

TCVN 7929:2008

EN 14083:2003

Xuất bản lần 1

**THỰC PHẨM – XÁC ĐỊNH CÁC NGUYÊN TỐ VẾT –
XÁC ĐỊNH CHÌ, CADIMI, CROM, MOLYPDEN BẰNG ĐO
PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ DÙNG LÒ GRAPHIT (GFAAS)
SAU KHI PHÂN HUỶ BẰNG ÁP LỰC**

Foodstuffs – Determination of trace elements –

*Determination of lead, cadmium, chromium and molybdenum by graphite
furnace atomic absorption spectrometry (GFAAS) after pressure digestion*

Lời nói đầu

TCVN 7929:2008 hoàn toàn tương đương với EN 14083:2003;

TCVN 7929:2008 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 chì, cadimi, crom, molybden bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử dùng lò graphit (GFAAS) sau khi phân huỷ bằng áp lực

Foodstuffs – Determination of trace elements –

*Determination of lead, cadmium, chromium and molybdenum by graphite furnace
atomic absorption spectrometry (GFAAS) after pressure digestion*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định chì, cadimi, crom và molybden trong các sản phẩm thực phẩm bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử dùng lò graphit (GFAAS) sau khi phân huỷ bằng áp lực.

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 nguyên tố vết – Chuẩn cứ thực hiện, yêu cầu chung và chuẩn bị mẫu).

EN 13805, Foodstuffs – Determination of trace elements – Pressure digestion (Thực phẩm – Xác định nguyên tố vết – Phân huỷ bằng áp lực).

3 Nguyên tắc

Xác định các nguyên tố trong dung dịch thử bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử dùng lò graphit (GFAAS) [1], [2], [4] sau khi phân huỷ bằng áp lực theo EN 13805.

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 thể 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 các giới hạn quy định trước khi sử dụng tiêu chuẩn.

4 Thuốc thử

4.1 Yêu cầu chung

Nồng độ của các nguyên tố vết trong thuốc thử và nước được sử dụng phải đủ thấp để không làm ảnh hưởng đến các kết quả xác định.

4.2 Axit clohydric, không nhỏ hơn 25 % (phần khối lượng), $\rho(\text{HCl}) = 1,13 \text{ g/ml}$ và thích hợp cho phép phân tích nguyên tố vết.

4.3 Axit nitric, không nhỏ hơn 65 % (phần khối lượng), $\rho(\text{HNO}_3) = 1,4 \text{ g/ml}$ và thích hợp cho phân tích nguyên tố vết.

4.4 Dung dịch gốc

CHÚ THÍCH Các dung dịch gốc đối với chì, cadimi, crom và molybden có thể được chuẩn bị từ các kim loại hoặc các muối kim loại. Cũng có thể sử dụng các sản phẩm có bán sẵn. Tốt nhất nên sử dụng các dung dịch gốc đã được xác nhận. Việc chuẩn bị các dung dịch gốc có thể xem ví dụ dưới đây.

4.4.1 Dung dịch gốc chì, có nồng độ chì 1000 mg/l.

Hoà tan 1,598 g chì nitrat $[\text{Pb}(\text{NO}_3)_2]$ trong axit nitric 1 % (10 ml theo 4.3 được pha loãng bằng nước đến 1000 ml) và thêm axit nitric 1 % đến 1000 ml.

4.4.2 Dung dịch gốc cadimi, có nồng độ cadimi 1000 mg/l.

Hoà tan 1,000 g kim loại cadimi trong một lượng tối thiểu axit clohydric 1 % (10 ml theo 4.2 được pha loãng bằng nước đến 1000 ml) và thêm axit clohydric 1 % (phần thể tích) đến 1000 ml.

4.4.3 Dung dịch gốc crom, có nồng độ crom 1000 mg/l.

Hoà tan 3,735 g kali cromat (K_2CrO_4) trong nước và thêm nước đến 1000 ml.

4.4.4 Dung dịch gốc molybden, có nồng độ molybden 1000 mg/l.

Hoà tan 1,840 g amoni heptamolybdat $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ trong dung dịch ammoniac 1 % (10 ml dung dịch ammoniac có nồng độ tối thiểu 25 %, $\rho_{(\text{NH}_3)} = 0,91 \text{ g/ml}$, pha loãng bằng nước đến 1000 ml) và thêm dung dịch amoniac 1 % đến 1000 ml.

4.5 Dung dịch hiệu chuẩn

Pha loãng các dung dịch gốc đến các nồng độ cần cho hiệu chuẩn. Chọn các nồng độ sao cho không vượt quá dải tuyến tính hiệu chuẩn. Nên sử dụng tối thiểu 3 dung dịch hiệu chuẩn có các nồng độ khác nhau. Nồng độ axit trong các dung dịch hiệu chuẩn phải bằng nồng độ của dung dịch thử (xem EN 13805).

4.6 Dung dịch trắng

Dung dịch trắng chỉ chứa nước và một lượng axit có nồng độ giống với nồng độ axit của dung dịch thử.

4.7 Chất bổ chính nền

4.7.1 Yêu cầu chung

Các ví dụ về chất bổ chính nền được liệt kê dưới đây có thể thay đổi đáng kể trong việc kết hợp và nồng độ. Khi bắt đầu tối ưu hoá tiếp cần theo khuyến cáo của nhà sản xuất thiết bị. Có thể sử dụng các dung dịch magie nitrat và paladi nitrat để thay thế các dung dịch theo 4.7.2 đến 4.7.5.

CHÚ THÍCH Người phân tích cần lưu ý rằng việc sử dụng các chất bổ chính nền cụ thể đối với nguyên tố cụ thể cần được áp dụng trong quá trình thiết lập chương trình nhiệt độ lò tối ưu.

4.7.2 Dung dịch magie nitrat

Hoà tan 0,25 g magie nitrat ngậm sáu phân tử nước $[Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O]$ trong 100 ml nước.

4.7.3 Dung dịch paladi/magie nitrat

Hoà tan 0,075 g paladi trong 2 ml axit nitric nóng (4.3), pha loãng bằng nước đến 25 ml, thêm 0,05 g $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ và thêm nước đến 50 ml.

4.7.4 Dung dịch amoni phosphat/magie nitrat

Hoà tan 0,5 g amoni dihydrophosphat ($H_2NH_4PO_4$) trong nước, thêm 0,05 g $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$, 1 ml axit nitric (4.3) và thêm nước đến 50 ml.

4.7.5 Dung dịch paladi/axit ascorbic

Dung dịch A: Cho 500 μ l axit clohydric (4.2) vào 1 ml dung dịch gốc paladi có chứa 10 g paladi/l và thêm nước đến 10 ml.

Dung dịch B: hoà tan 1 g axit ascorbic trong 100 ml nước.

Chuẩn bị dung dịch paladi/axit ascorbic bằng cách trộn một phần thể tích dung dịch A với một phần thể tích dung dịch B.

5 Thiết bị và dụng cụ

5.1 Yêu cầu chung

Để giảm thiểu sự nhiễm bẩn, tất cả các dụng cụ tiếp xúc trực tiếp với mẫu và các dung dịch cần được xử lý sơ bộ cẩn thận theo quy định trong EN 13804.

5.2 Máy đo quang phổ hấp thụ nguyên tử

Có hiệu chỉnh nền (hiệu chỉnh nền Zeeman được khuyến cáo), lò graphit được cung cấp khí argon có hệ thống đo và ghi.

5.3 Ống graphit

Khuyến cáo dùng ống được phủ lớp chịu nhiệt có hoặc không có platform kiểu L'vov.

5.4 Bộ bơm mẫu tự động

5.5 Đèn đặc thù dùng cho nguyên tố (catot rỗng hoặc đèn phóng điện không điện cực) đối với chì, cadimi, crom và molybden.

6 Cách tiến hành

6.1 Chuẩn bị mẫu

Dung dịch mẫu thử thu được bằng phương pháp phân huỷ áp lực theo EN 13805 có thể được sử dụng cho phép xác định mà không phải xử lý tiếp.

6.2 Đo phổ hấp thụ nguyên tử (AAS dùng lò graphit)

6.2.1 Cài đặt máy đo phổ

Trước mỗi phép xác định, chỉnh thiết bị theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Sau đó xác định qui trình thử nghiệm tối ưu (nếu có thể thì sử dụng chất nền của mẫu), cụ thể, có tính đến các thông số như nhiệt độ và thời gian phân huỷ, nhiệt độ và thời gian nguyên tử hoá. Ngoài ra, việc bố chính nền và các thể tích bơm cần được kiểm tra. Các ví dụ về các thông số của một số thiết bị được nêu trong Bảng 1.

Bảng 1 – Các thông số thiết bị

Thông số	Chì	Cadimi	Crom	Molybden
Nguồn bức xạ	Đèn catốt rỗng			
Bước sóng	283,3 nm	228,8 nm	357,9 nm	313,3 nm
Phân dòng	0,7 nm	0,7 nm	0,7 nm	0,7 nm

6.2.2 Xác định bằng AAS

6.2.2.1 Yêu cầu chung

Xác định độ hấp thụ của dung dịch mẫu thử bằng hấp thụ nguyên tử. Nếu không có sự sai khác nhiều về độ dốc của hàm hiệu chuẩn trong trường hợp thêm chuẩn và phương pháp đường chuẩn thì có thể áp dụng phương pháp đường chuẩn. Có thể giảm bớt các chất gây nhiễu bằng cách sử dụng các chất bổ chính nền (như trong 4.7) kết hợp với tấm L'vov.

CHÚ THÍCH Các dữ liệu trong quá trình nguyên tử hoá có thể thu được bằng cách đo chiều cao pic hoặc diện tích pic. Khi sử dụng kỹ thuật tấm phẳng thì nên đo diện tích pic.

6.2.2.2 Phương pháp đường chuẩn

Chỉnh dụng cụ đo về zero sử dụng dung dịch trắng trong 4.6. Bắt đầu từ hàm số hiệu chuẩn đối với mỗi nguyên tử bằng cách đo các độ hấp thụ của các dung dịch hiệu chuẩn với các nồng độ nguyên tố khác nhau. Vẽ đồ thị thu được dựa vào các nồng độ trong biểu đồ.

CHÚ THÍCH Các dụng cụ kiểu AAS đều có khả năng thu được các đường hiệu chuẩn và hiển thị phép đo trực tiếp cho mẫu theo đơn vị nồng độ.

Tìm dải tuyến tính của hàm hiệu chuẩn đối với mỗi nguyên tố và định kỳ kiểm tra. Tiến hành hiệu chuẩn trong dải tuyến tính sử dụng dung dịch hiệu chuẩn, có tính đến nồng độ của nguyên tố trong dung dịch phân huỷ. Tiến hành xác định sử dụng dung dịch phân huỷ chưa xử lý hoặc đã xử lý sau khi pha loãng thích hợp, nếu nồng độ nằm ngoài dải tuyến tính. Kiểm tra các dung dịch trắng và các dung dịch hiệu chuẩn riêng lẻ trong quá trình đo tương đối dài.

6.2.2.3 Phương pháp thêm chuẩn

Xác định dải tuyến tính của hàm hiệu chuẩn như đối với phương pháp đường chuẩn (6.2.2.1).

Điều quan trọng là các phép đo được thực hiện trong dải tuyến tính khi sử dụng phương pháp thêm chuẩn. Đường chuẩn của phương pháp thêm chuẩn phải có ít nhất ba điểm của ít nhất hai dung dịch thêm chuẩn. Nồng độ của dung dịch chuẩn cao nhất phải gấp từ 3 lần đến 5 lần nồng độ của dung dịch mẫu. Nồng độ của dung dịch chuẩn thấp hơn cần bằng một nửa nồng độ dung dịch chuẩn cao nhất.

Dùng đồ thị dựa trên các độ hấp thụ thu được theo các nồng độ của dung dịch bổ sung và ngoại suy đường thẳng tạo thành cho đến khi cắt với trục hoành của đồ thị.

Trong trường hợp các thiết bị AAS có các hệ thống bơm mẫu tự động, trong đó việc bổ sung được thực hiện trực tiếp vào lò graphit thì việc xác định có thể được thực hiện ngay không cần pha loãng trước và điều này tránh được nguy cơ nhiễm bẩn.

6.3 Kiểm soát chất lượng phân tích

Để kiểm soát chất lượng phân tích, cần tiến trên loạt mẫu cần phân tích đồng thời với các dung dịch mẫu trắng và các mẫu chuẩn đã biết trước các hàm lượng nguyên tố cần xác định, theo EN 13804. Các mẫu chuẩn phải được thực hiện qua tất cả các bước của phương pháp, bắt đầu từ việc phân hủy.

7 Tính toán kết quả

Tính hàm lượng, w , tính theo phần khối lượng, của nguyên tố cần phân tích, bằng miligam trên kilogram, theo công thức sau đây:

$$w = \frac{a \times V \times F}{m}$$

trong đó

- a là nồng độ của nguyên tố có trong dung dịch thử, tính bằng miligam trên lít;
- V là thể tích dung dịch phân hủy, tính bằng mililit;
- F là hệ số pha loãng của dung dịch thử;
- m là khối lượng ban đầu của phần mẫu thử, tính bằng gam.

Nếu cần, lấy hàm lượng nguyên tố, a , trừ đi hàm lượng nguyên tố của dung dịch trắng.

8 Giới hạn định lượng

Máy đo phổ hấp thụ nguyên tử phải có thể xác định được các nồng độ nêu trong Bảng 2 ở thể tích bơm là 20 μ l của dung dịch đo:

Bảng 2 – Các nồng độ

Nguyên tố	Pb	Cd	Cr	Mo
Nồng độ (mg/l)	0,004	0,0004	0,004	0,004

Giới hạn của việc định lượng theo EN 13804 của dung dịch đo tùy thuộc vào các thông số sau đây:

- loại ống graphit;
- chương trình nhiệt độ;
- lượng và kiểu loại chất nền có mặt trong dung dịch phân hủy.

Liên quan đến thực phẩm, giới hạn định lượng phụ thuộc vào lượng mẫu được sử dụng để phân hủy và thể tích cuối cùng của dung dịch phân hủy. Trong Bảng 3 có nêu các ví dụ.

Bảng 3 – Các ví dụ

Phần mẫu thử g	Thể tích cuối cùng ml	Pb	Cd	Cr	Mo
0,5	20	0,16	0,016	0,16	0,16
2,0	20	0,04	0,004	0,04	0,04

9 Độ chụm

9.1 Yêu cầu chung

Các chi tiết của phép thử liên phòng thử nghiệm về độ chụm của phương pháp 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 và các chất nền khác với các dải nồng độ và các chất nền đã nêu.

9.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm riêng rẽ độc lập, thu được khi sử dụng cùng phương pháp, tiến hành trên vật liệu thử giống hệt nhau trong một phòng thử nghiệm, do một người thực hiện sử dụng cùng thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn, không quá 5 % các trường hợp vượt quá các giá trị giới hạn lặp lại r nêu trong Bảng 4.

9.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm riêng rẽ, thu được khi sử dụng cùng phương pháp, tiến hành thử trên vật liệu giống hệt nhau trong các phòng thử nghiệm khác nhau, do các người khác nhau thực hiện, sử dụng các thiết bị khác nhau, không quá 5 % các trường hợp vượt quá các giá trị giới hạn tái lập R nêu trong Bảng 4.

Bảng 4 – Độ lặp lại và độ tái lập

Nguyên tố	Mẫu	\bar{x} (mg/kg)	r (mg/kg)	R (mg/kg)
Pb	Gan bò đã được làm khô lạnh	4,40	0,53	1,85
	Hạt lúa mì xay nguyên vỏ	0,37	0,12	0,26
	Thịt bắp bò đã được làm khô lạnh	0,23	0,04	0,09
	Ớt xanh đã được làm khô lạnh	0,10	0,04	0,13
	Bột cà chua	0,64	0,21	0,44
	Bột rau cải bó xôi	1,24	0,38	0,62
Cd	Gan bò đã được làm khô lạnh	2,04	0,33	0,68
	Hạt lúa mì xay nguyên vỏ	0,16	0,03	0,05
	Thịt bắp bò đã được làm khô lạnh	0,014	0,004	0,008
	Ớt xanh đã được làm khô lạnh	0,38	0,06	0,22
	Bột cà chua	0,19	0,02	0,08
	Bột rau cải bó xôi	0,40	0,05	0,13
Cr	Gan bò đã được làm khô lạnh	0,19	0,09	0,14
	Thức ăn cho trẻ em (chế độ ăn kiêng)	0,17	0,03	0,09
	Bánh bích qui nghiền nguyên chiếc	0,06	0,03	0,08
	Gan lợn đã được đông khô	0,17	0,09	0,15
	Bột gạo	0,11	0,06	0,11
	Bắp cải trắng	0,97	0,41	0,63
Mo	Gan bò đã được làm khô lạnh	4,20	0,73	1,75
	Thức ăn cho trẻ em (chế độ ăn kiêng)	0,50	0,09	0,30
	Bánh bích qui nghiền nguyên chiếc	0,34	0,05	0,12
	Gan lợn đã được đông khô	4,33	0,74	2,31
	Bột gạo	0,56	0,14	0,31
	Bắp cải trắng	0,90	0,30	0,44

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải chỉ rõ:

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu;
- phương pháp thử đã sử dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- kết quả thử thu được và đơn vị đo;
- ngày lấy mẫu và qui trình lấy mẫu (nếu biết);
- ngày kết thúc việc phân tích;
- Yêu cầu về giới hạn lặp lại đã được đã đạt được hay chưa;
- mọi chi tiết thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, hoặc tùy ý lựa chọn cùng với các chi tiết bất thường nào khác có thể ảnh hưởng tới kết quả.

Phụ lục A

(tham khảo)

Kết quả thử liên phòng thử nghiệm

Độ chụm của phương pháp đã được thiết lập bởi Nhóm Công tác "Balaced diets – Trace element analysis" của Ủy ban Sức khỏe Liên bang Đức về việc áp dụng điều khoản 35 của Bộ luật Thực phẩm Liên bang Đức và bởi Nhóm công tác "Thành phần vô cơ" của nhóm nghiên cứu thuộc Hội hoá học Thực phẩm của Đức và đã kiểm tra xác nhận trong phép thử liên phòng thử nghiệm được đánh giá theo TCVN 6910 (ISO 5725) [3]. Kết quả được nêu trong Bảng A.1. Số liệu chính xác là cơ sở để phân tích những chất liên quan đã được chứng nhận. Kết quả được nêu trong bảng A.2.

Bảng A.1 – Kết quả của các phòng thử nghiệm quốc tế

Nguyên tố	Thông số	Mẫu					
		Gan bò (đồng khô)	Hạt lúa mì xay nguyên vỏ	Thịt bắp bò (đồng khô)	Ớt xanh (đồng khô)	Bột cà chua	Bột rau cải bó xôi
Pb	Năm kiểm tra	1989	1989	1994	1995	1995	1997
	Số phòng thử nghiệm	14	14	11	13	15	11
	Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	12	12	10	11	13	10
	Số ngoại lệ	2	2	1	2	2	1
	Số kết quả được chấp nhận	60	60	20	22	26	39
	Giá trị trung bình \bar{x} (mg/kg)	4,40	0,37	0,23	0,10	0,64	1,24
	Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , (mg/kg)	0,19	0,04	0,02	0,01	0,08	0,13
	RSD_r (%)	4,3	11,6	6,4	13,1	11,9	10,7
	Giới hạn lặp lại r (mg/kg)	0,53	0,12	0,04	0,04	0,21	0,38
	Trị số Horwitz r	8	12	13	15	11	10
	Chỉ số Horrat, r	0,51	0,94	0,49	0,88	1,05	1,06
	Độ lệch chuẩn tái lập, s_R , (mg/kg)	0,65	0,09	0,03	0,04	0,15	0,22
	RSD_R (%)	15	25	14	44	24	18
	Giới hạn tái lập R (mg/kg)	1,85	0,26	0,09	0,13	0,44	0,62
	Trị số Horwitz R	13	19	20	23	17	15
Chỉ số Horrat R	1,16	1,33	0,71	1,95	1,42	1,15	

Bảng A.1 (tiếp theo)

Nguyên tố	Thông số	Mẫu					
		Gan bò, (đông khô)	Hạt lúa mì xay nguyên vỏ	Thịt bắp bò (đông khô)	Ớt xanh (đông khô)	Bột cà chua	Bột rau cải bó xôi
Cd	Năm kiểm tra	1989	1989	1994	1995	1995	1997
	Số phòng thử nghiệm	14	14	12	15	17	12
	Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	12	12	11	13	15	12
	Số ngoại lệ	2	2	1	2	2	0
	Số kết quả được chấp nhận	60	60	22	26	30	46
	Giá trị trung bình \bar{x} (mg/kg)	2,04	0,16	0,014	0,38	0,19	0,40
	Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , (mg/kg)	0,12	0,01	0,002	0,02	0,01	0,02
	RSD, (%)	5,7	6,1	11,6	5,5	4,4	4,2
	Giới hạn lặp lại r (mg/kg)	0,33	0,03	0,004	0,06	0,02	0,05
	Trị số Horwitz r	10	14	20	12	14	12
	Chỉ số Horrat, r	0,60	0,44	0,58	0,45	0,32	0,35
	Độ lệch chuẩn tái lập, s_R , (mg/kg)	0,24	0,02	0,003	0,08	0,03	0,05
	RSD _R (%)	12	10	22	20	14	12
	Giới hạn tái lập R (mg/kg)	0,68	0,05	0,008	0,22	0,08	0,13
	Trị số Horwitz R	14	21	30	19	21	18
Chỉ số Horrat R	0,81	0,47	0,72	1,09	0,69	0,64	

Bảng A.1 (tiếp theo)

Nguyên tố	Thông số	Mẫu					
		Gan bò, (đông khô)	Thức ăn cho trẻ (chế độ ăn kiêng)	Bánh bích qui nghiền	Gan bò (đông khô)	Bột gạo	Bắp cải trắng
Cr	Năm kiểm tra	1989	1991	1991	1999	1999	1999
	Số phòng thử nghiệm	14	14	14	18	19	19
	Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	12	12	12	15	15	16
	Số ngoại lệ	2	2	2	3	4	3
	Số kết quả được chấp nhận	60	60	60	80	77	85
	Giá trị trung bình \bar{x} (mg/kg)	0,19	0,17	0,06	0,17	0,11	0,97
	Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , (mg/kg)	0,03	0,01	0,01	0,03	0,02	0,145
	RSD_r (%)	17,4	7,3	20,2	18,0	19,2	15,0
	Giới hạn lặp lại r (mg/kg)	0,09	0,03	0,03	0,09	0,06	0,41
	Trị số Horwitz r	14	14	16	14	15	11
	Chỉ số Horrat, r	1,28	0,53	1,24	1,31	1,32	1,41
	Độ lệch chuẩn tái lập, s_R , (mg/kg)	0,05	0,03	0,03	0,05	0,04	0,22
	RSD_R (%)	27	19	53	30	35	23
	Giới hạn tái lập R (mg/kg)	0,14	0,09	0,08	0,15	0,11	0,63
	Trị số Horwitz R	21	21	25	21	22	16
Chỉ số Horrat R	1,32	0,92	2,1	1,44	1,59	1,43	

Bảng A.1 (Kết thúc)

Nguyên tố	Thông số	Mẫu					
		Gan bò, (đồng khô)	Thức ăn cho trẻ (chế độ ăn kiêng)	Bánh bích qui nghiêng	Gan bò (đồng khô)	Bột gạo	Bắp cải trắng
Mo	Năm kiểm tra	1989	1991	1991	1999	1999	1999
	Số phòng thử nghiệm	14	14	14	14	15	13
	Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	12	12	12	12	15	10
	Số ngoại lệ	2	2	2	2	0	3
	Số kết quả được chấp nhận	60	60	60	60	82	54
	Giá trị trung bình \bar{x} (mg/kg)	4,20	0,50	0,34	4,33	0,56	0,90
	Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , (mg/kg)	0,26	0,03	0,02	0,26	0,05	0,11
	RSD_r (%)	6,1	6,6	5,4	6,1	8,7	11,8
	Giới hạn lặp lại r (mg/kg)	0,73	0,09	0,05	0,74	0,14	0,30
	Trị số Horwitz r	9	12	12	9	11	11
	Chỉ số Horrat, r	0,72	0,57	0,43	0,71	0,76	1,1
	Độ lệch chuẩn tái lập, s_R , (mg/kg)	0,62	0,11	0,04	0,82	0,11	0,16
	RSD_R (%)	15	21	13	19	20	17
	Giới hạn tái lập R (mg/kg)	1,75	0,30	0,12	2,31	0,31	0,44
	Trị số Horwitz R	13	18	19	13	17	16
Chỉ số Horrat R	1,14	1,20	0,69	1,47	1,13	1,08	

Bảng A.2 – Các giá trị đã được xác nhận

Nguyên tố	Mẫu	Giá trị đã được xác nhận mg/kg	Khoảng tin cậy (95 %)	Giá trị trung bình mg/kg
Pb	Thịt bắp bò đông khô; BCR CRM 184	0,24	0,01	0,23
	Ớt xanh đông khô; JRMM CBNM 403	0,11	0,02	0,10
	Bột cà chua; JRMM CBNM 404	0,63	0,04	0,64
Cd	Thịt bắp bò đông khô; BCR CRM 184	0,013	0,002	0,014
	Ớt xanh đông khô; JRMM CBNM 403	0,39	0,01	0,38
	Bột cà chua; JRMM CBNM 404	0,19	0,01	0,19
Cr	Gan lợn đông khô; ESB – SC – JUELICH	0,18	0,05	0,17
	Bột gạo; LM 1997 – UK – CH	0,12	0,03	0,11
	Bắp cải trắng; ESB – WK – JUELICH	0,90	0,11	0,97
Mo	Gan lợn đông khô; ESB – SC – JUELICH	4,50	0,20	4,33
	Bột gạo; LM 1997 – UK – CH	0,54	0,03	0,56
	Bắp cải trắng; ESB – WK – JUELICH	0,88	0,04	0,90

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] Weiz, B., Sperling, M.: Atomabsorptionsspektrometrie, Weinheim, Wiley-VCH-Verlag 1997.
 - [2] Schlemmer, G.: Atomabsorptionsspektrometrie in Matter, L., Lebensmittel-und Umweltanalytik mit der Spektrometrie, Weinheim, VCH-Verlag 1995.
 - [3] TCVN 6910 (ISO 5725) Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo.
 - [4] Schlemmer G., Radziuk B.: Analytical Graphite Furnace Absorption Spectrometry, Birkhaser 1998.
-