

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 9517:2012**

**EN 15111:2007**

Xuất bản lần 1

**THỰC PHẨM – XÁC ĐỊNH CÁC NGUYÊN TỐ VẾT –  
XÁC ĐỊNH IOT BẰNG PHƯƠNG PHÁP PHỔ KHỐI LƯỢNG  
PLASMA CẢM ỨNG CAO TẦN (ICP-MS)**

*Foodstuffs – Determination of trace elements –*

*Determination of iodine by ICP-MS (inductively coupled plasma mass spectrometry)*

HÀ NỘI – 2012

**Lời nói đầu**

TCVN 9517:2012 hoàn toàn tương đương với EN 15111:2007;

TCVN 9517:2012 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F13  
*Phương pháp phân tích và lấy mẫu* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn  
Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

## Thực phẩm – Xác định các nguyên tố vết – Xác định iot bằng phương pháp phổ khối lượng plasma cảm ứng cao tần (ICP-MS)

*Foodstuffs – Determination of trace elements – Determination of iodine by ICP-MS  
(inductively coupled plasma mass spectrometry)*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chiết để xác định các hợp chất iot trong thực phẩm bằng phương pháp phổ khối lượng plasma cảm ứng cao tần (ICP-MS).

### 2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn. 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.

EN 13804, *Foodstuffs – Determination of trace elements – Performance criteria, general considerations and sample preparation (Thực phẩm – Xác định các nguyên tố vết – Các chuẩn mực thực hiện, xem xét chung và chuẩn bị mẫu thử)*.

### 3 Nguyên tắc

Các hợp chất iot được chiết ra khỏi mẫu bằng thuốc thử kiềm mạnh ở nhiệt độ cao. Sau khi loại các thành phần không hòa tan, dung dịch phun sương được nguyên tử hóa và ion hóa trong plasma argon cảm ứng cao tần. Các ion được tách ra khỏi plasma bằng hệ thống lấy mẫu và bộ tách hình nón, được tách trong máy đo phổ khối lượng dựa theo tỷ lệ khối lượng/điện tích của chúng và được xác định bằng hệ thống detector đếm xung.

**CẢNH BÁO** – Khi áp dụng tiêu chuẩn này có thể liên quan đến các vật liệu, thiết bị và các thao tác gây nguy hiểm. Tiêu chuẩn này không đưa ra được hết tất cả các vấn đề an toàn liên quan đến việc sử dụng chúng. Người sử dụng tiêu chuẩn này phải tự thiết lập các thao tác an toàn thích hợp và xác định khả năng áp dụng hoặc các giới hạn qui định trước khi sử dụng tiêu chuẩn.

## 4 Thuốc thử

### 4.1 Yêu cầu chung

Các thuốc thử và nước được sử dụng chỉ được chứa một lượng iot đủ thấp để không làm ảnh hưởng đến các kết quả của phép xác định, ví dụ: các loại TMAH khác nhau sẵn có. Điều cơ bản là phải kiểm tra để chắc chắn là hàm lượng iot đủ thấp đối với phép phân tích này.

### 4.2 Dung dịch tetramethylammoni hydroxit (TMAH = $(\text{CH}_3)_4\text{N}^+\text{OH}^-$ )

Nồng độ khối lượng  $\rho = 250$  g/l, ( $w = 25$  % khối lượng), thích hợp cho phân tích vi lượng với hàm lượng iot nhỏ hơn 1  $\mu\text{g/l}$ .

### 4.3 Dung dịch tetramethylammoni hydroxit (TMAH) loãng

Dùng dung dịch TMAH loãng để chuẩn bị các dung dịch bù zero và các dung dịch hiệu chuẩn có nồng độ thích hợp với dung dịch mẫu (xem 7.3).

Chuẩn bị dung dịch TMAH 0,5 % bằng cách pha loãng 1,0 ml dung dịch TMAH (4.2) đến 50 ml bằng nước.

### 4.4 Dung dịch gốc

#### 4.4.1 Yêu cầu chung

Có thể sử dụng các dung dịch gốc có bán sẵn trên thị trường thay thế cho các dung dịch dưới đây:

#### 4.4.2 Dung dịch gốc iot ( $\text{KIO}_3$ ), $\rho = 1\ 000$ mg/l, có độ tinh khiết trên 99,5 % khối lượng.

Hòa tan 1,686 4 g kali iodat trong nước và pha loãng bằng nước đến 1 lít.

#### 4.4.3 Dung dịch gốc telua, $\rho = 1\ 000$ mg/l.

Hòa tan 1,250 8 g telua dioxit ( $\text{TeO}_2$ ) trong axit clohydric 4 mol/l và pha loãng bằng nước đến 1 lít.

### 4.5 Dung dịch chuẩn

#### 4.5.1 Dung dịch chuẩn iot, $\rho = 10$ mg/l.

Dùng pipet lấy 1 ml dung dịch gốc iot (4.4.2) cho vào bình định mức 100 ml và pha loãng bằng nước

đến vạch.

Dung dịch này bền trong khoảng bốn tuần và được dùng để chuẩn bị các dung dịch hiệu chuẩn 4.6.

#### 4.5.2 Dung dịch chuẩn telua (chất chuẩn nội)

Telua đã được chứng minh rằng phù hợp để sử dụng làm chất chuẩn nội để xác định iot vì telua có khối lượng tương đương và có năng lượng ion hóa tương tự như iot. Hàm lượng telua ban đầu trong mẫu cần phân tích phải không đáng kể. Nếu không, phải sử dụng chất chuẩn nội thích hợp khác.

Ví dụ: chuẩn bị dung dịch telua chuẩn có nồng độ 10 mg/l bằng cách dùng pipet lấy 1 ml dung dịch gốc telua (4.4.3) cho vào bình định mức 100 ml và pha loãng bằng nước đến vạch. Dung dịch này có thể bền được trong vòng bốn tuần.

### 4.6 Dung dịch hiệu chuẩn iot

#### 4.6.1 Yêu cầu chung

Nồng độ các dung dịch hiệu chuẩn quy định dưới đây là các ví dụ và có thể được điều chỉnh để phù hợp với độ nhạy của thiết bị và dải nồng độ cần thiết và không được vượt quá dải tuyến tính của hệ thống detector.

Chất chuẩn nội được bổ sung vào các dung dịch hiệu chuẩn phải có nồng độ đủ cao để đạt được tốc độ đếm của detector ổn định. Các dung dịch hiệu chuẩn, thành phần bù zero và mẫu thử phải chứa chính xác cùng một lượng chất chuẩn nội.

Nồng độ TMAH trong các dung dịch đối chứng phải xấp xỉ nồng độ TMAH có trong dung dịch mẫu.

#### 4.6.2 Dung dịch hiệu chuẩn 1, $\rho = 5 \mu\text{g/l}$ .

Cho khoảng 30 ml dung dịch TMAH pha loãng (4.3) vào bình định mức 50 ml. Dùng pipet lấy 2,5 ml dung dịch chuẩn telua (4.5.2) cho vào bình và trộn. Thêm 25  $\mu\text{l}$  dung dịch chuẩn iot (4.5.1) vào hỗn hợp này và thêm dung dịch TMAH pha loãng (4.3) đến vạch.

#### 4.6.3 Dung dịch hiệu chuẩn 2, $\rho = 20 \mu\text{g/l}$ .

Cho khoảng 30 ml dung dịch TMAH pha loãng (4.3) vào bình định mức 50 ml. Dùng pipet lấy 2,5 ml dung dịch chuẩn telua (4.5.2) cho vào bình và trộn. Cho 100  $\mu\text{l}$  dung dịch chuẩn iot (4.5.1) vào hỗn hợp này và thêm dung dịch TMAH pha loãng (4.3) đến vạch. Chuẩn bị dung dịch này trong ngày sử dụng.

#### 4.6.4 Dung dịch hiệu chuẩn 3, $\rho = 50 \mu\text{g/l}$ .

Cho khoảng 30 ml dung dịch TMAH pha loãng (4.3) vào bình định mức 50 ml. Dùng pipet lấy 2,5 ml dung dịch chuẩn telua (4.5.2) cho vào bình và trộn. Thêm 250  $\mu\text{l}$  dung dịch chuẩn iot (4.5.1) vào hỗn

hợp này và thêm dung dịch TMAH pha loãng (4.3) đến vạch.

Chuẩn bị dung dịch mới trong ngày sử dụng.

**4.7 Dung dịch bù thành phần zero**, chứa nước và cùng một lượng TMAH và chất chuẩn nội như trong dung dịch mẫu.

Ví dụ: Cho khoảng 30 ml dung dịch TMAH pha loãng (4.3) vào bình định mức 50 ml. Dùng pipet lấy 2,5 ml dung dịch chuẩn telua (4.5.2) cho vào bình và trộn rồi thêm dung dịch TMAH pha loãng (4.3) đến vạch.

## 5 Thiết bị, dụng cụ

### 5.1 Yêu cầu chung

Để giảm thiểu ảnh hưởng đến kết quả, tất cả các thiết bị, dụng cụ tiếp xúc trực tiếp với mẫu và các dung dịch phải được xử lý cẩn thận trước bằng dung dịch TMAH (ví dụ như trong 4.3) và sau đó tráng lại bằng nước.

**5.2 Bình kín khí**, bằng thủy tinh hoặc thạch anh, dung tích từ 30 ml đến 100 ml, ví dụ: bình Erlenmeyer 100 ml có nắp vặn bằng chất dẻo và được làm kín bằng PTFE.

Cách khác, có thể sử dụng bình bằng chất dẻo kín khí và có khả năng chịu được nhiệt độ không nhỏ hơn 110 °C [ví dụ: được làm bằng polypropylen, polyetylen hoặc polyfluorin tỉ trọng cao (như PFA)].

CHÚ THÍCH: Nếu sử dụng bình bằng chất dẻo lặp lại nhiều lần thì có nguy cơ nhiễm bẩn cao, đặc biệt nếu mẫu được chiết trong bình này có chứa hàm lượng iot tương đối cao.

**5.3 Xyranh bằng chất dẻo**, dung tích từ 5 ml đến 25 ml, tốt nhất là có phần nổi hình lưới lê (ví dụ: khóa Luer).

**5.4 Máy siêu li tâm**, để thay thế cho 5.3, có gia tốc không nhỏ hơn 10 000 g và được trang bị roto hoặc bộ chuyển đổi thích hợp cho các bình có thể được làm kín khí.

**5.5 Bộ lọc màng**, dùng cho xyranh phân phối đính kèm.

**5.5.1 Bộ lọc màng**, cỡ lỗ 5 µm, có bộ nối với xyranh trong 5.3, không cần thiết nếu sử dụng máy siêu li tâm (5.4).

**5.5.2 Bộ lọc màng**, cỡ lỗ nhỏ hơn hoặc bằng 0,45 µm, có bộ nối với xyranh trong 5.3. Cũng có thể sử dụng các bộ lọc màng có bộ lọc sơ bộ.

CHÚ THÍCH: Các bộ lọc màng đôi khi cho các kết quả mẫu trắng khác nhau tùy thuộc vào nhà sản xuất và mẻ sản xuất của các bộ lọc.

5.6 Tủ sấy, có thể duy trì được nhiệt độ ở  $(90 \pm 3)$  °C.

5.7 Máy đo phổ khối lượng plasma cảm ứng cao tần (ICP-MS), có plasma cảm ứng làm bộ phận ion hóa, đầu đốt bằng thạch anh, buồng phun, ống phun, bộ phận nạp mẫu và bộ lấy mẫu tự động, tùy chọn.

5.8 Bình, dùng cho bộ lấy mẫu tự động.

## 6 Lấy mẫu

### 6.1 Yêu cầu chung

Cần tuân thủ các điều kiện lấy mẫu quy định trong EN 13804.

### 6.2 Quy trình lấy mẫu

Để tránh bất kỳ sự thay đổi nào về hàm lượng iot giữa giai đoạn thu thập mẫu và giai đoạn phân tích thì mẫu phải được bảo quản trong bình đậy kín khí hoặc để trong bình chứa ban đầu và bảo quản trong tủ lạnh tránh tiếp xúc lâu với không khí và ánh sáng.

## 7 Cách tiến hành

### 7.1 Chuẩn bị mẫu thử

Đồng hoá mẫu thử bằng dụng cụ thích hợp và tránh quá nhiệt. Cỡ hạt của mẫu khô không hòa tan cần nhỏ hơn 0,3 mm.

### 7.2 Chiết iot

Cân khoảng 100 mg đến 500 mg mẫu (7.1) (tính theo chất khô), chính xác đến 1 mg, cho vào bình 5.2, thêm 5 ml nước và trộn kỹ để không còn phần kết tủa. Thêm 1 ml dung dịch TMAH (4.2), trộn kỹ, làm kín bình và đặt trong tủ sấy đã làm nóng trước đến  $(90 \pm 3)$  °C trong 3 h. Sau khi nguội, chuyển định lượng lượng chứa sang bình định mức 25 ml và pha loãng bằng nước đến vạch. Lọc qua bộ lọc màng cỡ lỗ 5 µm để loại hết các hạt thô, loại bỏ 3 giọt đến 5 giọt đầu tiên. Có thể dùng máy li tâm (5.4) ở gia tốc 10 000 g trong khoảng thời gian không nhỏ hơn 15 min để loại bỏ các hạt thô. Cần thực hiện quy trình này chỉ khi mẫu có nguy cơ làm tắc nhanh bộ lọc cỡ lỗ 0,45 µm.

Chuyển phần dịch lọc hoặc phần nổi phía trên sang xyranh bằng chất dẻo và lọc qua bộ lọc cỡ lỗ 0,45 µm, loại bỏ 3 giọt đến 5 giọt dịch lọc. Dịch chiết chứa 1 % TMAH. Dung dịch chiết cần được đo trong ngày phân tích.

Để kiểm tra mẫu trắng, tiến hành tất cả các bước chiết như trong 7.2 sử dụng tất cả các thuốc thử thay cho mẫu thử.

**CHỦ THÍCH** Dịch lọc có thể đục trong trường hợp thực phẩm chứa tinh bột. Một số loại thực phẩm, ví dụ táo có chứa các chất nở làm cho việc lọc gặp khó khăn. Trong các trường hợp này, cần sử dụng các bộ lọc màng có bộ phận lọc sơ bộ. Một số mẫu có xu hướng tạo bọt thì khó làm đầy đến 25 ml.

### 7.3 Chuẩn bị các dung dịch mẫu thử và dung dịch trắng

Cho chất chuẩn nội (4.5.2) vào phần dịch chiết thu được trong 7.2 đảm bảo rằng nồng độ của TMAH có trong dung dịch mẫu thử giống như nồng độ có trong các dung dịch hiệu chuẩn và dung dịch bù zero.

Chuẩn bị dung dịch mẫu bằng cách dùng pipet lấy 500 µl dung dịch chuẩn telua (4.5.2) cho vào bình định mức 10 ml và thêm 5 ml dịch chiết (7.2), trộn và thêm nước đến vạch (hệ số pha loãng = 2).

### 7.4 Xác định bằng ICP-MS

#### 7.4.1 Yêu cầu chung

Để thực hiện quy trình này yêu cầu người vận hành phải có kinh nghiệm về vận hành và tối ưu hóa thiết bị.

#### 7.4.2 Chuẩn bị thiết bị, dụng cụ

Các điều kiện vận hành ICP-MS phải dựa vào thông tin chung của nhà cung cấp thiết bị.

Mức độ dung dịch iot được rửa sạch chủ yếu chịu ảnh hưởng bởi kiểu loại và điều kiện của buồng phun và đặc biệt quan trọng để đảm bảo sự dẫn lưu tốt bề mặt phía trong. Buồng phun có diện tích bề mặt bên trong nhỏ thường cho thấy ảnh hưởng hiệu ứng nhớ ít hơn. Dung dịch tetrametyl amoni hydroxit pha loãng trong 4.3 có thể được dùng, ví dụ: để xả rửa hệ thống. Thời gian xả rửa giữa các dung dịch mẫu thử phải đủ dài để tránh mọi ảnh hưởng đến hiệu ứng nhớ từ mẫu thử trước đó.

Dung dịch iot, ví dụ: dung dịch hiệu chuẩn 3 (4.6.4) được dùng để tối ưu hóa hệ thống thử nghiệm.

Iot phải được đánh giá ở khối lượng 127. Các khối lượng 125, 126 hoặc 128 có thể được dùng để đánh giá telua chuẩn nội. Nếu khí agon được sử dụng để vận hành ICP-MS không đủ độ tinh khiết thì xenon nhiễm bẩn có thể gây nhiễu cho khối lượng 126 hoặc 128. Vì độ nhạy thấp của các đồng vị telua được khuyến cáo, nồng độ của chất nội chuẩn trong các dung dịch mẫu thử và hiệu chuẩn phải đủ cao để thu được tốc độ đếm đủ ổn định. Nồng độ telua từ 0,1 mg đến 1 mg trên lít được khuyến cáo sử dụng.

Điều quan trọng là thu được mức trắng ổn định đối với iot có khối lượng ở 127. Sau khi chuyển từ các dung dịch axit sang TMAH, rửa sạch iot do ảnh hưởng hiệu ứng nhớ của bộ lấy mẫu và các ống bơm. Thời gian rửa từ 1 h đến 3 h có thể là chưa đủ. Cách khác, có thể thay hoàn toàn các ống của hệ thống chuyển mẫu.



### 7.4.3 Hiệu chuẩn

Chuẩn bị dung dịch bù thành phần zero (4.7) và các dung dịch hiệu chuẩn iod (4.6) và xác định mỗi điểm hiệu chuẩn ở ít nhất ba lần lặp lại. Sử dụng các điểm này, hiệu chuẩn thiết bị dựa vào nồng độ theo nhà sản xuất quy định, có tính đến chất chuẩn nội và dụng đường chuẩn.

Phương pháp thêm chuẩn có thể thuận tiện cho các chất nền phức tạp. Trong trường hợp đối với các dây mẫu lớn với cùng chất nền, thì có thể sử dụng phương pháp thêm chuẩn.

### 7.4.4 Xác định

Sau khi thiết bị đã được hiệu chuẩn, tiến hành phân tích dung dịch trắng và các dung dịch mẫu thử, đảm bảo rằng việc tráng rửa đã được thực hiện đầy đủ trước khi phân tích dung dịch mẫu thử tiếp theo trong trường hợp các mẫu chứa nồng độ iod cao. Mức độ rửa sạch có thể được kiểm tra bằng cách sử dụng các dung dịch bù thành phần zero.

Kiểm tra rằng độ dốc của đường chuẩn là không đổi ở các khoảng cách thích hợp (ví dụ: cứ sau mười mẫu) bằng cách phân tích dung dịch hiệu chuẩn và hiệu chuẩn lại hệ thống, nếu cần.

Tốc độ đếm của các tín hiệu thử nghiệm giảm dần theo sự tăng tổng hàm lượng muối của dung dịch mẫu thử. Việc hiệu chỉnh hiệu ứng nền này bằng chất chuẩn nội sẽ hợp lý trong các trường hợp nếu cường độ của nó trong dung dịch mẫu khác với cường độ trong các dung dịch hiệu chuẩn quá 30 %. Nếu không, chuẩn bị dung dịch mẫu thử pha loãng hơn. Đảm bảo rằng nồng độ của chất chuẩn nội và TMAH của dung dịch mẫu thử này giống với nồng độ có trong các dung dịch bù thành phần zero và dung dịch hiệu chuẩn.

## 8 Tính kết quả

Tính hàm lượng iod,  $w$ , theo iodua, bằng miligam trên kilogram mẫu thử, sử dụng Công thức (1):

$$w = \frac{\rho \times F \times V}{m} \quad (1)$$

Trong đó:

$\rho$  là hàm lượng iod của dung dịch mẫu, tính bằng microgam trên lít ( $\mu\text{g/l}$ );

$F$  là hệ số pha loãng của dung dịch mẫu thử;

$V$  là thể tích của dịch chiết, tính bằng millilit (ml);

$m$  là khối lượng phần mẫu thử ban đầu, tính bằng miligam (mg).

## 9 Giới hạn định lượng

Máy đo phổ khối lượng-ICP phải có khả năng xác định được 0,5 µg/l iot trong dung dịch đo không có chất nền theo phương pháp trong EN 13804. Giới hạn của phép xác định này bị ảnh hưởng rất lớn bởi độ tinh khiết của TMAH và độ ổn định của tín hiệu trắng trong quá trình đo.

Liên quan đến thực phẩm, giới hạn định lượng phụ thuộc nhiều vào lượng chất nền có trong dung dịch mẫu. Sử dụng 250 mg mẫu thử thì giới hạn định lượng tính đến 0,1 mg/kg. Trong trường hợp hàm lượng chất nền cao thì cần pha loãng dung dịch mẫu, làm cho giới hạn định lượng cao hơn.

Các thông tin này chỉ để tham khảo. Mỗi phòng thử nghiệm sử dụng phương pháp này phải xác định giới hạn định lượng, có tính đến các điều kiện và thiết bị của phòng thử nghiệm cụ thể.

## 10 Độ chụm

### 10.1 Yêu cầu chung

Các phép thử liên phòng thử nghiệm trên thận lợn, bánh sữa ăn liền, sản phẩm đậu nành, cá tuyết, muối iot và tảo biển cho các dữ liệu dưới đây. Phép xác định hàm lượng tổng số (đo phổ sau khi phân hủy [2], phân tích ICP-MS sau khi đốt cháy trong oxy [3], hoặc sau khi phân hủy bằng axit nitric/axit perchloric) được thực hiện song song bởi ba phòng thử nghiệm cho thấy không có sự khác biệt đáng kể từ phương pháp chiết quy định dưới đây.

Chi tiết của phép thử liên phòng thử nghiệm được nêu trong Phụ lục A. 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 cho.

### 10.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả của hai phép thử riêng rẽ, thu được khi tiến hành bởi cùng một phương pháp thử trên vật liệu thử giống hệt nhau trong cùng một phòng thử nghiệm do cùng một người thực hiện, sử dụng cùng thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn, không quá 5 % các trường hợp vượt quá giới hạn lặp lại  $r$  nêu trong Bảng 1.

### 10.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả của hai phép thử riêng rẽ, thu được bởi cùng phương pháp thử trên vật liệu thử giống hệt nhau trong hai phòng thử nghiệm khác nhau do hai người thực hiện, sử dụng các thiết bị khác nhau, không được quá 5 % các trường hợp vượt quá giới hạn tái lập  $R$  nêu trong Bảng 1.

Bảng 1 – Giá trị trung bình, độ lặp lại và độ tái lập

Thực phẩm dinh dưỡng	$\bar{x}$	$r$	$R$
	(tính bằng mg/kg)		
Thân lợn	0,158	0,033	0,083
Bánh sữa ăn liền	0,691	0,152	0,256
Sản phẩm đậu nành	1,257	0,132	0,238
Thịt cá tuyết	4,15	0,09	1,04
Muối iot	19,8	3,57	8,45
Tảo biển	40,1	1,0	7,0

## 11 Báo cáo thử nghiệm

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

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- phương pháp thử đã sử dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- các kết quả và các đơn vị biểu thị kết quả;
- ngày và quy trình lấy mẫu (nếu biết);
- ngày kết thúc thử nghiệm;
- nếu kiểm tra độ lặp lại thì nêu kết quả cuối cùng thu được;
- mọi chi tiết thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này hoặc những điều được coi là tùy chọn có thể ảnh hưởng đến kết quả.

## Phụ lục A

(Tham khảo)

## Các kết quả của phép thử liên phòng thí nghiệm

Độ chụm của phương pháp đã được Nhóm công tác "Balanced diets – trace element analysis" của Cơ quan Liên bang Đức về Bảo vệ người tiêu dùng và An toàn thực phẩm về thực hiện Điều 35 Luật Thực phẩm của Liên bang Đức và Nhóm công tác "Inorganic Constituents" thuộc nhóm nghiên cứu của Hiệp hội Hóa học Thực phẩm của Hiệp hội Các nhà hóa học Đức, thiết lập năm 1998 và 2004; và đã được đánh giá xác nhận trong phép thử liên phòng thí nghiệm theo TCVN 6910-1 (ISO 5725-1) và TCVN 6910-2 (ISO 5725-2). Kết quả được nêu trong Bảng A.1.

Bảng A.1 – Các kết quả thống kê của phép thử liên phòng thí nghiệm

Thông số	Thận lợn	Bánh sữa ăn liền	Sản phẩm đậu nành	Cá tuyết	Muối iot	Tào biển
Số lượng phòng thử nghiệm	12	13	13	13	13	12
Số lượng phòng thử nghiệm ngoại lệ	1	0	1	0	1	1
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	11	13	12	13	12	11
Giá trị trung bình, $\bar{x}$ (mg/kg)	0,158	0,69	1,26	4,15	19,8	40,1
Độ lệch chuẩn lặp lại, $s_r$ (mg/kg)	0,012	0,05	0,05	0,03	1,3	0,37
$RSD_r$ , %	7,6	7,8	3,7	0,7	6,4	0,9
Giới hạn lặp lại, $r$ (mg/kg)	0,033	0,15	0,13	0,09	3,6	1,0
Độ lệch chuẩn tái lập, $s_R$ (mg/kg)	0,030	0,09	0,08	0,37	3,0	2,5
$RSD_R$ (%)	19	13	6,7	8,9	15	6,2
Giới hạn tái lập $R$ (mg/kg)	0,083	0,26	0,24	1,0	8,5	7,0
Giá trị $R$ Horwitz	21	17	16	13	10	9
Trị số $R$ Horrat	0,9	0,8	0,4	0,7	1,5	0,7

Các giá trị khuyến cáo đối với sản phẩm bánh sữa ăn liền và sản phẩm đậu nành được xác định bằng dung dịch pha loãng đồng vị và quy trình phân hủy hoàn toàn, cho kết quả trong Bảng A.2, [1] và [4].

Bảng A.2 – Các kết quả về độ chính xác

Mẫu	Giá trị phân tích được	Giá trị khuyến cáo	Khoảng tin cậy 95 %	Giá trị Z [5]
	mg/kg	mg/kg	mg/kg	
Thận lợn BCR 186	0,158	0,14	0,01	1,5
Bánh sữa ăn liền	0,69	0,68	0,06	0,3
Sản phẩm đậu nành	1,26	1,29	0,05	0,9
Thịt cá tuyết BCR 422	4,15	4,48	0,45	-1,3

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] Fecher, P., Goldmann, I. and Nagengast, A.: J. Anal. Atomic Spectrometry, 1998: 13, 977-982.
  - [2] Wiechen, A. and Kock, B.: Fresenius Z. Anal. Chem., 1984: 319, 569-572.
  - [3] Knapp G., Maichin B., Fecher P., Hasse S. and Schramel P.: Fresenius J. Anal. Chem., 1998:362, 508-513.
  - [4] Fecher P., Walther C. and Sondermann J.: Deutsche Lebensmittelrundschau, 1999: 95, 133-142.
  - [5] NMKL Procedure No. 9: *Evaluation of results derived from the analysis of certified reference materials (2001)*. Nordic Committee on Food Analysis. C/o National Veterinary Institute, Box 8156 Dep., 0033 Oslo, Norway.
  - [6] TCVN 6910-1 (ISO 5725-1) *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 1: Định nghĩa và nguyên tắc chung.*
  - [7] TCVN 6910-2 (ISO 5725-2) *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 2: Phương pháp cơ bản xác định độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp đo tiêu chuẩn.*
  - [8] Montaser, A.: *Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry*, 1998: Wiley-VCH.
  - [9] Baumann, H.: Fresenius Z. Anal. Chem., 1990: 338, 809-812.
-