TCVN **TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

TCVN 12667-1:2020
IEC 62321-1:2013

Xuất bản lần 1

XÁC ĐỊNH MỘT SỐ CHẤT TRONG SẢN PHẨM KỸ THUẬT ĐIỆN – PHẦN 1: GIỚI THIỆU VÀ TỔNG QUAN

Determination of certain substances in electrotechnical products – Part 1: Introduction and overview

HÀ NỘI – 2020

Mục lục

Trang

Lời nói đầu 4

1 Phạm vi áp dụng 5

2 Tài liệu viện dẫn 5

3 Thuật ngữ, định nghĩa và chữ viết tắt 5

3.1 Thuật ngữ và định nghĩa 5

3.2 Chữ viết tắt 7

4 Phương pháp thử nghiệm – Tổng quan 8

4.1 Phạm vi ứng dụng 8

4.2 Mẫu 9

4.3 Phương pháp thử nghiệm – Lưu đồ 9

4.4 Đảm bảo chất lượng và kiểm soát chất lượng 12

4.5 Giải pháp từ mẫu trắng 13

4.6 Điều chỉnh theo chất nền 13

4.7 Giới hạn phát hiện (LOD) và giới hạn định lượng (LOQ) 13

4.8 Báo cáo thử nghiệm 14

4.9 Phương pháp thử nghiệm thay thế 14

Phụ lục A (tham khảo) – Giới hạn phát hiện (LOD) hoặc giới hạn phát hiện của phương pháp (MDL) – Ví dụ tính toán 15

Thư mục tài liệu tham khảo 17

Lời nói đầu

TCVN 12667-1:2020 hoàn toàn tương đương với IEC 62321-1:2013;

TCVN 12667-1:2020 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/E1 *Máy điện và khí cụ điện* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Bộ tiêu chuẩn TCVN 12667 (IEC 62321), *Xác định một số chất trong sản phẩm kỹ thuật điện*, gồm có các phần sau:

- TCVN 12667-1:2020 (IEC 62321-1:2013), Phần 1: Giới thiệu và tổng quan
- TCVN 12667-2:2020 (IEC 62321-2:2013), Phần 2: Tháo dỡ, tháo rời và chuẩn bị mẫu bằng cơ khí
- TCVN 12667-3-1:2020 (IEC 62321-3-1:2013), Phần 3-1: Sàng lọc – Chì, thủy ngân, cadimi, crom tổng và brom tổng sử dụng phương pháp phổ huỳnh quang tia X
- TCVN 12667-3-2:2020 (IEC 62321-3-2:2020), Phần 3-2: Sàng lọc – Flo, clo, brom trong polyme và chất điện tử sử dụng sắc ký ion hóa ngọn lửa (C-IC)
- TCVN 12667-4:2020 (IEC 62321-4:2017), Phần 4: Thủy ngân trong polyme, kim loại và chất điện tử sử dụng CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES và ICP-MS

Xác định một số chất trong sản phẩm kỹ thuật điện – Phần 1: Giới thiệu và tổng quan

Determination of certain substances in electrotechnical products – Part 1: Introduction and overview

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này đề cập đến mẫu như một đối tượng cần được xử lý và đo. Bản chất của mẫu và cách thức thu được mẫu, được xác định bởi tổ chức thực hiện các thử nghiệm mà không quy định trong tiêu chuẩn này.

Lưu ý rằng việc lựa chọn mẫu có thể tác động đến việc giải thích kết quả thử nghiệm.

Tiêu chuẩn này cung cấp hướng dẫn về quy trình tháo dỡ được sử dụng để thu được mẫu nhưng không xác định hoặc quy định:

- mức độ của quy trình tháo dỡ cần thiết để thu được một mẫu;
- "khối" hoặc "vật liệu đồng nhất" được xác định là mẫu;
- quy trình đánh giá phù hợp.

CHÚ THÍCH: Hướng dẫn thêm về các quy trình đánh giá có thể được tìm thấy trong IEC/TR 62476 [2].

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu ghi năm công bố thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu không ghi năm công bố thì áp dụng bản mới nhất (kể cả các sửa đổi).

TCVN 6900-2:2001 (ISO 78-2:1999), *Hóa học – Cách trình bày tiêu chuẩn – Phần 2: Các phương pháp phân tích hóa học*

TCVN ISO/IEC 17025 (ISO/IEC 17025), *Yêu cầu chung về năng lực của các phòng thử nghiệm và hiệu chuẩn*

3 Thuật ngữ, định nghĩa và chữ viết tắt

3.1 Thuật ngữ và định nghĩa

Đối với mục đích của tiêu chuẩn này, áp dụng các thuật ngữ và định nghĩa dưới đây.

3.1.1

Chất phân tích (analyte)

Chất cần đo.

3.1.2

Chất điện tử (electronics)

Vật liệu được sử dụng trong thiết bị điện và điện tử, không phải kim loại hoặc chất dẻo (ví dụ như gốm) hoặc không đồng nhất trong toàn bộ thành phần cấu tạo và hầu như không thể tháo rời được thành từng vật liệu riêng biệt.

VÍ DỤ: Điện trở, tụ điện, điốt, mạch điện tích hợp, mạch lai, mạch tích hợp có ứng dụng riêng biệt, các linh kiện quấn dây, các rơle và các vật liệu của chúng.

3.1.3

Khối thay thế được tại hiện trường (field replaceable unit)

Bộ phận, linh kiện hoặc cụm lắp ráp được tháo ra dễ dàng (tháo rời cơ khí) bằng cách sử dụng dụng cụ thông thường.

CHÚ THÍCH 1: "Tháo ra dễ dàng" có nghĩa là sử dụng các dụng cụ thông thường để thực hiện các chức năng như vặn vít hoặc làm rời ra nhưng không bao gồm phá hủy khối đó một cách không phục hồi được.

[NGUỒN: IEC GUIDE 114:2005, định nghĩa 3.7] [3]

3.1.4

Chất nền (matrix)

Chất hoặc hỗn hợp có dạng hoặc trạng thái của nó mà chất phân tích được nhúng vào hoặc gắn vào.

3.1.5

Hệ thống đo dựa vào tính năng (performance-based measurement system)

Tập hợp các quá trình trong đó quy định nhu cầu về dữ liệu, nhiệm vụ hoặc giới hạn của một chương trình hoặc dự án, sử dụng làm tiêu chí để lựa chọn phương pháp thích hợp nhằm đáp ứng các nhu cầu này theo cách mang lại hiệu quả về chi phí.

CHÚ THÍCH 1: Tiêu chí có thể được công bố trong quy chuẩn kỹ thuật, tài liệu hướng dẫn kỹ thuật, giấy phép, kế hoạch làm việc hoặc các lệnh thi hành.

3.1.6

Độ chụm (precision)

Mức độ gần nhau về sự thống nhất giữa các kết quả thử nghiệm độc lập thu được trong điều kiện quy định.

3.1.7

Mẫu chuẩn (reference material)

Mẫu, đủ đồng nhất và ổn định về các đặc tính quy định, đã được thiết lập để phù hợp với mục đích sử dụng dự kiến của nó trong phép đo hoặc trong việc kiểm tra các đặc tính danh nghĩa.

3.1.8

Khả năng lặp lại (repeatability)

Độ chụm trong các điều kiện lặp lại.

[NGUỒN: TCVN 6910-1:2001 (ISO 5725-1:1994), định nghĩa 3.13] [4]

3.1.9

Khả năng tái lập (reproducibility)

Độ chụm trong điều kiện tái lập.

[NGUỒN: TCVN 6910-1:2001 (ISO 5725-1:1994), định nghĩa 3.17]

3.1.10

Sàng lọc (screening)

Quy trình phân tích để xác định tồn tại hoặc không tồn tại các chất trong phần đại diện của một sản phẩm, liên quan đến giá trị hoặc các giá trị được chọn làm tiêu chí về sự tồn tại, không tồn tại hoặc thử nghiệm thêm.

CHÚ THÍCH: Nếu phương pháp sàng lọc tạo ra các giá trị chưa kết luận được thì có thể cần phân tích thêm hoặc các hoạt động tiếp theo khác để đưa ra quyết định về sự tồn tại/không tồn tại cuối cùng.

3.2 Chữ viết tắt

AAS	Atomic Absorption Spectrometry	Phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử
C-IC	Combustion – Ion chromatography	Hệ thống sắc ký ion hóa ngọn lửa
CV-AAS	Cold Vapour Atomic Absorption Spectrometry	Phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử – kỹ thuật hóa hơi lạnh
CV-AFS	Cold Vapour Atomic Fluorescence Spectrometry	Phương pháp phổ huỳnh quang nguyên tử – kỹ thuật hóa hơi lạnh
EPA	Enviromental Protection Agency	Cơ quan Bảo vệ Môi trường
FRU	Field replaceable unit	Khối thay thế được tại hiện trường
GC-MS	Gas chromatography – mass spectrometry	Hệ thống sắc ký khí – Phép đo phổ khối lượng
GLP	Good laboratory practice	Thực hành tốt phòng thí nghiệm
HPLC-UV	High-performance liquid chromatography - ultraviolet	Hệ thống sắc ký lỏng hiệu suất cao – cực tím
IC	Ion Chromatography	Hệ thống sắc ký ion
IAMS	Ion attached mass spectrometry	Phương pháp phổ khối lượng gắn ion

ICP-MS	Inductively coupled plasma mass spectrometry	Phương pháp phổ khối lượng plasma cảm ứng
ICP-OES	Inductively coupled plasma optical emission spectrometry	Phương pháp phổ phát xạ quang plasma cảm ứng
IS	Internal standard	Nội chuẩn
IUPAC	International Union of Pure and Applied Chemistry	Liên minh quốc tế về hóa học thuần túy và hóa học ứng dụng
LOD	Limit of detection	Giới hạn phát hiện
LOQ	Limit of quantification	Giới hạn định lượng
MDL	Method detection limit	Giới hạn phát hiện của phương pháp
PBB	Polybrominated biphenyl	Hợp chất PBB
PBDE	Polybrominated biphenyl ether	Hợp chất PBDE
PBMS	Performance-based measurement system	Hệ thống đo dựa trên tính năng
PWB	Printed wiring board	Bảng mạch in đi dây
QC	Quality control	Kiểm soát chất lượng
UV-VIS	Ultraviolet-visible Spectroscopy	Phương pháp quang phổ cực tím-nhìn thấy
XRF	X-ray fluorescence	Huỳnh quang tia X

4 Phương pháp thử nghiệm – Tổng quan

4.1 Phạm vi ứng dụng

Các nội dung về phương pháp thử nghiệm để xác định mức độ của một số chất được nhóm thành hai bước quan trọng:

a) phương pháp thử nghiệm phân tích;

b) tiến hành trong phòng thí nghiệm.

Phương pháp thử nghiệm phân tích đã được xây dựng và có hiệu lực để đảm bảo sự phù hợp với mục tiêu. Thông thường, kết cấu của từng phương pháp thử nghiệm được trình bày theo ISO 78-2 nếu thích hợp, nghĩa là:

- Lời nói đầu
- Lời giới thiệu
- Tiêu đề
- Cảnh báo
- Phạm vi áp dụng
- Tài liệu viện dẫn
- Định nghĩa
- Nguyên tắc
- Các phản ứng

- Thuốc thử và vật liệu thử
- Thiết bị, dụng cụ
- Lấy mẫu
- Quy trình
- Tính toán
- Độ chụm
- Đảm bảo chất lượng và kiểm soát chất lượng
- Các trường hợp đặc biệt
- Báo cáo thử nghiệm
- Các phụ lục
- Thư mục tài liệu tham khảo

Bước tiến hành trong phòng thí nghiệm không được đề cập trong tiêu chuẩn này vì các phòng thí nghiệm có năng lực để thực hiện các phương pháp thử nghiệm được mô tả bằng cách sử dụng phương pháp thử nghiệm và các chuẩn được nêu trong các nguồn tài liệu khác. Bước tiến hành trong phòng thí nghiệm bao gồm các biện pháp đảm bảo chất lượng phù hợp và phương thức xác định tính hiệu lực nhằm chứng minh tính năng của phương pháp phân tích sử dụng thiết bị đo trong phòng thí nghiệm. Khuyến khích sử dụng hệ thống đảm bảo chất lượng ví dụ như thực hành tốt phòng thí nghiệm (GLP) và/hoặc sự công nhận các hệ thống phòng thử nghiệm quốc gia hoặc quốc tế tương tự (ví dụ như TCVN ISO/IEC 17025 (ISO/IEC 17025)).

4.2 Mẫu

Tiêu chuẩn này đề cập đến mẫu là đối tượng cần được xử lý và đo theo các phương pháp thử nghiệm để xác định mức độ của một số chất. Mẫu có thể là polyme, kim loại hoặc chất điện tử.

Tổ chức tiến hành các phương pháp thử nghiệm phải xác định mẫu và cách tạo ra mẫu theo các tài liệu quy định áp dụng được.

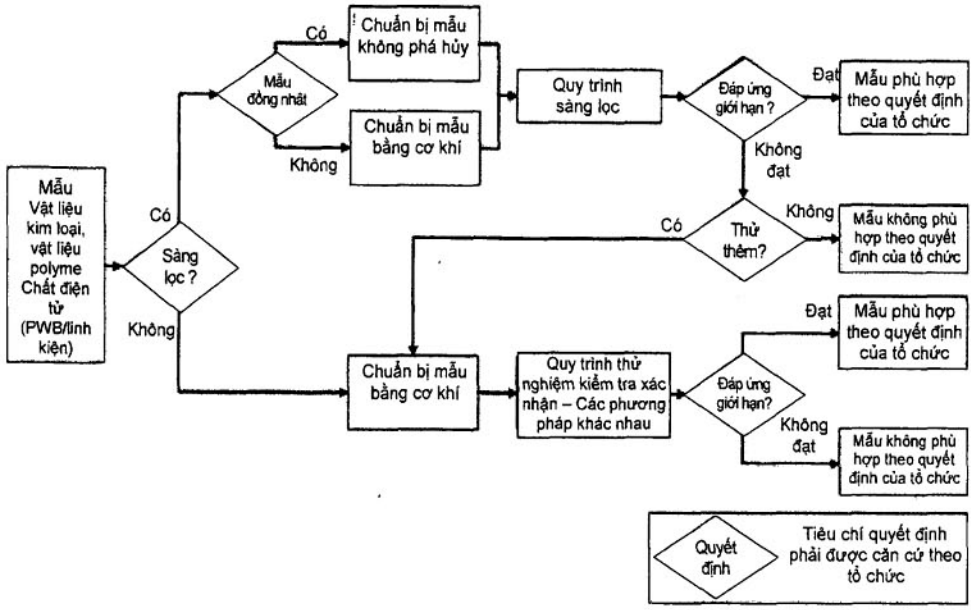
CHÚ THÍCH: Tổ chức có thể là tổ chức ủy nhiệm công việc hoặc tổ chức thực hiện công việc. Trong thực tế, người yêu cầu và người phân tích sẽ thỏa thuận về mẫu cần lấy.

Tổ chức có thể quyết định chuẩn bị một mẫu từ một vật liệu đồng nhất. Đối với loại mẫu này, các phương pháp thử nghiệm áp dụng cho kim loại hoặc polyme là đặc biệt phù hợp.

Tổ chức cũng có thể quyết định chuẩn bị mẫu từ một linh kiện điện tử, cụm lắp ráp điện tử hoặc FRU. Đối với loại mẫu này, phương pháp thử nghiệm áp dụng cho chất điện tử là đặc biệt phù hợp.

4.3 Phương pháp thử nghiệm – Lưu đồ

Hình 1 thể hiện một lưu đồ về các phương pháp thử nghiệm để xác định mức độ của một số chất trong sản phẩm kỹ thuật điện.



Hình 1 – Lưu đồ của phương pháp thử nghiệm

Sau khi thu được mẫu, cần quyết định xem sẽ sử dụng quy trình sàng lọc hay quy trình kiểm tra xác nhận bằng cách sử dụng các phương pháp thử nghiệm khác nhau.

Việc sử dụng thuật ngữ "sàng lọc" đối với việc đánh giá một số chất (ví dụ như chì, cadimi, crom VI, v.v...) trong thiết bị điện và điện tử, được sử dụng rộng rãi khi liên quan đến các phương pháp thử nghiệm phân tích. Phương pháp sàng lọc cung cấp cho người phân tích một cách tiếp cận thuận tiện để đánh giá về sự tồn tại hoặc định lượng của (các) chất trong các mẫu. Sàng lọc có thể sử dụng phương pháp định tính hoặc nửa định lượng. Trong một vài trường hợp, cho phép sử dụng phương pháp định lượng cho mục đích sàng lọc nếu (các) chất thực tế được nhắm tới là khó phân tích được trực tiếp (ví dụ như crom VI).

Tuy nhiên, tùy thuộc vào các kết quả sàng lọc, có thể cần sử dụng các phương pháp phân tích bổ sung để kiểm tra một cách rõ ràng về sự tồn tại hoặc định lượng của một số chất. Phương pháp phân tích cuối cùng này được đưa ra như phương pháp kiểm tra xác nhận.

Trong khi phương pháp phổ huỳnh quang tia X (XRF) là phương pháp thường được kết hợp với phương thức sàng lọc nhưng không bị giới hạn ở kỹ thuật đo phân tích này. Người sử dụng bộ tiêu chuẩn họ này sẽ hiểu rằng có thể sử dụng nhiều kỹ thuật đo cho mục đích "sàng lọc".

Sàng lọc ví dụ như đối với crom VI (Cr VI), có thể được thực hiện bằng phép đo crom tổng bằng cách sử dụng phương pháp phân tích XRF không phá hủy. Tương tự, phép phân tích crom tổng có thể được thực hiện bằng phân tích phá hủy sử dụng phương pháp đo plasma cảm ứng. Cả hai phép đo có thể được sử dụng hiệu quả để đánh giá về sự tồn tại hoặc định lượng của crom VI vì hàm lượng của dạng hóa trị VI có thể không lớn hơn giá trị hàm lượng crom tổng.

Tương tự như vậy, phép đo brom tổng sử dụng phương pháp phân tích XRF không phá hủy hoặc phương pháp C-IC có thể được sử dụng theo cách tương tự. Cả hai phép đo này có thể được sử dụng một cách hiệu quả để đánh giá về sự tồn tại hoặc định lượng (PBB) hoặc (PBDE) trong một mẫu khi hàm lượng brom tổng liên quan đến thành phần cấu tạo của các hợp chất này.

Tuy nhiên, trong cả hai ví dụ trên, việc phát hiện mức độ thành phần tổng tăng lên đòi hỏi các phân tích phương pháp kiểm tra xác nhận bổ sung (ví dụ như kỹ thuật UV-VIS hoặc GC-MS) để xác nhận sự có mặt hoặc định lượng của crom VI (Cr IV) hoặc các dạng hợp chất PBB/PBDE.

Do đó, có thể nhận thấy rằng người phân tích cẩn thận có thể sử dụng một cách hiệu quả các quy trình sàng lọc khác nhau để đạt được kết quả tương tự.

Quy trình sàng lọc có thể được thực hiện bằng cách đo trực tiếp mẫu (chuẩn bị mẫu không phá hủy) hoặc bằng cách phá hủy mẫu để làm cho nó đồng đều (chuẩn bị mẫu bằng cơ khí). Quyết định này phải được tạo ra bằng cách phán đoán tính chất đồng đều của mẫu. Việc sàng lọc các mẫu đại diện của nhiều mẫu đồng đều (ví dụ như polyme, hợp kim, thủy tinh) có thể được tiến hành theo cách không phá hủy, trong khi đối với nhiều mẫu phức tạp khác (ví dụ như FRU), việc chuẩn bị mẫu bằng cơ khí có thể là một giải pháp thích hợp. Đối với cả quy trình sàng lọc và quy trình thử nghiệm kiểm tra xác nhận, việc chuẩn bị mẫu bằng cơ khí là như nhau.

Các quy trình thử nghiệm kiểm tra xác nhận thường được sử dụng để xác nhận sự tồn tại hoặc định lượng của một số chất đang quan tâm có liên quan sau khi đã thực hiện quy trình sàng lọc (ví dụ như để xác định xem nguồn của brom "sàng lọc được" là từ hợp chất brom đang quan tâm). Một cách khác, các quy trình thử nghiệm kiểm tra xác nhận có thể được tiến hành độc lập với quy trình sàng lọc.

Các quy trình kiểm tra xác nhận thường được tiến hành sau khi chuẩn bị mẫu bằng cơ khí và chuẩn bị mẫu bằng hóa học bằng cách sử dụng các phương pháp thử nghiệm khác nhau phù hợp với các chất đang quan tâm và mẫu có thể là polyme, kim loại hoặc chất điện tử.

Bảng 1 và Bảng 2 đưa ra tổng quan về các phương pháp thử nghiệm sàng lọc/kiểm tra xác nhận điển hình, được mô tả chi tiết trong các phần riêng biệt về phương pháp thử nghiệm các chất trong tiêu chuẩn này.

Bảng 1 – Tổng quan về các thành phần của quy trình sàng lọc và quy trình thử nghiệm kiểm tra xác nhận điển hình – Chuẩn bị

Quy trình	Chuẩn bị mẫu	Polyme	Kim loại	Chất điện tử (PWB/linh kiện)
Chuẩn bị mẫu	Không phá hủy	Không chuẩn bị	Không chuẩn bị	Không chuẩn bị
	Chuẩn bị mẫu bằng cơ khí	Xay hoặc nghiền	Xay hoặc nghiền	Xay hoặc nghiền
	Chuẩn bị mẫu bằng hóa học	• Chiết xuất dung dịch/kiềm • Ngâm axit • Tro khô • Chiết xuất bằng dung môi hữu cơ • Đốt cháy/chiết • Hỗn hống vàng nóng	Ngâm axit	• Chiết xuất dung dịch/kiềm • Ngâm axit • Chiết xuất bằng dung môi hữu cơ • Đốt cháy/ ion chiết xuất

Bảng 2 – Tổng quan về các thành phần của quy trình sàng lọc và quy trình thử nghiệm kiểm tra xác nhận điển hình – Loại chất

Quy trình	Loại chất	Polyme	Kim loại	Chất điện tử (PWB/linh kiện)
Phép đo phân tích	Thành phần hữu cơ (ví dụ như PBDE)	• GC-MS • IAMS • HPLC-UV	Không áp dụng	• GC-MS • IAMS • HPLC-UV
	Brom sơ cấp	• XRF • IC	Không áp dụng	• XRF • IC
	Gốc ion (ví dụ như Cr VI)	Phép đo màu/UV-VIS	Phép đo màu/UV-VIS	Phép đo màu
	Phân tích (kim loại) sơ cấp (ví dụ như Pb, Cd)	XRF, AAS, CV-AAS, CV-AFS, ICP-OES và ICP-MS		

Sau khi đã tiến hành quy trình kiểm tra xác nhận, phải đưa ra quyết định xem mẫu có đáp ứng các giới hạn được căn cứ theo tiêu chí của tổ chức đối với một số chất.

4.4 Đảm bảo chất lượng và kiểm soát chất lượng

Nếu áp dụng được, các điều khoản về đảm bảo và kiểm soát chất lượng trong các tiêu chuẩn về phương pháp thử nghiệm riêng rẽ phải bao gồm các yêu cầu của mẫu kiểm soát liên quan đến tần suất thử nghiệm và tiêu chí chấp nhận. Các điều khoản này cũng phải bao gồm các vấn đề về phương pháp kiểm soát chất lượng cụ thể liên quan đến xác định các giới hạn phát hiện (LOD) và giới hạn định lượng (LOQ). Trong trường hợp áp dụng được, phần nội dung LOD và LOQ phải nhất quán với các mô tả trong 4.7. Ví dụ về các vấn đề về kiểm soát chất lượng theo phương pháp cụ thể khác bao gồm các yêu cầu đối với phương pháp mẫu trắng, các chuẩn kiểm tra hiệu chuẩn, mẫu thêm chuẩn hoặc mẫu chuẩn đồng hành, phản ứng nội chuẩn và tương tự.

4.5 Dung dịch mẫu trắng

Trong trường hợp áp dụng được, các điều khoản về độ chụm của các tiêu chuẩn phương pháp thử nghiệm riêng rẽ phải bao gồm các nội dung về khả năng lặp lại và khả năng tái lập (xem Phụ lục B của TCVN 6900-2:2001 (ISO 78-2:1999)) được hỗ trợ bằng dữ liệu thống kê thu được từ sự nghiên cứu liên phòng thử nghiệm hoặc tương đương.

4.6 Điều chỉnh theo chất nền

Phương pháp thử nghiệm đối với một số chất nhất định tồn tại ở mức tương đối thấp giữa các thành phần hoặc hợp chất hóa học ở hàm lượng tương đối cao, hoặc các chất thể hiện thành phần chính của mẫu, thường rất phụ thuộc vào vật liệu hoặc chất nền. Do đó, các phương pháp thử nghiệm phải được điều chỉnh theo các vật liệu cần thử nghiệm, bằng cách đưa mẫu trắng thích hợp và mẫu hiệu chuẩn điều chỉnh theo chất nền hoặc bằng bước chuẩn bị để tách riêng chất phân tích từ các vật liệu kết dính hoặc chất nền chính. Các loại vật liệu chính (hoặc các chất nền) trong thiết bị điện tử là các hợp chất cao phân tử (hầu hết các hợp chất cao phân tử kỹ thuật chứa các chất phụ gia và đôi khi có các bề mặt được tráng phủ), kim loại hoặc hợp kim (chúng cũng có thể được tráng phủ), và chất điện tử. Sự điều chỉnh theo chất nền có thể là khó đối với sản phẩm điện tử.

4.7 Giới hạn phát hiện (LOD) và giới hạn định lượng (LOQ)

Ở dạng đơn giản nhất, giới hạn phát hiện (LOD) hoặc giới hạn phát hiện phép đo (MDL) thường được mô tả là lượng hoặc hàm lượng thấp nhất của chất phân tích trong một mẫu thử mà có thể được phân biệt một cách chắc chắn với "không" đối với một hệ thống đo cho trước.

Giới hạn phát hiện của thiết bị đo thể hiện khả năng của một thiết bị đo khi phân biệt hàm lượng thấp của chất phân tích với "không" trong một dung dịch mẫu trắng hoặc tiêu chuẩn, và các nhà chế tạo sử dụng các giới hạn này để chứng tỏ khả năng đo của một hệ thống (ví dụ như thiết bị đo phổ hấp thụ nguyên tử). Trong khi các giới hạn phát hiện của thiết bị đo là hữu ích thì các giới hạn này thường thấp hơn đáng kể so với giới hạn phát hiện đại diện cho một quá trình đo phân tích hoàn chỉnh.

Các giới hạn phát hiện của phương pháp phân tích hoàn chỉnh được xác định phù hợp hơn cả về thực nghiệm bằng cách thực hiện các phép đo lặp, độc lập trên các chất nền mẫu mức thấp hoặc mạnh (ví dụ như chất dẻo) được tiến hành thông qua toàn bộ quy trình thử nghiệm, kể cả việc phá triết mẫu hoặc chiết tách mẫu. Tối thiểu sáu mẫu lặp và hàm lượng chất phân tích từ 3 đến 5 lần giới hạn phát hiện trong phương pháp ước lượng được xem là phù hợp đối với phép phân tích này. Giới hạn phát hiện của phương pháp hoàn chỉnh đối với toàn bộ quy trình thử nghiệm được xác định bằng cách nhân độ lệch chuẩn của các mẫu lặp với một hệ số thích hợp. IUPAC khuyến cáo hệ số là 3 đối với tối thiểu sáu mẫu lặp, trong khi EPA sử dụng khoảng tin cậy một phía với bội số bằng với giá trị t Student được chọn cho số lượng các mẫu lặp và mức độ tin cậy (ví dụ như t = 3,36 đối với 6 mẫu lặp cho độ tin cậy 99 %).

CHÚ THÍCH: Ví dụ về phép tính mô phỏng được cho trong Phụ lục A.

Giới hạn định lượng (LOQ) hoặc giới hạn định lượng ước lượng đối với một hệ thống đo cho trước thường được mô tả là hàm lượng thấp nhất có thể được xác định chắc chắn nằm trong các giới hạn quy định hoặc giới hạn chấp nhận được về độ chụm trong điều kiện làm việc thường xuyên của phòng thí nghiệm. Giới hạn về độ chụm chấp nhận được thường được xác định bằng 10 % độ lệch chuẩn tương đối hoặc được biểu diễn một cách đơn giản là một hệ số cố định (từ 2 đến 10) của giới hạn phát hiện của phương pháp.

4.8 Báo cáo thử nghiệm

Công việc được tiến hành trong phòng thí nghiệm phải được đưa vào báo cáo, thể hiện chính xác, rõ ràng và không mập mờ các kết quả thử nghiệm và thông tin liên quan khác. Mỗi báo cáo thử nghiệm phải gồm tối thiểu thông tin dưới đây:

a) tên, địa chỉ và vị trí của phòng thí nghiệm bất kỳ liên quan đến phân tích và tên của người thực hiện;

b) ngày nhận mẫu và (các) ngày thực hiện (các) thử nghiệm;

c) số seri của báo cáo (ví dụ như một dãy số) và của từng trang và tổng số trang của báo cáo thử nghiệm;

d) mô tả và nhận dạng mẫu, kể cả mô tả về sản phẩm bất kỳ đã bị tháo dỡ để thu được mẫu thử;

e) số hiệu của tiêu chuẩn này, phương pháp được sử dụng hoặc tương đương dựa theo tính năng (kể cả (các) phương pháp và thiết bị phá triết mẫu);

f) giới hạn phát hiện (LOD) hoặc giới hạn định lượng (LOQ);

g) kết quả của thử nghiệm được tính bằng miligram/kilogram (mg/kg) trong các mẫu được thử;

h) các chi tiết không được quy định trong tiêu chuẩn này là tùy chọn và các hệ số bất kỳ khác có thể ảnh hưởng đến kết quả. Sai lệch bất kỳ, theo thỏa thuận hoặc không, so với quy trình thử nghiệm được quy định tại tiêu chuẩn này.

Các kết quả của tất cả các thử nghiệm kiểm soát chất lượng (QC) (ví dụ như các kết quả từ phương pháp mẫu trắng, mẫu thêm chuẩn, v.v...) và danh sách các mẫu chuẩn được sử dụng và nguồn gốc của chúng phải có sẵn khi có yêu cầu.

Các hiệu chỉnh hoặc bổ sung vào báo cáo thử nghiệm sau khi công bố chỉ được thực hiện trong các tài liệu bổ sung được đánh dấu thích hợp, ví dụ "sửa đổi trong báo cáo thử nghiệm có số seri XXX" (hoặc được nhận dạng khác), và phải đáp ứng các yêu cầu liên quan từ 4.2 đến 4.6).

4.9 Phương pháp thử nghiệm thay thế

Phương pháp thử nghiệm thay thế, phương pháp phá triết mẫu hoặc kỹ thuật phân tích có thể được sử dụng ngay khi hiệu quả tính năng đã được công nhận theo tiêu chí của PBMS, được tham chiếu trong các điều khoản kiểm soát chất lượng của phương pháp thử nghiệm. Sai lệch bất kỳ với các phương pháp thử nghiệm được mô tả phải được đánh giá và nêu trong báo cáo thử nghiệm.

Phụ lục A

(tham khảo)

Giới hạn phát hiện (LOD) hoặc giới hạn phát hiện của phương pháp (MDL) – Ví dụ tính toán

Mẫu có chứa một lượng (~9,5 mg/kg) cadimi xấp xỉ 3 đến 5 lần ước lượng giới hạn phát hiện của phương pháp (~2 mg/kg) được phá triết mẫu và đo định lượng riêng rẽ 9 lần. Các kết quả được thể hiện trong Bảng A.1

Bảng A.1 – Các kết quả thực nghiệm

Số mẫu lặp (phá triết)	Hàm lượng cadimi đo được mg/kg
1	9,49
2	10,20
3	9,79
4	9,44
5	9,42
6	9,80
7	9,94
8	8,89
9	10,20

Giới hạn phát hiện (LOD) hoặc giới hạn phát hiện của phương pháp (MDL) đã được xác định bằng cách sử dụng giá trị t Student (t thống kê) thích hợp và công thức được thể hiện trong Bảng A.2 và công thức (A.1).

Bảng A.2 – Giá trị t Student (t thống kê)

Số lượng mẫu	t thống kê (n-1, α = 0,99)
3	6,96
4	4,54
5	3,75
6	3,36
7	3,14
8	3,00
9	2,90
10	2,82

$$\text{LOD hoặc MDL} = \text{t thống kê} \times \text{độ lệch chuẩn } (s_{n-1}) \qquad (A.1)$$

Giới hạn định lượng (LOQ) hoặc giới hạn định lượng ước lượng được thể hiện bằng hệ số cố định (5) của giới hạn phát hiện (LOD) hoặc giới hạn phát hiện của phương pháp (MDL) như thể hiện trong Bảng A.3.

Bảng A.3 – Kết quả tính toán

Trung bình	9,69 mg/kg
t thống kê (n-1, α = 0,99)	2,90
Độ lệch chuẩn (s_{n-1})	0,42 mg/kg
LOD hoặc MDL	1,22 mg/kg
LOD @ 5x MDL	6,09 mg/kg

Căn cứ vào các kết quả tính toán, LOD được ước tính là 1,2 mg/kg và LOQ được ước tính là 6,0 mg/kg.

Thư mục tài liệu tham khảo

[1] IEC/TR 62476:2010, *Guidance for evaluation of product with respect to substance-use restrictions in electrical and electronic products (Hướng dẫn đánh giá sản phẩm liên quan đến việc hạn chế sử dụng các chất trong sản phẩm điện và điện tử)*

[2] IEC Guide 114:2005, *International Electrotechnical Vocabulary (IEV) - Part 114: Electrochemistry (Từ vựng kỹ thuật điện quốc tế (IEV) – Phần 114: Phép đo điện hóa)*

[3] TCVN 6910-1:2001 (ISO 5725-1:1994), *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 1: Nguyên lý và định nghĩa chung)*

Bổ sung tài liệu viện dẫn không được trích dẫn

ISO 5725 (all part), *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results (Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo)*

IEC 60730-1:2010, *Automatic electrical control for household and similar use – Part 1: General requirements (Cơ cấu điều khiển điện tự động dùng trong gia đình và mục đích sử dụng tương tự - Phần 1: Yêu cầu chung)*

IEC/TS 62239:2008, *Process management for avionics – Preparation of an electronic components management plan (Quản lý quá trình trong điện tử hàng không – Chuẩn bị kế hoạch quản lý các thành phần điện tử)*

ISO 6206, *Chemical products for industrial use – Sampling – Vocabulary (Sản phẩm hóa học dùng trong công nghiệp – Lấy mẫu – Từ vựng)*

TCVN 9595-3 (ISO/IEC Guide 98-3), *(Độ không đảm bảo đo – Phần 3: Hướng dẫn trình bày độ không đảm bảo đo)*

TCVN 6165:2009 (ISO/IEC Guide 99: 2007), *Từ vựng quốc tế về đo lường học - Khái niệm, thuật ngữ chung cơ bản (VIM))*

TCVN 8890 (ISO/Guide 30), *Reference materials — Selected terms and definitions (Mẫu chuẩn – Thuật ngữ và định nghĩa)*

TCVN 8891 (ISO GUIDE 32), *Hiệu chuẩn trong hóa phân tích và sử dụng các mẫu chuẩn được chứng nhận*