp dụng

STT	Mã hướng dẫn, biểu mẫu	Tên hướng dẫn, biểu mẫu	Thời gian lưu	Nơi lưu
1.	BM.QT.07.01	Kế hoạch xây dựng phương pháp tính độ không đảm bảo đo	3 năm	PTN
2.	BM.QT.07.02	Báo cáo kết quả phê duyệt phương pháp	3 năm	PTN