

Lời nói đầu

TCVN 8161 : 2009 hoàn toàn tương đương với EN 14177 : 2003;

TCVN 8161 : 2009 do Cục An toàn vệ sinh thực phẩm và Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F13 *Phương pháp phân tích và lấy mẫu* biên soạn, Bộ Y tế đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Thực phẩm – Xác định patulin trong nước táo trong, nước táo đục và puree – Phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao có làm sạch phân đoạn lỏng/lỏng

Foodstuffs – Determination of patulin in clear and cloudy apple juice and puree – High performance liquid chromatographic (HPLC) method with liquid/liquid partition clean-up

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng patulin trong nước táo và puree táo bằng sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC). Phương pháp này đã được khảo nghiệm để xác định patulin qua phân tích các mẫu bị nhiễm tự nhiên và các mẫu đã được bổ sung lượng biết trước trong nước táo trong ở các mức từ 26 µg/l đến 128 µg/l, trong nước táo đục ở các mức từ 26 µg/l đến 106 µg/l và trong puree táo ở các mức từ 23 µg/kg đến 121 µg/kg.

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 4851 (ISO 3696), *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*.

3 Nguyên tắc

Nước táo đục và puree táo được xử lý bằng enzym pectinaza. Patulin được chiết ra khỏi nước táo hoặc puree đã được xử lý enzym bằng dung dịch etyl axetat. Dịch chiết bằng dung môi được làm sạch bằng chiết pha lỏng-lỏng với dung dịch natri cacbonat. Dịch chiết bằng etyl axetat được làm khô bằng natri sulfat khan. Sau khi cho bay hơi etyl axetat, patulin được định lượng bằng sắc ký lỏng hiệu năng cao với detector tử ngoại (UV).

4.1 Yêu cầu chung

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích, nước cất hoặc nước loại 1 của TCVN 4851 (ISO 3696), trừ khi có qui định khác. Dung môi phải có chất lượng dùng cho phân tích HPLC.

4.2 Dung dịch natri cacbonat, nồng độ khối lượng $\rho(\text{Na}_2\text{CO}_3) \approx 15 \text{ g/l}$.

Hòa tan 1,5 g natri cacbonat trong 100 ml nước.

4.3 Axit axetic, nồng độ thể tích $\varphi(\text{CH}_3\text{COOH}) \approx 98 \%$.

4.4 Natri sulfat khan.

4.5 Nước có pH = 4.

Dùng axit axetic để chỉnh pH của nước đến 4.

4.6 Etanol tuyệt đối, $\varphi(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}) \geq 99,7 \%$.

4.7 Etyl axetat.

4.8 Axit perchloric, $\varphi(\text{HClO}_4) = 60 \%$.

4.9 Axetonitril.

4.10 Dung dịch enzym endogalacturonaza, có hoạt độ điển hình 1400 U/g.

Đơn vị (U) là lượng enzym xúc tác giảm 20 % độ nhớt của dung dịch pectin 1 % trong vòng 5 min ở pH 3,4 và 25 °C.

CHÚ THÍCH Thực tế có các lượng bao gói 100 ml đến 200 ml.

4.11 Pha động của HPLC

Trộn 95 phần thể tích nước với 5 phần thể tích axetonitril (4.9) và 0,095 phần thể tích axit perchloric (4.8) và khử khí.

4.12 Dung dịch gốc patulin

CẢNH BÁO Patulin được nghi ngờ là chất gây đột biến và đã được ghi lại là có các đặc trưng về gây độc miễn dịch và gây độc về thần kinh. Luôn luôn phải mang găng tay, kính bảo vệ và tất cả các bước chuẩn bị mẫu, chất chuẩn phải được thực hiện trong tủ hút.

Hòa tan 5 mg patulin hoặc lượng chứa trong 1 ống (nếu patulin ở dạng màng) trong etyl axetat (4.7). Chuyển dung dịch sang bình định mức 25 ml và pha loãng bằng etyl axetat đến vạch để thu được dung dịch có chứa khoảng 200 µg/ml patulin. Bảo quản dung dịch gốc trong tủ lạnh dưới 0 °C.

4.13 Dung dịch chuẩn patulin

Cho bay hơi 1000 µl dung dịch gốc (4.12) đến khô bằng dòng nitơ và hòa tan ngay trong 20 ml etanol (4.6) để thu được nồng độ khối lượng khoảng 10 µg/ml patulin.

Để xác định chính xác nồng độ, ghi lại đường hấp thụ ở bước sóng từ 250 nm đến 350 nm trong cuvet thạch anh 1 cm có etanol làm đối chứng. Xác định bước sóng có độ hấp thụ tối đa. Tính nồng độ khối lượng của patulin, ρ_{pat} , bằng microgam trên mililit, theo công thức 1:

$$\rho_{pat} = A_{max} \times \frac{M \times 100}{\varepsilon \times \delta} \quad (1)$$

Trong đó:

A_{max} là độ hấp thụ xác định được tại điểm tối đa của đường hấp thụ (ở đây: tại khoảng 276 nm);

M là khối lượng phân tử tương đối của patulin ($M = 154,12$ g/mol);

ε là hệ số hấp thụ mol tương đối của patulin trong etanol [ở đây: 1460 m^2/mol , như trong AOAC 1995, Natural Toxins, Patulin (các độc tố tự nhiên, patulin) 49.6.01.C(d)];

δ là chiều dài đường quang của cuvet thạch anh, tính bằng centimet (cm).

Bảo quản dung dịch chuẩn trong tủ lạnh ở nhiệt độ dưới 0 °C. Các dung dịch có thể bền trong 2 tháng. Trước khi sử dụng, đưa các dung dịch này về nhiệt độ phòng để tránh nước bị lẫn vào do ngưng tụ.

4.14 Dung dịch chuẩn patulin hiệu chuẩn

Cho bay hơi 500 µl dung dịch chuẩn (4.13) đến khô hoặc một lượng tương đương với 5 µg patulin tuyệt đối, hòa tan trong 5 ml nước có pH 4 (4.5) để thu được patulin có nồng độ khối lượng 1 µg/ml.

Dung dịch này có thể bảo quản được trong tủ lạnh ở 4 °C. dung dịch này có thể bền ít nhất 8 tuần.

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Yêu cầu chung

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ của phòng thử nghiệm thông thường và cụ thể như sau:

5.2 Pipet, dung tích 5 ml, 1 ml, 200 µl và 50 µl có các đầu pipet thích hợp.

5.3 Cân phân tích.

5.4 Máy đo quang phổ UV, hai chùm tia và ghi được ở bước sóng 250 nm đến 350 nm.

5.5 Cuvet thạch anh, chiều dài đường quang 1 cm.

5.6 Máy ly tâm, có gia tốc ly tâm 4500 g.

5.7 Ống ly tâm, dung tích 50 ml có nắp vặn chặt.

5.8 Máy cô quay, có nồi cách thủy để ở 40 °C.

5.9 Giấy lọc, có cỡ lỗ 20 µm đến 25 µm.

5.10 Bộ lọc bằng xyranh sử dụng một lần, có cỡ lỗ 0,2 µm (tùy chọn).

Kiểm tra từng mẻ trước khi sử dụng để đảm bảo rằng patulin không bị hấp phụ trên bộ lọc.

5.11 Thiết bị HPLC, gồm:

5.11.1 Hệ thống bơm, hệ thống bơm van có vòng bơm 50 µl.

5.11.2 Bơm đẳng dòng, không xung, có thể duy trì tốc độ 1 ml/min.

5.11.3 Detector UV, được gắn với cuvet dòng chảy được cài đặt ở 276 nm.

5.11.4 Cột HPLC pha đảo phân tích, ví dụ: cột C₁₈ octyldecyldsilane (ODS) (được nhồi bằng cacbon 12 % đến 17 % được coi là thích hợp) có thể tách patulin ra khỏi các pic khác. Chiều cao tối đa đường lè pic chồng nhau phải nhỏ hơn 10 % của chiều cao pic tối đa (cần phải điều chỉnh pha động về phân giải đường nền). Nên sử dụng cột trước thích hợp.

5.11.5 Hệ thống dữ liệu

5.11.6 Van chuyển mạch hoặc bơm HPLC thứ hai, tùy chọn, để rửa cột phân tích giữa các lần bơm.

5.12 Bình cầu đáy tròn, dung tích 250 ml có khớp nối thủy tinh mài.

6 Cách tiến hành

6.1 Chuẩn bị mẫu thử

6.1.1 Nước táo trong

Không cần chuẩn bị mẫu. Tiến hành theo 6.2 đến 6.4.

6.1.2 Nước táo đục

Chuyển 20 ml ± 0,1 ml nước táo đục sang ống ly tâm (5.7) và thêm 150 µl dung dịch enzym (4.10). Vặn chặt nắp và lắc kỹ bình. Đỗ qua đêm ở nhiệt độ phòng hoặc để 2 h ở 40 °C, sau đó cho ly tâm 5 min ở gia tốc 4500 g.

6.1.3 Puree táo

Cân 10 g mẫu thử puree, chính xác đến 0,1 g cho vào ống ly tâm (5.7), thêm 150 µl dung dịch enzym (4.10) và 10 ml nước. Vặn chặt nắp và lắc bình bằng máy đồng hóa tùy thuộc vào mẫu, để trộn kỹ. Đỗ qua đêm ở nhiệt độ phòng hoặc để 2 h ở 40 °C, sau đó cho ly tâm 5 min ở gia tốc 4500 g.

6.2 Chiết patulin

Dùng pipet lấy 10 ml nước táo trong hoặc nước táo đục đã chuẩn bị trong 6.1.2 cho vào phễu chiết 100 ml. Đối với puree táo thì dùng pipet lấy 10 ml mẫu đã chuẩn bị trong 6.1.3, tương đương với 5 g puree, cho vào phễu chiết 100 ml. Thêm 20 ml etyl axetat (4.7) và lắc trong 1 min. Để yên cho tách lớp rồi tách riêng hai pha này vào hai bình nón riêng rẽ. Chuyển phần nước vào lại phễu chiết và chiết lại lần hai bằng 20 ml etyl axetat. Lại để yên cho tách lớp rồi chuyển lớp nước phía dưới vào một bình nón rỗng và lớp phía trên vào bình nón có chứa sẵn lớp etyl axetat từ lần chiết thứ nhất. Lặp lại qui trình chiết này lần ba, nhưng sau khi tách lớp thì tháo bỏ lớp nước phía dưới. Gộp ba phần dịch chiết etyl axetat này vào phễu chiết. Tráng bình nón được dùng để đựng các dịch chiết etyl axetat bằng 5 ml etyl axetat mới và gộp nước rửa này vào dịch chiết etyl axetat trong phễu chiết.

6.3 Loại bỏ các hợp chất axit gây nhiễu

Cho 4 ml dung dịch natri cacbonat (4.2) vào phễu chiết đựng dịch chiết etyl axetat và lắc trong 30 s. Đợi cho tách lớp rồi tháo lớp nước phía dưới chảy sang bình nón. Rót lớp phía trên sang bình cầu đáy tròn (5.12) qua phễu chiết và giấy lọc (5.9) có chứa khoảng 15 g natri sulfat khan (4.4). Chuyển phần nước trở lại phễu chiết rồi tráng bình nón bằng khoảng 10 ml etyl axetat (4.7), cho nước tráng vào phễu chiết và lắc 30 s. Để yên cho tách lớp, tháo bỏ lớp nước phía dưới và cho lớp phía trên chảy qua natri sulfat sang bình cầu đáy tròn (5.12). Tráng phễu chiết bằng 15 ml etyl axetat và cho qua natri sulfat vào bình cầu đáy tròn.

Thực hiện bước này trong vòng 3 min.

6.4 Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

Cho bay hơi dung dịch thu được trong 6.3 đến thể tích nhỏ (< 1 ml) trong chân không, sử dụng nồi cách thủy ở 40 °C. Chuyển lượng còn lại sau khi bay hơi sang một lọ thủy tinh. Tráng phía trong bình cầu đáy tròn bằng etyl axetat (4.7) để đảm bảo rằng chuyển được tất cả patulin sang lọ. Cho bay hơi dung dịch đến khô bằng dòng nitơ trên tấm gia nhiệt hoặc trên nồi cách thủy ở 40 °C. Hòa tan lại cẩn

bằng cách dùng pipet lấy 1 ml (V_1) nước (500 μ l với mẫu puree) (4.5) cho vào lọ. Dùng máy trộn Vortex để hòa tan hoàn toàn mẫu. Chuyển dung dịch mẫu thử sang lọ nhỏ của HPLC. Lọc qua bộ lọc xyranh dùng một lần (5.10), nếu cần.

7 Qui trình thêm chuẩn

7.1 Nước táo trong

Dùng pipet lấy 10 ml nước táo trong không chứa patulin cho vào phễu chiết 100 ml. Dùng pipet lấy 50 μ l dung dịch chuẩn (4.13) hoặc một lượng dịch lỏng tương đương với 0,5 μ g patulin tuyệt đối cho vào nước táo trong không chứa patulin. Đậy bình và lắc kỹ để trộn. Tiến hành như trong 6.2 đến 6.4.

7.2 Nước táo đục

Dùng pipet lấy 10 ml nước táo đục cho vào ống ly tâm (5.7). Dùng pipet lấy 50 μ l dung dịch chuẩn (4.13) hoặc một lượng dịch lỏng tương đương với 0,5 μ g patulin tuyệt đối cho vào nước táo đục không chứa patulin. Đậy bình và lắc kỹ để trộn. Tiến hành như trong 6.1.2.

7.3 Puree táo

Cân 10 g puree táo không chứa patulin, chính xác đến 0,1 g, cho vào ống ly tâm (5.7). Dùng pipet lấy 50 μ l dung dịch chuẩn (4.13) hoặc một lượng dịch lỏng tương đương với 0,5 μ g patulin tuyệt đối cho vào puree táo không chứa patulin. Sau khi thêm, lắc kỹ để trộn dung dịch. Tiến hành như trong 6.1.3.

8 Xác định bằng HPLC

8.1 Đường chuẩn

8.1.1 Yêu cầu chung

Dụng đường chuẩn trong ngày phân tích.

8.1.2 Dung dịch hiệu chuẩn patulin dùng cho HPLC

Chuẩn bị 5 dung dịch chuẩn HPLC trong các bình định mức 2 ml riêng biệt theo Bảng 1. Dùng pipet để chuyển dung dịch chuẩn patulin để hiệu chuẩn (4.14). Pha loãng từng dung dịch chuẩn đến 2 ml bằng nước có pH 4 (4.5).

Bảng 1 – Chuẩn bị các dung dịch chuẩn

Dung dịch chuẩn	Nước (4.5) (μl)	Dung dịch chuẩn làm việc patulin (μl)	Nồng độ khối lượng (μg/ml)
1	1000	1000	0,50
2	1200	800	0,40
3	1500	500	0,25
4	1800	200	0,10
5	1900	100	0,05

8.2 Các điều kiện vận hành của HPLC

Khi sử dụng cột qui định trong 5.11 và pha động qui định trong 4.11, thì cài đặt như sau là thích hợp:

Tốc độ dòng của pha động (cột): 1,0 ml/min;

Bước sóng của detector UV: 276 nm;

Thể tích bơm: 50 μl.

9 Tinh kết quả

Đọc từ đường chuẩn khối lượng patulin trong dung dịch mẫu thử đã bơm lên cột HPLC, bằng nanogram. Tính phần khối lượng patulin, w_{PAT} , bằng nanogram trên mililit (hoặc gam đổi với puree) theo công thức (2):

$$w_{PAT} = m_a \times \frac{V_1}{V_2} \times \frac{1}{m_s} \quad (2)$$

Trong đó

m_a là khối lượng patulin trong phần dung dịch thử được bơm lên cột, tính bằng nanogram (ng);

V_2 là thể tích phần dung dịch thử (6.4) được bơm lên cột, tính bằng mililit (ml);

V_1 là thể dung dịch mẫu thử (6.4), ($V_1 = 1,0$ ml đổi với nước táo, $V_1 = 0,5$ ml đổi với puree) tính bằng mililit (ml);

m_s là thể tích mẫu được chiết, tính bằng mililit đổi với nước táo ($m_s = 10$ ml) hoặc gam đổi với puree ($m_s = 5$ g).

Kết quả cuối cùng có thể được biểu thị bằng microgam trên lit (hoặc kilogam đổi với puree) và tương đương với nanogram trên mililit (hoặc gam).

10 Độ chum

10.1 Phép thử liên phòng thử nghiệm

Các chi tiết của phép thử liên phòng thử nghiệm về độ chum của phương pháp được nêu trong Phụ lục

A. Các giá trị thu được từ phép thử liên phòng thử nghiệm này có thể không áp dụng cho các dải nồng độ/chất nền khác với các giá trị đã nêu.

10.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả của hai phép thử đơn lẻ thu được khi sử dụng cùng phương pháp, tiến hành 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, được phép vượt quá giá trị giới hạn lặp lại r sau đây nhưng không quá 5 % trường hợp:

Đối với nước táo trong:

$$\bar{x} = 26 \mu\text{g/l} \quad r = 10,36 \mu\text{g/l}$$

$$\bar{x} = 54 \mu\text{g/l} \quad r = 16,8 \mu\text{g/l}$$

$$\bar{x} = 67 \mu\text{g/l} \quad r = 23,5 \mu\text{g/l}$$

$$\bar{x} = 128 \mu\text{g/l} \quad r = 27,7 \mu\text{g/l}$$

Đối với nước táo đục:

$$\bar{x} = 26 \mu\text{g/l} \quad r = 10,36 \mu\text{g/l}$$

$$\bar{x} = 60 \mu\text{g/l} \quad r = 21,8 \mu\text{g/l}$$

$$\bar{x} = 69 \mu\text{g/l} \quad r = 11,8 \mu\text{g/l}$$

$$\bar{x} = 106 \mu\text{g/l} \quad r = 28,6 \mu\text{g/l}$$

Đối với puree táo:

$$\bar{x} = 23 \mu\text{g/kg} \quad r = 17,9 \mu\text{g/kg}$$

$$\bar{x} = 38 \mu\text{g/l} \quad r = 10,6 \mu\text{g/kg}$$

$$\bar{x} = 69 \mu\text{g/kg} \quad r = 21,0 \mu\text{g/kg}$$

$$\bar{x} = 121 \mu\text{g/kg} \quad r = 66,1 \mu\text{g/kg}$$

10.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả của hai phép thử đơn lẻ thu được trên vật liệu thử giống hệt nhau, do hai phòng thử nghiệm khác nhau thực hiện, được phép vượt quá giá trị giới hạn tái lập R sau đây nhưng không quá 5 % trường hợp:

Đối với nước táo trong:	$\bar{x} = 26 \mu\text{g/l}$	$R = 23,5 \mu\text{g/l}$
	$\bar{x} = 54 \mu\text{g/l}$	$R = 38,1 \mu\text{g/l}$
	$\bar{x} = 67 \mu\text{g/l}$	$R = 42,8 \mu\text{g/l}$
	$\bar{x} = 128 \mu\text{g/l}$	$R = 39,2 \mu\text{g/l}$
Đối với nước táo đục:	$\bar{x} = 26 \mu\text{g/l}$	$R = 23,5 \mu\text{g/l}$
	$\bar{x} = 60 \mu\text{g/l}$	$R = 35,0 \mu\text{g/l}$
	$\bar{x} = 69 \mu\text{g/l}$	$R = 28,0 \mu\text{g/l}$
	$\bar{x} = 106 \mu\text{g/l}$	$R = 36,1 \mu\text{g/l}$
Đối với puree táo:	$\bar{x} = 23 \mu\text{g/kg}$	$R = 23,8 \mu\text{g/kg}$
	$\bar{x} = 38 \mu\text{g/kg}$	$R = 25,3 \mu\text{g/kg}$
	$\bar{x} = 69 \mu\text{g/kg}$	$R = 23,8 \mu\text{g/kg}$
	$\bar{x} = 121 \mu\text{g/kg}$	$R = 97,41 \mu\text{g/kg}$

10.4 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải chỉ rõ:

- every information needed to identify the sample (type of sample, source, code of sample, reference);
- the laboratory performing the test;
- the date of sampling and sampling method used (if known);
- the date the test was performed and the sample received;
- the date of the test;
- the number of replicates checked;
- the details of special observations made during the test;
- any deviation from the requirements of this standard or other factors which may have influenced the result.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Số liệu về độ chum

Các kết quả thu được từ phép thử liên phòng thử nghiệm này [1] theo hướng dẫn của AOAC về qui trình nghiên cứu cộng tác để đánh giá hiệu lực các đặc trưng của phương pháp phân tích [2].

Bảng A.1 – Dữ liệu về độ chum – Nước táo trong

Mẫu	Mức thấp	Mức trung bình	Mức cao	Mẫu bổ sung Blind
Năm thực hiện phép thử liên phòng thử nghiệm	1998-1999	1998-1999	1998-1999	1998-1999
Số lượng phòng thử nghiệm	12	12	12	12
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	12	12	10	12
Số lượng phòng thử nghiệm ngoại lệ	0	0	2	0
Số lượng kết quả được chấp nhận	12	12	10	12
Giá trị trung bình \bar{x} , µg/l	26	54	128	67
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_n µg/l	3,7	6,0	9,9	8,4
Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại RSD_n , %	14	11	8	13
Giới hạn lặp lại r [$r = 2,8 \times s_r$], µg/l	10,36	16,8	27,7	23,5
Độ lệch chuẩn tái lập s_R , µg/l	8,4	13,6	14	15,3
Độ lệch chuẩn tương đối tái lập RSD_R , %	33	25	11	23
Giới hạn tái lập R [$R = 2,8 \times s_R$], µg/l	23,5	38,1	39,2	42,8
Độ thu hồi, %	-	-	-	89 % ± 20 %

Bảng A.2 – Dữ liệu về độ chum – Nước táo đục

Mẫu	Mức thấp	Mức trung bình	Mức cao	Mẫu bỗ sung Blind
Năm thực hiện phép thử liên phòng thử nghiệm	1998-1999	1998-1999	1998-1999	1998-1999
Số lượng phòng thử nghiệm	12	12	12	12
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	12	9	10	11
Số lượng phòng thử nghiệm ngoại lệ	0	3	2	1
Số lượng kết quả được chấp nhận	12	9	10	11
Giá trị trung bình \bar{x} , µg/l	26	69	106	60
Độ lệch chuẩn lặp lại s_r , µg/l	3,7	4,2	10,2	7,8
Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại RSD_r , %	14	6	10	13
Giới hạn lặp lại r [$r = 2,8 \times s_r$], µg/l	10,36	11,8	28,6	21,8
Độ lệch chuẩn tái lập s_R , µg/l	8,4	10	12,9	12,5
Độ lệch chuẩn tương đối tái lập RSD_R , %	33	14	12	21
Giới hạn tái lập R [$R = 2,8 \times s_R$], µg/l	23,5	28	36,1	35
Độ thu hồi, %	-	-	-	80 % ± 16 %

Bảng A.3 – Dữ liệu về độ chum – Puree táo

Mẫu	Mức thấp	Mức trung bình	Mức cao	Mẫu bỗ sung Blind
Năm thực hiện phép thử liên phòng thử nghiệm	1998-1999	1998-1999	1998-1999	1998-1999
Số lượng phòng thử nghiệm	9	11	10	10
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	8	9	10	9
Số lượng phòng thử nghiệm ngoại lệ	1	2	0	1
Số lượng kết quả được chấp nhận	8	9	10	9
Giá trị trung bình \bar{x} , µg/kg	23	38	121	69
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , µg/kg	6,4	38	23,6	7,5
Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại RSD_r , %	27	10	19	11
Giới hạn lặp lại r [$r = 2,8 \times s_r$], µg/kg	17,9	10,6	66,1	21
Độ lệch chuẩn tái lập s_R , µg/kg	9,2	12,6	34,8	8,5
Độ lệch chuẩn tương đối tái lập RSD_R , %	13	33	29	36
Giới hạn tái lập R [$R = 2,8 \times s_R$], µg/kg	25,7	35,3	97,4	23,8
Độ thu hồi, %	-	-	-	92 % ± 12 %

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] MacDonald S., Long M., Gilbert J., Felguerias, I. 2000, Liquid chromatography method for determination of patulin in clear and cloudy apple juices and apple puree : collaborative study. *J AOAC Int* 83 (6), 1387-1394.
- [2] AOAC International 1995, AOAC Official Methods Program, pp. 23-51.