

Lời nói đầu

TCVN 7814:2007 hoàn toàn tương đương với EN 12014-2:1997;

TCVN 7814:2007 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC/F10 *Rau quả và sản phẩm rau quả* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Thực phẩm – Xác định hàm lượng nitrat và/hoặc nitrit –

Phần 2: Xác định hàm lượng nitrat trong rau và sản phẩm rau bằng sắc ký lỏng hiệu năng cao/trao đổi ion

Foodstuffs – Determination of nitrate and/or nitrite content

Part 2: HPLC/LC method for the determination of nitrate content of vegetables and vegetable products

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng nitrat trong rau và sản phẩm rau, bằng sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC)/trao đổi ion (IC). Phương pháp này có thể dùng để xác định hàm lượng nitrat trong dải nồng độ từ 50 mg/kg đến 3000 mg/kg.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi.

EN 12014-1, Foodstuffs – Determination of nitrate and/or nitrite content – Part 1: General considerations (Thực phẩm – Xác định hàm lượng nitrat và/hoặc nitrit – Phần 1: Xem xét chung)

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

3 Nguyên tắc

Nitrat trong mẫu thực phẩm được chiết ra bằng nước nóng và các chất gây nhiễu được loại bỏ bằng cách làm sạch với thuốc thử Carrez hoặc bằng cách tinh sạch với các cột chiết pha rắn. Xác định bằng HPLC pha đảo có phát hiện bằng cực tím (UV) hoặc bằng IC có phát hiện bằng tinh dẫn điện [1].

4 Thuốc thử

Các thuốc thử được sử dụng phải là loại tinh khiết phân tích và nước được sử dụng phải nước ít nhất là loại 1 của TCVN 4851 (ISO 3696), trừ khi có qui định khác. Khi chuẩn bị các dung dịch, phải tinh đến độ tinh khiết của các thuốc thử.

4.1 Metanol, loại dùng cho HPLC.

4.2 Axetonitril, loại dùng cho HPLC.

4.3 Axit sulfuric, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,0125 \text{ mol/l}^{(1)}$.

Dùng pipet lấy cẩn thận 20 ml axit sulfuric 96 % [$\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84 \text{ g/ml}^{(2)}$] cho vào bình định mức 1 000 ml có chứa 800 ml nước, lắc trộn và pha loãng bằng nước đến vạch và trộn lại. Ví dụ: dùng ống đong chia độ để chuyển 33 ml dung dịch này sang bình định mức một vạch 1000 ml có chứa 500 ml nước. Pha loãng bằng nước đến vạch và lắc trộn.

4.4 Dung dịch Carrez số 1

Hoà tan 150 g kali hexaxyanoferrat (II) ($\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) trong nước và pha loãng bằng nước đến 1000 ml. Bảo quản dung dịch này trong chai màu nâu và thay dung dịch mới mỗi tuần.

4.5 Dung dịch Carrez số 2

Hoà tan 220 g kẽm axetat [$\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$] trong nước và thêm 30 ml axit axetic băng, trộn và pha loãng bằng nước đến 1000 ml.

4.6 Dung dịch gốc nitrat, $\rho(\text{NO}_3^-) = 1 \text{ mg/ml}$

Hoà tan khoảng 1,6307 g kali nitrat (KNO_3), cân chính xác đến 0,1 mg vào nước đựng trong bình định mức 1000 ml, thêm 15 ml axit sulfuric 96 % [$\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84 \text{ g/ml}$] cho mục đích bảo quản, trộn, pha loãng bằng nước đến vạch và trộn lại. Nếu bảo quản ở 4 °C dung dịch này có thể bền được đến hai tháng.

Cũng có thể sử dụng dung dịch chuẩn đã chuẩn bị sẵn cho sử dụng.

4.7 Dung dịch chuẩn nitrat I, $\rho(\text{NO}_3^-) = 50 \mu\text{g/ml}$

Dùng pipet lấy 5 ml dung dịch gốc nitrat (4.6) cho vào bình định mức 100 ml, pha loãng bằng nước đến vạch, trộn và lọc qua màng lọc (5.4). Chuẩn bị dung dịch này trong ngày sử dụng. Dung dịch này không được đục.

⁽¹⁾ c là nồng độ chất.

⁽²⁾ ρ là nồng độ khối lượng.

4.8 Dung dịch chuẩn nitrat II, $\rho(\text{NO}_3^-) = 5 \mu\text{g/ml}$

Dùng pipet lấy 5 ml dung dịch gốc nitrat (4.6) cho vào nước đựng trong bình định mức 1 000 ml, trộn và pha loãng bằng nước đến vạch và lọc qua màng lọc (5.4). Chuẩn bị dung dịch này trong ngày sử dụng.

4.9 Dung dịch natri cacbonat/natri hydro cacbonat

Hoà tan khoảng 29,676 g natri cacbonat (Na_2CO_3) và khoảng 18,482 g natri hydro cacbonat (NaHCO_3), cân chính xác đến miligam, trong nước đựng trong bình định mức 1000 ml, pha loãng bằng nước đến vạch. 1 lít dung dịch này chứa 0,28 mol natri cacbonat và 0,22 mol natri hydro cacbonat. Nếu bảo quản ở 4 °C dung dịch này có thể bền được đến hai tháng.

4.10 IC pha động

Dùng pipet lấy 50 ml dung dịch natri cacbonat/natri hydro cacbonat (4.9) cho vào bình định mức 5 lít, pha loãng bằng nước đến vạch và trộn. 1 lít dung dịch này chứa 0,0028 mol natri cacbonat và 0,0022 mol natri hydro cacbonat.

4.11 HPLC pha động

Cân khoảng 10 g dikali hydro phosphat (K_2HPO_4) cho vào bình định mức 1000 ml, thêm 50 ml axetonitril (4.2), pha loãng bằng nước đến vạch và trộn. Dùng axit orthophosphoric 85 % nồng độ khối lượng để chỉnh pH đến 3,0 và lọc dung dịch này qua màng lọc (5.4).

5 Thiết bị, dụng cụ

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

5.1 Máy trộn phòng thử nghiệm (ví dụ: máy cắt phòng thử nghiệm).

5.2 Bộ đồng hoá.

5.3 Giấy lọc gấp nếp.

5.4 Màng lọc, dùng cho dung dịch lỏng, có cỡ lỗ 0,45 μm .

5.5 Giá đỡ màng lọc, có xyranh thích hợp.

5.6 Cột chiết pha rắn, có ống RP C₁₈ pha đảo.

5.7 Thiết bị IC, gồm các bộ phận sau đây:

5.7.1 Bộ phận sắc ký trao đổi ion, gồm có bể chứa dung môi rửa giải, bơm thích hợp, bộ phận đưa mẫu, detector dẫn hoặc detector UV và bộ phận đánh giá kết quả (ví dụ: bộ tích phân có vẽ đồ thị).

5.7.2 Cột chiết phân tích, (ví dụ: bộ phận trao đổi anion khả năng thấp, như Dionex IonPac AS 4A® và/hoặc Dionex IonPac AS 4⁽³⁾) có bộ ức chế màng và cột tiền, đảm bảo cho việc tách đường nền (res = 1,3) của pic nitrat khỏi các pic khác.

Tính độ phân giải (res) giữa pic A và pic B theo công thức (1):

$$res = 1,18 \frac{t_{R(B)} - t_{R(A)}}{w_{0,5(A)} + w_{0,5(B)}} \quad (1)$$

trong đó

$t_{R(A)}$ là thời gian lưu của chất A;

$t_{R(B)}$ là thời gian lưu của chất B;

$w_{0,5(A)}$ là độ rộng pic tại nửa chiều cao đối với pic A;

$w_{0,5(B)}$ là độ rộng pic tại nửa chiều cao đối với pic B.

5.8 Thiết bị HPLC, gồm có:

5.8.1 Thiết bị sắc ký lỏng hiệu năng cao, có bể chứa dung môi rửa giải, bơm thích hợp, bộ phận đưa mẫu, detector UV và bộ phận đánh giá kết quả (ví dụ: bộ tích phân có vẽ đồ thị).

5.8.2 Cột chiết phân tích (pha đảo) tính phân cực trung bình có pha liên kết aminopropyl và có cỡ hạt từ 5 µm đến 10 µm, dài ít nhất 250 mm, đường kính trong 4,6 mm và cột tiền được nhồi cùng chất liệu, ví dụ như LiChrosorb-NH₂⁽³⁾.

6 Cách tiến hành

6.1 Chuẩn bị mẫu

6.1.1 Mẫu dạng rắn (ví dụ: lá rau)

Lấy mẫu đại diện, loại bỏ sâu bọ, đất cát hoặc chất bẩn, nếu cần. Thái nhỏ mẫu, ví dụ: dùng máy cắt phòng thử nghiệm (5.1) và trộn kỹ mẫu trong bộ đồng hoá (5.2).

CHÚ THÍCH Khi rửa mẫu, cần tính đến các giọt nước bám vào có thể làm tăng khối lượng của mẫu có diện tích bề mặt lớn.

³⁾ Dionex IonPac AS 4A® Dionex IonPac AS 4 và LiChrosorb-NH₂® là các ví dụ về sản phẩm có sẵn. Thông tin này đưa ra tạo thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn này và CEN không ấn định phải sử dụng chúng.

6.1.2 Mẫu dạng lỏng (ví dụ: nước ép rau)

Lắc thật mạnh cho đến khi mẫu đại diện được trộn đều.

6.1.3 Mẫu dạng nhão (ví dụ: rau nghiền)

Khuấy trộn nhiều lần mẫu đại diện, ví dụ: bằng cách sử dụng bộ đồng hoá cho đến khi thu được mẫu đồng nhất.

6.2 Chiết mẫu

6.2.1 Mẫu dạng đặc

Cân phần mẫu thử (không nhỏ hơn 10 g) chứa khoảng 15 mg nitrat của mẫu đã chuẩn bị theo 6.1.1 cho vào bình nón 500 ml, thêm khoảng 400 ml nước nóng và để yên bình 15 min trong nồi cách thủy. Làm nguội bình đến nhiệt độ phòng, chuyển dung dịch sang bình định mức 500 ml, pha loãng đến vạch, lắc kỹ và lọc qua giấy lọc gấp nếp (5.3). Làm sạch hoặc tinh sạch phần dịch lọc, nghĩa là phần mẫu thử như mô tả trong 6.3, nếu cần.

6.2.2 Mẫu dạng lỏng

Làm sạch hoặc tinh sạch mẫu đã chuẩn bị theo 6.1.2 (xem 6.3.1), nếu cần, hoặc pha loãng trước mẫu bằng nước để có được dung dịch chứa khoảng 25 mg nitrat trên lít.

6.2.3 Mẫu dạng nhão

Cân phần mẫu thử (không nhỏ hơn 10 g) chứa khoảng 15 mg nitrat của mẫu đã chuẩn bị theo 6.1.3 cho vào bình nón 500 ml, thêm khoảng 400 ml nước nóng và để yên bình 15 min trong nồi cách thủy. Làm nguội bình đến nhiệt độ phòng, chuyển dung dịch sang bình định mức 500 ml, pha loãng đến vạch, lắc kỹ và lọc qua giấy lọc gấp nếp (5.3). Làm sạch hoặc tinh sạch phần dịch lọc, nghĩa là phần mẫu thử như mô tả trong 6.3, nếu cần.

Đối với mẫu có hàm lượng nitrat thấp, điều chỉnh đối với khối lượng mẫu ban đầu và tỷ lệ thể tích qui định trong 6.2.1 đến 6.2.3, nếu cần.

6.3 Chuẩn bị dung dịch mẫu thử

6.3.1 Yêu cầu chung

Để bảo vệ cột phân tích được sử dụng trong phép xác định này và để tránh nhiễu các thành phần chất nền, nên tinh sạch dung dịch mẫu thử bằng một trong các phương pháp sau đây, nếu cần.

6.3.2 Phương pháp 1

Dùng pipet lấy 40 ml của mỗi dung dịch mẫu từ 6.2.1 đến 6.2.3 cho vào bình định mức 50 ml, thêm 2 ml dung dịch Carrez số 1 (4.4), trộn đều, thêm tiếp 2 ml dung dịch Carrez số 2 (4.5) và pha loãng bằng nước đến vạch. Khuấy trộn dung dịch trong bình, lọc toàn bộ dung dịch này qua giấy lọc gấp nếp (5.3) và sau đó lọc phần dịch lọc thu được qua màng lọc (5.4) (nghĩa là dung dịch mẫu thử). Tiến hành với dung dịch mẫu thử theo 6.5.2 đến 6.5.4.

6.3.3 Phương pháp 2

Dùng xyranh (5.5) rút đến 10 ml của mỗi dung dịch mẫu trong 6.2.1 đến 6.2.3, đầu tiên chuyển 2 ml và sau đó 8 ml sang cột chiết pha rắn (5.6) trước đó đã được dội rửa bằng 2 ml metanol (4.1) và 5 ml nước. Loại bỏ 2 ml đầu tiên và lọc phần còn lại (nghĩa là dung dịch mẫu thử) qua màng lọc. Tiến hành với dung dịch mẫu thử theo 6.5.2 đến 6.5.4.

6.4 Dụng đường chuẩn

Để dựng đường chuẩn, chuẩn bị một dãy các dung dịch chuẩn có nồng độ thích hợp (ít nhất là ba dung dịch khác nhau và một dung dịch trắng).

Bơm các thể tích bằng nhau của các dung dịch thử và dung dịch chuẩn như trong 6.5.2 hoặc 6.5.4. Kiểm tra độ tuyến tính của hàm số hiệu chuẩn.

6.5 Phương pháp xác định

6.5.1 Điều kiện thao tác của IC

Nếu sử dụng cột qui định trong 5.7.2 thì phải thỏa mãn các thông số sau đây:

Pha động: như mô tả trong 4.10

Chất phục hồi (dùng cho bộ ức chế): 0,0125 mol/ml axit sulfuric (4.3)

Thể tích bơm: 50 μ l

6.5.2 Đo IC

Nhận dạng pic nitrat bằng cách so sánh các thời gian lưu đối với dung dịch chuẩn (4.7) và dung dịch mẫu thử (6.3.2 hoặc 6.3.3). Để xác định, bơm dung dịch chuẩn sang máy sắc ký và đo chiều cao/diện tích của pic tạo thành. Nền dựng đường chuẩn (6.4) trên cơ sở không ít hơn bốn dung dịch chuẩn có các nồng độ nitrat khác nhau trước khi bơm dung dịch mẫu thử và đo chiều cao/diện tích pic tạo thành. Nếu pic thu được từ mẫu thử nằm ngoài phạm vi đường hiệu chuẩn thì pha loãng mẫu thử và lặp lại phép phân tích. Đọc hàm lượng nitrat của dung dịch mẫu thử từ đường hiệu chuẩn.

Đảm bảo rằng các thể tích bơm mẫu và dung dịch hiệu chuẩn là như nhau.

6.5.3 Điều kiện thao tác của HPLC

Nếu sử dụng cột qui định trong 5.8.2 thì phải thỏa mãn các thông số sau đây:

Pha động: như mô tả trong 4.11

Thể tích bơm: 20 μ l

Phát hiện (UV): 205 nm.

6.5.4 Đo HPLC

Tiến hành đo và xác định hàm lượng nitrat như 6.5.2.

7 Tính và biểu thị kết quả

Tính hàm lượng nitrat trong mẫu, w , được biểu thị bằng miligam trên kilogam hoặc ρ bằng miligam trên lít, theo công thức (2) (phương pháp chuẩn ngoại) sau đây:

$$w \text{ hoặc } \rho = \frac{x \times F_1 \times F_2 \times 1000}{m} \quad (2)$$

trong đó

x là nồng độ nitrat có trong dung dịch mẫu thử, đọc được từ đường hiệu chuẩn, tính bằng miligam trên lít;

F_1 là hệ số pha loãng khi sử dụng phương pháp tinh sạch (ví dụ: tinh sạch cột: $F_1 = 1$, làm sạch bằng thuốc thử Carrez: $F_1 = 1,25$);

F_2 là hệ số pha loãng cho từng giai đoạn pha loãng khác;

m là lượng mẫu, tính bằng gam hoặc mililit trên lít dung dịch mẫu (đối với các dịch lỏng không pha loãng có hàm lượng nitrat thấp thì $m = 1000$).

Báo cáo kết quả theo miligam trên kilogam hoặc miligam trên lít theo số nguyên và ghi theo qui định hiện hành.

8 Độ chụm

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

8.1 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả của hai phép thử đơn lẻ độc lập, thu được trên vật liệu thử giống hệt nhau, do một người thực hiện sử dụng cùng thiết bị thực hiện trong một khoảng thời gian ngắn không quá 5 % trường hợp vượt quá giá trị lặp lại r sau đây:

Các giá trị đó là:	Rau chân vịt (spinach) $\bar{x} = 2899$ mg/kg	$r = 90$ mg/kg
	Nước ép củ cải đường $\bar{x} = 1163$ mg/l	$r = 47$ mg/l
	Sản phẩm rau chân vịt $\bar{x} = 98$ mg/kg	$r = 5$ mg/kg
	Sản phẩm rau chân vịt $\bar{x} = 197$ mg/kg	$r = 14$ mg/kg
	Sản phẩm rau cà rốt $\bar{x} = 76$ mg/kg	$r = 5$ mg/kg
	Sản phẩm rau cà rốt $\bar{x} = 62$ mg/kg	$r = 6$ mg/kg

8.2 Độ tái lập

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

Các giá trị đó là:	Rau chân vịt (spinach) $\bar{x} = 2899$ mg/kg	$R = 248$ mg/kg
	Nước ép củ cải đường $\bar{x} = 1163$ mg/l	$R = 97$ mg/l
	Sản phẩm rau chân vịt $\bar{x} = 98$ mg/kg	$R = 26$ mg/kg
	Sản phẩm rau chân vịt $\bar{x} = 197$ mg/kg	$R = 22$ mg/kg
	Sản phẩm rau cà rốt $\bar{x} = 76$ mg/kg	$R = 11$ mg/kg
	Sản phẩm rau cà rốt $\bar{x} = 62$ mg/kg	$R = 10$ mg/kg

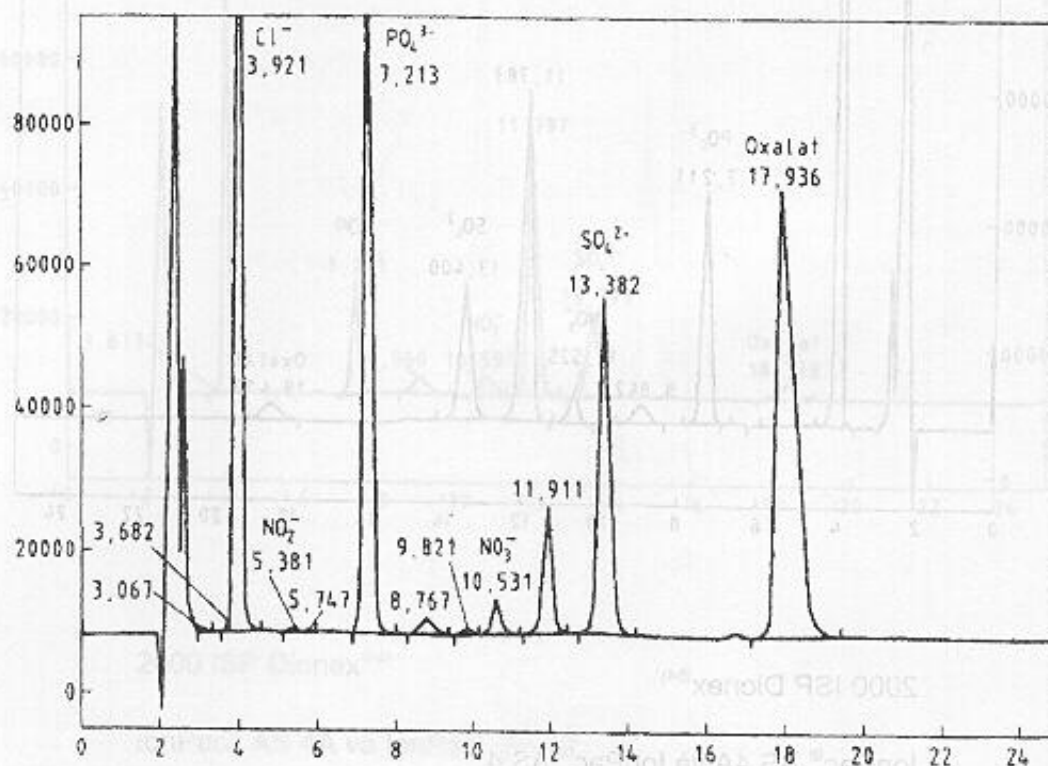
9 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm ít nhất các thông tin nêu trong EN 12014-1.

Phụ lục A

(Tham khảo)

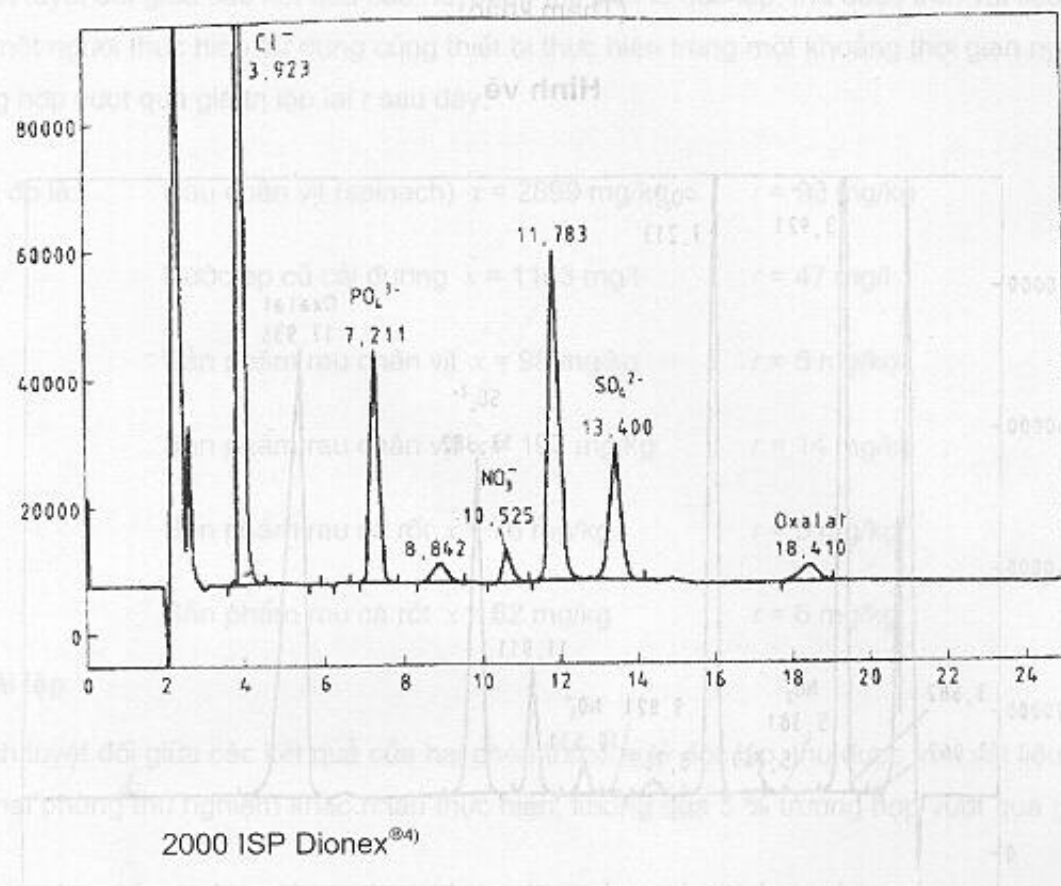
Hình vẽ



Thiết bị	2000 ISP Dionex ⁴⁾
Cột chiết:	IonPac [®] AS 4A và IonPac [®] AS 4 ⁴⁾
Đường kính:	4 mm
Chiều dài:	250 mm (mỗi cột)
Cột tiền:	IonPac [®] AG 4A ⁴⁾ , 4 mm x 50 mm
Pha động:	Dung dịch Na_2CO_3 ($c = 0,0028 \text{ mol/l}$) + dung dịch NaHCO_3 ($c = 0,0022 \text{ mol/l}$)
Pha động dòng chảy:	1,4 ml/min
Thể tích bơm:	50 μl

Hình A.1 – Sự phân tách IC của dịch chiết rau chân vịt được phát hiện bằng detector dẫn điện

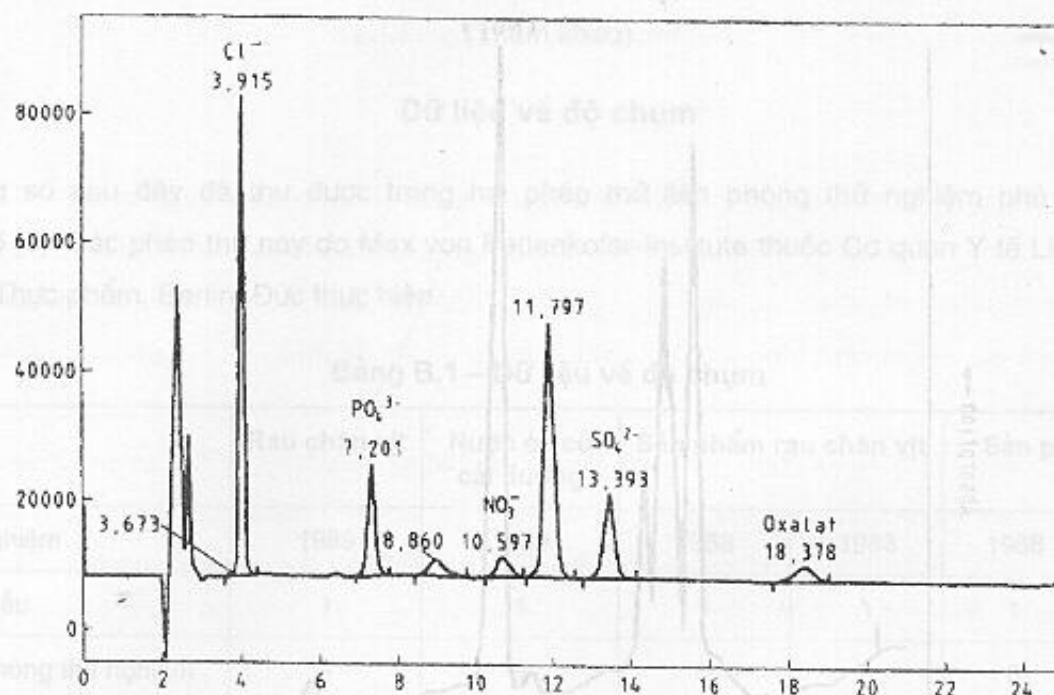
⁴⁾ 2000 ISP Dionex[®], IonPac[®] AS 4A, IonPac[®] AS 4 và IonPac[®] AG 4A là các ví dụ về sản phẩm có bán sẵn. Thông tin này đưa ra tạo thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn này và CEN không ấn định phải sử dụng chúng.



Thiết bị	2000 ISP Dionex ^{®4)}
Cột chiết:	IonPac [®] AS 4A và IonPac [®] AS 4 ⁴⁾
Đường kính:	4 mm
Chiều dài:	250 mm (mỗi cột)
Cột tiền:	IonPac [®] AG 4A ⁴⁾ , 4 mm x 50 mm
Pha động:	Dung dịch Na ₂ CO ₃ (c = 0,0028 mol/l) + dung dịch NaHCO ₃ (c = 0,0022 mol/l)
Pha động dòng chảy:	1,4 ml/min
Thể tích bơm:	50 µl
Hàm lượng nitrat:	74,9 mg/kg

Hình A.2 – Sự phân tách IC của dịch chiết cà rốt được phát hiện bằng detector dẫn điện

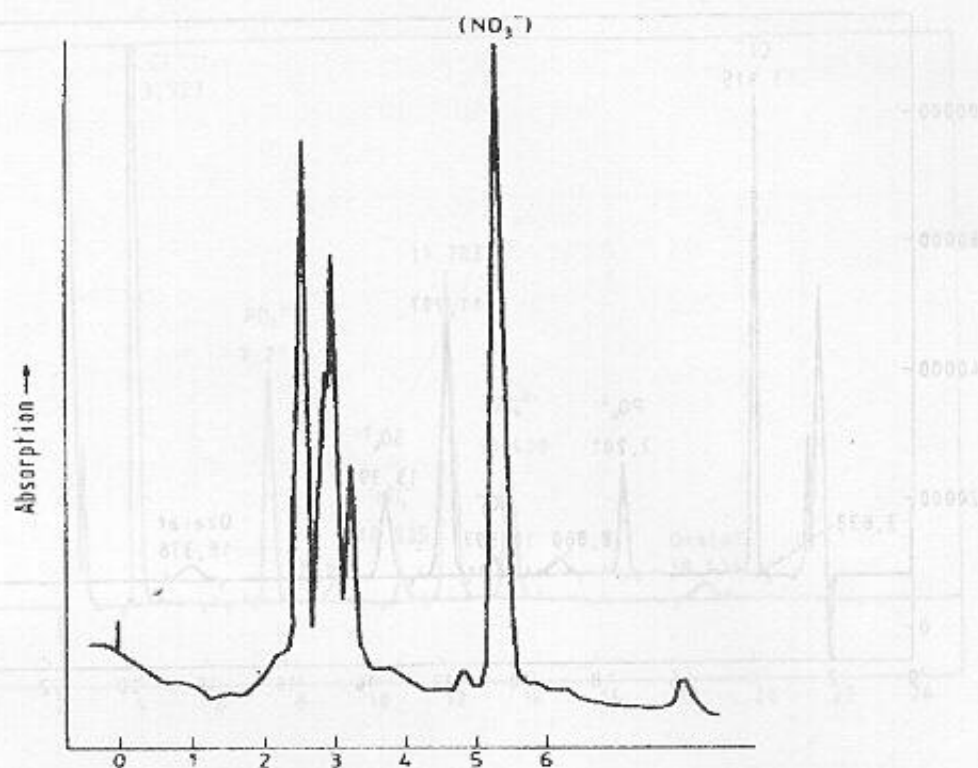
⁴⁾ 2000 ISP Dionex[®], IonPac[®] AS 4A, IonPac[®] AS 4 và IonPac[®] AG 4A là các ví dụ về sản phẩm có bán sẵn. Thông tin này đưa ra tạo thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn này và CEN không ấn định phải sử dụng chúng.



Thiết bị	2000 ISP Dionex ⁴⁾
Cột chiết:	IonPac [®] AS 4A và IonPac [®] AS 4 ⁴⁾
Đường kính:	4 mm
Chiều dài:	250 mm
Cột tiền:	IonPac [®] AG 4A ⁴⁾ , 4 mm x 50 mm
Pha động:	Dung dịch Na ₂ CO ₃ (c = 0,0028 mol/l) + dung dịch NaHCO ₃ (c = 0,0022 mol/l)
Pha động dòng:	1,4 ml/min
Thể tích bơm:	50 µl
Hàm lượng nitrat:	38,1 mg/kg

Hình A.3 – Sự phân tách IC của dịch chiết cà rốt (“cà rốt non”) được phát hiện bằng detector dẫn điện

⁴⁾ 2000 ISP Dionex[®], IonPac[®] AS 4A, IonPac[®] AS 4 và IonPac[®] AG 4A là các ví dụ về sản phẩm có bán sẵn. Thông tin này đưa ra tạo thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn này và CEN không ấn định phải sử dụng chúng.



w(NO₃⁻): 1,9 mg/kg

Cột chiết: LiChrosorb-NH₂^{®5}, 10 μm

Đường kính: 4,6 mm

Chiều dài: 250 mm

Pha động: Dung dịch đệm kali dihydro phosphat (KH₂PO₄) = 10 g/l +
axit orthophosphoric (pH = 3)

Pha động dòng chảy: 1,0 ml/min

Chất phục hồi dòng chảy: 6,0 ml/min

Phát hiện UV: 205 nm

Thể tích bơm: 20 μl

Hàm lượng nitrat, tính theo

khối lượng dung dịch thử được bơm: 1,9 mg/kg

Hình A.4 – Sự phân tách bằng HPLC của dịch chiết xu hào

⁵⁾ LiChrosorb-NH₂[®] là các ví dụ về sản phẩm có bán sẵn. Thông tin này đưa ra tạo thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn này và CEN không ấn định phải sử dụng chúng.

Phụ lục B

(Tham khảo)

Dữ liệu về độ chum

Các thông số sau đây đã thu được trong hai phép thử liên phòng thử nghiệm phù hợp với ISO 5725:1986 [5]. Các phép thử này do Max von Pettenkofer-Institute thuộc Cơ quan Y tế Liên bang, Cục Hoá chất Thực phẩm, Berlin, Đức thực hiện.

Bảng B.1 – Dữ liệu về độ chum

	Rau chân vịt	Nước ép củ cải đường	Sản phẩm rau chân vịt		Sản phẩm cà rốt	
Năm thử nghiệm	1989	1989	1988	1988	1988	1988
Số lượng mẫu	1	1	1	1	1	1
Số lượng phòng thử nghiệm	9	9	6	8	8	6
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	8	7	6	6	6	6
Số lượng ngoại lệ	1	2	0	2	2	0
Số lượng kết quả chấp nhận	65	50	56	54	55	56
Giá trị trung bình	2899 mg/kg	1163 mg/kg	197 mg/kg	98 mg/kg	76 mg/kg	62 mg/kg
Độ lệch chuẩn lặp lại (s_r)	32 mg/kg	17 mg/l	5 mg/kg	1,8 mg/kg	1,8 mg/kg	2,1 mg/kg
Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại (RSD _r) (%)	1,1	1,4	2,5	1,8	2,4	3,5
Giới hạn lặp lại (r)	90 mg/kg	47 mg/l	14 mg/kg	5 mg/kg	5 mg/kg	6 mg/kg
Độ lệch chuẩn tái lập (s_R)	88 mg/kg	34 mg/l	7,9 mg/kg	9,3 mg/kg	3,9 mg/kg	3,6 mg/kg
Độ lệch chuẩn tương đối tái lập (RSD _R) (%)	3,1	3,0	4,0	9,5	5,2	5,8
Giới hạn tái lập (R)	248 mg/kg	97 mg/l	22 mg/kg	26 mg/kg	11 mg/kg	10 mg/kg

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] Untersuchung von Lebensmitteln: Bestimmung von Nitrat in Gemuseerzeugnissen: L 26.00-11989-12 und Bestimmung von Nitrat in Gemusebrei für Säuglinge und Kleinkinder S 48.03.05-2, 1992-12 (Food Analysis: Determination of nitrate content of vegetable products: L 26.00-11989-12 and Determination of nitrate in mashed vegetables for babies and infants L 48.03.05-2) in: *Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach § 35 LMBG: Verfahren zur Probenahme und Untersuchung von Lebensmitteln, Tabakerzeugnissen, kosmetischen Mitteln und Bedarfsgegenständen/Bundesgesundheitsamt* (In: *Collection of official methods under article 35 of the German Federal Foods Act; Methods of sampling and analysis of foods, tobacco products, cosmetics and commodity goods/Federal Health Office*) Loseblattausgabe, Stand Aug. 1993 Bd. 1 (Loose leaf edition, as of 1993 - 08 Vol. I) Berlin, Köln: Beuth Verlag GmbH.
- [2] ISO 5725:1986 *Precision of test methods — Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests.*