

Đ**L****V****N** 372 : 2020

**PHƯƠNG TIỆN ĐO QUANG PHỔ TỬ NGOẠI-KHẢ KIẾN
QUY TRÌNH KIỂM ĐỊNH**

UV-Vis spectrophotometer – Verification procedure

HÀ NỘI - 2020

Lời nói đầu:

ĐLVN 372 : 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.

Phương tiện đo quang phổ tử ngoại-khả kiến Quy trình kiểm định

UV-Vis spectrophotometer – Verification procedure

1 Phạm vi áp dụng

Văn bản kỹ thuật này quy định quy trình kiểm định ban đầu, kiểm định định kỳ và kiểm định sau sửa chữa đối với các phương tiện đo quang phổ tử ngoại-khả kiến (sau đây gọi là phương tiện đo quang phổ UV-Vis) trong vùng bước sóng (200 ÷ 900) nm, độ chính xác bước sóng $\geq 0,3$ nm; độ hấp thụ (0 ÷ 2,0) Abs, độ chính xác độ hấp thụ ≥ 5 mAbs; độ truyền qua ($10^0 \div 10^2$) Abs, độ chính xác độ truyền qua $\geq 0,4$ %.

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 khối 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: $\tau = \frac{\phi_{tr}}{\phi_0}$). Trong đó ϕ_0 là phần thông lượng bức xạ sáng chiếu tới, ϕ_{tr} là phần thông lượng bức xạ truyền qua khối 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 kiểm định

Phải lần lượt tiến hành các phép kiểm định ghi trong bảng 1.

Bảng 1

TT	Tên phép kiểm định	Theo điều, mục của ĐLVN	Chế độ kiểm định		
			Ban đầu	Định kỳ	Sau sửa chữa
1	Kiểm tra bên ngoài	7.1	+	+	+
2	Kiểm tra kỹ thuật	7.2	+	+	+
3	Kiểm tra đo lường	7.3			
3.1	Kiểm tra độ chính xác bước sóng	7.3.1	+	+	+
3.2	Kiểm tra độ chính xác độ hấp thụ	7.3.2	+	+	+

4 Phương tiện kiểm định

Các phương tiện dùng để kiểm định được nêu trong bảng 2.

Bảng 2

TT	Tên phương tiện dùng để kiểm định	Đặc trưng kỹ thuật đo lường cơ bản	Áp dụng cho điều mục của quy trình
1	Chuẩn đo lường		
1.1	Bộ chuẩn bước sóng	- Phạm vi đo bước sóng: (200 ÷ 900) nm - Độ không đảm bảo đo $U_{95} \leq 0,2$ nm.	6; 7
1.2	Bộ chuẩn truyền qua (Bộ chuẩn độ hấp thụ)	- Độ hấp thụ: + Phạm vi đo độ hấp thụ: (0 ÷ 2) Abs trong vùng bước sóng: (200 ÷ 900) nm + Độ không đảm bảo đo $U_{95} \leq 4$ mAbs - Độ truyền qua: + Phạm vi đo độ truyền qua: (10 ⁰ ÷ 10 ²) % trong vùng bước sóng: (200 ÷ 900) nm + Độ không đảm bảo đo $U_{95} \leq 0,3$ %	6; 7
2	Phương tiện phụ		
2.1	Các thiết bị phụ trợ	Hộp đựng chuyên dụng, vải cotton, chổi tóc mềm. găng tay, khẩu trang, giấy chuyên dụng.	6

5 Điều kiện kiểm định

Khi tiến hành kiểm định, phải đảm bảo các điều kiện môi trường sau đây:

- Nhiệt độ: $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$;
- Độ ẩm: $\leq 85 \% \text{ R.H.}$

6 Chuẩn bị kiểm định

Trước khi tiến hành kiểm định phải thực hiện các công việc chuẩn bị sau đây:

6.1 Chuẩn bị các bộ chuẩn

Các bộ chuẩn được lau sạch bằng giấy chuyên dùng lau thấu kính quang học và chổi tóc mềm. Sau khi bộ chuẩn được lau sạch sẽ đặt lên khay.

6.2 Chuẩn bị phương tiện đo quang phổ UV-Vis

Bật phương tiện đo quang phổ UV-Vis và để ổn định trước khi tiến hành kiểm định ít nhất 30 phút.

7 Tiến hành kiểm định

7.1 Kiểm tra bên ngoài

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

7.1.1 Ký, nhãn hiệu: phương tiện đo quang phổ phải thể hiện ký, nhãn hiệu và hãng sản xuất.

7.1.2 Vỏ bảo vệ của phương tiện đo không bị nứt vỡ, các bộ phận cấu thành nên phương tiện đo quang phổ UV-Vis không bị vỡ, hỏng.

Phương tiện đo quang phổ UV-Vis không thỏa mãn các yêu cầu kiểm tra bên ngoài không được kiểm tra tiếp.

7.2 Kiểm tra kỹ thuật

Phải kiểm tra kỹ thuật theo các yêu cầu sau đây:

- Tiến hành kiểm tra trạng thái hoạt động bình thường và các chức năng kỹ thuật, các tính năng của phương tiện đo quang phổ UV-Vis cần kiểm định theo đúng tài liệu kỹ thuật của phương tiện đo.

7.3 Kiểm tra đo lường

Phương tiện đo quang phổ UV-Vis được kiểm tra đo lường theo phương pháp, trình tự và yêu cầu sau đây:

7.3.1 Kiểm tra độ chính xác bước sóng

7.3.1.1 Chọn dải phổ quét của phương tiện đo quang phổ UV-Vis, khoảng bước sóng chạy (step), độ rộng phổ, chế độ đo độ hấp thụ (Abs mode) và tiến hành chạy chế độ quét đường nền (baseline hoặc zero).

7.3.1.2 Sau khi thực hiện chế độ quét đường nền (baseline hoặc zero) xong. Tiến hành đặt chuẩn bước sóng vào vị trí gá mẫu (sample holder) của phương tiện đo quang phổ UV-Vis.

7.3.1.3 Thực hiện chế độ quét (scan mode).

7.3.1.4 Sau khi thực hiện phép đo, tiến hành xác định các đỉnh bước sóng (điểm bước sóng mà tại đó độ hấp thụ đạt giá trị cực đại) theo đặc trưng kỹ thuật của bộ chuẩn trong dải phổ đã thiết lập trước đó, từ đó xác định được các đỉnh bước sóng tương ứng và ghi lại kết quả đo được. Kiểm tra tối thiểu 05 đỉnh bước sóng được phân bố đều trong dải phổ (200 ÷ 900) nm.

7.3.1.5 Thực hiện 5 lần phép đo và tính giá trị trung bình kết quả đo được tại các đỉnh bước sóng xác định được.

7.3.1.6 So sánh các giá trị trung bình được xác định từ phương tiện đo quang phổ UV-Vis với giấy chứng nhận của bộ chuẩn bước sóng, từ đó xác định sai số bước sóng của phương tiện đo.

Sai số bước sóng của phương tiện đo quang phổ UV-Vis được xác định theo biểu thức sau:

$$\Delta\lambda = \lambda_{tb} - \lambda_s \quad (\text{nm}) \quad (1)$$

Trong đó:

+ λ_s : Giá trị bước sóng chuẩn của bộ chuẩn bước sóng.

+ λ_{tb} : Giá trị bước sóng trung bình đo được.

7.3.1.7. Sai số bước sóng của phương tiện đo quang phổ UV-Vis tại tất cả các điểm kiểm tra nếu không lớn hơn sai số bước sóng cho phép của phương tiện đo quang phổ UV-Vis cần kiểm định (theo đặc trưng kỹ thuật của phương tiện đo) thì phương tiện đo đó đạt chỉ tiêu về sai số bước sóng.

7.3.2 Kiểm tra độ chính xác độ hấp thụ

7.3.2.1 Chọn dải phổ quét của phương tiện đo quang phổ UV-Vis, khoảng bước sóng chạy (step), độ rộng phổ, chế độ đo độ hấp thụ (Abs mode) và tiến hành chạy chế độ quét đường nền (baseline hoặc zero).

7.3.2.2 Sau khi thực hiện chế độ quét đường nền (baseline hoặc zero) xong. Tiến hành đặt tấm chuẩn độ hấp thụ vào vị trí gá mẫu (sample holder) của phương tiện đo quang phổ UV-Vis.

7.3.2.3 Thực hiện chế độ quét (scan mode).

7.3.2.4 Sau khi thực hiện phép đo, tiến hành xác định các giá trị độ hấp thụ tại các bước sóng phân bố đều trong dải phổ (200 ÷ 900) nm theo đặc trưng kỹ thuật của tấm chuẩn độ hấp thụ trong dải phổ đã đặt, từ đó xác định được giá trị độ hấp thụ tại các bước sóng tương ứng và ghi lại kết quả đo được. Tiến hành kiểm tra ít nhất tại 03 giá trị độ hấp thụ phân bố trong phạm vi (0 ÷ 2) Abs.

7.3.2.5 Thực hiện lặp lại 5 lần phép đo và tính giá trị trung bình kết quả đo được độ hấp thụ tại các bước sóng tương ứng.

7.3.2.6 So sánh kết quả giá trị trung bình đo được từ phương tiện đo quang phổ UV-Vis với giấy chứng nhận của bộ chuẩn độ hấp thụ, từ đó xác định sai số phép đo độ hấp thụ của phương tiện đo quang phổ UV-Vis.

Sai số phép đo độ hấp thụ của phương tiện đo quang phổ UV-Vis được xác định theo biểu thức sau:

$$\Delta A(\lambda) = A_{tb}(\lambda) - A_s(\lambda) \quad (\text{Abs}) \quad (2)$$

Trong đó:

- + $A_s(\lambda)$: Giá trị độ hấp thụ chuẩn tại bước sóng λ của bộ chuẩn độ hấp thụ.
- + $A_{tb}(\lambda)$: Giá trị độ hấp thụ trung bình đo được tại bước sóng λ .

7.3.2.7. Sai số độ hấp thụ của phương tiện đo quang phổ UV-Vis tại tất cả các điểm kiểm tra nếu không lớn hơn sai số độ hấp thụ cho phép của phương tiện đo quang phổ UV-Vis cần kiểm định (theo đặc trưng kỹ thuật của phương tiện đo của nhà sản xuất) thì phương tiện đo đó đạt chỉ tiêu về sai số độ hấp thụ.

8 Xử lý chung

8.1 Phương tiện đo quang phổ tử ngoại – khả kiến sau khi kiểm định nếu đạt các yêu cầu quy định theo quy trình kiểm định này được niêm phong cơ cấu chỉnh và cấp chứng chỉ kiểm định (tem kiểm định, dấu kiểm định, giấy chứng nhận kiểm định ...) theo quy định.

8.2 Phương tiện đo quang phổ tử ngoại – khả kiến sau khi kiểm định nếu không đạt một trong các yêu cầu quy định của quy trình kiểm định này thì không được cấp chứng chỉ kiểm định mới và xóa dấu kiểm định cũ (nếu có).

8.3 Chu kỳ kiểm định của phương tiện đo quang phổ tử ngoại - khả kiến: 12 tháng.

Tên cơ quan kiểm định
.....

BIÊN BẢN KIỂM ĐỊNH
Số:

Tên phương tiện đo:

Kiểu: Số :

Cơ sở sản xuất: Năm sản xuất :

Đặc trưng kỹ thuật:

Chuẩn, thiết bị chính được sử dụng:

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 :.....

Chế độ kiểm định: Ban đầu Định kỳ Sau sửa chữa

KẾT QUẢ KIỂM ĐỊNH

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. Kiểm tra độ chính xác bước sóng:

TT	Kết quả kiểm tra sai số bước sóng								Kết luận	
	Giá trị của các lần đo					Giá trị trung bình	Giá trị chuẩn	Sai số	Đạt	Không đạt
	Lần 1	Lần 2	Lần 3	Lần 4	Lần 5					
	nm	nm	nm	nm	nm	nm	nm	nm		
1										
2										
3										
4										
5										

3.2. Kiểm tra độ chính xác độ hấp thụ:

TT	Kết quả kiểm tra sai số độ hấp thụ tại bước sóng $\lambda = \dots$								Kết luận	
	Giá trị của các lần đo					Giá trị trung bình	Giá trị chuẩn	Sai số	Đạt	Không đạt
	Lần 1	Lần 2	Lần 3	Lần 4	Lần 5					
	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs		
1										
2										
3										

Kết luận: Đạt Không đạt

4. Kết luận:

Người soát lại

Người thực hiện