

Số: 37/2015/TT-BTNMT

Hà Nội, ngày 30 tháng 6 năm 2015

THÔNG TƯ

**Quy định kỹ thuật về kiểm tra nội bộ phòng thí nghiệm
trong phân tích mẫu địa chất, khoáng sản rắn**

Căn cứ Luật khoáng sản số 60/2010/QH12 ngày 17 tháng 11 năm 2010;

Căn cứ Nghị định số 15/2012/NĐ-CP ngày 09 tháng 3 năm 2012 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật khoáng sản;

Căn cứ Nghị định số 21/2013/NĐ-CP 04 tháng 3 năm 2013 của Chính phủ quy định chức năng, nhiệm vụ, quyền hạn và cơ cấu tổ chức của Bộ Tài nguyên và Môi trường;

Theo đề nghị của Tổng cục trưởng Tổng cục Địa chất và Khoáng sản Việt Nam, Vụ trưởng Vụ Khoa học và Công nghệ và Vụ trưởng Vụ Pháp chế;

Bộ trưởng Bộ Tài nguyên và Môi trường ban hành Thông tư quy định kỹ thuật về kiểm tra nội bộ phòng thí nghiệm trong phân tích mẫu địa chất, khoáng sản rắn.

Chương I

QUY ĐỊNH CHUNG

Điều 1. Phạm vi điều chỉnh

Thông tư này quy định về công tác kiểm tra chất lượng phân tích định lượng mẫu địa chất, khoáng sản rắn trong nội bộ phòng thí nghiệm, phục vụ hoạt động điều tra cơ bản địa chất về khoáng sản, thăm dò khoáng sản.

Điều 2. Đối tượng áp dụng

Thông tư này áp dụng với cơ quan quản lý nhà nước về khoáng sản; tổ chức, cá nhân tham gia hoạt động khoáng sản và các phòng thí nghiệm thực hiện phân tích mẫu địa chất, khoáng sản rắn.

Điều 3. Giải thích từ ngữ

Trong Thông tư này các thuật ngữ dưới đây được hiểu như sau:

1. *Kiểm tra nội bộ phòng thí nghiệm* là hình thức kiểm tra độ lặp lại của kết quả phân tích định lượng bằng cách đánh giá sai số ngẫu nhiên giữa kết quả phân tích mẫu kiểm tra và mẫu cơ bản.

Kiểm tra nội bộ phòng thí nghiệm được tiến hành bằng các hình thức: kiểm tra song song, kiểm tra đối song, kiểm tra bằng mẫu chuẩn, kiểm tra phân tích liên phòng thí nghiệm.

2. *Kiểm tra song song* là hình thức phòng thí nghiệm tự kiểm tra, áp dụng cho người phân tích khi phân tích lô mẫu cơ bản, lô mẫu kiểm tra đối song.

3. *Kiểm tra đối song trong nội bộ phòng thí nghiệm* là hình thức kiểm tra kết quả phân tích do hai người phân tích thực hiện cùng phương pháp trong điều kiện độc lập hoặc bằng hai phương pháp khác nhau với cùng một mẫu.

4. *Kiểm tra bằng mẫu chuẩn* là hình thức phòng thí nghiệm tự kiểm tra bằng cách đưa thêm mẫu chuẩn thích hợp vào lô mẫu phân tích.

5. *Kiểm tra phân tích liên phòng thí nghiệm* là việc kiểm tra kết quả phân tích của các phòng phân tích thí nghiệm khác nhau.

6. *Lô mẫu* là tập mẫu được gửi đồng thời với cùng một yêu cầu phân tích; một lô mẫu không quá 30 mẫu.

7. *Mẫu cơ bản* là mẫu đã được gia công, được lấy ra một phần đại diện để phân tích theo yêu cầu của người gửi mẫu.

8. *Mẫu lưu phân tích* là mẫu đã được gia công đạt yêu cầu phân tích và là phần còn lại sau khi đã lấy mẫu để phân tích.

Chương II

QUY ĐỊNH VỀ KỸ THUẬT

Điều 4. Quy định chung về lấy mẫu kiểm tra

1. Mẫu phân tích cơ bản, mẫu kiểm tra song song, mẫu kiểm tra đối song phải được gia công đạt yêu cầu phân tích.

2. Mẫu kiểm tra song song được lấy từ mẫu cơ bản. Mẫu kiểm tra song song trong một lô mẫu phải có kích thước, hình dạng, khối lượng như nhau. Mẫu kiểm tra được đánh số hoặc ký hiệu, giữ bí mật với người phân tích và xếp xen kẽ với mẫu cơ bản.

4. Mẫu kiểm tra nội bộ phòng thí nghiệm được lấy theo quy định sau:

Số TT	Số mẫu cơ bản có trong lô	Số mẫu kiểm tra song song	Số mẫu đối song	Số mẫu chuẩn kèm theo
1	$2 \div 8$	2	1	1
2	$9 \div 15$	3	2	1
3	$16 \div 30$	6	3	1

Điều 5. Kiểm tra song song

1. Mục đích của việc phân tích mẫu kiểm tra song song để đánh giá độ lặp lại các kết quả phân tích do một người thực hiện nhằm phát hiện và loại trừ các kết quả phân tích mắc phải sai số thô.

2. Phân tích kiểm tra song song phải thực hiện trong cùng một điều kiện với mẫu cơ bản.

3. Đối chiếu, xử lý kết quả phân tích kiểm tra song song:

a) Tính sai số tương đối:

$$d_{ri} = \frac{X_{Cbi} - X_{Kti}}{\bar{X}} 100 \quad (1)$$

$$\bar{X} = \frac{X_{Cbi} + X_{Kti}}{2} \quad (2)$$

Trong đó:

d_{ri} là sai số tương đối thứ i

X_{Cbi} : là kết quả phân tích mẫu cơ bản

X_{Kti} : là kết quả phân tích mẫu kiểm tra song song tương ứng

$\bar{X}$: là kết quả trung bình

b) Đánh giá kết quả kiểm tra:

- Đánh giá kết quả phân tích kiểm tra song song bằng cách so sánh sai số tương đối (dr) giữa kết quả phân tích mẫu kiểm tra song song và kết quả phân tích mẫu cơ bản với giá trị sai số tương đối cho phép D (%)

+ Kết quả đạt yêu cầu : $dr_i \leq D_i$

+ Kết không đạt yêu cầu : $dr_i > D_i$

- Sai số tương đối cho phép được quy định tại Phụ lục ban hành kèm theo Thông tư này.

c) Xử lý sau khi đánh giá sai số:

- Khi các kết quả phân tích kiểm tra song song đạt yêu cầu ($dr_i \leq D_i$) thì kết quả phân tích của lô mẫu được chấp nhận.

- Khi kết quả phân tích kiểm tra song song không đạt yêu cầu ($dr_i > D_i$) thì:

+ Tính sai khác trung bình ($\bar{\Delta}$) theo công thức:

$$\bar{\Delta} = \frac{\sum_{i=1}^{n-m} \left| \frac{dr_i}{D_i} \right|}{n-m} \leq 0,7 \quad (3)$$

Trong đó:

$i = 1, 2, 3, \dots$

n : là số mẫu kiểm tra

m : là số mẫu sai

+ Khi chỉ có một mẫu sai vượt quá quy định, nhưng sai khác trung bình ($\bar{\Delta}$) của các cặp kết quả còn lại nhỏ hơn hoặc bằng 0,7 thì kết quả lô mẫu phân tích cơ bản vẫn được chấp nhận.

Kết quả phân tích của cặp mẫu có sai số được tính bằng cách lấy giá trị trung bình của kết quả phân tích mẫu cơ bản và kết quả mẫu phân tích song song.

+ Khi chỉ có một mẫu sai vượt quá quy định, nhưng sai khác trung bình ($\bar{\Delta}$) của các cặp kết quả còn lại lớn hơn 0,7 hoặc số mẫu sai từ 2 mẫu trở lên thì kết quả lô mẫu phân tích cơ bản không được chấp nhận.

Điều 6. Kiểm tra đối song

1. Mục đích của việc kiểm tra đối song để phát hiện sai số hệ thống trong nội bộ phòng thí nghiệm.

2. Phân tích kiểm tra đối song sử dụng phương pháp khác với phương pháp phân tích mẫu cơ bản, nhưng phải có độ chính xác bằng hoặc cao hơn độ chính xác của phương pháp phân tích mẫu cơ bản. Mẫu kiểm tra đối song được tiến hành trong những trường hợp không có mẫu chuẩn phù hợp kèm với loạt mẫu phân tích.

3. Xử lý kết quả phân tích kiểm tra đối song:

a) Tính sai số tương đối:

$$d_{ri} = \frac{(X_{Cbi} - X_{Dsi}).2}{X_{Cbi} + X_{Dsi}} 100 \quad (4)$$

Trong đó :

X_{Cbi} là kết quả phân tích mẫu cơ bản

X_{Dsi} là kết quả phân tích mẫu kiểm tra đối song tương ứng

d_{ri} là sai số tương đối thứ i

b) Xử lý sau khi đánh giá sai số:

- Khi kết quả phân tích mẫu cơ bản và kết quả phân tích mẫu đối song không có sai số hệ thống ($d_{ri} \leq D_i$) thì kết quả phân tích của lô mẫu được chấp nhận.

- Khi sai số tương đối của kết quả phân tích mẫu cơ bản và kết quả phân tích mẫu đối song vượt quá sai số cho phép ($d_{ri} > D_i$) thì lấy mẫu từ mẫu lưu phân tích đối với các mẫu có kết quả phân tích đối song vượt quá sai số cho phép, lập thành lô mẫu mới, đánh số hoặc ký hiệu mẫu mới và thực hiện phân tích lại bằng phương pháp phân tích kiểm tra đối song.

Đánh giá sai số được thực hiện theo quy định tại điểm a khoản 3 Điều này.

+ Khi kết quả phân tích mẫu cơ bản và kết quả phân tích mẫu đối song lần 2 không có sai số hệ thống ($d_{ri} \leq D_i$) thì kết quả phân tích của lô mẫu được chấp nhận.

+ Khi kết quả phân tích mẫu cơ bản và kết quả phân tích mẫu đối song lần 2 có sai số hệ thống ($d_{ri} > D_i$) thì kết quả phân tích của lô mẫu không được chấp nhận.

+ Khi kết quả phân tích mẫu đối song lần 2 và kết quả phân tích mẫu đối song lần 1 không có sai số hệ thống ($d_{ri} \leq D_i$) thì lô mẫu cơ bản không được chấp nhận.

Điều 7. Kiểm tra bằng mẫu chuẩn

1. Mục đích của việc kiểm tra bằng mẫu chuẩn để đánh giá độ chính xác của lô mẫu phân tích.

2. Yêu cầu kỹ thuật của mẫu chuẩn đưa vào lô mẫu phân tích và việc đối chiếu, xử lý, đánh giá kết quả mẫu chuẩn theo lô mẫu thực hiện theo quy định tại QCVN 48:2012/BTNMT ban hành tại Thông tư số 24/2012/TT-BTNMT ngày 28 tháng 12 năm 2012 của Bộ trưởng Bộ Tài nguyên và Môi trường.

Điều 8. Kiểm tra phân tích liên phòng thí nghiệm

1. Mục đích của việc kiểm tra phân tích liên phòng thí nghiệm để so sánh, đánh giá chất lượng phân tích mẫu giữa các phòng thí nghiệm khác nhau.

2. Yêu cầu kỹ thuật của việc kiểm tra phân tích liên phòng thí nghiệm:

a) Tỷ lệ mẫu gửi kiểm tra phân tích liên phòng thí nghiệm hằng năm không ít hơn một phần trăm (1%) tổng số mẫu cơ bản đã phân tích;

b) Mẫu được lựa chọn gửi đi phải là những mẫu đã qua kiểm tra nội bộ phòng thí nghiệm;

c) Các phương pháp phân tích được áp dụng để kiểm tra phân tích liên phòng thí nghiệm có thể cùng hoặc khác phương pháp phân tích mà phòng thí nghiệm gửi mẫu đang thực hiện.

3. Xử lý kết quả kiểm tra phân tích liên phòng:

a) Đánh giá sai số:

- Tính độ sai lệch d_i tuyệt đối giữa kết quả phân tích cơ bản và kiểm tra liên phòng của mẫu đang xét thứ i :

$$d_i = \overline{X_{cbi}} - \overline{X_{kti}} \quad (5)$$

- Tính hàm lượng trung bình $\overline{x_{n-1}}$ của tập hợp mẫu cơ bản và mẫu kiểm tra, không kể mẫu đang xét:

$$\overline{x_{n-1}} = \frac{\sum_{i=1}^{n-1} (\overline{x_{cbi}} + \overline{x_{kti}})}{2(n-1)} \quad (6)$$

- Mẫu phân tích có sai số khi:

$$\frac{d_i}{\overline{x_{n-1}}} 100 \geq 3D \quad (7)$$

Trong đó :

$\overline{x_{cbi}}$: Hàm lượng trung bình mẫu cơ bản thứ i

$\overline{x_{kti}}$: Hàm lượng trung bình mẫu kiểm tra liên phòng thứ i