

TCVN 10478:2014

ISO 16035:2003

Xuất bản lần 1

**DẦU MỠ ĐỘNG VẬT VÀ THỰC VẬT –
XÁC ĐỊNH CÁC HYDROCACBON ĐÃ HALOGEN HÓA
CÓ ĐIỂM SÔI THẤP TRONG DẦU THỰC PHẨM**

Animal and vegetable fats and oils –

Determination of low-boiling halogenated hydrocarbons in edible oils

HÀ NỘI – 2014

Lời nói đầu

TCVN 10478:2014 hoàn toàn tương đương với ISO 16035:2003;

TCVN 10478:2014 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 phẩm - Xác định các hydrocacbon đã halogen hóa có điểm sôi thấp trong dầu thực phẩm

Animal and vegetable fats and oils -

Determination of low-boiling halogenated hydrocarbons in edible oils

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định các hydrocacbon đã halogen hóa có điểm sôi thấp bằng phương pháp sắc kí khí không gian hơi tĩnh. Các dung môi hydrocacbon đã halogen hóa có các thành phần chứa độc tố. Phương pháp này áp dụng cho tất cả các loại dầu mỡ thực phẩm để xác định các hợp chất này trong dải từ 0,01 mg/kg đến 0,2 mg/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 6128:2007 (ISO 661:1989), *Dầu mỡ động vật và thực vật – Chuẩn bị mẫu thử*.

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Hàm lượng các hydrocacbon đã halogen hóa (halogenated hydrocarbons content)

Hàm lượng các hydrocacbon đã halogen hóa có điểm sôi thấp trong các sản phẩm xác định được bằng phương pháp quy định trong tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH 1: Hàm lượng hydrocacbon đã halogen hóa được tính bằng miligam trên kilogam.

CHÚ THÍCH 2: Đối với các mục đích trong tiêu chuẩn này thì thuật ngữ hydrocacbon đã halogen hóa có điểm sôi thấp bao gồm các quy định trong 5.1.

4 Nguyên tắc

Hàm lượng các hydrocacbon đã halogen hóa trong mẫu thử được xác định bằng phương pháp sắc kí khí không gian hơi tĩnh thủ công hoặc tự động đối với mẫu được lấy từ khoảng hơi phía trên mẫu thử được gia nhiệt. Sử dụng cột mao quản để tách và phát hiện bằng detector bắt giữ điện tử (ECD). Sử dụng chất chuẩn nội để đánh giá định lượng. Dùng đường chuẩn bằng cách phân tích các mẫu thêm các lượng chuẩn khác nhau của dung dịch hiệu chuẩn hydrocacbon đã halogen hóa vào mẫu trắng.

5 Thuốc thử và vật liệu thử

CẢNH BÁO – Cần chú ý các quy định về việc xử lý các chất gây nguy hiểm. Cần tuân thủ các biện pháp an toàn kỹ thuật, an toàn đối với tổ chức và cá nhân.

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

5.1 Chất chuẩn, có độ tinh khiết thích hợp theo yêu cầu được xác định bằng loại và số lượng các thành phần, ví dụ như sau:

5.1.1 1,1,1-Tricloetan, khối lượng riêng = 1,34 g/ml.

5.1.2 Tetracloetan, khối lượng riêng = 1,59 g/ml.

5.1.3 1,1,2-Tricloeten, khối lượng riêng = 1,46 g/ml.

5.1.4 Tetracloeten, khối lượng riêng = 1,63 g/ml.

5.1.5 2-Bromo-1-clopropan (chất chuẩn nội), khối lượng riêng = 1,54 g/ml.

5.1.6 Dicloetan (metylen clorua), khối lượng riêng = 1,32 g/ml.

5.1.7 Tricloetan (clorofom), khối lượng riêng = 1,47 g/ml.

5.1.8 Bromodicloetan, khối lượng riêng = 1,98 g/ml.

5.1.9 Dibromocloetan, khối lượng riêng = 2,45 g/ml.

5.1.10 Tribromocloetan (bromoform), khối lượng riêng = 2,89 g/ml.

5.1.11 1,1,2-Triclo-1,2,2-trifloetan, khối lượng riêng = 1,57 g/ml.

5.2 Isooctan, thích hợp để phân tích haloform. Kiểm tra hàm lượng hydrocacbon đã halogen hóa của isooctan.

5.3 Nitơ (siêu tinh khiết), **heli** hoặc **hydro**, dùng làm khí mang.

5.4 Agon/metan hoặc nitơ, dùng làm khí làm sạch cho ECD.

Sử dụng theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

5.5 Dung dịch gốc hydrocacbon đã halogen hóa

Dùng xyranh bơm lấy 10 µl từng chất chuẩn (5.1) đã được xác định cho vào bình định mức 100 ml có chứa 40 ml isooctan và thêm isooctan đến vạch. Tuy nhiên, chỉ thêm 5 µl tetraclometan vì độ nhạy phát hiện của tetraclometan là rất cao, nhưng thêm 500 µl diclometan vì độ nhạy phát hiện của diclometan là rất thấp.

Các dung dịch gốc này chứa:

- 1,1,1-tricloetan:	13,40 mg/100 ml;
- tetraclometan:	7,95 mg/100 ml;
- 1,1,2-tricloeten:	14,60 mg/100 ml;
- tetracloeten:	16,30 mg/100 ml;
- diclometan:	660,00 mg/100 ml;
- triclometan:	14,70 mg/100 ml;
- bromodiclometan:	19,80 mg/100 ml;
- dibromoclometan:	24,50 mg/100 ml;
- tribromometan:	28,90 mg/100 ml;
- 1,1,2-triclo-1,2,2-trifloetan:	15,70 mg/100 ml.

5.6 Dung dịch chuẩn hydrocacbon đã halogen hóa I, II, III và IV

Cho dung dịch gốc (5.5) để chuẩn bị dung dịch chuẩn (I, II, III, IV) có nồng độ thích hợp, ví dụ cho 200 µl, 400 µl, 1 000 µl và 2 000 µl dung dịch gốc vào bình định mức 10 ml chứa một ít isooctan, rồi thêm isooctan đến vạch.

Cũng có thể bổ sung dung dịch chất chuẩn nội (5.7) vào dung dịch chuẩn hydrocacbon đã halogen hóa.

5.7 Dung dịch chất chuẩn nội (dung dịch 2-bromo-1-clopropan).

Dùng xyranh bơm 200 µl dung dịch 2-bromo-1-clopropan vào bình định mức 50 ml chứa một ít isooctan và thêm isooctan đến vạch (nồng độ khối lượng = 308 mg/50 ml).

TCVN 10478:2014

Để thu được dịch pha loãng thích hợp, thêm 400 µl dung dịch trên vào bình định mức 10 ml chứa một ít isooctan và thêm isooctan đến vạch. Nồng độ khối lượng của dung dịch này là 2,464 mg/10 ml.

5.8 Dung dịch mẫu trắng

Sử dụng dầu không chứa các hydrocacbon đã halogen hóa.

6 Thiết bị, dụng cụ

6.1 Máy sắc kí khí, thích hợp để sử dụng cột mao quản, được trang bị detector bắt giữ điện tử (ECD) và bộ lấy mẫu không gian hơi tự động, nếu có. Các thiết bị ổn định dòng được cho lọ bơm mẫu phải có dải nhiệt độ thấp nhất là 80 °C.

Máy sắc kí khí phải gia nhiệt đến 110 °C khi xác định hàm lượng các hydrocacbon đã halogen hóa của dầu mỡ có thể đạt được độ nhạy cao hơn. Cũng nên sử dụng thiết bị có thể thiết lập thời gian ổn định không đổi cho tất cả các mẫu.

6.2 Cột mao quản thủy tinh hoặc cột mao quản thạch anh có độ phân cực thấp, hiệu quả tách phải đủ cao để có thể tách tất cả các chất cho trong sắc kí đồ ở Hình 1.

CHÚ THÍCH: Cột silica nóng chảy có chiều dài 50 m đường kính trong 0,32 mm, được phủ bằng màng SE 54 liên kết ngang, độ dày màng 1 µm là thích hợp.

6.3 Lọ bơm mẫu, dung tích 10 ml hoặc 25 ml, có nắp đậy kín khí và màng ngăn được tráng PTFE.

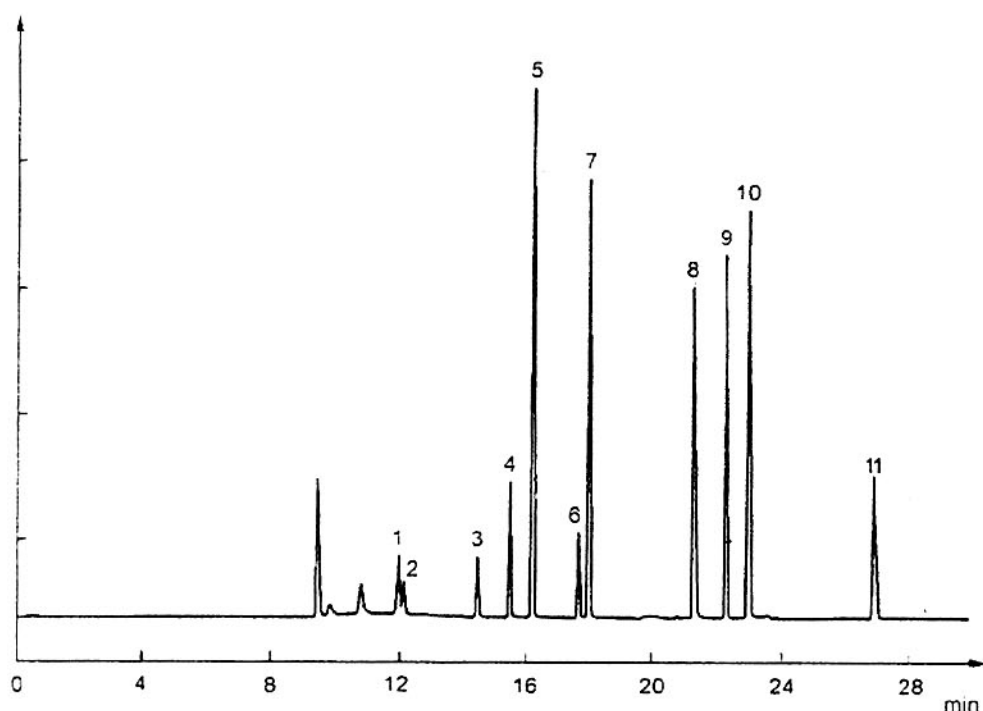
Kiểm tra các lọ bơm mẫu và các nắp đậy có làm hao hụt các hydrocacbon đã halogen hóa hay không và bảo quản lọ cùng với nắp trong các hộp chứa đã được hàn kín. Đặc biệt chú ý đến độ kín nếu thời gian trộn dài. Độ rò rỉ được nhận biết bằng độ biến thiên diện tích pic của chất chuẩn nội.

6.4 Microxyranh, dung tích 10 µl, 50 µl và 100 µl.

6.5 Xyranh bơm kín khí, dung tích 2,5 ml, có kim tiêm đường kính rộng với lỗ nằm ngang để bơm bằng tay từ khoảng không gian hơi.

6.6 Nồi cách thủy hoặc tấm nhôm gia nhiệt, có kẹp để giữ lọ bơm mẫu (6.3), duy trì nhiệt độ ở 80 °C.

Nên sử dụng glycerol làm chất lỏng đun nóng liên tục trong nồi cách thủy.



Nhận dạng pic

- | | |
|---------------------------------|--|
| 1 diclometan | 7 bromodiclometan |
| 2 1,1,2-triclo-1,2,2-trifloetan | 8 2-bromo-1-clopropan (chất chuẩn nội) |
| 3 triclometan | 9 dibromoclometan |
| 4 1,1,1-tricloetan | 10 tetracloetan |
| 5 tetracloetan | 11 tribromoetan (bromoform) |
| 6 1,1,2-tricloeten | |

CHÚ THÍCH: Các điều kiện thao tác nêu trong 9.1.

Hình 1 – Sắc kí đồ của các chất chuẩn (xem 6.2)

7 Lấy mẫu

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

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

Trong suốt quá trình lấy mẫu đến phân tích, bảo quản mẫu sao cho không làm thay đổi hàm lượng các hydrocacbon đã halogen hóa có trong mẫu.

8 Chuẩn bị mẫu thử

8.1 Yêu cầu chung

Trong thực tế các hydrocacbon đã halogen hóa thường có mặt trong không khí phòng thử nghiệm và thường làm các thiết bị phòng thử nghiệm bị nhiễm bẩn gây khó khăn cho phép thử đối với các hydrocacbon đã halogen hóa có nồng độ vết. Cần thực hiện các bước sao cho chất nhiễm bẩn được giữ ở mức càng thấp càng tốt trong tất cả các giai đoạn của phép phân tích. Ngoài ra, các dung dịch mẫu trắng (5.8) phải được phân tích cùng mỗi dãy phép thử (xem 8.4).

8.2 Dung dịch thử

Cân hai lần mỗi lần khoảng 4 g mẫu dầu, chính xác đến 1,0 mg cho vào hai lọ bơm mẫu (6.3). Đậy nắp lọ và dùng microxyranh (6.4) lấy 10 µl dung dịch chất chuẩn nội (5.7) và 10 µl isooctan (5.2) cho vào mẫu thử. Lắc lọ cẩn thận để không làm ướt nắp.

8.3 Dung dịch hiệu chuẩn

8.3.1 Đối với mỗi dãy mẫu, chuẩn bị một dãy dung dịch hiệu chuẩn bằng cách sử dụng dầu thực phẩm thích hợp (xem 8.3.2) và dung dịch chuẩn quy định trong 5.6. Đối với bốn nồng độ chất chuẩn, mỗi nồng độ tiến hành một phép xác định lặp lại. Chuẩn bị dung dịch hiệu chuẩn theo 8.2 nhưng thay vì thêm 10 µl dung môi (isooctan) thì thêm 10 µl dung dịch chuẩn tương ứng [10 µl các dung dịch chuẩn I, II, III và IV tương đương với lượng 20 ng, 40 ng, 100 ng hoặc 200 ng thêm vào nhân với giá trị tuyệt đối của tỷ trọng các hydrocacbon đã halogen hóa tương ứng (xem từ 5.1.1 đến 5.1.11)]. Tuy nhiên, trong trường hợp tetraclometan thì nhân với hệ số 0,5 và diclometan thì nhân với hệ số 50 (xem 5.5).

8.3.2 Trong các dãy hiệu chuẩn phải sử dụng một mẫu dầu thực phẩm không chứa các hydrocacbon đã halogen hóa. Do đó, cần bảo quản một mẫu dầu thực phẩm thích hợp trong kho hoặc phân tích các dung dịch mẫu thử trước, sau đó chọn một mẫu dầu thực phẩm thích hợp để chuẩn bị các dãy dung dịch hiệu chuẩn. Nếu mẫu dùng cho các dãy hiệu chuẩn chưa được kiểm tra trước thì mẫu phải được thử nghiệm lặp lại như trên.

8.4 Mẫu trắng

Để kiểm tra sự nhiễm bẩn, đối với từng dãy mẫu thì cũng bơm từ lọ bơm mẫu đã đậy kín theo cách thông thường nhưng không chứa mẫu thử.

9 Cách tiến hành

9.1 Điều kiện sắc kí khí

Vì các điều kiện sắc kí khí phụ thuộc vào thiết kế của thiết bị nên không thể đưa ra các thông tin chung phù hợp. Nếu sử dụng cột quy định trong 6.2 có bơm tự động thì các thông số dưới đây là thích hợp:

- a) chương trình nhiệt độ:
 - 50 °C trong 5 min;
 - từ 50 °C đến 150 °C ở 5 °C/min;
 - 150 °C ở 5 min; sau đó
 - từ 150 °C đến 250 °C ở 10 °C/min;
- b) nhiệt độ bơm: 200 °C;
- c) nhiệt độ detector: 280 °C;
- d) nhiệt độ nồi cách thủy làm nóng mẫu: 80 °C;
- e) nhiệt độ xyranh bơm:
 - 100 °C, hoặc
 - 120 °C nếu nhiệt độ nồi cách thủy là 110 °C;
- f) tỉ lệ chia dòng của bơm mao quản: 1:30;
- g) khí mang: nitơ (áp lực đầu vào khoảng 800 hPa);
- h) khí sạch dùng cho ECD:
 - argon/metan hoặc nitơ (30 ml/min).

Đối với việc lấy mẫu tự động bằng hệ thống khí cao áp thì nên bổ sung các thông số dưới đây:

- a) thời gian nâng áp suất 0,5 min;
- b) nhiệt độ nồi cách thủy 80 °C (tấm nhôm);
- c) thời gian ổn định 60 min;
- d) nhiệt độ bơm (kim tiêm) 200 °C;
- e) thời gian bơm 5 s.

9.2 Máy sắc kí khí

9.2.1 Yêu cầu chung

Trong sắc kí khí không gian hơi không chỉ có sự đáp ứng của detector đối với chất phân tích mà còn có áp suất hơi của hợp chất có liên quan trong chất nền mẫu, có ảnh hưởng quan trọng đến độ nhạy của detector. Do đó, cần duy trì điều kiện chính xác của các lọ bơm mẫu và xyranh bơm.

9.2.2 Bộ bơm mẫu tự động

Ổn định các dung dịch thử và dung dịch hiệu chuẩn, được chuẩn bị theo 8.2 và 8.3, trong thiết bị gia nhiệt của bộ bơm mẫu không gian hơi tự động trong 60 min. Sau đó bơm và bắt đầu chương trình nhiệt độ trên GC.

9.2.3 Lấy mẫu thủ công

Ổn định các dung dịch thử và dung dịch hiệu chuẩn, được chuẩn bị theo 8.2 và 8.3. Đặt lần lượt các lọ bơm mẫu vào thiết bị gia nhiệt (6.6) cài đặt ở 80 °C. Giữ xyranh bơm khí trong tủ sấy ở 100 °C. Sau thời gian ổn định mẫu chính xác trong 60 min ở 80 °C, nhấn pittông xyranh xuống (dùng găng tay bảo vệ) và thu lấy mẫu bằng cách đâm mũi kim xyranh xuyên qua màng ngăn vào khoảng không gian hơi của lọ bơm mẫu. Di chuyển pittông lên xuống vài lần để làm sạch xyranh bằng pha khí. Sau đó lấy 2,5 ml pha khí bơm vào máy sắc kí khí.

Mẫu phải được đặt trong thiết bị gia nhiệt sao cho mỗi mẫu được duy trì chính xác trong 60 min ở nhiệt độ quy định.

Để tăng độ nhạy thì có thể làm nóng mẫu đến nhiệt độ cao hơn.

10 Tính và biểu thị kết quả

10.1 Xác định tỷ số từ phép đo đối với mẫu và chất chuẩn nội

Xác định tỷ số Q_H từ diện tích pic hoặc chiều cao pic theo công thức sau:

$$Q_H = \frac{A_1}{A_2}$$

Trong đó

A_1 là diện tích pic hoặc chiều cao pic của hydrocacbon đã halogen hóa;

A_2 là diện tích pic hoặc chiều cao pic của chất chuẩn nội.

10.2 Tính toán hồi quy từ các dung dịch hiệu chuẩn

Xác định phần tương đương với chất chuẩn nội được thêm vào đối với từng pic thu được của hydrocacbon đã halogen hóa so với dung dịch hiệu chuẩn quy định trong 8.3. Tính Q_Z theo công thức:

$$Q_Z = Q_{E+Z} - Q_E$$

Trong đó

Q_{E+Z} là tỷ số tín hiệu phân tích của dung dịch thử hiệu chuẩn có bổ sung chất chuẩn nội;

Q_E là tỷ số tín hiệu phân tích của cùng dung dịch thử hiệu chuẩn không bổ sung chất chuẩn.

Tiến hành tính hệ số hồi quy sử dụng các giá trị cặp đôi thu được đối với Q_Z và lượng chất chuẩn được thêm vào (xem 8.3) và xác định hàm lượng của từng hydrocacbon đã halogen hóa riêng lẻ, tính bằng nanogram trên khối lượng mẫu thử.

10.3 Tính hàm lượng các hydrocacbon đã hydrat hóa

Hàm lượng w của hydrocacbon đã halogen hóa riêng lẻ, tính bằng miligam trên kilogam mẫu thử, theo công thức sau (phương pháp nội chuẩn):

$$w = \frac{m_1}{m_0 \times 1000}$$

Trong đó

m_1 là khối lượng hydrocacbon đã halogen hóa riêng lẻ (được tính theo 10.2), tính bằng nanogram (ng);

m_0 là khối lượng mẫu thử, tính bằng gam (g).

Lấy kết quả đến ba chữ số thập phân.

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

11.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm đơn lẻ; độc lập thu được khi sử dụng cùng một phương pháp, tiến hành trên cùng một loại vật liệu thử, trong cùng một phòng thử nghiệm, do một người thực hiện, sử dụng cùng thiết bị, thực hiện trong một khoảng thời gian ngắn, không được quá 5 % các trường hợp vượt quá giới hạn lặp lại r nêu trong Phụ lục A.

11.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm đơn lẻ, thu được khi sử dụng cùng một phương pháp, tiến hành trên cùng một loại vật liệu thử, trong các phòng thử nghiệm khác nhau, do những người khác nhau 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 Phụ lục A.

12 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- a) mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- b) phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- c) phương pháp thử đã sử dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- d) tất cả các chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này cùng với mọi tình huống bất thường khác có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- e) các kết quả thử nghiệm thu được, hoặc nếu kiểm tra độ lặp lại thì nêu kết quả cuối cùng thu được.

Phụ lục A
(Tham khảo)

Kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm

Một phép thử cộng tác cấp quốc tế do DIN tổ chức năm 2000/2001, gồm 14 phòng thử nghiệm tham gia, mỗi phòng thực hiện hai phép thử lặp lại, trên năm mẫu thử, nêu trong Bảng A.1. Các kết quả thống kê nêu trong Bảng A.2 đến Bảng A.4. Các kết quả đã được đánh giá phù hợp với TCVN 6910 (ISO 5725)¹⁾.

Bảng A.1 – Các hydrocacbon đã halogen hóa được bổ sung vào từng mẫu

Đơn vị tính miligam trên kilogam

Kí hiệu mẫu ^a	Triclotetan	1,1,1-Triclotetan	1,1,2-Triclotetan	Tetraclotetan	Bromodichlorotetan
A	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
B	—	0,023	—	0,053	—
C	0,159	—	—	—	0,054
D	—	0,040	0,176	0,072	—
E	0,031	—	—	—	0,029
^a Mẫu A (mẫu trắng): Dầu oliu tinh luyện (không bổ sung hydrocacbon đã halogen hóa). Mẫu B và C: Dầu oliu nguyên chất hạng đặc biệt. Mẫu D và E: Olein dầu cọ.					

Đối với tất cả các mẫu, mỗi mẫu chuẩn bị 30 lọ đựng mẫu. 6 lọ đựng mẫu được phân tích về tính đồng nhất của các hydrocacbon được thêm vào. Độ lệch chuẩn từ 0,001 mg/kg đến 0,007 mg/kg.

¹⁾ TCVN 6910 (ISO 5725), *Độ chum của phương pháp thử - Xác định độ lặp lại và độ tái lập của phương pháp thử chuẩn bằng phép thử liên phòng thử nghiệm* gồm có 6 phần.

Bảng A.2 – Các kết quả về các hydrocacbon được tìm thấy trong mẫu trắng A

Đơn vị tính miligam trên kilogram

Số phòng thử nghiệm	Triclometan		1,1,1- Tricloetan		1,1,2- Tricloeten		Tetracloeten		Bromodiclometan	
	HC đã bổ sung 0,000		HC đã bổ sung 0,000		HC đã bổ sung 0,000		HC đã bổ sung 0,000		HC đã bổ sung 0,000	
	Giá trị 1	Giá trị 2	Giá trị 1	Giá trị 2	Giá trị 1	Giá trị 2	Giá trị 1	Giá trị 2	Giá trị 1	Giá trị 2
1	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
2	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
3	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
4	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
5	0,000	0,000	0,001	0,002	0,001	0,001	0,000	0,000	0,000	0,000
6	0,002	0,008	0,001	0,006	0,000	0,000	0,001	0,001	0,001	0,001
7	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
8	0,005	0,005	0,005	0,005	0,005	0,005	0,005	0,005	0,005	0,005
9	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
10	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
11	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
12	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
13	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001
14	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Giá trị trung bình	0,001		0,001		0,001		0,001		0,001	

Bảng A.3 – Các kết quả thống kê đối với mẫu trắng A

Thông số	Hydrocarbon đã halogen hóa				
	Triclotetan	1,1,1-Triclotetan	1,1,2-Tricloteten	Tetracloeten	Bromodichlorometan
Nhận biết mẫu	A	A	A	A	A
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia	14	14	14	14	14
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	14	14	14	14	14
Số lượng các kết quả trong tất cả các phòng thử nghiệm	28	28	28	28	28
Lượng bổ sung	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Giá trị trung bình (mg/kg)	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001
Độ lệch chuẩn lặp lại (s_r)	0,001	0,001	0,000	0,000	0,000
Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại, %	145,0	122,6	0,0	0,0	0,0
Giới hạn lặp lại (r)	0,003	0,003	0,000	0,000	0,000
Độ lệch chuẩn tái lập (s_R)	0,002	0,002	0,001	0,001	0,001
Độ lệch chuẩn tương đối tái lập, %	252,5	217,3	268,9	268,9	268,9
Giới hạn tái lập (R)	0,006	0,005	0,004	0,004	0,004

Bảng A.4 – Các kết quả thống kê đối với các mẫu B, C, D và E

Thông số	Hydrocarbon đã halogen hóa								
	Triclometan		1,1,1-Tricloetar		1,1,2-Tricloeten	Tetracloeten		Bromodiclo-metan	
Nhận biết mẫu	C	E	B	D	D	B	D	C	E
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia	14	14	14	14	14	14	14	14	14
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	13	13	13	14	13	12	12	13	12
Số lượng các kết quả trong tất cả các phòng thử nghiệm	26	26	26	28	26	24	24	26	24
Lượng bổ sung	0,159	0,031	0,023	0,040	0,176	0,053	0,072	0,054	0,029
Giá trị trung bình (mg/kg)	0,156	0,035	0,024	0,042	0,158	0,055	0,071	0,055	0,029
Độ lệch chuẩn lặp lại (s_r)	0,005	0,005	0,002	0,005	0,005	0,001	0,002	0,002	0,002
Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại, %	2,9	13,7	7,0	11,9	3,5	2,4	2,4	3,4	6,2
Giới hạn lặp lại (r)	0,013	0,013	0,005	0,014	0,015	0,004	0,005	0,005	0,005
Độ lệch chuẩn tái lập (s_R)	0,021	0,005	0,004	0,007	0,027	0,005	0,005	0,004	0,002
Độ lệch chuẩn tương đối tái lập, %	13,4	13,7	15,7	17,3	17,3	8,4	7,7	7,6	8,2
Giới hạn tái lập (R)	0,058	0,013	0,011	0,020	0,076	0,013	0,015	0,012	0,007

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 6128:2007 (ISO 661:1989), *Dầu mỡ động vật và thực vật – Chuẩn bị mẫu thử.*
 - [2] TCVN 2625 (ISO 5555), *Dầu mỡ động vật và thực vật – Lấy mẫu.*
 - [3] TCVN 6910-1 (ISO 5725-1), *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo – Phần 1: Nguyên tắc và định nghĩa chung.*
 - [4] 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.*
 - [5] Collection of official methods under article 35 of the German Federal Foods Act, Food Analysis L 13.04-1: *Determination of low-boiling halogenated hydrocarbons in edible oils.*
-