

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 11514:2016
ISO/TS 17383:2014**

**DẦU MỠ ĐỘNG VẬT VÀ THỰC VẬT -
XÁC ĐỊNH THÀNH PHẦN TRIACYLGLYCEROL -
PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ KHÍ MAO QUẢN**

*Determination of the triacylglycerol composition of fats and oils -
Determination by capillary gas chromatography*

HÀ NỘI - 2016

Lời nói đầu

TCVN 11514:2016 hoàn toàn tương đương với ISO/TS 17383:2014;

TCVN 11514:2016 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F2
Dầu mỡ động vật và thực vật biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường
Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Dầu mỡ động vật và thực vật - Xác định thành phần triacylglycerol - Phương pháp sắc ký khí mao quản

*Determination of the triacylglycerol composition of fats and oils -
Determination by capillary gas chromatography*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định định tính và bán định lượng thành phần các triglycerit riêng rẽ trong dầu mỡ và hỗn hợp chất béo bằng sắc ký khí mao quản. Việc tách các triglycerit dựa trên thời gian lưu của chúng phụ thuộc vào số cacbon của các axit béo trong triglycerit và mức độ không bão hòa của chúng.

Tiêu chuẩn này áp dụng cho dầu mỡ động vật và thực vật, cũng như các hỗn hợp của các triglycerit tự nhiên và tổng hợp với điều kiện:

- thành phần axit béo của dầu không chứa hàm lượng axit linolenic cao như dầu lanh; và
- chiều dài chuỗi tổng số không vượt quá số cacbon tổng C60.

CHÚ THÍCH: Nếu cần đến các kết quả định lượng thì hệ số đáp ứng của một số triglycerit cần kiểm tra, do việc tăng triglycerit không bão hòa, sẽ làm giảm độ nhạy.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 6128 (ISO 661) *Dầu mỡ động vật và thực vật – Chuẩn bị mẫu thử.*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này áp dụng thuật ngữ và định nghĩa sau:

3.1

Tỷ lệ triglycerit hoặc nhóm triglycerit (proportion of the triglyceride or triglyceride group)

Thành phần hỗn hợp của triglycerit được biểu thị bằng phần trăm diện tích, giả định tổng các pic triglycerit được chuẩn hóa đến 100 %.

4 Nguyên tắc

Các triglycerit có các độ phân cực khác nhau được tách bằng sắc ký khí mao quản trên pha tĩnh có độ phân cực cao mà không phải chuẩn bị thêm mẫu. Sau khi chuẩn hóa tất cả các diện tích pic, hàm lượng các triglycerit có cùng thời gian lưu, được biểu thị bằng tỷ lệ phần trăm của tổng tất cả các diện tích pic.

5 Thuốc thử

CẢNH BÁO – Thực hiện các qui định về xử lý các chất nguy hiểm. Cần tuân thủ các biện pháp an toàn kỹ thuật cho tổ chức và cá nhân.

Chỉ sử dụng thuốc thử loại tinh khiết phân tích, trừ khi có qui định khác.

5.1 *n*-Hexan.

5.2 Dietyl ete.

5.3 Hỗn hợp dung môi của hexan/dietyl ete, phần thể tích hexan là $\varphi = 87$ ml/100 ml, phần thể tích dietyl ete là $\varphi = 13$ ml/100 ml.

5.4 Isooctan.

5.5 Chất chuẩn, các triglycerit như tripalmitin, tristearin, triolein, trilinolein v.v... cũng như các loại dầu mỡ động vật và thực vật có thành phần đã biết.

5.6 Khí, thích hợp cho sắc ký khí.

5.7 Hydro, loại dùng cho sắc ký khí.

6 Thiết bị, dụng cụ

6.1 Lọ bơm mẫu dùng cho GC.

6.2 Máy sắc ký khí (GC), phần sắc ký được gắn với hệ thống bơm lên cột lạnh và detector ion hóa ngọn lửa (FID).

CHÚ THÍCH: Có thể sử dụng các hệ thống bơm thay thế, ví dụ: bộ bơm chia dòng, bộ bay hơi có cài đặt chương trình nhiệt độ (PTV) hoặc bộ bơm có kim phun có thể tháo rời, miễn là thu được các kết quả tương tự như trong Phụ lục A.

6.3 Quá trình tách và phát hiện đã được chứng minh là thích hợp nếu tuân thủ các điều kiện thực nghiệm sau:

- cột GC mao quản nhiệt độ cao: silica nóng chảy được phủ phenylmethyl-polysiloxan từ 50 % đến 65 %, ổn định nhiệt, dài từ 25 m đến 30 m, đường kính trong 0,25 mm, độ dày màng 0,1 μ l đến 0,15 μ l.
- chương trình nhiệt độ: 100 °C giữ trong 1 min (nhiệt độ ban đầu), tăng từ 100 °C đến 325 °C với tốc độ 30 °C/min, tăng từ 325 °C đến 345 °C với tốc độ 1 °C/min, tăng từ 345 °C đến 370 °C với tốc độ 5 °C/min, giữ ở 370 °C trong 5 min (nhiệt độ cuối cùng).
- khí mang: hydro (tinh khiết $\geq 99,999$ %).

CHÚ THÍCH: Các điều kiện vận hành và kiểu loại cột GC cần được sử dụng với điều kiện cho các kết quả tương tự như trong Phụ lục A.

6.4 Microxyranh dùng cho GC, thể tích bơm từ 1 μ l đến 2 μ l.

6.5 Pipet, dung tích 1 ml.

6.6 Cân phân tích, có thể đọc chính xác đến 0,1 mg.

6.7 Bình định mức, dung tích 10 ml.

6.8 Cột silica gel-dùng-cho quá-trình chiết pha rắn, 1 g (6 ml).

6.9 Bộ cô quay.

6.10 Micropipet.

7 Lấy mẫu

Mẫu gửi đến phòng thử nghiệm phải đúng là mẫu đại diện và không bị hư hỏng hoặc thay đổi trong suốt quá trình vận chuyển và bảo quản.

Việc lấy mẫu không qui định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 2625 (ISO 5555).

8 Chuẩn bị mẫu thử

Chuẩn bị mẫu thử theo TCVN 6128 (ISO 661).

Gia nhiệt chất béo dạng rắn và bán rắn đến nhiệt độ trên điểm tan chảy của chúng để làm trong hoàn toàn, sau đó trộn kỹ. Lọc mẫu lỏng hoặc mẫu đã tan chảy hoặc dung dịch của chúng, nếu vẫn nhìn thấy có chứa chất nhiễm bẩn.

9 Cách tiến hành

9.1 Tinh sạch mẫu (nếu cần)

Nếu mẫu chứa các monoglycerit, diglycerit, axit béo tự do hoặc chất béo đã polyme hóa với tỷ lệ lớn thì chúng cần được tách trước bằng sắc ký cột theo qui trình sau.

Rửa cột silica gel SPE (6.8) bằng 6 ml hexan. Đặt bình nón dưới cột. Cho dung dịch mẫu (khoảng 0,12 g) vào 0,5 ml hexan (5.1) và đưa lên cột, sau đó rửa giải các triglycerit bằng 10 ml hỗn hợp dung môi (5.3) của hexan/diethyl ete (87:13 thể tích). Làm bay hơi đến khô dung môi rửa giải trong bộ cô quay (6.9) dưới áp suất giảm ở nhiệt độ phòng.

CHÚ THÍCH: Có thể tiến hành tinh sạch dầu, sử dụng cột silica gel, như mô tả trong TCVN 10108 (ISO 8420).

9.2 Tách các triglycerit riêng rẽ bằng GC

Chuẩn bị dung dịch mẫu chứa xấp xỉ 0,50 mg/ml trong isooctan (5.4). Cân 50 mg mẫu cho vào bình định mức 10 ml (6.7) và thêm isooctan (5.4) đến vạch. Dùng pipet 1 ml (6.5) lấy dung dịch thu được cho vào bình định mức 10 ml (6.7) khác và thêm cùng dung môi đến vạch.

Bơm 1,0 µl dung dịch thử cuối cùng lên hệ thống GC, sử dụng hệ thống bơm lên cột lạnh.

Sử dụng các điều kiện làm việc (nhiệt độ) để tách hiệu quả các C50-triglycerit (POP/PLP), C52-triglycerit (POS/POO/PLO) và C54-triglycerit (SOO/OOO/OLO) được nêu trong Phụ lục A.

9.3 Nhận biết

Để nhận biết các pic trên sắc ký đồ thì thời gian lưu tương đối, ví dụ tương ứng với tripalmitin, phải được so sánh với thời gian lưu của các chất thử nghiệm.

Nhìn chung, các triglycerit xuất hiện theo thứ tự tăng dần của số nguyên tố C và tăng độ không bão hòa của cùng số nguyên tố C. Trình tự rửa giải các triglycerit đã cho trong trong sắc ký đồ mẫu (Phụ lục A).

9.4 Đánh giá xác nhận các hệ số đáp ứng

Chuẩn bị dung dịch chất chuẩn (5.5) xấp xỉ 0,1 mg/ml trong isooctan (5.4). Cân 50 mg mẫu cho vào bình định mức 10 ml (6.7) và thêm isooctan (5.4) đến vạch. Dùng micropipet (6.10) lấy 0,2 ml dung dịch thu được cho vào bình định mức 10 ml (6.7) khác và thêm cùng dung môi đến vạch.

Bơm 1,0 µl dung dịch thử cuối cùng lên hệ thống GC, sử dụng hệ thống bơm lên cột lạnh.

Tính hệ số đáp ứng theo tỷ lệ của diện tích tripalmitin chia cho diện tích triglycerit cần kiểm tra:

$$F_{TGi} = \frac{A_{PPP}}{A_{TGi}} \quad (1)$$

Trong đó:

F_{TGi} là hệ số đáp ứng của triglycerit i ;

A_{TGi} là diện tích pic của triglycerit i ;

A_{PPP} là diện tích pic của tripalmitin.

10 Tính kết quả

Tính thành phần của hỗn hợp theo phần trăm diện tích pic bằng cách tích phân tất cả các pic có mặt trên sắc ký đồ. Các pic chưa biết sẽ được tổng hợp thành loại được gọi là "các TAG khác". Điều kiện tiên quyết để tính theo phương pháp 100 % là giả định rằng tất cả các nhóm triglycerit có trong mẫu đã được tách hoàn toàn trên sắc ký đồ với cùng hệ số đáp ứng.

Tính các nhóm triglycerit riêng rẽ theo Công thức (2) như sau:

$$C_{TGi} = \frac{A_{TGi}}{A_T} \times 100 \quad (2)$$

Trong đó:

C_{TGi} là tỷ lệ của triglycerit hoặc nhóm triglycerit i , tính bằng %;

A_{TGi} là diện tích pic của triglycerit i ;

A_T là tổng diện tích pic của tất cả các triglycerit (ΣA_{TGi}).

CHÚ THÍCH: Để phân tích định lượng thì hiệu chỉnh diện tích pic theo trung bình của các hệ số đáp ứng là không cần thiết nếu hệ số đáp ứng nhỏ hơn hoặc bằng 1,2 đối với triglycerit có trong mẫu. Ví dụ, hệ số đáp ứng đối với triolein được ước tính ở 1,18.

11 Độ chụm

11.1 Phép thử liên phòng thử nghiệm

Chi tiết của phép thử liên phòng thử nghiệm về độ chụm của phương pháp được nêu trong Phụ lục B. Các giá trị thu được từ phép thử liên phòng này có thể không áp dụng được cho các dải nồng độ phân tích và chất nền khác với dải nồng độ và chất nền đã nêu.

11.2 Giới hạn lặp lại (r)

Giới hạn lặp lại (r) là giá trị mà độ lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử thu được trong các điều kiện lặp lại sẽ nhỏ hơn hoặc bằng giá trị đó được dự kiến với xác suất 95 %.

Điều kiện lặp lại là các điều kiện trong đó các kết quả thử độc lập thu được khi sử dụng cùng phương pháp, trên vật liệu thử giống hệt nhau, trong cùng một phòng thử nghiệm, do một người thực hiện, sử dụng cùng thiết bị, thực hiện trong một khoảng thời gian ngắn.

11.3 Giới hạn tái lập, (R)

Giới hạn tái lập (R) là giá trị mà độ lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử thu được trong các điều kiện tái lập sẽ nhỏ hơn hoặc bằng giá trị đó được dự kiến với xác suất 95 %.

Điều kiện tái lập là các điều kiện trong đó các kết quả thử độc lập, thu được khi sử dụng cùng phương pháp, trên vật liệu thử giống hệt nhau, trong các phòng thử nghiệm khác nhau, do những người khác nhau thực hiện, sử dụng các thiết bị khác nhau, thực hiện trong một khoảng thời gian ngắn.

12 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm các thông tin sau:

- phương pháp phù hợp với phương pháp lấy mẫu được tiến hành (nếu biết);
- phương pháp đã sử dụng;
- kết quả thử thu được;
- nếu kiểm tra độ lặp lại thì nêu kết quả cuối cùng thu được;

Mọi thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, hoặc được xem là tùy chọn, cùng với mọi tình huống bất thường có thể ảnh hưởng đến kết quả thử nghiệm. Báo cáo thử nghiệm cũng phải bao gồm mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ mẫu thử.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Sắc ký đồ

Các điều kiện thực nghiệm: Cột GC: cột mao quản silica nóng chảy 30 m x 0,25 mm được phủ Restek RTX65TG 0,1 μ m

Nhiệt độ lò: 100 °C giữ trong 1 min, tăng từ 100 °C đến 325 °C với tốc độ 30 °C/min, tăng từ 325 °C đến 345 °C với tốc độ 1 °C/min, tăng từ 345 °C đến 370 °C với tốc độ 5 °C/min, giữ ở 370 °C trong 5 min.

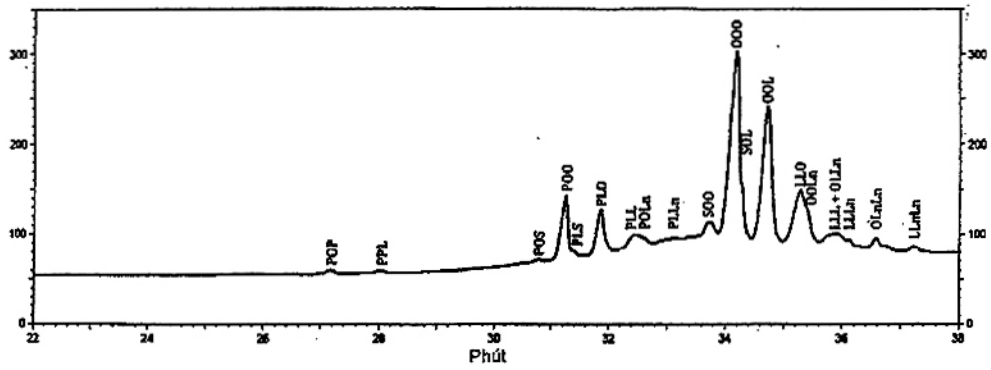
Bộ bơm: bơm lên cột lạnh

Detector (FID): 370 °C

Khí mang: H₂ ở 1,1 ml/min

Thể tích bơm: 1 μ l dung dịch 0,25 mg/ml

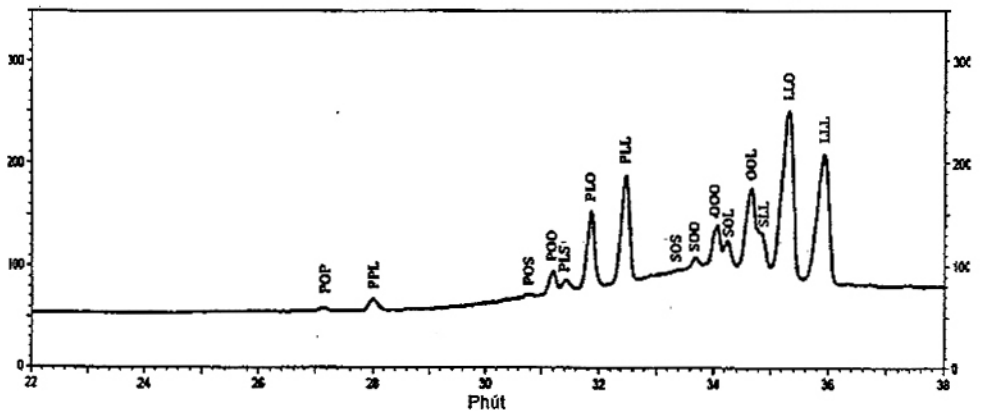
Ví dụ về sắc ký đồ xem Hình A.1 đến Hình A.5 .



CHÚ DẪN

- P palmitic
- S stearic
- O oleic
- L linoleic
- Ln linolenic

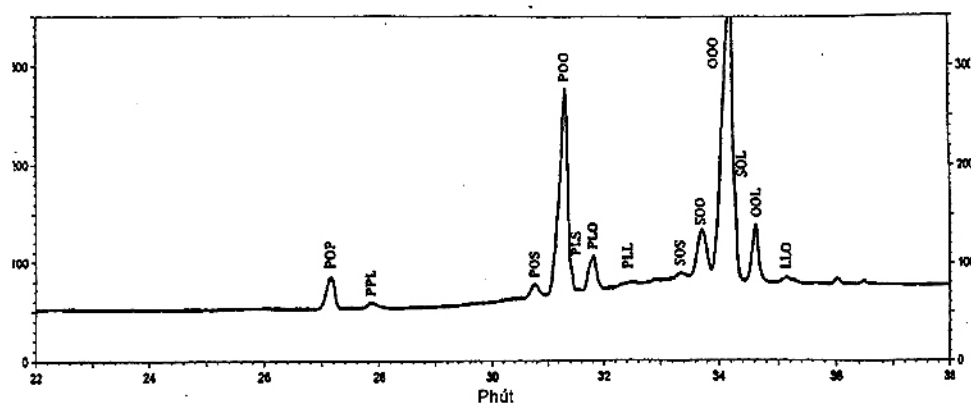
Hình A.1 – Triacylglycerol của dầu hạt cải dầu



CHÚ DẪN

- P palmitic
- S stearic
- O oleic
- L linoleic
- Ln linolenic

Hình A.2 – Triacylglycerol của dầu hướng dương

**CHÚ DẪN**

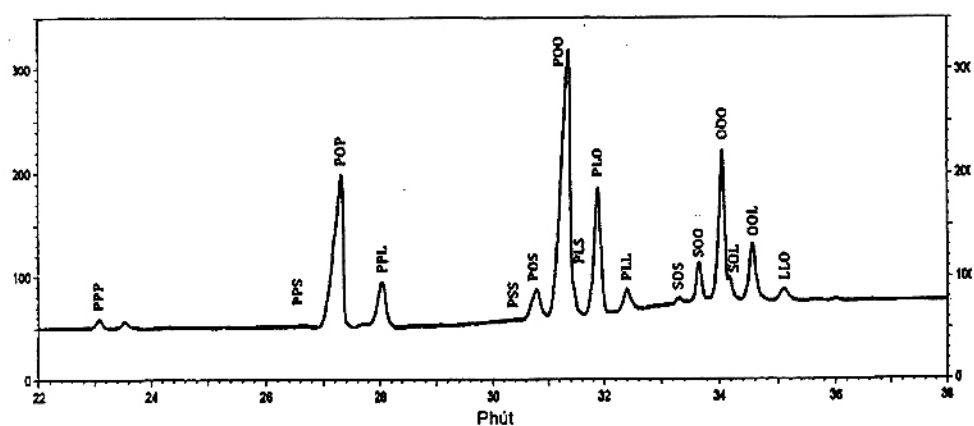
P palmitic

S stearic

O oleic

L linoleic

Ln linolenic

Hình A.3 – Triacylglycerol của dầu ôliu**CHÚ DẪN**

P palmitic

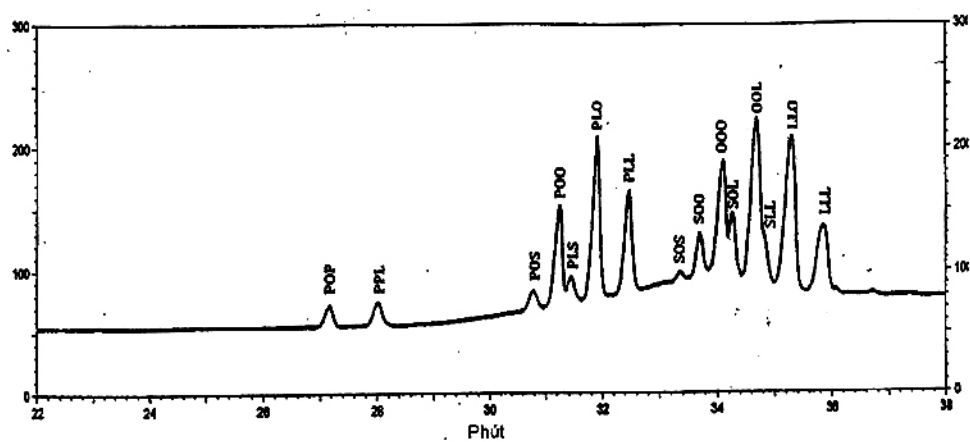
S stearic

O oleic

L linoleic

Ln linolenic

Hình A.4 – Triacylglycerol của dầu cọ



CHÚ DẪN

P palmitic

S stearic

O oleic

L linoleic

Ln linolenic

Hình A.5 – Triacylglycerol của dầu vừng (mè)

Phụ lục B
(Tham khảo)

Kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm

Phép thử liên phòng thử nghiệm được tiến hành năm 2012 do Pháp (ITERG) tổ chức thực hiện trong tám phòng thử nghiệm tham gia, mỗi phòng thực hiện hai phép xác định trên từng mẫu, cho kết quả thống kê nêu trong Bảng B.1 đến Bảng B.11 [xác định theo TCVN 6910 (ISO 5725) Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo].

Nhận biết mẫu:

Mẫu 1: dầu hạt cải dầu tinh luyện

Mẫu 4: dầu ôliu nguyên chất

Mẫu 2: dầu hướng dương tinh luyện

Mẫu 5: dầu cọ thô

Mẫu 3: dầu hạt vừng (mè)

Bảng B.1 – Kết quả thống kê đối với POP (% diện tích)

Mẫu	1	2	3	4	5
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia (P)	Giá trị trung bình không được xử lý $\leq 1\%$	Giá trị trung bình không được xử lý $\leq 1\%$	8	8	8
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ (p)			8	8	8
Số kết quả thử trong tất cả các phòng thử nghiệm (n)			16	16	16
Trung bình (m)			1,58	3,30	18,25
Độ lệch chuẩn lặp lại (s_r)			0,07	0,04	0,10
Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại (CV_r)			4,4 %	1,2 %	0,6 %
Giới hạn lặp lại, r ($s_r \times 2,8$)			0,19	0,11	0,29
Độ lệch chuẩn tái lập (s_R)			0,33	0,53	2,11
Độ lệch chuẩn tương đối tái lập (CV_R)			21,2 %	15,9 %	11,5 %
Giới hạn tái lập, R ($s_R \times 2,8$)			0,94	1,47	5,89
Chỉ số Horrat			5,7	4,8	4,5

Bảng B.2 – Kết quả thống kê đối với PPL (% diện tích)

Mẫu	1	2	3	4	5
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia (P)	Giá trị trung bình không được xử lý $\leq 1\%$	8	8	Giá trị trung bình không được xử lý $\leq 1\%$	8
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ (p)		8	8		8
Số kết quả thử trong tất cả các phòng thử nghiệm (n)		16	16		16
Trung bình (m)		1,25	1,95		4,97
Độ lệch chuẩn lặp lại (s_r)		0,04	0,06		0,11
Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại (CV_r)		3,0 %	3,2 %		2,2 %
Giới hạn lặp lại, r ($s_r \times 2,8$)		0,10	0,18		0,31
Độ lệch chuẩn tái lập (s_R)		0,26	0,27		0,53
Độ lệch chuẩn tương đối tái lập (CV_R)		20,5 %	13,7 %		10,7 %
Giới hạn tái lập, R ($s_R \times 2,8$)		0,72	0,75		1,49
Chỉ số Horrat		5,3	3,8		3,4

Bảng B.3 – Kết quả thống kê đối với POS (% diện tích)

Mẫu	1	2	3	4	5
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia (P)	Giá trị trung bình không được xử lý $\leq 1\%$	Giá trị trung bình không được xử lý $\leq 1\%$	8	8	8
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ (p)			8	8	8
Số kết quả thử trong tất cả các phòng thử nghiệm (n)			16	16	16
Trung bình (m)			1,48	1,53	3,31
Độ lệch chuẩn lặp lại (s_r)			0,08	0,06	0,18
Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại (CV_r)			5,1 %	3,9 %	5,4 %
Giới hạn lặp lại, $r (s_r \times 2,8)$			0,21	0,17	0,50
Độ lệch chuẩn tái lập (s_R)			0,17	0,26	0,28
Độ lệch chuẩn tương đối tái lập (CV_R)			11,7 %	17,1 %	8,3 %
Giới hạn tái lập, $R (s_R \times 2,8)$			0,48	0,74	0,77
Chỉ số Horrat			3,8	3,7	3,3

Bảng B.4 – Kết quả thống kê đối với POO (% diện tích)

Mẫu	1	2	3	4	5
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia (P)	8	8	8	8	8
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ (p)	8	8	8	8	8
Số kết quả thử trong tất cả các phòng thử nghiệm (n)	16	16	16	16	16
Trung bình (m)	7,44	3,05	9,04	26,00	33,45
Độ lệch chuẩn lặp lại (s_r)	0,12	0,24	0,25	0,13	0,36
Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại (CV_r)	1,6 %	7,7 %	2,8 %	0,5 %	1,1 %
Giới hạn lặp lại, $r (s_r \times 2,8)$	0,34	0,66	0,71	0,37	1,01
Độ lệch chuẩn tái lập (s_R)	1,11	0,39	1,15	1,93	1,10
Độ lệch chuẩn tương đối tái lập (CV_R)	15,0 %	12,9 %	12,7 %	7,4 %	3,3 %
Giới hạn tái lập, $R (s_R \times 2,8)$	3,12	1,10	3,22	5,39	3,08
Chỉ số Horrat	5,1	4,1	4,4	3,0	1,4

Bảng B.5 – Kết quả thống kê đối với PLO (% diện tích)

Mẫu	1	2	3	4	5
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia (P)	8	8	8	8	8
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ (p)	8	8	8	8	8
Số kết quả thử trong tất cả các phòng thử nghiệm (n)	16	16	16	16	16
Trung bình (m)	5,43	7,48	11,98	4,11	11,91
Độ lệch chuẩn lặp lại (s_r)	0,19	0,25	0,25	0,10	0,10
Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại (CV_r)	3,5 %	3,3 %	2,1 %	2,5 %	0,8 %
Giới hạn lặp lại, $r (s_r \times 2,8)$	0,53	0,69	0,71	0,28	0,28
Độ lệch chuẩn tái lập (s_R)	0,76	1,30	1,35	0,30	0,41
Độ lệch chuẩn tương đối tái lập (CV_R)	14,0 %	17,4 %	11,3 %	7,2 %	3,4 %
Giới hạn tái lập, $R (s_R \times 2,8)$	2,13	3,64	3,79	0,83	1,14
Chỉ số Horrat	4,5	5,9	4,1	2,2	1,1

Bảng B.6 – Kết quả thống kê đối với PLL (% diện tích)

Mẫu	1	2	3	4	5
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia (P)	8	8	8	Giá trị trung bình không được xử lý $\leq 1\%$	8
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ (p)	8	8	8		8
Số kết quả thử trong tất cả các phòng thử nghiệm (n)	16	16	16		16
Trung bình (m)	2,82	11,26	7,52		2,11
Độ lệch chuẩn lặp lại (s_r)	0,10	0,14	0,13		0,08
Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại (CV_r)	3,6 %	1,3 %	1,7 %		4,0 %
Giới hạn lặp lại, r ($s_r \times 2,8$)	0,28	0,40	0,36		0,24
Độ lệch chuẩn tái lập (s_R)	0,59	1,63	0,61		0,24
Độ lệch chuẩn tương đối tái lập (CV_R)	20,9 %	14,5 %	8,1 %		11,2 %
Giới hạn tái lập, R ($s_R \times 2,8$)	1,65	4,56	1,70		0,66
Chỉ số Horrat	6,1	5,2	2,7		3,1

Bảng B.7 – Kết quả thống kê đối với SOO (% diện tích)

Mẫu	1	2	3	4	5
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia (P)	8	Giá trị trung bình không được xử lý $\leq 1\%$	8	8	8
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ (p)	8		8	8	8
Số kết quả thử trong tất cả các phòng thử nghiệm (n)	16		16	16	16
Trung bình (m)	2,13		3,42	6,47	2,83
Độ lệch chuẩn lặp lại (s_r)	0,12		0,19	0,23	0,14
Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại (CV_r)	5,6 %		5,6 %	3,6 %	5,1 %
Giới hạn lặp lại, r ($s_r \times 2,8$)	0,34		0,53	0,65	0,40
Độ lệch chuẩn tái lập (s_R)	0,35		0,71	0,64	0,61
Độ lệch chuẩn tương đối tái lập (CV_R)	16,5 %		20,8 %	9,9 %	21,5 %
Giới hạn tái lập, R ($s_R \times 2,8$)	0,99		1,99	1,79	1,70
Chỉ số Horrat	4,6		6,3	3,3	6,3

Bảng B.8 – Kết quả thống kê đối với OOO (% diện tích)

Mẫu	1	2	3	4	5
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia (P)	8	8	8	8	8
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ (p)	8	8	8	8	8
Số kết quả thử trong tất cả các phòng thử nghiệm (n)	16	16	16	16	16
Trung bình (m)	34,04	6,79	14,68	49,05	14,02
Độ lệch chuẩn lặp lại (s_r)	0,26	0,21	0,47	0,32	0,24
Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại (CV_r)	0,8 %	3,1 %	3,2 %	0,6 %	1,7 %
Giới hạn lặp lại, r ($s_r \times 2,8$)	0,72	0,59	1,33	0,89	0,68
Độ lệch chuẩn tái lập (s_R)	2,16	1,15	2,07	2,46	1,99
Độ lệch chuẩn tương đối tái lập (CV_R)	6,3 %	16,9 %	14,1 %	5,0 %	14,2 %
Giới hạn tái lập, R ($s_R \times 2,8$)	6,05	3,21	5,80	6,88	5,57
Chỉ số Horrat	2,7	5,4	5,3	2,3	5,3

Bảng B.9 – Kết quả thống kê đối với OOL (% diện tích)

Mẫu	1	2	3	4	5
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia (P)	8	8	8	8	8
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ (p)	8	8	8	8	8
Số kết quả thử trong tất cả các phòng thử nghiệm (n)	16	16	16	16	16
Trung bình (m)	23,45	15,85	20,24	5,80	5,53
Độ lệch chuẩn lặp lại (s_r)	0,31	0,14	0,24	0,06	0,12
Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại (CV_r)	1,3 %	0,9 %	1,2 %	1,0 %	2,1 %
Giới hạn lặp lại, r ($s_r \times 2,8$)	0,87	0,38	0,68	0,17	0,32
Độ lệch chuẩn tái lập (s_R)	1,07	1,16	0,65	0,57	0,79
Độ lệch chuẩn tương đối tái lập (CV_R)	4,5 %	7,3 %	3,2 %	9,9 %	14,2 %
Giới hạn tái lập, R ($s_R \times 2,8$)	2,99	3,26	1,83	1,60	2,21
Chỉ số Horrat	1,8	2,8	1,3	3,2	4,6

Bảng B.10 – Kết quả thống kê đối với LLO (% diện tích)

Mẫu	1	2	3	4	5
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia (P)	8	8	8	Giá trị trung bình không được xử lý $\leq 1\%$	8
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ (p)	8	8	8		8
Số kết quả thử trong tất cả các phòng thử nghiệm (n)	16	16	16		16
Trung bình (m)	15,10	28,26	18,08		1,35
Độ lệch chuẩn lặp lại (s_r)	0,16	0,14	0,20		0,05
Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại (CV_r)	1,1 %	0,5 %	1,1 %		3,9 %
Giới hạn lặp lại, r ($s_r \times 2,8$)	0,46	0,39	0,56		0,15
Độ lệch chuẩn tái lập (s_R)	0,98	0,64	1,04		0,35
Độ lệch chuẩn tương đối tái lập (CV_R)	6,5 %	2,2 %	5,8 %		25,9 %
Giới hạn tái lập, R ($s_R \times 2,8$)	2,75	1,78	2,91		0,98
Chỉ số Horrat	2,5	0,9	2,2		6,8

Bảng B.11 – Kết quả thống kê đối với LLL (% diện tích)

Mẫu	1	2	3	4	5
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia (P)	8	8	8	Giá trị trung bình không được xử lý $\leq 1\%$	Giá trị trung bình không được xử lý $\leq 1\%$
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ (p)	8	8	8		
Số kết quả thử trong tất cả các phòng thử nghiệm (n)	16	16	16		
Trung bình (m)	4,88	23,55	8,84		
Độ lệch chuẩn lặp lại (s_r)	0,14	0,17	0,19		
Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại (CV_r)	2,8 %	0,7 %	2,1 %		
Giới hạn lặp lại, r ($s_r \times 2,8$)	0,38	0,46	0,53		
Độ lệch chuẩn tái lập (s_R)	1,23	0,84	1,08		
Độ lệch chuẩn tương đối tái lập (CV_R)	25,3 %	3,6 %	12,2 %		
Giới hạn tái lập, R ($s_R \times 2,8$)	3,45	2,35	3,03		
Chỉ số Horrat	8,0	1,4	4,2		