

Số: 24/2012/TT-BTNMT

Hà Nội, ngày 28 tháng 12 năm 2012

THÔNG TƯ

**Ban hành Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về sử dụng mẫu chuẩn
được chứng nhận trong phân tích mẫu địa chất, khoáng sản rắn**

BỘ TRƯỞNG BỘ TÀI NGUYÊN VÀ MÔI TRƯỜNG

Căn cứ Luật tiêu chuẩn và quy chuẩn kỹ thuật năm 2006;

Căn cứ Luật ban hành văn bản quy phạm pháp luật năm 2008;

Căn cứ Luật Khoáng sản năm 2010;

Căn cứ Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 01 tháng 8 năm 2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật tiêu chuẩn và quy chuẩn kỹ thuật;

Căn cứ Nghị định số 25/2008/NĐ-CP ngày 04 tháng 3 năm 2008 của Chính phủ quy định chức năng, nhiệm vụ, quyền hạn và cơ cấu tổ chức của Bộ Tài nguyên và Môi trường; Nghị định số 89/2010/NĐ-CP ngày 18 tháng 9 năm 2010 của Chính phủ sửa đổi, bổ sung Điều 3 của Nghị định số 25/2008/NĐ-CP ngày 04 tháng 3 năm 2008;

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

QUY ĐỊNH:

Điều 1. Ban hành kèm theo Thông tư này “Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về sử dụng mẫu chuẩn được chứng nhận trong phân tích mẫu địa chất, khoáng sản rắn”, mã số QCVN 48:2012/BTNMT.

Điều 2. Thông tư này có hiệu lực thi hành kể từ ngày 05 tháng 3 năm 2013.

Điều 3. Tổng Cục trưởng Tổng cục Địa chất và Khoáng sản, Thủ trưởng các đơn vị thuộc Bộ Tài nguyên và Môi trường, Giám đốc Sở Tài nguyên và Môi trường các tỉnh, thành phố trực thuộc Trung ương và các tổ chức, cá nhân liên quan có trách nhiệm thi hành Thông tư này./.

Nơi nhận:

- Văn phòng Quốc hội;
- Văn phòng Chủ tịch nước;
- Văn phòng Chính phủ;
- Các Bộ, cơ quan ngang Bộ, cơ quan thuộc Chính phủ;
- Kiểm toán Nhà nước;
- UBND các tỉnh, TP trực thuộc Trung ương;
- Sở Tài nguyên và Môi trường các tỉnh, TP trực thuộc TW;
- Bộ Tư pháp (Cục Kiểm tra văn bản);
- Công báo; Cổng thông tin điện tử Chính phủ;
- Các đơn vị trực thuộc Bộ; Website Bộ TN&MT;
- Lưu: VT, PC, KHCN, ĐCKS (250).

h

tu

**KT. BỘ TRƯỞNG
THỨ TRƯỞNG**



Nguyễn Linh Ngọc



CỘNG HÒA XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

QCVN 48: 2012/BTNMT

QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA

**VỀ SỬ DỤNG MẪU CHUẨN ĐƯỢC CHỨNG NHẬN TRONG
PHÂN TÍCH MẪU ĐỊA CHẤT, KHOÁNG SẢN RẰN**

*National Technical Regulation on the use of certified reference materials
(CRM) in analysis of geology and minerals*

HÀ NỘI – 2012

Lời nói đầu

- QCVN 48: 2012/BTNMT do Tổng cục Địa chất và Khoáng sản biên soạn; Bộ Khoa học và Công nghệ, Vụ Khoa học và Công nghệ, Vụ Pháp chế Bộ Tài nguyên và Môi trường thẩm định, trình phê duyệt, Bộ Tài nguyên và Môi trường ban hành kèm theo Thông tư số 24/2012/BTNMT ngày 28 tháng 12 năm 2012.

QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA
VỀ SỬ DỤNG MẪU CHUẨN ĐƯỢC CHỨNG NHẬN TRONG PHÂN
TÍCH MẪU ĐỊA CHẤT, KHOÁNG SẢN RẮN

National Technical Regulation on the use of certified reference materials
(CRM) in analysis of geology and minerals

1. QUY ĐỊNH CHUNG

1.1. Phạm vi điều chỉnh

Quy chuẩn này quy định việc sử dụng mẫu chuẩn được chứng nhận trong phân tích địa chất khoáng sản rắn thuộc các đề án điều tra cơ bản địa chất về khoáng sản, thăm dò khoáng sản.

1.2. Đối tượng áp dụng

Quy chuẩn kỹ thuật này áp dụng cho các tổ chức, cá nhân liên quan đến hoạt động phân tích thí nghiệm mẫu địa chất, khoáng sản rắn phục vụ cho công tác điều tra cơ bản địa chất về khoáng sản, thăm dò khoáng sản.

1.3. Giải thích từ ngữ

Trong Quy chuẩn này các thuật ngữ được hiểu như sau:

1.3.1. Mẫu chuẩn là mẫu có độ đồng nhất về thành phần và ổn định nhất định về hàm lượng đối với một hoặc một số thành phần của các loại đất, đá, quặng được sử dụng để đánh giá chất lượng, phương pháp phân tích.

Mẫu chuẩn trong Quy chuẩn này bao gồm mẫu chuẩn cơ sở, mẫu chuẩn quốc gia.

1.3.2. Mẫu chuẩn cơ sở là mẫu chuẩn được chế tạo từ đất, đá hoặc quặng do đơn vị, tổ chức có phòng thí nghiệm công bố được dùng làm giá trị chuẩn trong phạm vi đơn vị phòng thí nghiệm thực hiện.

1.3.3. Mẫu chuẩn quốc gia là mẫu chuẩn được chế tạo từ đất, đá hoặc quặng theo quy trình đã được phê duyệt, do Bộ trưởng Bộ Tài nguyên và Môi trường phê chuẩn, được dùng làm cơ sở ấn định giá trị chuẩn trong phạm vi quốc gia.

1.3.4. 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.

1.3.5. Lô mẫu phân tích là tập mẫu được thành lập từ mẫu cơ bản kết hợp với các loại mẫu kiểm soát chất lượng, trong đó có mẫu chuẩn; mỗi lô mẫu có số mẫu cơ bản không quá 30 mẫu.

2. QUY ĐỊNH VỀ KỸ THUẬT

2.1. Yêu cầu chung đối với các loại mẫu chuẩn được sử dụng

2.1.1. Mỗi mẫu chuẩn phải có lý lịch ghi rõ các thông tin về mẫu bao gồm: loại mẫu (cơ sở hoặc quốc gia), nguồn gốc, hàm lượng phê chuẩn, cơ quan chế tạo, cơ quan phê chuẩn, thời hạn sử dụng và hướng dẫn sử dụng. Trên từng bao bì đựng mẫu có ghi rõ ký mã hiệu mẫu chuẩn, ngày tháng chế tạo, thời hạn sử dụng.

2.1.2. Nguyên tắc sử dụng mẫu chuẩn

2.1.2.1. Mẫu chuẩn quốc gia được sử dụng:

- Tiêu chuẩn hoá/ chuẩn hoá các mẫu chuẩn cơ sở.
- Xác định giá trị của những phương pháp phân tích mới.
- Kiểm định quy trình, thiết bị, phương tiện phân tích.
- Kiểm tra trọng tài chất lượng phân tích của các phòng thí nghiệm.
- Kiểm soát chất lượng phân tích theo lô mẫu của phòng thí nghiệm và các đề án địa chất.

2.1.2.2. Mẫu chuẩn cơ sở

- Xác định giá trị của những phương pháp phân tích mới trong phạm vi phòng thí nghiệm.
- Trợ giúp công tác kiểm soát chất lượng của phòng thí nghiệm.

2.1.2.3. Mẫu chuẩn quốc gia

- Tiêu chuẩn hoá/ chuẩn hoá các mẫu chuẩn cơ sở.
- Xác định giá trị của những phương pháp phân tích mới; khẳng định độ tin cậy của các tiêu chuẩn cơ sở, tiêu chuẩn quốc gia.
- Kiểm định thiết bị, phương tiện đo.
- Kiểm tra trọng tài chất lượng phân tích của các phòng thí nghiệm.
- Kiểm soát chất lượng phân tích theo lô mẫu của phòng thí nghiệm; các đề án địa chất và các mục đích khác (khi có nhu cầu) trong phạm vi quốc gia.

2.2. Sử dụng mẫu chuẩn trong kiểm soát chất lượng phân tích theo lô mẫu

2.2.1. Mẫu chuẩn được sử dụng kiểm soát chất lượng phân tích theo lô mẫu phải có thành phần có ích, có hại đã biết tương đồng với đối tượng mẫu cơ bản; trong trường hợp kết quả phân tích xác định trong lô mẫu có nhiều khoảng

hàm lượng, đơn vị phân tích mẫu phải bổ sung mẫu chuẩn đủ đại diện các khoảng hàm lượng để kiểm soát chất lượng.

2.2.2. Khi tiến hành gửi mẫu, mẫu chuẩn được gửi cùng với lô mẫu phân tích.

2.2.3. Mẫu chuẩn phân tích kèm theo lô mẫu phải được mã hoá.

2.3- Xử lý và đánh giá kết quả phân tích mẫu chuẩn theo lô mẫu

2.3.1. Tính sai số phân tích mẫu chuẩn

Kết quả phân tích hàm lượng các nguyên tố hoặc hợp phần trong mẫu chuẩn theo đơn vị tính thống nhất (% , ppm, g/t...) được xử lý tính sai số phân tích như sau:

+ Tính độ chụm đối với mỗi yêu cầu phân tích theo công thức:

$$\sigma = k C_c^{0,8495} \quad (1)$$

Với C_c là hàm lượng nguyên tố hoặc hợp phần mẫu được thông báo trong chứng chỉ của mẫu chuẩn theo đơn vị đo (% , ppm, g/t....).

k được áp dụng đối với phòng thí nghiệm ứng dụng với các giá trị như sau:

$k = 0.02$ với hàm lượng nguyên tố hoặc hợp phần $C_c > 1\%$ (g/g).

$k = 0.08$ với hàm lượng nguyên tố hoặc hợp phần với $C_c < 1\%$ (g/g).

Giá trị 0,8495 là giá trị kinh nghiệm.

+ Tính giá trị Z Score:

$$Z = \frac{\bar{C}_{PT} - C_c}{\sigma} \quad (2)$$

Với $\bar{C}_{PT}$ là giá trị hàm lượng nguyên tố hoặc hợp phần trung bình của các kết quả phân tích lặp trong một lô mẫu được tính bằng đơn vị đo thống nhất với đơn vị của C_c (% , ppm, g/t....) .

- σ là độ chụm tính theo công thức (1).

2.3.2. Đánh giá, xử lý kết quả phân tích mẫu chuẩn theo cùng lô mẫu

2.3.2.1. Trường hợp kết quả phân tích hàm lượng C_{pt} của mẫu chuẩn có giá trị nằm trong khoảng tin cậy ở công thức (1) thì chất lượng phân tích được đánh giá là tốt và kết quả lô mẫu phân tích được chấp nhận.

2.3.2.2. Trường hợp ngược lại phải tìm nguyên nhân sai lệch; phân tích lại cả lô mẫu các chỉ tiêu có sai số vượt giới hạn cho phép đến khi đạt yêu cầu.

2.4. Xử lý, đánh giá thống kê kết quả phân tích mẫu của phòng thí nghiệm

2.4.1. Định kỳ 6 tháng/lần các đơn vị lập báo cáo đánh giá chất lượng phân tích của phòng thí nghiệm.

2.4.2. Thống kê các kết quả phân tích mẫu chuẩn theo loại mẫu chuẩn, chỉ tiêu phân tích trong 6 tháng theo cách tính tại mục 2.3.1.

2.4.3. Xây dựng đồ thị cột:

- Trục hoành là số thứ tự lần phân tích;
- Trục tung bên trái là giá trị hàm lượng nguyên tố;
- Trục tung bên phải là giá trị Z.

Trên cơ sở đồ thị này đánh giá chất lượng phân tích và độ ổn định của chất lượng theo thời gian của một phân tích viên hay của một phòng thí nghiệm.

2.4.4. Đánh giá chất lượng phân tích:

Hệ thống phân tích bị coi là nằm ngoài vùng kiểm soát hay chất lượng phân tích không đảm bảo nếu xuất hiện một trong những trường hợp sau.

a) Nếu hai trong ba (2/3) điểm Z liên tiếp nằm trên hoặc dưới đường giới hạn $Z = \pm 2$.

b) Nếu tám trong hai mươi (8/20) điểm Z liên tiếp nằm về một phía của đường tâm $Z = 0$.

c) Nếu bốn trong năm (4/5) điểm Z liên tiếp nằm trên hoặc dưới của đường giới hạn $Z = \pm 1$.

3. QUY ĐỊNH QUẢN LÝ

3.1. Phương pháp phân tích yêu cầu sử dụng mẫu chuẩn

Các phương pháp phân tích định lượng xác định thành phần hoặc các hợp phần có trong mẫu địa chất, khoáng sản sử dụng mẫu chuẩn để kiểm soát chất lượng phân tích trong phòng thí nghiệm.

Chỉ tiêu, đối tượng và phương pháp phân tích yêu cầu có mẫu chuẩn để kiểm soát chất lượng phân tích trong phòng thí nghiệm theo lô mẫu quy định như Phụ lục kèm theo. Trong quá trình thực hiện, các phương pháp mới được áp dụng theo các tiêu chuẩn công bố bổ sung cũng yêu cầu thực hiện theo quy định này.

Trong trường hợp không có mẫu chuẩn phù hợp có thể thay thế bằng hình thức kiểm tra đối song theo Quy định hiện hành.

3.2. Chế tạo mẫu chuẩn

Việc chế tạo mẫu chuẩn đảm bảo thực hiện theo các bước sau:

3.2.1. Xây dựng đề án chế tạo mẫu chuẩn.

3.2.2. Phê duyệt đề án chế tạo mẫu chuẩn.

3.2.3. Lựa chọn loại, vị trí lấy làm vật liệu chế tạo mẫu chuẩn từ đất, đá hoặc quặng phù hợp.

3.2.4. Lấy mẫu làm vật liệu chế tạo mẫu chuẩn.

3.2.5. Tiến hành phân tích và đánh giá các thông số cơ bản của vật liệu chọn làm mẫu chuẩn như thành phần khoáng vật, hoá học, các tính chất cơ lý.

3.2.3. Chuẩn hoá thiết bị và phương tiện gia công, trộn..., phương pháp phân tích.

3.2.4. Nghiền (nếu cần), trộn đồng đều, đánh giá độ đồng nhất và ổn định nhất định đối với một hoặc một số thuộc tính được phê chuẩn theo các tiêu chuẩn thống kê.

3.2.5. Tổ chức phân tích liên phòng thí nghiệm có uy tín, phân tích đối sánh với các mẫu chuẩn có độ tin cậy cao hơn.

3.2.6. Xử lý thống kê các kết quả phân tích liên phòng thí nghiệm, kết quả phân tích đối sánh để thu được các kết quả có độ tin cậy cao nhất.

3.2.7. Lập Báo cáo kết quả chế tạo mẫu chuẩn

3.2.8. Trình thẩm định kết quả.

3.2.9. Công bố mẫu chuẩn chế tạo theo quy định.

3.3. Thẩm định, phê duyệt kết quả chế tạo mẫu chuẩn quốc gia

Việc quản lý, thẩm định, phê duyệt kết quả chế tạo mẫu chuẩn quốc gia được thực hiện theo quy định về quản lý các đề án, dự án, nhiệm vụ chuyên môn thuộc Bộ Tài nguyên và Môi trường.

3.4. Quản lý, lập kế hoạch chế tạo mẫu chuẩn

3.4.1. Các đơn vị phân tích thí nghiệm tham gia việc phân tích mẫu địa chất, khoáng sản rắn yêu cầu có hồ sơ quản lý việc sử dụng mẫu chuẩn.

3.4.2. Danh mục các loại mẫu chuẩn sử dụng trong phòng thí nghiệm được theo dõi, cập nhật thường xuyên để có kế hoạch chế tạo, bổ sung số lượng, chủng loại mẫu chuẩn đáp ứng yêu cầu phân tích cho các đối tượng khác nhau của mẫu địa chất, khoáng sản.

3.4.3. Mẫu chuẩn quốc gia được giao cho đơn vị có đủ năng lực, cơ sở vật chất chế tạo, quản lý; hàng năm lập kế hoạch chế tạo mẫu chuẩn chính quốc gia hoặc mua mẫu chuẩn nước ngoài, quốc tế đáp ứng yêu cầu sử dụng.

3.4.4. Kinh phí mua mẫu chuẩn nước ngoài, quốc tế, mẫu chuẩn quốc gia được xây dựng trong đề án điều tra cơ bản địa chất về khoáng sản, thăm dò khoáng sản.

Kinh phí chế tạo mẫu chuẩn quốc gia được bố trí từ nguồn ngân sách nhà nước và được hoàn trả từ nguồn thu bán mẫu chuẩn cho các tổ chức, cá nhân có nhu cầu sử dụng mẫu chuẩn; kinh phí chế tạo mẫu chuẩn cơ sở bố trí từ nguồn kinh phí hợp lý của đơn vị có phòng thí nghiệm.

3.5. Chứng nhận hợp quy

3.5.1. Các phòng phân tích thí nghiệm mẫu địa chất, khoáng sản rắn tham gia phân tích mẫu cho các đề án, dự án nghiên cứu, điều tra cơ bản địa chất về khoáng sản, thăm dò khoáng sản phải có chứng nhận hợp quy theo các quy định tại Quy chuẩn này.

3.5.2. Việc thẩm định các phòng thí nghiệm được chứng nhận hợp quy do cơ quan quản lý nhà nước về lĩnh vực địa chất, khoáng sản hướng dẫn, thẩm định.

3.5.3. Các phòng thí nghiệm chịu trách nhiệm thực hiện việc công bố mẫu chuẩn cơ sở theo quy định; thủ tục đăng ký công bố do Tổng cục Địa chất và Khoáng sản hướng dẫn và thực hiện.

4. TỔ CHỨC THỰC HIỆN

4.1. Tổng cục Địa chất và Khoáng sản chịu trách nhiệm việc phổ biến, hướng dẫn, kiểm tra, thẩm định việc thực hiện theo Quy chuẩn này.

4.2. Các tổ chức, cá nhân có hành vi cung cấp sai lệch thông tin chất lượng hoặc giả mạo mẫu chuẩn thì tùy mức độ vi phạm sẽ bị xử lý theo quy định pháp luật hiện hành/.