

TCVN 10911 : 2015

EN 15505 : 2008

Xuất bản lần 1

**THỰC PHẨM – XÁC ĐỊNH CÁC NGUYÊN TỐ VẾT –
XÁC ĐỊNH NATRI VÀ MAGIE BẰNG ĐO PHỔ HẤP THỤ
NGUYÊN TỬ NGỌN LỬA (AAS) SAU KHI PHÂN HỦY
BẰNG VI SÓNG**

*Foodstuffs – Determination of trace elements – Determination of sodium and magnesium
by flame atomic absorption spectrometry (AAS) after microwave digestion*

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 10911:2015 hoàn toàn tương đương với EN 15505:2008;

TCVN 10911:2015 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 thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Thực phẩm - Xác định các nguyên tố vết Xác định natri và magie bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa (AAS) sau khi phân hủy bằng vi sóng

*Foodstuffs – Determination of trace elements –
Determination of sodium and magnesium by flame atomic
absorption spectrometry (AAS) after microwave digestion*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng natri và magie trong thực phẩm bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa (AAS) sau khi phân hủy bằng lò vi sóng. Phương pháp này thích hợp để xác định hàm lượng natri không nhỏ hơn 1 500 mg/kg và magie không nhỏ hơn 250 mg/kg. Phương pháp này không áp dụng cho cám lúa mì.

Các nghiên cứu cộng tác đã được tiến hành (xem Phụ lục A).

Dữ liệu về canxi dùng để tham khảo được nêu trong Phụ lục B.

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 9525 (EN 13805), *Thực phẩm – Phân hủy mẫu bằng áp lực để xác định các nguyên tố vết.*

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

Mẫu được phân hủy bằng hỗn hợp axit nitric và hydro peroxit đựng trong bình kín, trong lò vi sóng. Dung dịch phân hủy được pha loãng bằng nước, hàm lượng natri và magie xác định được bằng quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa sử dụng chất bổ chính nền.

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 đề cập 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

Chỉ sử dụng thuốc thử và nước chứa một lượng nguyên tố đủ thấp để không làm ảnh hưởng đến các kết quả của phép xác định. Nên sử dụng các dung dịch gốc có bán sẵn đã được xác nhận.

4.2 Axit nitric

4.2.1 Axit nitric, khối lượng riêng $\rho(\text{HNO}_3) = 1,4 \text{ g/ml}$, không nhỏ hơn 65 %

Đối với trường hợp không đảm bảo độ tinh khiết, cần tinh sạch axit nitric bằng thiết bị chưng cất nêu trong TCVN 9525 (EN 13805).

4.2.2 Dung dịch axit nitric loãng 1, phần khối lượng $w = 2,7 \%$

Pha loãng 42 ml axit nitric (4.2.1) bằng nước đến 1 000 ml.

4.2.3 Dung dịch axit nitric loãng 2, phần khối lượng $w = 0,65 \%$

Pha trộn axit nitric (4.2.1) và nước với tỷ lệ tối thiểu: 1 : 99 (phần thể tích).

4.3 Axit clohydric, phần khối lượng $w = 37 \%$

4.4 Hydro peroxit, phần khối lượng $w = 30 \%$

4.5 Dung dịch cesi clorua (CsCl), dùng cho phân tích AAS

Hòa tan 31,75 g cesi clorua trong nước và pha loãng đến 250 ml. Dung dịch này khi được bảo quản trong tủ lạnh có thể bền được 6 tháng.

4.6 Dung dịch lantan 5 % (khối lượng/thể tích), dùng cho phân tích AAS.

Cân 14,66 g lantan(III)oxit cho vào cốc có mỏ 250 ml, làm ẩm bằng 10 ml nước và thêm 62,5 ml HCl

(4.3). Chuyển sang bình định mức 250 ml và thêm nước đến vạch. Dung dịch này khi được bảo quản trong tủ lạnh có thể bền được 1 tháng.

4.7 Dung dịch natri

4.7.1 Dung dịch gốc natri, nồng độ khối lượng $\rho(\text{Na}) = 1\,000\text{ mg/l}$

4.7.2 Dung dịch chuẩn natri, nồng độ khối lượng $\rho(\text{Na}) = 10\text{ mg/l}$

Pha loãng 1 ml dung dịch gốc natri (4.7.1) bằng axit nitric 2,7 % (4.2.2) đến 100 ml trong bình định mức. Dung dịch này khi được bảo quản ở nhiệt độ phòng có thể bền được 1 tháng.

4.8 Dung dịch magie

4.8.1 Dung dịch gốc magie, nồng độ khối lượng $\rho(\text{Mg}) = 1\,000\text{ mg/l}$

4.8.2 Dung dịch chuẩn magie, nồng độ khối lượng $\rho(\text{Mg}) = 10\text{ mg/l}$

Pha loãng 1 ml dung dịch gốc magie (4.8.1) bằng axit nitric 0,65 % (4.2.3) đến 100 ml trong bình định mức. Dung dịch này khi được bảo quản ở nhiệt độ phòng có thể bền được 1 tháng.

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Yêu cầu chung

Tất cả dụng cụ bằng thủy tinh và chất dẻo cần được rửa kỹ và tráng sạch theo qui trình trong EN 13804.

5.2 Lò vi sóng phòng thử nghiệm

Kiểm tra lò vi sóng theo quy định trong EN 13804.

5.3 Máy đo phổ hấp thụ nguyên tử

5.4 Đèn nguyên tố đặc thù

Sử dụng các đèn nguyên tố natri và magie đặc thù với bước sóng 589,0 nm và 285,2 nm, tương ứng.

5.5 Axetylen

Sử dụng axetylen có chất lượng phù hợp.

5.6 Không khí.

6 Cách tiến hành

6.1 Xử lý sơ bộ

Đồng hoá mẫu thử theo EN 13804. Nếu cần, làm khô mẫu sao cho không ảnh hưởng đến hàm lượng các nguyên tố, ví dụ: làm đông khô.

6.2 Chuẩn bị mẫu

Sử dụng dung dịch mẫu thử thu được sau khi phân hủy bằng lò vi sóng theo quy định trong TCVN 9525 (EN 13805) để xác định natri và magie.

6.3 Pha loãng

Dùng pipet lấy một lượng dung dịch mẫu thích hợp, thêm dung dịch lantan 5 % (4.6) và pha loãng bằng axit nitric 0,65 % (4.2.3) sao cho nồng độ cuối cùng của magie nằm trong dải tuyến tính của phép đo các nguyên tố. Trong ví dụ này, các dải đường chuẩn được chọn như sau: đối với magie từ 0,05 mg/l đến 0,4 mg/l. Điểm dưới cùng có thể thấp hơn, tùy theo nồng độ của dung dịch mẫu. Thêm dung dịch lantan 5 % (4.6) đến khi thu được phần khối lượng cuối cùng của lantan là 1 % (ví dụ: 2 ml 5 % được pha loãng đến 10 ml).

Dùng pipet lấy một lượng dung dịch mẫu thích hợp, thêm 1 ml dung dịch Cs (4.5) và pha loãng bằng axit nitric 2,7 % (4.2.2) sao cho nồng độ cuối cùng của Na nằm trong dải của phép đo các nguyên tố. Trong ví dụ này, các dải đường chuẩn được chọn trong khoảng từ 0,1 mg/l đến 1,0 mg/l. Điểm dưới cùng có thể thấp hơn, tùy theo nồng độ của dung dịch mẫu.

6.4 Chuẩn bị dung dịch chuẩn

Từ dung dịch chuẩn natri (4.7.2), chuẩn bị các dung dịch chuẩn làm việc natri: 0,1 mg/l, 0,25 mg/l, 0,5 mg/l, 0,75 mg/l và 1,0 mg/l. Cho 0,5 ml, 1,25 ml, 2,5 ml, 3,75 ml và 5 ml vào các bình định mức 50 ml riêng rẽ, thêm 1 ml dung dịch Cs (4.5) và pha loãng đến vạch bằng dung dịch axit nitric loãng 1 (4.2.2). Chuẩn bị dung dịch này trong ngày sử dụng.

Từ dung dịch chuẩn magie (4.8.2), chuẩn bị các dung dịch chuẩn làm việc magie: 0,05 mg/l, 0,1 mg/l, 0,2 mg/l và 0,4 mg/l. Cho 0,25 ml, 0,5 ml, 1,0 ml và 2,0 ml vào các bình định mức 50 ml riêng rẽ, thêm 10 ml dung dịch lantan 5 % (4.6) và pha loãng đến vạch bằng dung dịch axit nitric loãng 2 (4.2.3). Chuẩn bị dung dịch này trong ngày sử dụng.

6.5 Cài đặt máy đo phổ hấp thụ nguyên tử

Trước mỗi phép xác định, chỉnh thiết bị theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Ví dụ về các thông số của thiết bị: chiều dài bước sóng đối với natri là 589,0 nm và magie là 285,2 nm; độ rộng khe đối với natri là 0,2 nm và magie là 0,7 nm.

7 Tính kết quả

Tính hàm lượng của nguyên tố, w , là phần khối lượng của natri và magie, bằng miligam trên kilogam mẫu thử, sử dụng Công thức (1):

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

Trong đó:

- a là nồng độ nguyên tố trong dung dịch mẫu thử thu được từ đường chuẩn, tính bằng miligam trên lít (mg/l);
- V là thể tích của dung dịch mẫu sau phân hủy, tính bằng millilit (ml);
- F là hệ số pha loãng của dung dịch mẫu thử;
- m là khối lượng mẫu ban đầu, tính bằng miligam (mg).

Nếu cần, lấy nồng độ của dung dịch mẫu thử trừ đi nồng độ của dung dịch mẫu trắng trước khi tính kết quả.

8 Độ chụm

8.1 Yêu cầu chung

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 phân tích và chất nền khác với dải nồng độ và chất nền đã nêu.

8.2 Độ lặp lại và độ tái lập

Độ lặp lại là chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử độc lập, riêng rẽ, thu được khi tiến hành bởi cùng một phương pháp, 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 và Bảng 2. Độ tái lập là chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử riêng rẽ, thu được khi tiến hành trên cùng một phương pháp, 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 và Bảng 2.

Bảng 1 – Giá trị trung bình, giới hạn lặp lại và tái lập đối với natri

Mẫu	$\bar{x}$ mg/kg	r mg/kg	R mg/kg
Bông cải xanh	2 290	210	320
Cà rốt	3 540	330	420
Bánh mì trắng	8 260	570	1 040
Cá tuyết phi lê	2 030	210	350
Thịt lợn	1 480	77	280
Phomat	5 380	980	1 040

Bảng 2 – Giá trị trung bình, giới hạn lặp lại và tái lập đối với magie

Mẫu	$\bar{x}$ mg/kg	r mg/kg	R mg/kg
Thức ăn kiêng mô phỏng (D)	665	70	129
Thức ăn kiêng mô phỏng (F)	618	76	120
Sữa bột, đông khô	859	51	111
Cá xay, đông khô	749	50	144
Táo khô	251	15	32
Bánh socola khô	284	16	32

9 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm:

- mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- phương pháp thử đã sử dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- kết quả thu được và đơn vị biểu thị kết quả;
- ngày kết thúc thử nghiệm;
- nếu kiểm tra giới hạn lặp lại thì nêu kết quả cuối cùng thu được;
- mọi thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, hoặc được xem là tùy chọn, cùng với mọi tình huống bất thường có thể ảnh hưởng đến kết quả thử nghiệm.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Các kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm

Độ chụm của phương pháp này do Ủy ban phân tích thực phẩm của Na Uy (NMKL) tổ chức thực hiện các phép thử liên phòng phù hợp với [1]. Phép thử đối với natri được thực hiện năm 2003 và phép thử đối với magie được thực hiện năm 1995. Các kết quả nêu trong Bảng A.1 đến Bảng A.3.

Chín phòng thử nghiệm tham gia phép thử liên phòng về hiệu năng của phương pháp (nghiên cứu cộng tác) để xác định natri trong thực phẩm bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa (AAS) sau khi phân hủy ướt bằng kỹ thuật lò vi sóng [2]. Phương pháp này được đánh giá trên sáu nền mẫu thực phẩm (bông cải xanh, cà rốt, bánh mì, cá tuyết phi lê, thịt lợn và phomat) chứa hàm lượng natri trong dải từ 1 480 mg/kg đến 8 260 mg/kg. Các mẫu được chuyển cho các đơn vị tham gia là các mẫu kép mù và các đơn vị thực hiện các phép xác định riêng rẽ trên từng mẫu. Giá trị độ lệch chuẩn tương đối tái lập (RSD_R) cao nhất đã tìm thấy trong phomat và chỉ nghiên cứu trên mẫu ướt.

Bảng A.1 – Các kết quả thống kê về natri trong các mẫu thử đông khô

Thông số	Mẫu					
	Bông cải xanh	Cà rốt	Bánh mì trắng	Cá tuyết phi lê	Thịt lợn	Phomat*
Số lượng phòng thử nghiệm	9	9	9	9	9	9
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	9	9	9	9	8	7
Số lượng phòng thử nghiệm ngoại lệ	0	0	0	0	1	2
Giá trị trung bình, $\bar{x}$ (mg/kg)	2 290	3 540	8 260	2 030	1 480	5 380
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r (mg/kg)	70	120	200	80	30	350
Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại, RSD_r (%)	3,3	3,3	2,5	3,8	1,9	6,5
Giới hạn lặp lại, r (mg/kg)	210	330	570	210	77	980
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R (mg/kg)	110	150	370	120	100	370
Độ lệch chuẩn tương đối tái lập, RSD_R (%)	5,0	4,2	4,4	6,1	6,7	6,9
Giới hạn tái lập R (mg/kg)	320	420	1 040	350	280	1 040
Chỉ số R Horrat	1,0	0,9	1,1	1,2	1,3	1,6
* là mẫu tươi.						

Mười một phòng thử nghiệm tham gia phép thử liên phòng thử nghiệm về hiệu năng của phương pháp (nghiên cứu cộng tác) để xác định magie trong thực phẩm bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa (AAS) sau khi phân hủy ướt bằng kỹ thuật lò vi sóng [3]. Phương pháp này được đánh giá trên bảy mẫu thực phẩm khô (cám lúa mì, thức ăn kiêng mô phỏng D và F, sữa bột, cơ thịt cá, táo và bánh socola) chứa hàm lượng magie trong dải từ 251 mg/kg đến 4 120 mg/kg. Các mẫu được chuyển cho các thành viên tham gia là các mẫu kép mù và các thành viên thực hiện các phép xác định riêng rẽ trên từng mẫu. Giá trị độ lệch chuẩn tương đối tái lập (RSD_R) cao nhất đối với magie đã tìm thấy trong mẫu cám lúa mì.

Bảng A.2 – Các kết quả thống kê về magie trong các mẫu đông khô

Thông số	Mẫu						
	Cám lúa mì	Thức ăn kiêng mô phỏng (D)	Thức ăn kiêng mô phỏng (F)	Sữa bột	Cơ thịt cá	Táo	Bánh socola
Số lượng phòng thử nghiệm	11	11	11	11	11	11	11
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	11	11	11	10	11	10	10
Số lượng phòng thử nghiệm ngoại lệ	0	0	0	1	0	1	1
Giá trị trung bình, $\bar{x}$ (mg/kg)	4 120	665	618	859	749	251	284
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r (mg/kg)	190	25	27	18	18	5	6
Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại, RSD_r (%)	4,7	3,8	4,4	2,1	2,4	2,1	2,0
Giới hạn lặp lại, r (mg/kg)	540	70	76	51	50	15	16
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R (mg/kg)	530	46	43	39	51	11	11
Độ lệch chuẩn tương đối tái lập, RSD_R (%)	13	6,9	6,9	4,6	6,8	4,5	4,0
Giới hạn tái lập R (mg/kg)	1 490	129	120	111	144	32	32
Chỉ số R Horrat	2,8	1,2	1,2	0,8	1,2	0,73	0,58
* không thuộc phạm vi của phương pháp.							

Các kết quả phân tích chất chuẩn đã được chứng nhận trong phép thử sơ bộ từ nghiên cứu cộng tác, được nêu trong Bảng A.3 và Bảng A.4. Z-score được tính theo quy trình của NMKL số 9 [4].

Bảng A.3 – Các giá trị chứng nhận đối với natri (n = 8)

Mẫu	Giá trị phân tích mg/kg	s_R mg/kg	Giá trị chứng nhận mg/kg	Z-score
Gan bò (NIST 1577b)	2 220 (n = 8)	240	2 420	- 1,6
Sữa bột không chứa chất béo (NIST 1549)	4 720 (n = 8)	240	4 970	- 2,1

Bảng A.4 – Các giá trị chứng nhận đối với magie (n = 9)

Mẫu	Giá trị phân tích mg/kg	s_R mg/kg	Giá trị chứng nhận mg/kg	Z-score
Thịt heo (NIST 1566 b)	1 180	79	1 180	0
Bột lúa mì (NIST 1567 a)	390	20	400	- 1,0
Thức ăn kiêng mô phỏng (D)	665	46	676	- 0,3
Thức ăn kiêng mô phỏng (F)	618	43	647	- 0,9

Các chất chuẩn (NIST 1577 b và NIST 1549) đã được sử dụng trong phép thử sơ bộ và các chất chuẩn chứng nhận (thức ăn kiêng mô phỏng D và F, Cục Thực phẩm quốc gia Thụy Điển) đã được sử dụng trong nghiên cứu cộng tác.

Phụ lục B
(Tham khảo)

Thông tin bổ sung về canxi

B.1 Xác định canxi

B.1.1 Xem phần nội dung chính để phân tích canxi

Các phương pháp xác định Na, Mg và Ca phần lớn giống nhau. Nội dung trong B.1.2 có liên quan đến phần nội dung chính của tiêu chuẩn và chỉ rõ các điều kiện đối với Ca có hơi khác.

B.1.2 Nguyên tắc (xem Điều 3)

B.1.2.1 Yêu cầu chung

Các mẫu được phân hủy bằng hỗn hợp axit nitric và hydro peroxit trong bình kín trong lò vi sóng. Dung dịch tạo thành được pha loãng bằng nước và hàm lượng natri, magie và canxi được xác định bằng đo phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa sử dụng chất bổ chính nền.

B.1.2.2 Dung dịch canxi

B.1.2.2.1 Dung dịch gốc canxi, nồng độ khối lượng $\rho(\text{Ca}) = 1\,000\text{ mg/l}$

B.1.2.2.2 Dung dịch chuẩn canxi, nồng độ khối lượng $\rho(\text{Ca}) = 10\text{ mg/l}$

Pha loãng 1 ml dung dịch gốc canxi (B.1.2.2.1) bằng dung dịch axit nitric 0,65 % (4.2.3) đến 100 ml trong bình định mức. Dung dịch này khi được bảo quản ở nhiệt độ phòng có thể bền được 1 tháng.

B.1.2.3 Đèn nguyên tố đặc thù (xem 5.4)

Đối với canxi, sử dụng đèn nguyên tố đặc thù với bước sóng 422,7 nm.

B.1.2.4 Chuẩn bị mẫu (xem 6.2)

Sử dụng dung dịch thử, thu được sau khi phân hủy bằng lò vi sóng, theo phương pháp quy định trong TCVN 9525 (EN 13805) để xác định canxi.

B.1.2.5 Pha loãng (xem 6.3)

Dùng pipet lấy một lượng dung dịch mẫu thích hợp, thêm dung dịch lantan 5 % (4.6) và pha loãng bằng axit nitric 0,65 % (4.2.3) sao cho nồng độ cuối cùng của canxi nằm trong dải tuyến tính của phép đo các nguyên tố. Trong ví dụ này, các dải đường chuẩn được chọn như sau: đối với canxi từ 0,5 mg/l đến 4,0 mg/l. Điểm dưới cùng có thể thấp hơn, tùy theo nồng độ của dung dịch mẫu. Thêm dung dịch lantan 5 % (4.6) đến khi thu được phần khối lượng cuối cùng của lantan là 1 % (ví dụ: 2 ml dung dịch 5 % được pha loãng đến 10 ml).

B.1.2.6 Chuẩn bị dung dịch chuẩn (xem 6.4)

Từ dung dịch chuẩn canxi (B.1.2.2.2), chuẩn bị các dung dịch chuẩn làm việc canxi: 0,5 mg/l, 1,0 mg/l, 2,0 mg/l và 4,0 mg/l. Cho 0,25 ml, 0,5 ml, 1,0 ml và 2,0 ml vào các bình định mức 50 ml riêng rẽ, thêm 10 ml dung dịch lantan 5 % (4.6) và pha loãng đến vạch bằng dung dịch axit nitric loãng 2 (4.2.3). Chuẩn bị dung dịch này trong ngày sử dụng.

Kiểm tra để chắc chắn rằng nồng độ axit nitric dư trong dung dịch mẫu không ảnh hưởng đến phép xác định canxi. Mọi ảnh hưởng có thể được loại trừ bằng cách sau:

- Chuẩn bị đường chuẩn chứa cùng nồng độ axit nitric dư giống như dung dịch mẫu, hoặc
- Sử dụng phương pháp thêm chuẩn. Chuẩn bị dung dịch zero của đường chuẩn bằng cách lấy 2 ml dung dịch lantan 5 % (4.6) cho vào bình định mức 10 ml và pha loãng bằng dung dịch axit nitric loãng 2 (4.2.3) đến vạch.

B.2 Kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm đối với canxi

Độ chụm của phương pháp đã được Ủy ban phân tích Thực phẩm Na Uy (NMKL) tổ chức, nghiên cứu liên phòng phù hợp với [1]. Phép thử được thực hiện năm 1995. Kết quả được nêu trong Bảng B.1 đến Bảng B.3.

Bảng B.1 – Giá trị trung bình, giới hạn lặp lại và tái lập đối với canxi

Mẫu	$\bar{x}$ mg/kg	r mg/kg	R mg/kg
Sữa bột, đông khô	9 450	940	1 670
Cá xay, đông khô	3 830	253	635

Bảng B.2 – Các kết quả thống kê về canxi trong các mẫu đông khô

Thông số	Mẫu						
	Cám lúa mì	Thức ăn kiêng mô phỏng (D)	Thức ăn kiêng mô phỏng (F)	Sữa bột	Cá xay	Táo	Bánh socola
Số lượng phòng thử nghiệm	11	11	11	11	11	11	11
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	11	11	9	11	11	11	11
Số lượng phòng thử nghiệm ngoại lệ	0	0	2	0	0	0	0
Giá trị trung bình, $\bar{x}$ (mg/kg)	824	458	254	9 450	3 830	238	839
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r (mg/kg)	48	23	12	245	86	19	63
Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại, RSD_n (%)	5,5	4,7	4,3	3,6	2,4	7,8	7,3
Giới hạn lặp lại, r (mg/kg)	128	61	30	940	253	52	172
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R (mg/kg)	157	104	38	600	227	53	166
Độ lệch chuẩn tương đối tái lập, RSD_R (%)	19	23	15	6,3	5,9	22	20
Giới hạn tái lập R (mg/kg)	439	290	107	1 670	635	149	465
Chỉ số R Horrat	3,3	3,6	2,1	1,5	1,3	3,1	3,4

Bảng B.3 – Các giá trị chứng nhận đối với canxi (n = 9)

Mẫu	Giá trị phân tích mg/kg	s_R mg/kg	Giá trị chứng nhận mg/kg	Z-score
Thịt hàu (NIST 1566 b)	1 964	220	1 960	+ 0,1
Bột lúa mì (NIST 1567 a)	152	28	191	- 2,2
Thức ăn kiêng mô phỏng (D)	448	104	510	- 0,6
Thức ăn kiêng mô phỏng (F)	254	38	262	- 0,5

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] Guidelines for Collaborative Study Procedures to Validate Characteristic of a Method of Analysis (1995) J.AOAC Int. 78, 143 A – 160 A.
 - [2] MNKL no 180 (2005). Sodium; determination in foodstuffs by flame atomic absorption spectrometry after microwave digestion.
 - [3] NMKL no 147 (2003). Magnesium and calcium; determination in foodstuffs using flame atomic absorption spectrometry after microwave oven digestion.
 - [4] NMKL no 9 (2001). Evaluation of results derived from the analysis of certified reference materials.
-