

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6751 : 2009

ISO 9169 : 2006

Xuất bản lần 2

**CHẤT LƯỢNG KHÔNG KHÍ –
ĐỊNH NGHĨA VÀ XÁC ĐỊNH ĐẶC TRƯNG TÍNH NĂNG
CỦA HỆ THỐNG ĐO TỰ ĐỘNG**

Air quality —

*Definition and determination of performance characteristics of an automatic
measuring system*

HÀ NỘI – 2009

Lời nói đầu

TCVN 6751 : 2009 thay thế TCVN 6751 : 1995

TCVN 6751 : 2009 hoàn toàn tương đương với ISO 9169 : 2006.

TCVN 6751 : 2009 do Ban Kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 146 *Chất lượng không khí* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Lời giới thiệu

Trong tiêu chuẩn này, các hệ thống đo chất lượng không khí tự động được xem như những hộp đen vận hành theo các quy trình qui định cụ thể như mô tả trong các điều khoản tham chiếu do khách hàng đưa ra cho phòng thí nghiệm thực hiện phép thử nhằm xác định các đặc trưng tính năng mà khách hàng đã chọn lựa cho từng hệ thống đo tự động.

Tiêu chuẩn này quy định các định nghĩa và phương pháp xác định đặc trưng tính năng của hệ thống đo chất lượng không khí tự động. Điều này được thực hiện cho hầu hết các đặc trưng tính năng trong điều kiện phòng thí nghiệm ổn định để có thể có dữ liệu về những đặc trưng đã xác định rõ ràng, trên cơ sở các điều kiện quy định có thể được hiệu chỉnh và duy trì trong phòng thí nghiệm. Điều này cũng được thực hiện trong điều kiện hiện trường cho một số ít các đặc trưng tính năng mà thử nghiệm hiện trường sẽ cung cấp các thông tin bổ sung liên quan.

Chất lượng không khí – Định nghĩa và xác định đặc trưng tính năng của hệ thống đo tự động

Air quality –

Definition and determination of performance characteristics of an automatic measuring system

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này đưa ra các định nghĩa và qui định các phương pháp để xác định đặc trưng tính năng của một hệ thống đo chất lượng không khí tự động cụ thể. Các phép thử được tiến hành trong điều kiện phòng thí nghiệm ổn định hoặc điều kiện hiện trường. Hệ thống đo tự động được xem như là một hộp đen vận hành theo quy trình quy định.

Tiêu chuẩn này áp dụng cho các hệ thống đo có sẵn các thông tin sau:

- sự mô tả hệ thống tự động cho kết quả đo theo đơn vị vật lý của đại lượng đo;
- quy trình vận hành của hệ thống đo tự động bao gồm, khi có thể, quy trình hiệu chỉnh theo chương trình, kiểm định và hiệu chuẩn theo chương trình;
- các điều khoản tham chiếu cho chương trình thử nghiệm quy định các yêu cầu và điều kiện sử dụng của khách hàng.

Tiêu chuẩn này áp dụng cho hệ thống đo có thể dùng một số mẫu chuẩn có giá trị được chấp nhận với độ không đảm bảo đã biết đối với đại lượng đo, trong phạm vi ứng dụng.

Tiêu chuẩn này không quy định số lượng hệ thống đo tự động được thử nghiệm.

CHÚ THÍCH 1 Số lượng hệ thống đo tự động do khách hàng quy định theo các điều khoản tham chiếu.

CHÚ THÍCH 2 Danh mục các đặc trưng tính năng trong tiêu chuẩn này được giới hạn. Các đặc trưng tính năng bổ sung thêm có thể được khách hàng quy định trong các điều khoản tham chiếu, nếu thích hợp.

2 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này sử dụng các thuật ngữ và định nghĩa sau: Các định nghĩa lấy từ VIM ⁽¹⁾ nói chung được giữ nguyên. Một số định nghĩa đã được cập nhật từ VIM có tính đến cách diễn đạt cụ thể của tiêu chuẩn hiện hành.

2.1 Các thuật ngữ chung

2.1.1

Hệ thống đo (measuring system)

Tập hợp đầy đủ phương tiện đo và thiết bị khác với các quy trình vận hành để thực hiện những phép đo chất lượng không khí xác định.

CHÚ THÍCH 1 Theo TCVN 6165 : 1996(VIM : 1993), 4.5.

CHÚ THÍCH 2 Nói chung một hệ thống đo bao gồm các bước khác nhau của quy trình đo, như lấy mẫu, phân tích định lượng v.v.

2.1.2

Hệ thống đo tự động (automatic measuring system)

AMS

Hệ thống đo sẽ tương tác với không khí được khảo sát, cho tín hiệu đầu ra tỷ lệ với đơn vị vật lý của đại lượng đo trong sự vận hành không có người điều khiển.

CHÚ THÍCH Không khí được khảo sát bao gồm, ví dụ như không khí môi trường và các sự phát xạ.

2.1.3

Hệ thống đo tự động liên tục (continuous automatic measuring system)

Hệ thống đo tự động cung cấp tín hiệu liên tục dựa trên sự tương tác liên tục với lượng không khí được khảo sát.

2.1.4

Hệ thống đo tự động không liên tục (discontinuous automatic measuring system)

Hệ thống đo tự động cung cấp một dãy tín hiệu rời rạc.

CHÚ THÍCH Từng tín hiệu rời rạc tương ứng với thời gian trung bình cho sự vận hành hiện trường quy định trong các điều khoản tham chiếu.

2.1.5

Hiệu chỉnh (adjustment)

Thao tác (với hệ thống đo tự động) để đưa một hệ thống đo tự động vào trạng thái của tính năng phù hợp với mục đích sử dụng của nó.

CHÚ THÍCH 1 Theo TCVN 6165 : 1996(VIM : 1993), 4.30.

CHÚ THÍCH 2 Việc hiệu chỉnh có thể là tự động, bán tự động hay bằng tay.

2.1.6**Kết quả đo cơ bản (primary result of measurement)**

Kết quả do một hệ thống đo tự động tạo ra khi đo đại lượng đo trong khoảng thời gian ngắn nhất mà hệ thống đo tự động có thể nhận được và sử dụng được các phép đo có giá trị để tính toán kết quả đo trong khoảng thời gian trung bình đã quy định cho sự vận hành thường nhật ở hiện trường đối với hệ thống đo tự động đó.

CHÚ THÍCH Đối với các hệ thống đo tự động liên tục, kết quả đo cơ bản thường nhận được trong khoảng thời gian 1 s đến 100 s, trong thời gian trung bình thường là 1 h trong các phép đo không khí xung quanh và 30 min trong các phép đo phát thải. Đối với các hệ thống đo tự động không liên tục, một kết quả đo cơ bản thường nhận được trong khoảng thời gian vài phút.

2.1.7**Khoảng thời gian cho kết quả đo cơ bản (time interval for the primary measurement result)**

Khoảng thời gian ngắn nhất mà hệ thống đo tự động có thể nhận được và sử dụng các phép đo có giá trị để tính toán kết quả đo trong khoảng thời gian trung bình đã quy định trong quá trình thực hiện chức năng thường nhật của hệ thống đo tự động đó.

2.1.8**Thời gian trung bình (averaging time)**

Khoảng thời gian tối thiểu bằng với số lần đã định của thời gian có hiệu ứng.

CHÚ THÍCH Xem 6.3.1

2.1.9**Thời gian trung bình cho vận hành hiện trường (averaging time for field operation)**

Khoảng thời gian mà hệ thống đo tự động sử dụng để tạo ra kết quả đo thường nhật ở chế độ vận hành hiện trường bình thường (hoặc đã dự kiến).

CHÚ THÍCH 1 Ví dụ về thời gian trung bình cho vận hành hiện trường là nửa giờ đối với các phép đo phát thải và một giờ đối với các phép đo không khí xung quanh.

CHÚ THÍCH 2 Thời gian trung bình cho vận hành hiện trường có thể là quá dài để sử dụng trong các phép thử phòng thí nghiệm. Vì vậy, **thời gian trung bình cho phép thử trong phòng thí nghiệm (2.1.10)** được định nghĩa và quy định.

2.1.10**Thời gian trung bình cho phép thử trong phòng thí nghiệm (averaging time for laboratory test)**

Khoảng thời gian sử dụng cho thử nghiệm phòng thí nghiệm và được quy định như thế nào đó để :

- thời gian thử nghiệm được giới hạn để giảm thiểu ảnh hưởng trôi (thang đo) có thể có trong khi thử nghiệm cũng như chi phí của việc thử nghiệm đó;
- tất cả các điều kiện và ảnh hưởng có thể được xem là bằng nhau trong điều kiện phòng thí nghiệm ổn định (ví dụ như các hiệu ứng trôi không đáng kể);

TCVN 6751 : 2009

- số lượng các kết quả đo cơ bản được thu thập được trong thời gian trung bình bằng số lượng các kết quả đo cơ bản được thu thập được trong thời gian trung bình đã định cho vận hành hiện trường thường nhật.

CHÚ THÍCH Xem 6.4.1

2.1.11

Đại lượng đo (measurand)

Đại lượng cụ thể theo phép đo.

{TCVN 6165 : 1996(VIM : 1993), 2.6}

CHÚ THÍCH Trong lĩnh vực chất lượng không khí, ví dụ đại lượng đo là nồng độ khối lượng của bụi hoặc của SO₂ trong không khí.

2.1.12

Tác nhân gây cản trở (interferent)

Chất cản trở (interfering substance)

Chất có trong khối lượng không khí được khảo sát, ngoài đại lượng đo, chất này làm ảnh hưởng đến hiệu ứng của thiết bị đo.

2.1.13

Đại lượng ảnh hưởng (influence quantity)

Đại lượng không phải là đại lượng đo nhưng ảnh hưởng đến kết quả đo [TCVN 6165 : 1996(VIM : 1993), 2.7], hoặc là một đại lượng ảnh hưởng nhiều (nghĩa là hàm lượng của chất trong không khí được khảo sát không phải là đại lượng đo), hoặc là một đại lượng ảnh hưởng bên ngoài (nghĩa là một đại lượng không phải là đại lượng đo cũng không là hàm lượng của chất có trong lượng không khí được khảo sát).

Các ví dụ bao gồm :

- sự có mặt của các chất khí gây nhiễu trong các khí ống khói (đại lượng ảnh hưởng nhiều);
- nhiệt độ của không khí xung quanh (đại lượng ảnh hưởng bên ngoài);
- áp suất khí quyển (đại lượng ảnh hưởng bên ngoài); và
- áp suất của mẫu khí (đại lượng ảnh hưởng bên ngoài).

2.1.14

Mẫu chuẩn (reference material)

RM

Vật liệu hoặc chất có một hay nhiều tính chất được thiết lập đủ đồng nhất và tốt để hiệu chuẩn và/hoặc xác định giá trị sử dụng của một hệ thống đo.

CHÚ THÍCH 1 Theo TCVN 6165 : 1996(VIM : 1993), 6.13 và ISO 11095 : 1996, 3.1.

CHÚ THÍCH 2 Mẫu chuẩn có thể là chất khí đơn, khí hỗn hợp, chất lỏng hoặc chất rắn.

2.1.15**Mẫu chuẩn được chứng nhận** (certified reference material)

Mẫu chuẩn có kèm theo giấy chứng nhận, trong đó một hay nhiều giá trị về tính chất của nó được chứng nhận bằng một thủ tục nhằm thiết lập sự liên kết tới việc thể hiện chính xác đơn vị mà theo đó các giá trị về tính chất được biểu thị ra và mỗi giá trị được chứng nhận có kèm theo độ không đảm bảo tương ứng ở mức tin cậy quy định.

{TCVN 6165 : 1996(VIM : 1993), 6.14}

2.1.16**Trạng thái cơ bản** (basic state)

Trạng thái đặc thù của một hệ thống đo tự động để sử dụng như là cơ sở cho việc đánh giá các trạng thái thực tế của hệ thống đo tự động đó.

CHÚ THÍCH 1 Theo ISO 11843 - 1 : 1997, 2.

CHÚ THÍCH 2 Việc sử dụng khí chuẩn zero có thể thiết lập trạng thái cơ bản này. Thường trong lĩnh vực chất lượng không khí, "khí chuẩn zero" được gọi đơn giản là "khí zero".

2.1.17**Mức trên khoảng đo** (span level)

Mức nồng độ vượt trên phạm vi của thử nghiệm.

CHÚ THÍCH Thường mức trên khoảng đo bằng 80 % giới hạn trên đã định của phép đo.

2.1.18**Hiệu chuẩn** (calibration)

Tập hợp các thao tác trong điều kiện quy định để thiết lập mối liên quan giữa đầu ra của hệ thống đo tự động và giá trị tương ứng được cho bởi sự quy chiếu có thể áp dụng.

CHÚ THÍCH 1 Theo TCVN 6165 : 1996(VIM : 1993), 6.11 và ISO 11095 : 1996, Điều 4.

CHÚ THÍCH 2 Kết quả hiệu chuẩn cho phép hoặc ấn định giá trị của đại lượng đo cho số chỉ hoặc xác định số hiệu chỉnh của số chỉ tương ứng.

CHÚ THÍCH 3 Hiệu chuẩn cũng có thể cung cấp các tính chất đo lường khác như tác động của đại lượng ảnh hưởng

CHÚ THÍCH 4 Kết quả hiệu chuẩn cần ghi lại trong một tài liệu đôi khi gọi là giấy chứng nhận hiệu chuẩn hoặc báo cáo hiệu chuẩn.

CHÚ THÍCH 5 Hiệu chuẩn như định nghĩa ở đây khác với việc kiểm tra đơn giản, nghĩa là kiểm tra không có bất cứ sự hiệu chỉnh nào mà hệ thống đo tự động vẫn đang hoạt động trong phạm vi quy định.

CHÚ THÍCH 6 Sự quy chiếu có thể áp dụng có thể là mẫu chuẩn (trong trường hợp hệ thống đo chất lượng không khí môi trường tự động) hoặc một phương pháp quy chiếu chuẩn (trong trường hợp hệ thống đo phát ra tự động).

2.1.19

Độ không đảm bảo mở rộng (expanded uncertainty)

Đại lượng xác định một khoảng xung quanh kết quả đo mà có thể kỳ vọng phủ một tỉ số phân bố của các giá trị có thể quy cho đại lượng đo một cách hợp lý.

{GUM : 1995, 2.3.5}

CHÚ THÍCH Tỷ số có thể xem như là xác suất bao trùm hoặc mức tin cậy của khoảng.

2.1.20

Độ tuyến tính (linearity)

Độ sai lệch lớn nhất giữa đường hiệu chuẩn tuyến tính và giá trị thực của đại lượng đo, được đánh giá trong thực tế như là độ lệch lớn nhất trong phạm vi đo.

2.1.21

Hiệu ứng nhớ (memory effect)

Ảnh hưởng của các giá trị trước đó của đại lượng đo đến kết quả đo hiện tại.

2.1.22

Các phép đo song song (parallel measurements)

Các phép đo bằng các hệ thống đo khác nhau với việc lấy mẫu không khí như nhau trong khoảng thời gian như nhau.

2.2

Các đặc trưng tính năng (performance characteristics)

2.2.1

Thời gian giảm (fall time)

Theo quy ước, thời gian cần để tín hiệu đầu ra trải qua từ 90 % đến 10 % của tín hiệu đầu ra ban đầu được tạo thành bởi mẫu chuẩn sử dụng cho hệ thống đo tự động, khi việc sử dụng mẫu chuẩn này được kết thúc đột ngột để đưa hệ thống đo tự động vào trạng thái cơ bản.

CHÚ THÍCH Đối với các thiết bị mà ở đó những sự dao động chuyển tiếp xuất hiện trong sự tiếp cận tới tín hiệu đầu ra cuối cùng thì 10 % của tín hiệu đầu ra ban đầu được xem là đã đạt được khi sự dao động trong vùng lân cận của tín hiệu đầu ra giảm xuống dưới 10 % của tín hiệu đầu vào ban đầu.

2.2.2

Thời gian trễ (lag time)

Theo quy ước, thời gian cần để tín hiệu đầu ra đạt 10 % sự thay đổi cuối cùng trong tín hiệu đầu ra khi một hàm số bậc được áp dụng bằng việc dùng mẫu chuẩn cho hệ thống đo tự động trước tiên ở trạng thái cơ bản.

2.2.3

Thời gian tăng (rise time)

Theo quy ước, thời gian cần để tín hiệu đầu ra trải qua từ 10 % đến 90 % sự thay đổi cuối cùng trong tín hiệu đầu ra khi mẫu chuẩn được áp dụng đột ngột cho hệ thống đo tự động trước tiên ở trạng thái cơ bản.

CHÚ THÍCH Đối với thiết bị khi sự dao động chuyển tiếp xuất hiện lúc tiếp cận tới tín hiệu đầu ra, thì 90 % của sự thay đổi cuối cùng được coi là đã đạt được khi sự dao động giảm xuống dưới 10 % của sự thay đổi cuối cùng trong tín hiệu đầu ra.

2.2.4

Thời gian đáp ứng (response time)

- khoảng thời gian giữa thời điểm mà kích thích phải chịu một sự thay đổi đột ngột quy định và thời điểm mà đáp ứng đạt đến và nằm trong giới hạn đã định quanh giá trị ổn định cuối cùng [TCVN 6165 : 1996(VIM : 1993), 5.17], được xác định như là tổng của thời gian trễ và thời gian tăng trong chế độ tăng, và tổng của thời gian trễ và thời gian giảm trong chế độ giảm.
- khoảng thời gian giữa thời điểm một kích thích phải tùy thuộc theo một sự thay đổi đột ngột và thời điểm đạt được đáp trả/đáp ứng và vẫn nằm trong giới hạn đã qui định quanh giá trị ổn định cuối cùng [TCVN 6165 : 1996(VIM : 1993), 5.17], được xác định như là tổng của thời gian trễ và thời gian tăng trong chế độ tăng, và tổng của thời gian trễ và thời gian giảm trong chế độ giảm.

2.2.5

Độ lặp lại (repeatability)

Khả năng của hệ thống đo tự động cho các số chỉ gần nhau khi áp dụng lặp lại cùng một đại lượng đo trong các điều kiện đo như nhau.

CHÚ THÍCH 1 Theo TCVN 6165 : 1996(VIM : 1993), 5.27.

CHÚ THÍCH 2 Những điều kiện này bao gồm :

- cùng quy trình đo;
- cùng thiết bị đo, cùng điều kiện sử dụng;
- cùng địa điểm;
- lặp lại trong khoảng thời gian ngắn.

CHÚ THÍCH 3 Độ lặp lại có thể diễn tả định lượng bằng các đặc trưng phân tán của kết quả đo của một hệ thống đo tự động.

CHÚ THÍCH 4 Điều kiện lặp lại chọn trong tiêu chuẩn này này được quy định ở Điều 6. Các quy định này nhằm cung cấp cho người sử dụng có sự đánh giá về sự khác nhau lớn nhất có thể phát hiện được với độ tin cậy thống kê 95 %, giữa hai kết quả đo nhận được :

- từ cùng một hệ thống đo tự động;

TCVN 6751 : 2009

- vận hành theo các quy trình như nhau;
- ở cùng một địa điểm đo và trong các điều kiện thông thường tại địa điểm này (phòng thí nghiệm hoặc hiện trường);
- trong khoảng thời gian ngắn đủ để không ảnh hưởng mạnh tới hiệu ứng trôi;
- tại các lần khác nhau trong khoảng thời gian tự vận hành.

2.2.6

Độ tái lập (reproducibility)

Sự gần nhau giữa kết quả của các phép đo cùng một đại lượng đo tiến hành trong các điều kiện đo thay đổi.

CHÚ THÍCH 1 Cập nhật từ TCVN 6165 : 1996(VIM : 1993), 3.7.

CHÚ THÍCH 2 Điều kiện thay đổi có thể bao gồm hệ thống đo nhưng không bao gồm quy trình đo.

CHÚ THÍCH 3 Độ tái lập có thể được diễn tả định lượng bằng các đặc trưng phân tán của kết quả đo của một hệ thống đo tự động.

CHÚ THÍCH 4 Điều kiện tái lập được chọn trong tiêu chuẩn này quy định tại Điều 6. Các quy định này nhằm cung cấp cho người sử dụng có sự đánh giá về sự khác nhau lớn nhất có thể phát hiện được với độ tin cậy thống kê 95 %, giữa hai kết quả đo nhận được:

- từ hai hệ thống đo tự động đáp ứng cùng một quy định;
- vận hành theo các quy trình vận hành quy định giống nhau và từng hệ thống được hiệu chuẩn bằng sự quy chiếu của riêng nó;
- tại cùng địa điểm đo và trong các điều kiện thông thường của địa điểm này (phòng thí nghiệm hoặc hiện trường);
- bằng các phép đo song song trong cùng một khoảng thời gian;
- trải dài trong khoảng thời gian tự vận hành.

2.2.7

Độ hiệu lực [của hệ thống đo] (availability)

Phần của toàn bộ thời gian mà hệ thống đo tự động vận hành và thời gian dữ liệu đo có hiệu lực có thể sử dụng được.

2.2.8

Độ trôi (drift)

Sự thay đổi đặc trưng đo lường (nói chung là đặc trưng đầu ra) của hệ thống đo theo thời gian.

CHÚ THÍCH Theo TCVN 6165 : 1996(VIM : 1993), 5.16.

2.2.9**Độ lệch (lack of fit)**

Độ lệch hệ thống, trong phạm vi áp dụng, giữa giá trị chấp nhận của mẫu chuẩn được áp dụng cho hệ thống đo và kết quả đo tương ứng được hệ thống đo tạo thành.

CHÚ THÍCH 1 Độ lệch có thể là một hàm của kết quả đo.

CHÚ THÍCH 2 Vì độ chệch được xem là quá chuyên sâu và quá khó để xác định bằng thực nghiệm, nên khái niệm độ lệch được dùng trong tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH 3 Xem 2.1.20

2.2.10**Giới hạn phát hiện (limit of detection)**

Giá trị nhỏ nhất của đại lượng đo mà tại đó với xác suất quy định hệ thống đo không ở trạng thái cơ bản.

CHÚ THÍCH Giới hạn phát hiện cũng được xem là khả năng phát hiện được xác định bằng sự quy chiếu về trạng thái cơ bản có thể áp dụng. Nhưng nó có thể khác không. ví dụ, như các phép đo ôxi cũng như khi các máy sắc ký khí được sử dụng.

2.2.11**Thời gian tự vận hành (period of unattended operation)**

Khoảng thời gian cực đại trong đó các đặc trưng tính năng nằm trong phạm vi xác định trước mà không có sự can thiệp từ bên ngoài, ví dụ như hiệu chỉnh, sự đặt lại.

3 Ký hiệu và viết tắt

- A* độ hiệu lực;
- A_i* phần bị chặn của hàm hồi quy áp dụng trong thử nghiệm độ trôi tại giá trị chấp nhận của đại lượng đo cho từng mẫu chuẩn RM;
- B_i* độ trôi tại giá trị chấp nhận của đại lượng đo trong mẫu chuẩn RM;
- C_i* giá trị chấp nhận của đại lượng đo (hàm lượng) trong mẫu chuẩn RM;
- C₀* giá trị chấp nhận của đại lượng đo (hàm lượng) trong mẫu chuẩn RM₀ của trạng thái cơ bản;
- E_i* số dư (độ lệch) thể hiện sự khác nhau giữa giá trị chấp nhận *C_i* của RM_{*i*}, và giá trị trung bình \bar{Y}_i của các kết quả đo nhận được bởi hệ thống đo đối với mẫu chuẩn này;
- E_{i,rel}* giá trị tương đối của số dư *E_i* (độ lệch tương đối);
- IS chất nhiễu trong một mẫu áp dụng cho hệ thống đo;
- k* số hàm lượng của chất nhiễu; số mức của đại lượng ảnh hưởng;
- m* số lần lặp lại;

TCVN 6751 : 2009

| | |
|------------------------|---|
| n | số phép đo; |
| p | số mẫu chuẩn; |
| PI | đại lượng ảnh hưởng bên ngoài áp dụng cho hệ thống đo; |
| $r_{0,95}$ | giới hạn lặp lại ở độ tin cậy 95 %; |
| R_i | hệ số tương quan; |
| RM | mẫu chuẩn; |
| RM _{<i>i</i>} | mẫu chuẩn thứ <i>i</i> có giá trị chấp nhận C_i của đại lượng đo với độ không đảm bảo đã biết; |
| RM ₀ | mẫu chuẩn cho trạng thái cơ bản có giá trị chấp nhận C_0 của đại lượng đo với độ không đảm bảo đã biết; |
| s_0 | độ lệch chuẩn gắn với trung bình \bar{Y}_0 ; |
| $s_{adj, i}$ | độ lệch chuẩn thể hiện sự thay đổi của phương pháp; |
| s_p | độ lệch chuẩn của các phép đo cặp đôi; |
| s_r | độ lệch chuẩn lặp lại; |
| $s_{r, cal}$ | độ lệch chuẩn lặp lại của phương pháp hiệu chuẩn; |
| t | thời gian; |
| t_{av} | thời gian trung bình; |
| $t_{av, min}$ | thời gian trung bình nhỏ nhất; |
| t_{fall} | thời gian giảm ; |
| t_{lag} | thời gian trễ; |
| t_{resp} | thời gian đáp ứng; |
| t_{rise} | thời gian tăng |
| t_{wait} | thời gian đợi; |
| $t_{v,0.95}$ | phân bố Student ở độ tin cậy 95 %, hai phía, số bậc tự do \square ; |
| $X_{PI,0}$ | giá trị định mức của đại lượng ảnh hưởng bên ngoài áp dụng cho hệ thống đo tự động; |
| $X_{PI,k}$ | giá trị thứ <i>k</i> của đại lượng ảnh hưởng bên ngoài áp dụng cho hệ thống đo tự động; |
| $X_{IS,k}$ | hàm lượng thứ <i>k</i> của chất gây nhiễu trong mẫu áp dụng cho hệ thống đo tự động; |
| Y | kết quả đo; tín hiệu đầu ra; |
| Y_D | giới hạn phát hiện; |

- $Y_{i,j}$ kết quả đo thứ j nhận được bằng hệ thống đo tự động qua việc đo đại lượng đo theo RM_i trong khoảng thời gian trung bình;
- $Y_{i,l,k}$ kết quả đo thứ j nhận được bằng hệ thống đo tự động k qua việc đo đại lượng đo theo RM_i trong khoảng thời gian trung bình;
- $Y_i(X_{pl,0})$ kết quả đo nhận được bằng hệ thống đo tự động qua việc đo RM_i trong khoảng thời gian trung bình với đại lượng ảnh hưởng bên ngoài thiết lập tại giá trị định mức $X_{pl,0}$;
- $Y_i(X_{pl,k})$ kết quả đo nhận được bằng hệ thống đo tự động qua việc đo RM_i trong khoảng thời gian trung bình với đại lượng ảnh hưởng bên ngoài thiết lập tại giá trị $X_{pl,k}$;
- $Y_i(X_{is,0})$ kết quả đo nhận được bằng hệ thống đo tự động qua việc đo RM_i trong khoảng thời gian trung bình không có chất gây nhiễu;
- $Y_i(X_{is,k})$ kết quả đo nhận được bằng hệ thống đo tự động qua việc đo RM_i trong khoảng thời gian trung bình với hàm lượng X_x của chất gây nhiễu;
- \bar{Y}_0 trung bình của các kết quả do $X_{0,j}$ nhận được bằng hệ thống đo tự động qua việc đo đại lượng đo theo RM_0 cho trạng thái cơ bản;
- \bar{Y}_i trung bình của các kết quả do $X_{i,j}$;
- $\alpha_{i,k}$ hệ số nhạy của chất gây nhiễu có số hàm lượng k với đại lượng đo có hàm lượng C_i ;
- $\beta_{i,k}$ hệ số nhạy của đại lượng ảnh hưởng bên ngoài tại số mức k với đại lượng đo có hàm lượng C_i ;
- Γ phần bị chặn của hàm hồi quy áp dụng trong thử nghiệm độ không khớp;
- Δ độ dốc của hàm hồi quy áp dụng trong thử nghiệm độ không khớp.

4 Các điều khoản tham chiếu của chương trình thử nghiệm

Để thực hiện một chương trình thử nghiệm theo tiêu chuẩn này, các điều khoản tham chiếu là một yếu tố cơ bản được thoả thuận, trước khi chương trình thử nghiệm bắt đầu, giữa khách hàng và phòng thí nghiệm thực hiện chương trình thử nghiệm đó. Điều khoản tham chiếu ấn định các yêu cầu của khách hàng và điều kiện thử tương ứng. Điều này ít nhất phải bao gồm :

- danh mục các đặc trưng tính năng được xác định, cùng với mục tiêu chất lượng của dữ liệu kèm theo với những đặc trưng này;
- phạm vi đo mà hệ thống đo được thử nghiệm;
- thời gian trung bình cho vận hành hiện trường mà qua thời gian đó phải nhận được các phép đo ở sự vận hành bình thường (hoặc đã được dự kiến);
- thời gian trung bình cho thử nghiệm phòng thí nghiệm mà qua thời gian đó phải nhận được các phép đo trong điều kiện phòng thí nghiệm ổn định;

TCVN 6751 : 2009

– số lượng (các) hệ thống đo tự động hoàn chỉnh được thử nghiệm và - cho mục đích của phép thử - cung cấp tín hiệu tương ứng với các kết quả đo cơ bản (xem định nghĩa trong 2.1.6).

Thời gian trung bình cho vận hành hiện trường là thời gian trung bình được hệ thống đo tự động sử dụng để cho ra các kết quả đo theo chương trình trong điều kiện bình thường (hoặc đã được dự kiến), ví dụ nửa giờ đối với các phép đo phát thải khí và một giờ đối với các phép đo không khí xung quanh. Thời gian trung bình này cho vận hành hiện trường có thể là quá dài để sử dụng trong các phép thử phòng thí nghiệm. Vì vậy, một thời gian trung bình cho thử nghiệm phòng thí nghiệm được lựa chọn.

Thời gian trung bình cho thử nghiệm trong phòng thí nghiệm được khuyến nghị chọn như :

- a) khoảng thời gian của một phép thử được giới hạn để giảm thiểu ảnh hưởng có thể có của độ trôi trong suốt thời gian phép thử này;
- b) số lượng (xem 6.4.1) các kết quả đo cơ bản được chọn trong khoảng thời gian trung bình của phép thử bằng số kết quả đo cơ bản được chọn trong khoảng thời gian trung bình của vận hành hiện trường;
- c) đáp ứng được chuẩn mực cho ở 6.3.3.

Tất cả các điều kiện và ảnh hưởng cần được kiểm soát và xem là không đổi trong điều kiện phòng thí nghiệm ổn định suốt thời gian thử nghiệm. Nếu không thực hiện được điều này, cần phải xem xét lại a, b, c và cả thiết bị kiểm soát.

CHÚ THÍCH 1 Hầu hết các đặc trưng tính năng được xác định trong điều kiện phòng thí nghiệm ổn định duy trì trong suốt thời gian thử nghiệm. Một số đặc trưng tính năng cũng có thể được xác định trong điều kiện hiện trường khi được nêu ra ở các mục dưới đây.

CHÚ THÍCH 2 Các điều khoản tham chiếu có thể quy định - phù hợp với mục tiêu của chương trình thử nghiệm - các yêu cầu chặt chẽ hơn so với quy định của tiêu chuẩn này, ví dụ như thời gian chờ ở 6.3.3, thời gian đáp ứng sáu thay cho thời gian đáp ứng bốn giá trị đã quy định.

CHÚ THÍCH 3 Số lượng hệ thống đo tự động hoàn chỉnh cần thử nghiệm được quyết định bởi mục đích của chương trình thử nghiệm. Các chương trình chứng nhận quy định trong các điều khoản viện dẫn của chúng để hai hệ thống đo tự động giống nhau được thử nghiệm. Đối với các áp dụng khác, điều khoản tham chiếu quy định chương trình thử nghiệm cho một hệ thống đo tự động đã cho, ví dụ như việc xác định/kiểm định các đặc trưng tính năng cụ thể của hệ thống đo tự động theo phép đo định kỳ đều đặn hoặc sự lắp đặt nó tại hiện trường.

Trong các điều khoản tham chiếu, khách hàng (người vận hành và/hoặc người quản lý) nên yêu cầu phòng thí nghiệm thực hiện chương trình thử nghiệm là phòng được công nhận theo ISO/IEC 17025 để thực hiện tiêu chuẩn này, với sự tin tưởng rằng chương trình thử nghiệm là được thực hiện phù hợp với tiêu chuẩn hiện hành trong điều kiện hệ thống quản lý chất lượng được công nhận mà không cần sự đánh giá của chính khách hàng đối với phòng thí nghiệm đó. Sự tiếp cận này thường được chọn và được khuyến nghị cho các chương trình chứng nhận hệ thống đo tự động.

5 Các đặc trưng tính năng

5.1 Yêu cầu cơ bản

Trước khi bắt đầu phép thử, các yếu tố sau đây phải sẵn sàng :

- thông tin mô tả và xác định các bộ phận khác nhau của hệ thống đo tự động cần thử nghiệm (xem 2.1.2);
- các quy trình vận hành của hệ thống đo tự động, bao gồm, khi có thể, quy trình hiệu chỉnh theo chương trình, kiểm tra và hiệu chuẩn theo chương trình;
- các điều khoản tham chiếu cho chương trình thử nghiệm qui định yêu cầu của khách hàng và điều kiện thử tương ứng như quy định ở Điều 5.
- hệ thống đo tự động hoàn chỉnh cần thử nghiệm, như quy định trong các điều khoản tham chiếu. Hệ thống đo như thế phải cung cấp tín hiệu ra phù hợp với thời gian trung bình cho vận hành hiện trường trong sự vận hành bình thường (hoặc đã dự kiến) và cả đối với mục đích của phép thử tín hiệu tương ứng với các kết quả đo cơ bản (như định nghĩa ở 2.1.6).

5.2 Các đặc trưng tính năng trong điều kiện phòng thí nghiệm

Tiêu chuẩn này đưa ra quy trình để xác định các đặc trưng tính năng sau đây trong điều kiện phòng thí nghiệm như yêu cầu trong các điều khoản tham chiếu :

- thời gian trễ t_{lag} , thời gian tăng t_{rise} , thời gian giảm t_{fall} , thời gian đáp ứng t_{resp} , thời gian trung bình tối thiểu $t_{av, min}$;
- độ lệch chuẩn lặp lại s_r ;
- độ lệch E_i ;
- giới hạn phát hiện Y_D ;
- độ lệch chuẩn lặp lại của phương pháp hiệu chuẩn quy định trong điều khoản tham chiếu $s_{r, cal}$;
- độ trôi B_i ;
- hệ số nhạy $\alpha_{i,k}$ của các đại lượng ảnh hưởng nhiều;
- hệ số nhạy $\beta_{i,k}$ của các đại lượng ảnh hưởng bên ngoài.

5.3 Các đặc trưng tính năng trong điều kiện hiện trường

Tiêu chuẩn này đưa ra quy trình để xác định các đặc trưng tính năng sau đây trong điều kiện hiện trường như yêu cầu trong các điều khoản tham chiếu:

- độ lệch chuẩn của các phép đo cặp đôi s_p ;
- độ trôi B_p ;
- độ hiệu lực A.

6 Phương pháp thử

6.1 Yêu cầu chung

Phải kiểm tra sự phù hợp với mục đích của trang thiết bị thử nghiệm. Các đặc trưng của trang thiết bị thử nghiệm, đặc biệt là thời gian đáp ứng (thời gian đáp trả) và độ lặp lại, phải được xác định và phải phù hợp với yêu cầu thử nghiệm. Nếu điều này không thoả mãn, thì hoặc các yêu cầu thử nghiệm phải được bổ sung theo sự chấp nhận của khách hàng hoặc không được thực hiện các phép thử.

Trừ trường hợp có quy định khác trong tiêu chuẩn này, độ không đảm bảo mở rộng của mẫu chuẩn được thể hiện với mức tin cậy 95 % phải nhỏ hơn 10 % hàm lượng của nó.

CHÚ THÍCH 1 Độ không đảm bảo mở rộng 10 % của mẫu chuẩn xác định một khoảng xung quanh giá trị quy chiếu C $\{(1 - 10\%) \times C; (1 + 10\%) C\}$.

Đối với tất cả các phép thử, hệ thống đo tự động phải được vận hành và hiệu chỉnh phù hợp với các quy định của quy trình vận hành. Hệ thống đo tự động phải được làm nóng như quy định trong quy trình vận hành. Hệ thống đo phải được thử nghiệm tại những điều kiện quy định trong các điều khoản tham chiếu.

Trong chương trình thử nghiệm, bước đầu tiên được thực hiện phải là việc xác định thời gian đáp ứng của hệ thống đo tự động cần thử nghiệm.

Số chỉ của hệ thống đo tự động phải không bị hạn chế xung quanh trạng thái cơ bản. Như một sự lựa chọn, ngưỡng phải được dịch chuyển bằng một giá trị không đổi trừ đi số chỉ. Giá trị âm phải không bị chặn (zero sống). Đối với kỹ thuật sắc ký, giới hạn phát hiện không thể được xác định bằng việc áp dụng các mẫu zero. Trong trường hợp này, và đối với hệ thống đo tự động không có bất kỳ sự linh động nào xung quanh zero, C_0 (giá trị chấp nhận của đại lượng đo trong mẫu chuẩn RM_0 cho trạng thái cơ bản) có thể được quy định như là một hàm lượng thấp.

Ngoại trừ các phép thử ở 6.7 và 6.8, các đại lượng ảnh hưởng cụ thể được xem xét trong điều khoản tham chiếu phải được duy trì sao cho để ảnh hưởng của chúng đến các đặc trưng tính năng là không đáng kể trong suốt thời gian thử nghiệm.

Trừ trường hợp có quy định khác trong điều khoản tham chiếu, tất cả dữ liệu phải được báo cáo trừ khi một sự mất vận hành hoặc vận hành sai đã được xác định. Trong trường hợp như thế, ví dụ, việc đứt vỡ hoặc cháy một bộ phận, thì một tường trình thích hợp phải được trình bày trong báo cáo thử nghiệm.

Hệ thống đo tự động phải chịu thử nghiệm quy định chỉ khi việc hiệu chỉnh đã được thực hiện trên toàn phạm vi vận hành quy định, bao gồm cả trạng thái cơ bản. Mọi phép hiệu chuẩn bao gồm trong việc hiệu chỉnh phải được thực hiện phù hợp với các quy trình vận hành của hệ thống đo tự động cần thử nghiệm.

CHÚ THÍCH 2 Việc hiệu chuẩn ở trạng thái cơ bản quy định trong các điều khoản tham chiếu là một bước rất quan trọng trong quy trình không chỉ với trạng thái cơ bản, mà còn cả trong việc đánh giá giới hạn phát hiện.

6.2 Yêu cầu đối với phòng thử nghiệm

Các phòng thí nghiệm thực hiện chương trình thử nghiệm theo tiêu chuẩn này phải có trang thiết bị đáp ứng các yêu cầu của tiêu chuẩn này và cả của các điều khoản tham chiếu khi có thể áp dụng đối với từng đặc trưng tính năng bao gồm trong chương trình thử.

6.3 Thời gian đáp ứng và thời gian trung bình tối thiểu trong điều kiện phòng thí nghiệm ổn định

6.3.1 Hệ thống đo tự động liên tục

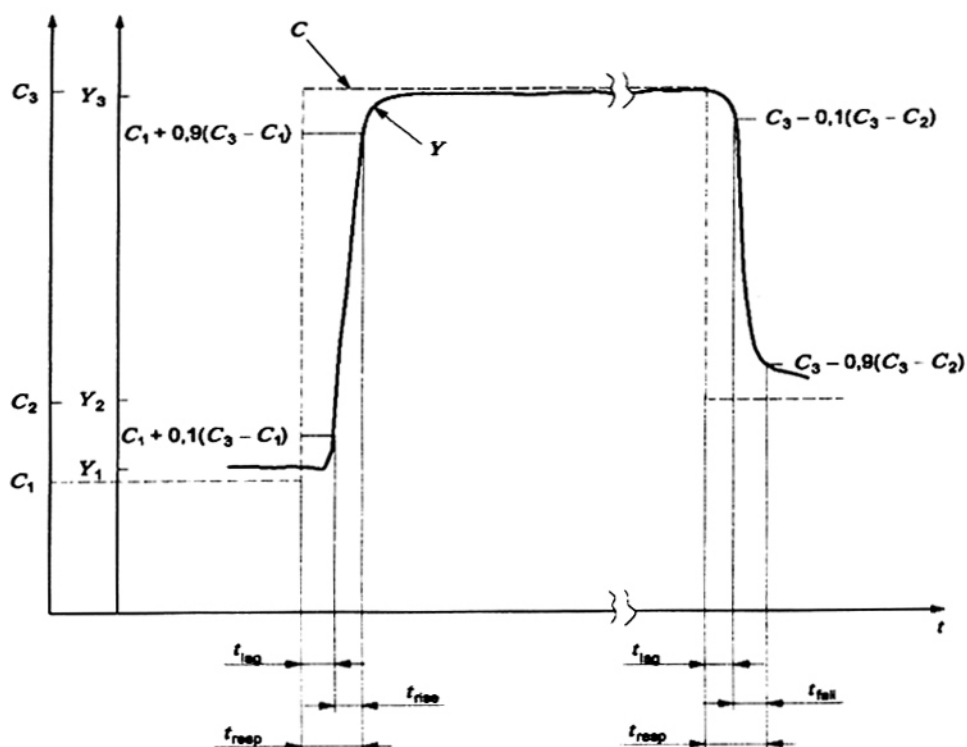
Nhằm mục đích xác định thời gian đáp ứng, thời gian trễ, thời gian tăng và thời gian giảm, một hàm bậc của đại lượng đo phải là đầu vào của hệ thống đo tự động liên tục. Ngoại trừ có quy định khác trong điều khoản tham chiếu, một bậc được tạo thành bằng trang thiết bị thử nghiệm phải có thời gian tăng (giữa 10 % và 90 % của sự thay đổi bậc) nhỏ hơn 10 % thời gian trung bình được áp dụng trong khoảng thời gian thử nghiệm. Sự thay đổi bậc của trang thiết bị thử nghiệm phải tương đương với ít nhất 60 % phạm vi đo (xem Hình 1). Nếu thời gian tăng và thời gian giảm khác nhau, thì thời gian dài hơn được lấy cho việc tính toán thời gian đáp ứng.

Đối với các phương tiện có xuất hiện dao động chuyển tiếp trong khi đạt tới tín hiệu đầu ra cuối cùng thì tín hiệu đầu ra cuối cùng được xem là đã đạt được khi các dao động giảm nằm trong khoảng 10 % của bậc đầu vào.

CHÚ THÍCH Sự khác nhau đáng kể giữa thời gian tăng và thời gian giảm chỉ ra các ảnh hưởng nhỏ, nghĩa là sự phụ thuộc của kết quả đo vào giá trị của đại lượng đo trong khoảng thời gian của các phép đo trước đó.

6.3.2 Hệ thống đo tự động không liên tục

Thời gian trung bình tối thiểu của hệ thống đo tự động không liên tục được xác định bằng khoảng thời gian cực đại tương ứng với thời gian lấy mẫu, thời gian làm đầy, thời gian tích lũy và thời gian phân tích, phụ thuộc vào phương pháp đo.



CHÚ GIẢI

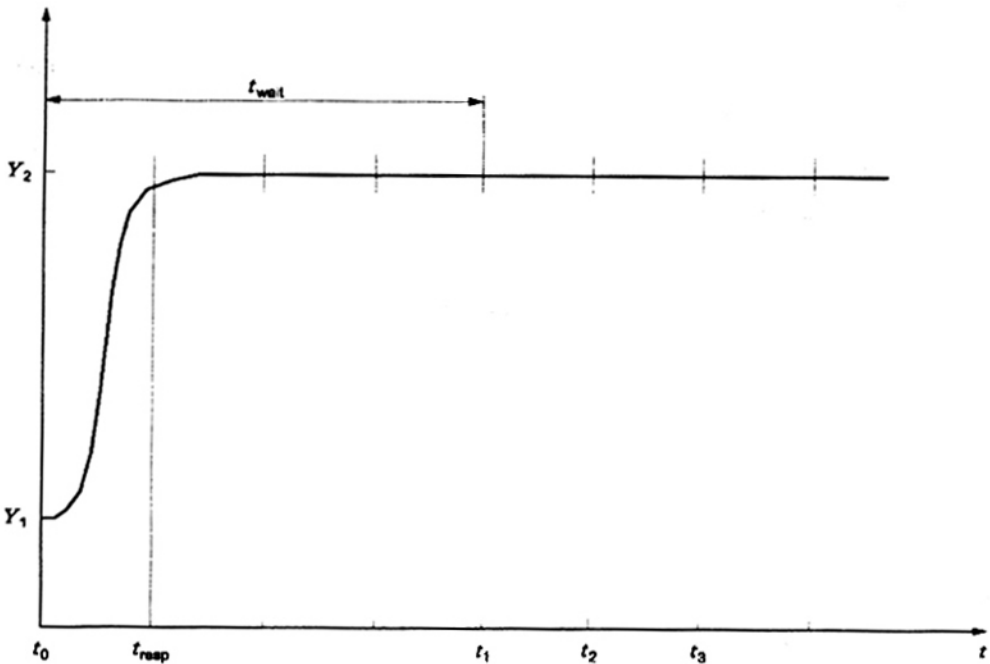
- C_i giá trị đại lượng đo trong RM,
- Y_i tín hiệu đầu ra nhận được bằng việc đo đại lượng đo trong RM,
- t_{lag} thời gian trễ
- t_{rise} thời gian tăng
- t_{fall} thời gian giảm
- t_{resp} thời gian đáp ứng

Hình 1 – Minh họa các đặc trưng thời gian của hệ thống đo tự động; sự thay đổi tín hiệu ra Y (đầu ra) sau sự thay đổi của giá trị quy chiếu C (đầu vào) là hàm của thời gian t .

6.3.3 Thời gian chờ và thời gian trung bình tối thiểu

Trong thời gian thử nghiệm phòng thí nghiệm, đối với từng sự áp dụng mẫu chuẩn RM, cho hệ thống đo tự động, các phép đo không được tiến hành ngay sau khi khởi động sự áp dụng đó. Người vận hành cần phải chờ các phép thử phòng thí nghiệm một thời gian ít nhất là bằng bốn lần thời gian đáp ứng của hệ thống đo tự động, trừ trường hợp có quy định khác trong các điều khoản tham chiếu (xem Hình 2).

Thời gian trung bình tối thiểu phải bằng thời gian đáp ứng, trừ trường hợp một thời gian lớn hơn được quy định trong điều khoản tham chiếu. Thời gian trung bình cho thử nghiệm phòng thí nghiệm phải lớn hơn hoặc bằng thời gian trung bình tối thiểu.



Hình 2 – Minh họa thời gian chờ t_{wait} sau sự thay đổi của giá trị quy chiếu C (đầu vào) trong đó t_{resp} là thời gian đáp ứng và t_1 , t_2 và t_3 là các thời gian khởi động phép đo thứ nhất, thứ hai và thứ ba

6.4 Độ lặp lại, độ lệch và giới hạn phát hiện trong điều kiện phòng thí nghiệm ổn định

6.4.1 Yêu cầu tối thiểu đối với trang thiết bị thử nghiệm và các phép đo

Phòng thí nghiệm phải cung cấp các mẫu chuẩn sau đây cho các phép đo đại lượng đo với hệ thống đo tự động được thử nghiệm :

- mẫu chuẩn RM_0 để thử trạng thái cơ bản có giá trị chấp nhận C_0 của đại lượng đo (ví dụ, nồng độ CO zero cho các phép đo CO hoặc nồng độ O_2 20,9 % cho các phép đo O_2);
- tập hợp ít nhất bốn mẫu chuẩn từ RM_1 đến RM_4 có các giá trị chấp nhận của đại lượng đo C, đến C_4 , xấp xỉ chia đều phạm vi đo trong đó hệ thống đo tự động phải thử nghiệm.

Độ không đảm bảo của mẫu chuẩn phải phù hợp với các yêu cầu thử nghiệm như được quy định trong điều khoản tham chiếu.

Trong thời gian thử nghiệm phòng thí nghiệm, đối với từng sự áp dụng mẫu chuẩn RM, cho hệ thống đo tự động, các phép đo đại lượng đo không được tiến hành ngay sau khi khởi động sự áp dụng đó; người vận hành phải chờ một thời gian đợi đối với các phép thử phòng thí nghiệm bằng bốn lần thời gian đáp ứng của hệ thống đo tự động, trừ trường hợp có quy định khác trong điều khoản tham chiếu.

Các phép đo phải được thực hiện trong thời gian trung bình cho thử nghiệm phòng thí nghiệm và các kết quả đo được lấy để tính đáp ứng trung bình Y_i của hệ thống đo tự động đối với từng RM_i;

- đối với hệ thống đo tự động liên tục, đáp ứng Y_i là trung bình của ít nhất 30 (trừ trường hợp có quy định khác trong điều khoản tham chiếu) kết quả đo cơ bản được chọn trong khoảng thời gian trung bình cho thử nghiệm phòng thí nghiệm từ hệ thống đo tự động.
- đối với hệ thống đo tự động không liên tục, đáp ứng Y_i là trung bình của tất cả kết quả đo cơ bản được cho bởi hệ thống đo này đối với các chu kỳ xuất hiện trong khoảng thời gian trung bình cho thử nghiệm phòng thí nghiệm.

Sau từng áp dụng RM, cho hệ thống đo tự động, không bắt buộc trở về trạng thái cơ bản, vì từng áp dụng RM, cho hệ thống đo tự động phải bắt đầu với một thời gian chờ, trong thời gian đó hệ thống đo tự động và mồi cung cấp RM, này được làm ổn định như quy định trong tiêu chuẩn này.

6.4.2 Các yêu cầu đối với việc xác định độ lặp lại trong điều kiện phòng thí nghiệm ổn định

Thực hiện đối với từng giá trị chấp nhận C_i , với ít nhất 10 phép đo liên tiếp cung cấp các kết quả đo Y_{ij} , nhận được trong khoảng thời gian trung bình cho thử nghiệm phòng thí nghiệm như quy định ở 6.4.1.

Nồng độ của khí thử nghiệm được cung cấp bởi trang thiết bị chuẩn không được thay đổi trong khoảng thời gian thử nhiều hơn 25 % chuẩn mực thử quy định hoặc của độ lặp lại mong đợi.

CHÚ THÍCH Yêu cầu này chỉ có thể được kiểm tra với người phân tích khác có đủ trình độ, vì kết quả của việc kiểm tra kết hợp cả tập tính của mồi và của người phân tích.

Khoảng thời gian tổng cộng cần thiết để thực hiện các thử nghiệm này phải đủ ngắn để không bị ảnh hưởng về hiệu ứng trôi. Nếu việc thực nghiệm được thực hiện trong một vài ngày, chúng phải được tiến hành vào các ngày liên tiếp. Nếu hiệu ứng độ trôi được phát hiện hoặc nghi ngờ, thì quy trình ở 6.6 để định lượng độ trôi này phải được áp dụng và đánh giá trong khuôn khổ của các điều khoản tham chiếu.

Nếu các kiểm tra hoặc hiệu chỉnh nội bộ ở trạng thái cơ bản hoặc mức đỉnh được thực hiện trong các phép thử này, thì độ lặp lại bao gồm cả ảnh hưởng do sự thay đổi của các hiệu chỉnh đó. Nếu ảnh hưởng này của phương pháp hiệu chỉnh quy định trong quy trình vận hành phải được biết, thì một thực nghiệm riêng biệt phải được tiến hành (xem 6.5).

6.4.3 Các yêu cầu đối với việc xác định độ lệch trong điều kiện phòng thí nghiệm ổn định

Phép thử phải được thực hiện với ít nhất 5 mẫu chuẩn khác nhau bao gồm trạng thái cơ bản. Thực hiện đối với từng RM với giá trị chấp nhận C_i tại ít nhất 10 phép đo liên tiếp, ở từng mức, tính trung bình \bar{Y}_i từ 10 kết quả đo. Số dư E_i (độ lệch) phải được xác định theo công thức (1) :

$$E_i = C_i - \bar{Y}_i \quad (1)$$

CHÚ THÍCH Yêu cầu ít nhất 10 phép đo giới hạn ảnh hưởng của độ lặp lại.

Nếu độ không đảm bảo mong đợi của trung bình \bar{Y}_i lớn hơn 25 % chuẩn mực của độ lệch quy định trong điều khoản tham chiếu, số lượng các phép đo được tiến hành đối với từng RM phải được tăng lên tương ứng.

Nồng độ của khí thử được cung cấp bởi trang thiết bị chuẩn phải không thay đổi trong khoảng thời gian thử nghiệm nhiều hơn 25 % của chuẩn mực thử nghiệm quy định cho độ lệch (nghĩa là một thay đổi lớn nhất là 0,5 %, nếu chuẩn mực là 2 %). Hỗn hợp khí thử phải giống như hỗn hợp khí chuẩn dùng để hiệu chuẩn. Độ không đảm bảo theo tỉ số của các hàm lượng áp dụng phải nhỏ hơn 0,5 % đối với từng hàm lượng khác.

Khoảng thời gian tổng cộng cần thiết để thực hiện các phép thử này phải đủ ngắn để không bị ảnh hưởng về hiệu ứng trôi. Nếu việc thử nghiệm được thực hiện trong một vài ngày, chúng phải được tiến hành vào các ngày liên tiếp. Nếu hiệu ứng độ trôi được phát hiện hoặc nghi ngờ thì quy trình ở 6.6 để định lượng độ trôi này phải được áp dụng.

Nếu các kiểm tra hoặc hiệu chỉnh nội bộ ở trạng thái cơ bản hoặc mức đỉnh được thực hiện trong các phép thử này thì độ lặp lại bao gồm cả ảnh hưởng do sự thay đổi của các hiệu chỉnh này. Nếu ảnh hưởng này của phương pháp hiệu chỉnh quy định trong quy trình vận hành phải được biết, thì một thực nghiệm riêng biệt phải được tiến hành (xem 6.5).

Các số dư cần được vẽ thành đồ thị so với giá trị chấp nhận của đại lượng đo trong RM. Một đồ thị như thế là công cụ mạnh để phát hiện các độ lệch có thể có do độ lệch, nhưng những độ lệch này có thể đến từ sự hiệu chỉnh được người sản xuất đề nghị.

Như vậy, nếu RM được sử dụng để hiệu chỉnh thiết bị khác với RM được phòng thí nghiệm sử dụng để thực hiện phép thử độ lệch, thì người phân tích có thể đưa ra một đáp ứng khác với đáp ứng được cho khi vật liệu RM thứ hai được sử dụng, độ lệch gây ra do độ không đảm bảo gắn với hàm lượng của cả hai RM.

Phương pháp xác định độ lệch cần được chọn phụ thuộc vào việc có sử dụng hàm hồi quy tuyến tính tại chỗ để thu được kết quả cuối cùng hay không.

Nếu ảnh hưởng của độ lệch phải được xác định độc lập với độ lệch gây ra do sự hiệu chỉnh không chính xác, thì cần theo quy trình tính toán sau :

Hàm hồi quy tuyến tính có dạng công thức (2) được tính toán :

$$Y_{ij} = \Gamma + \Delta \times C_i \quad (2)$$

TCVN 6751 : 2009

Trong đó

- C_i giá trị chấp nhận của đại lượng đo (hàm lượng) của mẫu chuẩn RM_i, với $i = 1$ đến p ;
- p số lượng mẫu chuẩn RM_i;
- Y_{ij} đáp ứng cụ thể thứ j của hệ thống đo tự động tại hàm lượng C_i , với $j = 1$ đến m ;
- Γ phần bị chẵn của hàm hồi quy;
- Δ độ dốc của hàm hồi quy;
- m số lượng lặp lại ở hàm lượng C_i .

Đối với sự hồi quy, tất cả các điểm đo (bao gồm zero) đều được đưa vào tính toán. Hệ số hồi quy tuyến tính được tính theo công thức (3) và (4) :

$$\Delta = \frac{\sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^m C_i Y_{i,j} - \sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^m Y_{i,j} \bar{C}}{m \times \sum_{i=1}^p (C_i - \bar{C})^2} \quad (3)$$

$$\Gamma = \bar{Y} - \Delta \times \bar{C} \quad (4)$$

Trong đó

$$\bar{C} \text{ giá trị trung bình của các giá trị } C_i, \bar{C} = \frac{1}{p} \sum_{i=1}^p C_i ;$$
$$\bar{Y} \text{ giá trị trung bình của các giá trị } Y_{ij}; \bar{Y} = \frac{1}{m \cdot p} \sum_{i=1}^p \sum_{j=1}^m Y_{i,j} .$$

Các số dư của trung bình E_i ở từng hàm lượng C_i (không kể mức zero) được tính theo công thức (5) :

$$E_i = \bar{Y}_i - (\Gamma + \Delta \times C_i) \quad (5)$$

Trong đó

$$\bar{Y}_i \text{ là giá trị trung bình của các giá trị } Y_{ij} \text{ tại hàm lượng } C_i; \bar{Y}_i = \frac{1}{m} \sum_{j=1}^m Y_{i,j} .$$

Từng số dư tương đối $E_{i,rel}$ được tính theo công thức (6) và so sánh với quy định :

$$E_{i,rel} = \frac{E_i}{\bar{Y}_i} \times 100\% \quad (6)$$

Từng số dư tương đối được so sánh với quy định. Khi có một hay nhiều số dư tương đối không đáp ứng chuẩn mực, người phân tích không cho qua phép thử độ lệch.

6.4.4 Các yêu cầu đối với việc xác định giới hạn phát hiện trong điều kiện phòng thí nghiệm ổn định.

Thực hiện đối với giá trị chấp nhận C_0 ít nhất là 10 phép đo liên tiếp trong khoảng thời gian trung bình cho thử nghiệm phòng thí nghiệm. Tính trung bình \bar{Y}_0 và độ lệch chuẩn kèm theo s_0 từ 10 kết quả đo.

Hàm lượng của khí thử nghiệm được cung cấp bằng thiết bị chuẩn ở trạng thái cơ bản phải không thay đổi trong thời gian thử nghiệm nhiều hơn 25 % chuẩn mực đối với giới hạn phát hiện.

Khoảng thời gian tổng cộng cần thiết để thực hiện các phép thử này phải đủ ngắn để không ảnh hưởng đến hiệu ứng trôi. Nếu các thực nghiệm phải tiến hành trong vài ngày, chúng phải được tiến hành vào các ngày liên tiếp. Nếu ảnh hưởng của độ trôi được phát hiện hoặc nghi ngờ, thì phải áp dụng quy trình ở 6.6 để định lượng độ trôi này.

Nếu các kiểm tra và hiệu chỉnh nội bộ ở trạng thái cơ bản hoặc mức đỉnh được thực hiện trong thời gian các phép thử này, thì độ lặp lại bao gồm cả ảnh hưởng do sự thay đổi của các hiệu chỉnh này.

Nếu ảnh hưởng này của phương pháp hiệu chỉnh quy định trong quy trình vận hành phải được biết thì một thực nghiệm phù hợp với 6.5 phải được tiến hành.

6.4.5 Quy trình thử nghiệm kết hợp và các kết quả tương ứng

6.4.5.1 Khái quát

Quy trình thử nghiệm đưa ra ở phần này được thông tin như là các quy trình kết hợp có thể có khi phải xác định ba đặc trưng tính năng quy định ở 6.4.2, 6.4.3 và 6.4.4.

6.4.5.2 Các thực nghiệm

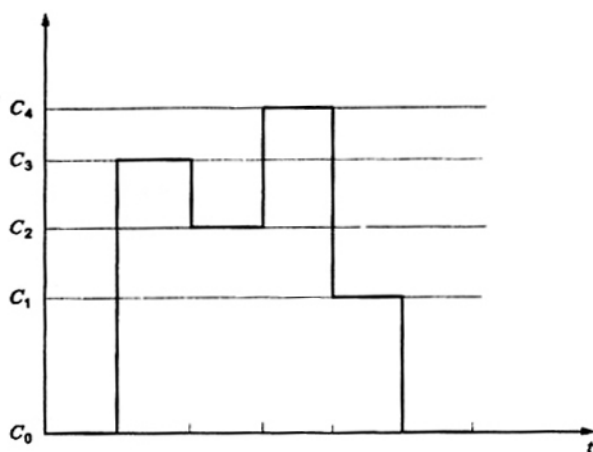
Các thực nghiệm được thiết kế để xác định đồng thời và trong điều kiện phòng thí nghiệm ổn định độ lặp lại, độ lệch và giới hạn phát hiện.

Mẫu chuẩn RM_i được áp dụng cho hệ thống đo tự động với trình tự các giá trị chấp nhận C_i của đại lượng đo (hàm lượng) sau :

- $C_0 = 0$ % phạm vi thử;
- $C_3 = 80$ % phạm vi thử;
- $C_2 = 60$ % phạm vi thử;
- $C_4 = 95$ % phạm vi thử;
- $C_1 = 40$ % phạm vi thử;
- $C_0 = 0$ % phạm vi thử.

TCVN 6751 : 2009

Thực hiện 10 phép đo liên tiếp ở từng bậc trong 5 bậc hàm lượng đầu tiên (C_0, C_3, C_2, C_4, C_1). Khoảng thời gian của từng phép đo là thời gian trung bình cho thử nghiệm phòng thí nghiệm. Ba phép đo phụ thêm được thực hiện ở lần áp dụng cuối cùng tại C_0 .



| | | | | | | |
|-------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| $i =$ | 0 | 3 | 2 | 4 | 1 | 0 |
| $C =$ | $C_{0,i}$ | $C_{3,i}$ | $C_{2,i}$ | $C_{4,i}$ | $C_{1,i}$ | $C_{0,i}$ |
| $Y =$ | $Y_{0,i}$ | $Y_{3,i}$ | $Y_{2,i}$ | $Y_{4,i}$ | $Y_{1,i}$ | $Y_{0,i}$ |
| $j =$ | 1 đến 10 | 1 đến 10 | 1 đến 10 | 1 đến 10 | 1 đến 10 | 11 đến 13 |

Hình 3 – Minh họa thực nghiệm các phép thử kết hợp; trình tự các giá trị chấp nhận C của RM, và kết quả đo.

Bậc cuối cùng tại C_0 cung cấp thông tin bổ sung liên quan đến hiệu ứng độ trôi có thể có và thông tin mở rộng thêm về trạng thái cơ bản tới hạn.

6.4.5.3 Độ lặp lại trong điều kiện phòng thí nghiệm ổn định

ở từng giá trị chấp nhận C_i ($i = 1$ đến 4), độ lệch chuẩn lặp lại s , và giới hạn lặp lại với độ tin cậy 95 % (được cho như là khoảng $a \pm r_{0,95}$) phải được xác định từ 10 kết quả đo có thể sử dụng $Y_{i,j}$ ($j = 1$ đến 10).

6.4.5.4 Độ lệch trong điều kiện phòng thí nghiệm ổn định

Ở từng giá trị chấp nhận C_i ($i = 1$ đến 4), tính trung bình \bar{Y}_i từ các kết quả đo $Y_{i,j}$ và xác định các số dư E_i theo công thức (1).

Độ lệch cực đại bằng E_i lớn nhất cho một chỉ bao về độ lệch cực đại.

Vẽ đồ thị số dư E_i so với các giá trị chấp nhận C_i theo giá trị tuyệt đối hoặc tốt hơn là theo giá trị tương đối E_i/C_i so với C_i . Dạng đồ thị cung cấp thông tin về loại độ lệch khớp.

Ví dụ cho ở Phụ lục A.

6.4.5.5 Giới hạn phát hiện trong điều kiện phòng thí nghiệm ổn định

Trung bình \bar{Y}_0 và độ lệch chuẩn kèm theo s_0 phải được tính từ các kết quả đo $Y_{0,j}$.

Trong thực nghiệm này, công thức mô hình là $Y = C$, trong đó Y là kết quả đo nhận được bởi hệ thống đo tự động và C là giá trị chấp nhận của đại lượng đo trong RM. Với cùng mức tin cậy, giới hạn phát hiện $Y_{D,0.95}$ được thiết lập bằng công thức (7) :

$$Y_{D,0.95} = \bar{Y} - C_0 + 2 \times t_{v,0.95} \times s_0 \quad (7)$$

Trong đó

\bar{Y}_0 giá trị trung bình của các giá trị $Y_{0,j}$; $j = 1$ đến 13;

$t_{v,0.95}$ hệ số Student ở độ tin cậy 95 %, hai phía, số bậc tự do $v = n-1$;

n số phép đo xác định s_0 .

CHÚ THÍCH 1 Giới hạn phát hiện cũng có thể xác định theo ISO 11843-2 và không có sự khác nhau đáng kể so với kết quả được cho bởi quy trình đơn giản hoá nêu trên, với điều kiện là độ lặp lại của việc hiệu chuẩn coi như không đáng kể.

CHÚ THÍCH 2 Các hệ số khác nhau có thể dẫn đến giới hạn phát hiện cao hơn trong điều kiện hiện trường gây ra do, ví dụ, các nhiễu loạn, độ lặp lại của việc hiệu chuẩn.

6.4.6 Phân tích kết quả

Trừ trường hợp có quy định khác trong điều khoản tham chiếu, tất cả dữ liệu phải được báo cáo ngoại trừ khi một sai sót hoặc sự ngừng hoạt động đã được nhận biết. Trong trường hợp đó một công bố thích hợp phải được trình bày trong báo cáo thử nghiệm, ví dụ, sự hỏng hóc hoặc mất một bộ phận.

6.5 Độ lặp lại của phương pháp hiệu chuẩn quy định trong điều khoản tham chiếu tại điều kiện phòng thí nghiệm ổn định

Thực hiện phương pháp hiệu chuẩn quy định trong điều khoản tham chiếu. áp dụng mẫu chuẩn RM_0 và RM_4 cho hệ thống đo tự động. Người vận hành phải chờ một thời gian bằng 4 lần thời gian đáp ứng của hệ thống đo tự động, trừ trường hợp có quy định khác trong điều khoản tham chiếu. Kết quả đo $Y_{0,j}$ và $Y_{4,j}$ nhận được trong khoảng thời gian trung bình như quy định ở 6.4.1. Lặp lại quy trình này 10 lần. Tính trung bình \bar{Y}_0 và \bar{Y}_4 từ các kết quả đo $Y_{0,j}$ và $Y_{4,j}$ ($j = 1$ đến 10) . Đối với cặp giá trị chấp nhận C_0 và C_4 , tính các số dư theo công thức (1).

E_i thể hiện độ lệch ở các kết quả đo gây ra do phương pháp hiệu chỉnh được chuẩn bị theo quy trình vận hành.

Độ lệch chuẩn $s_{adj,j}$ của tập hợp $Y_{i,j}$ thể hiện sự thay đổi do việc áp dụng lặp lại phương pháp hiệu chuẩn quy định trong điều khoản tham chiếu gây ra. Về đồ thị các số dư so với giá trị chấp nhận C_0 và C_4 .

Hàm lượng khí thử do thiết bị chuẩn cung cấp phải không thay đổi nhiều hơn 25 % giá trị chấp nhận của RM tương ứng trong khoảng thời gian thử nghiệm.

6.6 Độ trôi trong điều kiện phòng thí nghiệm ổn định

Thực hiện ít nhất 10 phép đo lặp lại trái đều trong một chu kỳ thời gian và tại các hàm lượng quy định trong điều khoản tham chiếu. Trong điều kiện của phòng thí nghiệm, khuyến nghị xác định độ trôi trong khoảng thời gian ngắn. Trong điều kiện hiện trường, việc xác định độ trôi được khuyến nghị trong khoảng thời gian dài, như quy định ở 6.10. Việc hiệu chỉnh tự động phải được thực hiện như quy định trong điều khoản tham chiếu và phải được báo cáo.

Độ trôi có thể chấp nhận như quy định trong điều khoản tham chiếu cần tương ứng với khoảng thời gian dài hơn khoảng thời gian yêu cầu đối với các phép thử riêng biệt.

Hàm lượng khí thử do thiết bị chuẩn cung cấp phải không thay đổi nhiều hơn 25 % giá trị quy định cho độ trôi trong khoảng thời gian thử nghiệm.

Đối với từng hàm lượng C_i , đáp ứng $Y_{i,j}$ của hệ thống đo được tính bằng công thức (8) :

$$Y_{i,j} = A_i + B_i \times t_j \quad (8)$$

với :

$$B_i = \frac{n \sum_{j=1}^n t_j Y_{i,j} - \left[\sum_{j=1}^n t_j \right] \left[\sum_{j=1}^n Y_{i,j} \right]}{n \sum_{j=1}^n t_j^2 - \left[\sum_{j=1}^n t_j \right]^2} \quad (9)$$

$$A_i = \frac{\sum_{j=1}^n Y_{i,j} - B_i \sum_{j=1}^n t_j}{n} \quad (10)$$

trong đó

n số lượng phép đo;

t_j khoảng thời gian thứ j .

Tính cho từng hàm lượng C_i độ trôi B_i và hệ số tương quan R_i được tính bằng công thức (11) :

$$R_i = \frac{n \sum_{j=1}^n t_j Y_{i,j} - \left[\sum_{j=1}^n t_j \right] \left[\sum_{j=1}^n Y_{i,j} \right]}{\sqrt{\left[n \sum_{j=1}^n t_j^2 - \left(\sum_{j=1}^n t_j \right)^2 \right] \left[n \sum_{j=1}^n Y_{i,j}^2 - \left(\sum_{j=1}^n Y_{i,j} \right)^2 \right]}} \quad (11)$$

6.7 Hệ số nhạy của các đại lượng ảnh hưởng nhiều trong điều kiện phòng thí nghiệm ổn định

6.7.1 Khái quát

Sự nhiễu loạn được thể hiện bằng hệ số nhạy $\alpha_{i,k}$ của chất gây nhiễu (xem công thức 12) .

$$\alpha_{i,k} = \frac{Y_i(X_{IS,k}) - Y_i(X_{IS,0})}{X_{IS,k}} \quad (12)$$

trong đó

- $Y_i(X_{IS,0})$ kết quả đo nhận được từ hệ thống đo tự động bằng cách đo RM, trong khoảng thời gian trung bình không có chất gây nhiễu;
- $Y_i(X_{IS,k})$ kết quả đo nhận được từ hệ thống đo tự động bằng cách đo RM, trong khoảng thời gian trung bình với hàm lượng $X_{IS,k}$ của chất gây nhiễu;
- $X_{IS,k}$ hàm lượng thứ k của chất gây nhiễu trong mẫu được áp dụng cho hệ thống đo tự động;
- k số lượng hàm lượng của chất gây nhiễu.

CHÚ THÍCH 1 Hiệu ứng tắt (gây ra do sự ngưng tụ) có thể xuất hiện. Như vậy phép nội suy tuyến tính không sử dụng được và việc thử nghiệm là cần thiết ít nhất ở C_0 và C_4 .

CHÚ THÍCH 2 Độ ẩm của mẫu không khí có thể là một đại lượng ảnh hưởng.

6.7.2 Quy trình thử nghiệm

Trước hết, áp dụng một mẫu của đại lượng đo ở hàm lượng C_i cho hệ thống đo tự động. Kết quả đo là $Y_{i,0}$. Tiếp đó, áp dụng một mẫu của đại lượng đo ở cùng hàm lượng C_i , và chất gây nhiễu ở hàm lượng X_k cho hệ thống đo tự động. Kết quả đo là $Y_{i,k}$.

CHÚ THÍCH 1 Các hàm lượng thử được quy định trong điều khoản tham chiếu (xem 5.1), có liên quan đến các điều kiện sử dụng tương lai của hệ thống đo tự động. Nói chung, các hàm lượng trung bình được quy định cho đại lượng đo và các hàm lượng cao nhưng thực tế được quy định cho chất gây nhiễu.

CHÚ THÍCH 2 Hệ số nhạy có thể thay đổi với hàm lượng được quy định cho đại lượng đo. Một số sự xác định có thể được áp dụng, ví dụ tại C_0 và C_4 .

Hàm lượng của khí thử do thiết bị chuẩn cung cấp phải không thay đổi nhiều hơn 20 % độ lặp lại trong khoảng thời gian thử. Hàm lượng của đại lượng ảnh hưởng gây nhiễu do thiết bị cung cấp phải không thay đổi nhiều hơn 10 % đại lượng gây nhiễu trong khoảng thời gian thử nghiệm. Khí thử được sử dụng phải có độ không đảm bảo của hàm lượng đại lượng ảnh hưởng gây nhiễu thấp hơn 5 %.

6.8 Độ nhạy đối với các đại lượng ảnh hưởng bên ngoài trong điều kiện phòng thí nghiệm ổn định.

6.8.1 Khái quát

Đại lượng ảnh hưởng là đại lượng không phải là đại lượng đo cũng không là hàm lượng của chất trong lượng không khí cần khảo sát, nhưng có ảnh hưởng đến kết quả đo.

Từng đại lượng ảnh hưởng phải được giải quyết trong phép thử, phù hợp với các yêu cầu của điều khoản tham chiếu, nhằm mục đích ước lượng các ảnh hưởng của chúng đến kết quả đo của hệ thống đo tự động :

- lưu lượng, áp suất, nhiệt độ của mẫu;
- nhiệt độ của không khí xung quanh;
- độ ẩm của không khí xung quanh;
- điện áp và tần số của lưới điện cung cấp, sự mất điện;
- rung động;
- chấn động;
- nhiễu loạn điện từ, sự phóng tĩnh điện v.v...

Sự thay đổi của đại lượng ảnh hưởng bên ngoài gây ra những thay đổi về ảnh hưởng của hệ thống đo tự động. ảnh hưởng này thể hiện bằng hệ số nhạy của đại lượng ảnh hưởng bên ngoài được tính theo công thức (13) :

$$\beta_{i,k} = \frac{Y_i(X_{PI,k}) - Y_i(X_{PI,0})}{X_{PI,k} - X_{PI,0}} \quad (13)$$

Trong đó

$Y_i(X_{PI,0})$ kết quả đo nhận được từ hệ thống đo tự động bằng việc đo RM, trong khoảng thời gian trung bình với đại lượng ảnh hưởng bên ngoài đặt ở giá trị định mức $X_{PI,0}$;

$Y_i(X_{PI,k})$ kết quả đo nhận được từ hệ thống đo tự động bằng việc đo RM, trong khoảng thời gian trung bình với đại lượng ảnh hưởng bên ngoài đặt ở giá trị định mức $X_{PI,k}$;

$X_{PI,k}$ giá trị thứ k của đại lượng ảnh hưởng bên ngoài áp dụng cho hệ thống đo tự động;

k số lượng mức của đại lượng ảnh hưởng.

CHÚ THÍCH 1 Đối với một số đại lượng ảnh hưởng bên ngoài, dữ liệu được xác định có thể chỉ là thông tin định tính, ví dụ rung động, thiết bị vẫn vận hành hoặc vẫn phù hợp chuẩn mực tính năng.

CHÚ THÍCH 2 Đối với một số đại lượng ảnh hưởng bên ngoài, việc áp dụng các tiêu chuẩn IEC có thể được quy định.

6.8.2 Quy trình thử

Trước hết, áp dụng một mẫu có nồng độ C_i cho hệ thống đo tự động. Đại lượng ảnh hưởng bên ngoài đặt ở giá trị định mức $X_{P_i,0}$. Tất cả các đại lượng ảnh hưởng bên ngoài khác được duy trì ở các giá trị định mức của chúng. Kết quả đo là $Y_i(X_{P_i,0})$.

Tiếp đó, áp dụng một mẫu có cùng nồng độ C_i cho hệ thống đo tự động. Đại lượng ảnh hưởng bên ngoài đặt ở giá trị định mức $X_{P_i,k}$. Tất cả các đại lượng ảnh hưởng bên ngoài khác được duy trì ở các giá trị định mức của chúng. Kết quả đo là $Y_i(X_{P_i,k})$.

CHÚ THÍCH 1 Hàm lượng thử nghiệm được quy định trong điều khoản tham chiếu (xem 5.1) liên quan tới các điều kiện sử dụng hệ thống đo tự động trong tương lai. Nói chung, các hàm lượng trung bình được quy định cho đại lượng đo và các giá trị cao nhưng thực tế được quy định cho đại lượng ảnh hưởng bên ngoài.

CHÚ THÍCH 2 Hệ số nhạy có thể thay đổi với các giá trị quy định cho đại lượng đo. Một số sự xác định có thể được áp dụng, ví dụ tại C_0 và C_4 .

Các mẫu không được bị bất cứ sự biến đổi nào khi đi qua hệ thống đo, ví dụ phải tránh sự ngưng tụ hơi nước.

Nồng độ khí thử do thiết bị chuẩn cung cấp không được thay đổi quá 25 % độ lặp lại quy định trong khoảng thời gian thử nghiệm. Giá trị đại lượng ảnh hưởng bên ngoài do thiết bị cung cấp không được thay đổi nhiều hơn 10 % phạm vi thay đổi của đại lượng ảnh hưởng trong khoảng thời gian thử nghiệm.

6.9 Độ lệch chuẩn của các phép đo cặp đôi trong điều kiện hiện trường

6.9.1 Yêu cầu tối thiểu đối với thiết bị thử và đối với việc tiến hành phép đo

Các phép đo cặp đôi được thực hiện trong điều kiện hiện trường nhằm mục đích nhận được thước đo độ tái lập.

Các kết quả đo được đưa vào tính toán đáp ứng trung bình Y_i trong khoảng thời gian trung bình đối với sự vận hành tại hiện trường của hệ thống đo tự động :

- đối với hệ thống đo tự động liên tục, đáp ứng Y_i là trung bình của ít nhất 30 (trừ trường hợp có quy định khác trong điều khoản tham chiếu) kết quả đo cơ bản chọn trong khoảng thời gian trung bình đã định cho vận hành hiện trường;
- đối với hệ thống đo tự động không liên tục, đáp ứng \bar{Y} là trung bình của tất cả các kết quả đo cơ bản được cho bởi hệ thống đo này đối với các chu trình xuất hiện trong khoảng thời gian trung bình cho thử nghiệm hiện trường.

6.9.2 Quy trình thử nghiệm

Sự thay đổi trong điều kiện hiện trường nhận được từ sự khác nhau của các phép đo cặp đôi cung cấp một sự đánh giá về sự khác nhau lớn nhất có thể được phát hiện, với độ tin cậy thống kê 95 %, giữa hai kết quả đo nhận được :

TCVN 6751 : 2009

- từ hai hệ thống đo tự động đáp ứng các quy định như nhau;
- vận hành theo các quy trình vận hành được quy định như nhau;
- ở cùng một địa điểm đo và trong điều kiện hiện trường thông thường tại địa điểm này;
- bằng các phép đo song song trong khoảng thời gian như nhau;
- phân chia trong khoảng thời gian tự vận hành (trừ trường hợp có quy định khác trong điều khoản tham chiếu).

CHÚ THÍCH Độ thay đổi như thế có thể lấy trung bình các thay đổi trong khoảng thời gian tự vận hành. Cũng có thể quy định trong điều khoản tham chiếu để sự thay đổi này trong điều kiện hiện trường cần được xác định tại những khoảng thời gian khác nhau, đặc biệt là ở thời gian bắt đầu và kết thúc việc tự vận hành.

Hiệu chỉnh hai hệ thống đo tự động để chỉ như nhau khi bắt đầu thử nghiệm. Một cách khác là giới hạn chênh lệch được bao gồm trong kết quả. Đối với từng dữ liệu, nhận ít nhất 10 cặp kết quả đo $Y_{i,j,1}$ (hệ thống 1) và $Y_{i,j,2}$ (hệ thống 2) trong khoảng thời gian trung bình đối với vận hành hiện trường như quy định ở 6.4.1.

Nếu các kiểm tra và hiệu chỉnh nội bộ tại trạng thái cơ bản hoặc mức đỉnh được thực hiện trong các phép thử này, thì độ lệch chuẩn bao gồm cả ảnh hưởng do sự thay đổi của những sự hiệu chỉnh này. Nếu ảnh hưởng của phương pháp hiệu chỉnh quy định trong quy trình vận hành đã được biết, một thực nghiệm đặc biệt phải được tiến hành (xem 6.10).

Tính độ lệch chuẩn của các phép đo cặp đôi theo công thức (14) :

$$s_p = \sqrt{\sum \frac{(Y_{i,j,1} - Y_{i,j,2})^2}{2n}} \quad (14)$$

6.10 Độ trôi trong điều kiện hiện trường

Thực hiện ít nhất 10 phép đo lặp lại một mẫu chuẩn tại thời gian bắt đầu và kết thúc sự tự vận hành, ít nhất tại C_0 và C_4 . Trong điều kiện hiện trường, khuyến nghị xác định độ trôi trong khoảng thời gian dài. Trong điều kiện phòng thí nghiệm, khuyến nghị xác định độ trôi trong khoảng thời gian ngắn như quy định ở 6.6. Việc hiệu chỉnh tự động phải được thực hiện như quy định trong điều khoản tham chiếu và phải được báo cáo.

Hàm lượng của mẫu chuẩn phải có độ không đảm bảo nhỏ hơn 25 % chuẩn mực thử nghiệm đã quy định cho độ trôi.

Đối với từng hàm lượng C_i , các đáp ứng $Y_{i,j}$ của hệ thống đo được cho bằng công thức (8).

Tính cho từng hàm lượng C_i , độ trôi B_i được cho bằng công thức (9) và tham số R, được xác định bằng công thức (11).

6.11 Độ hiệu lực trong điều kiện hiện trường

Trong quá trình thử nghiệm hiện trường, các lưu ý phải được ghi chép lại mọi khoảng thời gian trong đó hệ thống đo tự động không vận hành và mọi khoảng thời gian trong đó hệ thống đo tự động cho ra kết quả đo không có giá trị.

Từ những ghi chép này, tính độ hiệu lực A là tỷ số của tổng thời gian hệ thống đo tự động đã vận hành và thời gian cho dữ liệu đo hiệu lực có thể sử dụng được .

7 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm ít nhất phải bao gồm những thông tin sau :

- các điều khoản tham chiếu đầy đủ của chương trình thử nghiệm;
- viện dẫn tiêu chuẩn này;
- mô tả và định nghĩa về hệ thống đo tự động được khảo sát;
- quy trình vận hành của hệ thống đo tự động được khảo sát;
- mô tả về trang thiết bị để xác định hoặc kiểm tra cho chương trình thử nghiệm này;
- mô tả về các phép thử được thực hiện để xác định những đặc trưng tính năng được yêu cầu của hệ thống đo tự động cần khảo sát;
- các điều kiện thử không xác định trong điều khoản tham chiếu và sự biện giải về những lựa chọn đã thực hiện;
- các kết quả thử nghiệm và việc xác định các đặc trưng tính năng yêu cầu của hệ thống đo tự động được khảo sát;
- các hàm lượng mà tại đó đặc trưng tính năng đã được xác định, vì các đặc trưng tính năng có thể phụ thuộc vào mức của hàm lượng.

Phụ lục A
(Tham khảo)
Các ví dụ

A.1 Khái quát

Các kết quả thử đã thu được sau đây theo tiêu chuẩn này trong cuộc thử nghiệm phòng thí nghiệm về hệ thống đo tự động liên tục. Trong phụ lục này đưa ra những thông tin để minh họa việc xác định một số đại lượng đặc trưng tính năng như đã quy định trong tiêu chuẩn này.

A.2 Độ lặp lại và giới hạn phát hiện

Bảng A.1 và Bảng A.2 trình bày các kết quả đo nhận được cho ba mẫu chuẩn được lặp lại 10 lần ($n = 10$). Trung bình và độ lệch chuẩn được tính cho từng RM (giá trị chấp nhận C_0 , C_1 và C_7). Độ lặp lại được tính cho ba RM và cả giới hạn phát hiện.

Bảng A.1 – Các kết quả đo nhận được cho ba mẫu chuẩn

| C_i mg/m ³ | $Y_{i,1}$ mg/m ³ | $Y_{i,2}$ mg/m ³ | $Y_{i,3}$ mg/m ³ | $Y_{i,4}$ mg/m ³ | $Y_{i,5}$ mg/m ³ | $Y_{i,6}$ mg/m ³ |
|----------------------------|--------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|
| 0,00 | 0,06 | 0,08 | 0,06 | 0,07 | 0,06 | 0,06 |
| 77,57 | 78,81 | 78,82 | 78,31 | 78,31 | 77,80 | 77,80 |
| 352,12 | 348,3 | 348,5 | 349,1 | 349,3 | 349,0 | 348,5 |

Bảng A.2 – Các kết quả đo nhận được cho ba mẫu chuẩn

| C_i mg/m ³ | $Y_{i,7}$ mg/m ³ | $Y_{i,8}$ mg/m ³ | $Y_{i,9}$ mg/m ³ | $Y_{i,10}$ mg/m ³ | \bar{Y}_i mg/m ³ | s_i mg/m ³ |
|----------------------------|--------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|---------------------------------|----------------------------------|----------------------------|
| 0,00 | 0,07 | 0,07 | 0,08 | 0,06 | 0,067 | 0,0082 |
| 77,57 | 78,52 | 78,13 | 78,64 | 78,59 | 78,373 | 0,373 3 |
| 352,12 | 348,7 | 348,6 | 349,0 | 348,5 | 348,75 | 0,327 4 |

Độ lặp lại tại C_0 : 0,0082 mg/m³

Độ lặp lại tại C_1 : 0,373 3 mg/m³

Độ lặp lại tại C_7 : 0,327 4 mg/m³

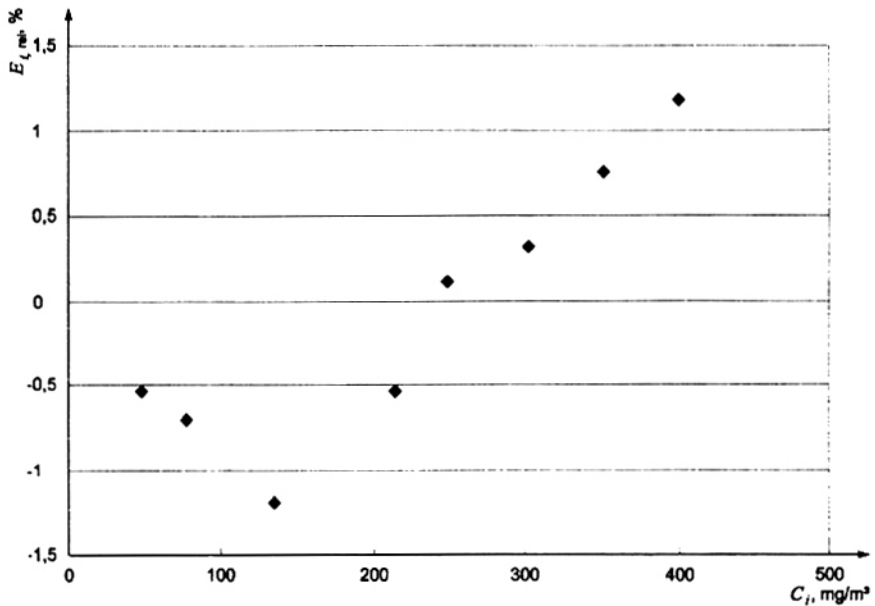
Giới hạn phát hiện : 0,099 9 mg/m³

A.3 Độ lệch

Đối với độ lệch, Bảng A.3 cung cấp trung bình của các phép đo lặp so với giá trị quy chiếu chấp nhận. Các số dư tính theo giá trị tuyệt đối và cả giá trị tương đối được vẽ thành đồ thị so với hàm lượng trong Hình A.1.

Bảng A.3 – Các kết quả thử nghiệm độ lệch

| C_i mg/m ³ | \bar{Y}_i mg/m ³ | E_i mg/m ³ | $E_{i,rel}$ % |
|----------------------------|----------------------------------|----------------------------|------------------|
| 0,00 | 0,06 | - 0,06 | - 0,02 |
| 47,29 | 49,43 | - 2,14 | - 0,54 |
| 77,57 | 80,37 | - 2,80 | - 0,70 |
| 134,2 | 138,95 | - 4,75 | - 1,19 |
| 214,33 | 216,46 | - 2,13 | - 0,53 |
| 249,75 | 249,3 | 0,45 | 0,11 |
| 302,13 | 300,88 | 1,25 | 0,31 |
| 352,12 | 349,12 | 3,00 | 0,75 |
| 400,06 | 395,34 | 4,72 | 1,18 |



Hình A.1 – Các số dư tương đối $E_{i,rel}$ so với hàm lượng C_i

Độ lệch (số dư) cực đại là 1,2 % phạm vi. Độ lệch đối với C_3 và C_8 được trình bày, nếu chuẩn mực độ lệch nhỏ hơn 1 %. Nếu chuẩn mực là 2 % không có độ lệch.

A.4 Độ trôi

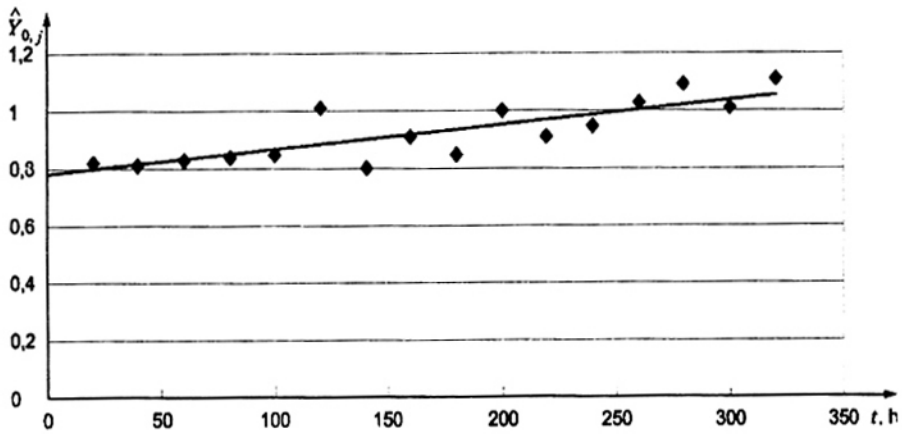
Bảng A.4 và A5 cho các kết quả thử đối với độ trôi và các tính toán dẫn đến hình A.2 (đối với C_0) và hình A.3 (đối với C_4), các hình này chỉ ra hướng của đồ thị và phép hồi quy tuyến tính được xác định trên cơ sở các kết quả.

Bảng A.4 – Các kết quả thử nghiệm độ trôi

| n | i | $Y_{0,j}$ | $Y_{4,j}$ | $(t - \bar{t})^2$ | $tY_{0,j}$ | $tY_{4,j}$ | t^2 |
|------|-------|-----------|-----------|-------------------|------------|------------|---------|
| 1 | 0 | 0,80 | 210,29 | 25 600 | 0,0 | 0,0 | 0 |
| 2 | 20 | 0,82 | 209,78 | 19 600 | 16,4 | 4 195,6 | 400 |
| 3 | 40 | 0,81 | 210,79 | 14 400 | 32,4 | 8 431,6 | 1 600 |
| 4 | 60 | 0,83 | 210,29 | 10 000 | 49,8 | 12 617,4 | 3 600 |
| 5 | 80 | 0,84 | 209,79 | 6 400 | 67,2 | 16 783,2 | 6 400 |
| 6 | 100 | 0,85 | 209,78 | 3 600 | 85,0 | 20 978,0 | 10 000 |
| 7 | 120 | 1,01 | 211,79 | 1 600 | 121,2 | 25 414,8 | 14 400 |
| 8 | 140 | 0,80 | 211,29 | 400 | 112,0 | 29 580,6 | 19 600 |
| 9 | 160 | 0,91 | 212,29 | 0 | 145,6 | 33 966,4 | 25 600 |
| 10 | 180 | 0,85 | 210,28 | 400 | 153,0 | 37 850,4 | 32 400 |
| 11 | 200 | 1,00 | 211,79 | 1 600 | 200,0 | 42 358,0 | 40 000 |
| 12 | 220 | 0,91 | 209,78 | 3 600 | 200,2 | 46 151,6 | 48 400 |
| 13 | 240 | 0,95 | 211,28 | 6 400 | 228,0 | 50 707,2 | 57 600 |
| 14 | 260 | 1,03 | 209,28 | 10 000 | 267,8 | 54 412,8 | 67 600 |
| 15 | 280 | 1,09 | 210,28 | 14 400 | 305,2 | 58 878,4 | 78 400 |
| 16 | 300 | 1,01 | 209,78 | 19 600 | 303,0 | 62 934,0 | 90 000 |
| 17 | 320 | 1,11 | 210,29 | 25 600 | 355,5 | 67 292,8 | 102 400 |
| Tổng | 2 720 | 15,62 | 3 578,85 | 163 200 | 2 642,3 | 572 552,8 | 598 400 |

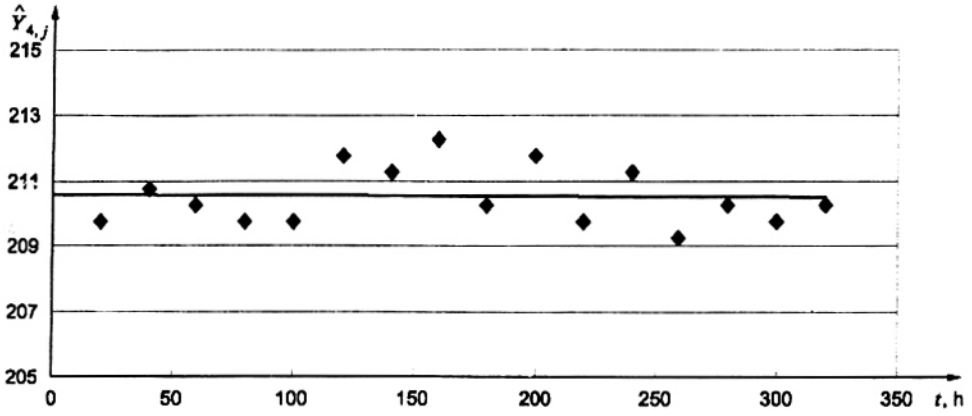
Bảng A.5 – Các kết quả thử nghiệm độ trôi

| n | i | $(Y_{0,j})^2$ | $(Y_{4,j})^2$ | $\hat{Y}_{0,j}$ | $(Y_{0,j} - \hat{Y}_{0,j})^2$ | $\hat{Y}_{4,j}$ | $(Y_{4,j} - \hat{Y}_{4,j})^2$ |
|-----|-------|---------------|---------------|-----------------|-------------------------------|-----------------|-------------------------------|
| 1 | 0 | 0,640 0 | 44 221,9 | 0,779 | 0,000 5 | 210,58 | 0,085 6 |
| 2 | 20 | 0,672 4 | 44 007,7 | 0,796 | 0,000 6 | 210,59 | 0,656 5 |
| 3 | 40 | 0,656 1 | 44 432,4 | 0,814 | 0,000 0 | 210,60 | 0,036 9 |
| 4 | 60 | 0,688 9 | 44 221,9 | 0,832 | 0,000 0 | 210,61 | 0,099 7 |
| 5 | 80 | 0,705 6 | 44 011,8 | 0,849 | 0,000 1 | 210,61 | 0,678 1 |
| 6 | 100 | 0,722 5 | 44 007,7 | 0,867 | 0,000 3 | 210,62 | 0,707 7 |
| 7 | 120 | 1,020 1 | 44 855,0 | 0,884 | 0,015 8 | 210,63 | 1,348 0 |
| 8 | 140 | 0,640 0 | 44 643,5 | 0,902 | 0,010 4 | 210,64 | 0,426 8 |
| 9 | 160 | 0,828 1 | 45 067,0 | 0,920 | 0,000 1 | 210,64 | 2,707 8 |
| 10 | 180 | 0,722 5 | 44 217,7 | 0,937 | 0,007 6 | 210,65 | 0,138 5 |
| 11 | 200 | 1,000 0 | 44 855,0 | 0,955 | 0,002 0 | 210,66 | 1,277 0 |
| 12 | 220 | 0,828 1 | 44 007,6 | 0,972 | 0,003 9 | 210,67 | 0,788 0 |
| 13 | 240 | 0,902 5 | 44 639,2 | 0,990 | 0,001 6 | 210,68 | 0,365 5 |
| 14 | 260 | 1,060 9 | 43 798,1 | 1,008 | 0,000 5 | 210,68 | 1,969 0 |
| 15 | 280 | 1,188 1 | 44 217,7 | 1,025 | 0,004 2 | 210,69 | 0,168 9 |
| 16 | 300 | 1,020 1 | 44 007,7 | 1,043 | 0,001 1 | 210,70 | 0,844 0 |
| 17 | 320 | 1,234 3 | 44 221,9 | 1,060 | 0,002 5 | 210,71 | 0,173 4 |
| Sum | 2 720 | 14,530 2 | 753 433,7 | 15,632 | 0,051 0 | 3 580,96 | 12,471 2 |



$$\hat{Y}_{0,j} = 0,000\ 88t + 0,778\ 73$$

Hình A.2 – Kết quả thử nghiệm độ trôi tại hàm lượng C_0



$$\hat{Y}_{4,j} = 0,000\ 387\ 3t + 210,582\ 5$$

Hình A.3 – Kết quả thử nghiệm độ trôi tại hàm lượng C_4

Thư mục tài liệu tham khảo

- {1} VIM, International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology (bipm/iec/ifcc/iso/upac.iupap/oiml, 1993) - VIM (Từ vựng quốc tế về cơ sở và thuật ngữ chung trong đo lường học);
 - {2} GUM, Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement, (bipm/iec/ifcc/iso/upac.iupap/oiml, 1993), corrected and reprinted in 1995 -GUM (Hướng dẫn trình bày độ không đảm bảo đo);
 - {3} ISO 11095:1996, Linear calibration using reference materials (Hiệu chuẩn tuyến tính bằng sử dụng mẫu chuẩn);
 - {4} ISO 11843-1:1997, Capability of detection - Part 1: Terms and definitions (Khả năng phát hiện - Phần 1: Thuật ngữ và định nghĩa);
 - {5} ISO 11843-2, Capability of detection - Part 1: Methodology in the linear calibration case (Khả năng phát hiện - Phần 2: Phương pháp luận trong trường hợp hiệu chuẩn tuyến tính);
 - {6} ISO/IEC 17025, General requirements for the competence of testing and calibration laboratories (Yêu cầu chung về năng lực của phòng thử nghiệm và hiệu chuẩn).
-