

TCVN 11031:2015

Xuất bản lần 1

**ĐỒ UỐNG KHÔNG CỒN - XÁC ĐỊNH DƯ LƯỢNG
THUỐC BẢO VỆ THỰC VẬT - PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ
KHÍ-PHỔ KHỐI LƯỢNG**

*Non-alcoholic beverages - Determination of pesticide residues -
Gas chromatography with mass spectrometry method*

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 11031:2015 được xây dựng trên cơ sở tham khảo AOAC 2007.09
Pesticide residues (> 0,5 µg/l) in soft drinks and sports drinks. Gas chromatography with mass spectrometry;

TCVN 11031:2015 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F9
Đồ uống biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định,
Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Đồ uống không cồn - Xác định dư lượng thuốc bảo vệ thực vật - Phương pháp sắc ký khí phổ khối lượng

Non-alcoholic beverages - Determination of pesticide residues - Gas chromatography with mass spectrometry method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp sắc ký khí-phổ khối lượng (GC-MS) để xác định dư lượng thuốc bảo vệ thực vật trong đồ uống không cồn.

Giới hạn định lượng của phương pháp đối với 2,4'-dichlorodiphenyl-dichloroethylene (2,4'-DDE); 2,4'-dichlorodiphenyldichloroethane (2,4'-DDD); 4,4'-dichlorodiphenyldichloroethylene (4,4'-DDE); 2,4-dichlorodiphenyltrichloroethane (2,4'-DDT); 4,4-dichlorodiphenyltrichloroethane (4,4-DDT); 4,4'-dichlorodiphenyldichloroethane (4,4'-DDD); α -endosulfan; endosulfan-sulfat; dieldrin; aldrin; ethion; chlorpyrifos là 0,5 $\mu\text{g/l}$ và đối với β -endosulfan; malathion; methyl-parathion; α -hexachlorocyclohexane (α -HCH); β -HCH; δ -HCH và γ -HCH là 1,0 $\mu\text{g/l}$.

2 Nguyên tắc

Phần mẫu thử được pha loãng với axetonitril và nước, sau đó pha lỏng-lỏng được chiết trong ete dầu mỏ. Dịch chiết được cô đặc gần như đến khô và được pha loãng bằng hỗn hợp hexan-diclometan (tỉ lệ thể tích 50 : 50). Mẫu cô đặc được tinh sạch bằng sắc ký thẩm thấu gel (GPC). Dung dịch tạo thành được cô đặc và được chiết trên cơ chất florisil. Dịch rửa giải được cô đặc gần như đến khô, được hòa tan lại để có nồng độ lớn gấp 200 lần và được phân tích bằng sắc ký khí-phổ khối lượng (GC-MS) với detector chọn lọc hoạt động ở chế độ chọn lọc ion (SIM). Hệ thống GC-MS được trang bị bơm, có khả năng bơm 25 μl . Dùng chất chuẩn ngoại pha trong diclometan để định lượng.

3 Thuốc thử

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

3.1 Nước, đã khử ion, điện trở suất lớn hơn 18 MΩ.cm.

3.2 Dung dịch natri clorua (NaCl), đã bão hòa.

Hòa tan một lượng dư natri clorua trong khoảng 1 lit nước, đựng trong bình nón. Dung dịch này bền được một tháng khi bảo quản ở nhiệt độ phòng.

3.3 Natri sulfat (Na₂SO₄), khan, độ tinh khiết ≥ 99 %.

3.4 Axeton, loại dùng cho HPLC, độ tinh khiết ≥ 99,9 %.

3.5 Axetonitril, loại dùng cho HPLC, độ tinh khiết ≥ 99,9 %.

3.6 Diclometan, loại dùng cho HPLC ≥ 99,8 %.

3.7 Metanol, loại dùng cho phân tích dư lượng thuốc bảo vệ thực vật.

3.8 *n*-hexan, loại dùng cho phân tích dư lượng thuốc bảo vệ thực vật, *n*-hexan > 60 %.

3.9 Ete dầu mỏ, loại dùng cho phân tích dư lượng thuốc bảo vệ thực vật.

3.10 Pha động sắc ký thẩm thấu gel (GPC) và chất pha loãng, hỗn hợp *n*-hexan (3.8) và diclometan (3.6) theo tỉ lệ thể tích 50 : 50.

Cho 1 lit diclometan (3.6) và 1 lit *n*-hexan (3.8) đựng trong bình nón 2 lit và khuấy để trộn đều. Dung dịch này bền được 1 tháng khi bảo quản ở nhiệt độ phòng.

3.11 Dung dịch E3

Phối trộn 60 ml axetonitril (3.5), 1940 ml *n*-hexan (3.8) và 2 lit diclometan (3.6) trong chai đựng 4 lit dung môi và trộn kỹ. Dung dịch này bền được 6 tháng khi được bảo quản ở nhiệt độ phòng.

3.12 Florisil đã hoạt hóa[®], cỡ hạt 60 mesh đến 100 mesh

Sấy khô ở nhiệt độ từ 100 °C đến 120 °C trước khi sử dụng.

3.13 Dung dịch chuẩn, xem Bảng 1 về cách chuẩn bị.

3.13.1 Dung dịch chuẩn gốc đơn lẻ, nồng độ khoảng 1 mg/ml.

Cân chính xác khoảng 10 mg từng loại thuốc bảo vệ thực vật (chỉnh độ tinh khiết theo yêu cầu), chính xác đến 0,1 mg, cho vào các bình định mức 10 ml riêng rẽ. Thêm axeton vào mỗi bình đến vạch và trộn đều. Dung dịch này bền được 6 tháng khi bảo quản trong tủ lạnh.

3.13.2 Dung dịch chuẩn gốc hỗn hợp trung gian, nồng độ 0,01 mg/ml

Chuyển chính xác 1 ml của mỗi dung dịch chuẩn gốc đơn lẻ (3.13.1) vào cùng một bình định mức 100 ml. Thêm axeton đến vạch. Dung dịch này bền được 6 tháng khi bảo quản trong tủ lạnh.

3.13.3 Các dung dịch chuẩn làm việc hỗn hợp**3.13.3.1 Dung dịch chuẩn làm việc hỗn hợp số 1, nồng độ 15 µg/l**

Chuyển chính xác 0,15 ml dung dịch chuẩn gốc hỗn hợp trung gian (3.13.2) vào bình định mức 100 ml; thêm diclometan (3.6) đến vạch.

3.13.3.2 Dung dịch chuẩn làm việc hỗn hợp số 2, nồng độ 50 µg/l

Chuyển chính xác 0,5 ml dung dịch chuẩn gốc hỗn hợp trung gian (3.13.2) vào bình định mức 100 ml; thêm diclometan (3.6) đến vạch.

3.13.3.3 Dung dịch chuẩn làm việc hỗn hợp số 3, nồng độ 100 µg/l

Chuyển chính xác 1 ml dung dịch chuẩn gốc hỗn hợp trung gian (3.13.2) vào bình định mức 100 ml; thêm diclometan (3.6) đến vạch.

3.13.3.4 Dung dịch chuẩn làm việc hỗn hợp số 4, nồng độ 200 µg/l

Chuyển chính xác 2 ml dung dịch chuẩn gốc hỗn hợp trung gian (3.13.2) vào bình định mức 100 ml; thêm diclometan (3.6) đến vạch.

3.13.3.5 Dung dịch chuẩn làm việc hỗn hợp số 5, nồng độ 500 µg/l

Chuyển chính xác 5 ml dung dịch chuẩn gốc hỗn hợp trung gian (3.13.2) vào bình định mức 100 ml; thêm diclometan (3.6) đến vạch.

Bảng 1 – Chuẩn bị các dung dịch chuẩn

Mã số dung dịch chuẩn làm việc hỗn hợp	Nồng độ dung dịch chuẩn gốc hỗn hợp trung gian, µg/ml	Thể tích dung dịch chuẩn gốc hỗn hợp trung gian, ml	Thể tích cuối cùng ^a , ml	Nồng độ dung dịch chuẩn làm việc ^b , µg/l
1	10	0,15	100	15
2	10	0,5	100	50
3	10	1,0	100	100
4	10	2,0	100	200
5	10	5,0	100	500

^a Dùng diclometan pha loãng đến thể tích cuối cùng.

^b Nồng độ các chất chuẩn xấp xỉ 0,075; 0,25; 0,5; 1 và 2,5 µg/l theo lượng mẫu.

4 Thiết bị, dụng cụ

Chú ý - Để tránh bị nhiễm bẩn và làm nhiễu pic, cần làm sạch kỹ bàn và thiết bị phòng thử nghiệm. Làm sạch dụng cụ thủy tinh bằng dung dịch tẩy rửa, tráng kỹ bằng nước cất và metanol. Các dụng cụ bằng thủy tinh đã được sử dụng cho phân tích dư lượng thì không sử dụng cho các phép phân tích khác. Cần tuân thủ đúng quy trình an toàn của phòng thử nghiệm.

4.1 Hệ thống GC-MS, tứ cực, bẫy ion hoặc máy đo phổ khối lượng có cung từ (magnetic sector), có khả năng ion hóa va chạm điện tử và bộ phận kiểm soát/thu thập dữ liệu, bộ bơm mẫu (có khả năng bơm 25 µl) có chương trình phân dòng hoặc không phân dòng, xyranh 25 µm có đầu tip pittông bằng PTFE dùng cho bộ lấy mẫu tự động, buồng hóa hơi mẫu 2 mm, bên trong một đầu có hình côn, bằng dimethyl-*tert*-butylsiloxane (DTBS) đã bất hoạt.

4.2 Cột phân tích, ví dụ Phenomenex ZB-5 ms (Torrance, CA, Mỹ), kích thước 30 m x 0,25 mm, dày 0,5 µm, hoặc loại tương đương.

4.4 Cột GPC, bằng thủy tinh, kích thước 800 mm x 25 mm, có thể cho tốc độ dòng 5 ml/min.

4.5 Nhựa Biobeads, ví dụ Bio-Rad SX-3 200 đến 400 mesh (khoảng 70 g; Bio-Rad, Hercules, CA, Mỹ).

4.6 Bộ lọc xyranh, 25 mm, cỡ lỗ 0,45 µm bằng nhựa teflon (PTFE) trong polypropylen (PPE).

4.7 Bộ cô quay, có bình ngưng bằng thủy tinh ở giữa chai đậm đặc và ống thoát.

4.8 Cột sắc ký bằng thủy tinh xoắn và có khóa, kích thước 1 cm x 18 cm.

4.9 Nồi cách thủy, có siêu âm.

4.10 Bộ cô quay dùng khí nitơ, ví dụ N-EVAP (Organomation, Berlin, MA, Mỹ) hoặc TurboVap® (Zymark, Caliper Life Sciences, Hopkinton, MA, Mỹ) hoặc thiết bị tương tự.

4.10 Bình cầu đáy tròn, dung tích 50 ml và 250 ml.

4.11 Phễu chiết, dung tích 1 lit.

4.12 Cốc chiết.

4.13 Ống ly tâm có chia vạch.

4.14 Cân phân tích, có thể cân chính xác đến 0,1 mg.

5 Lấy mẫu

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

Việc lấy mẫu không qui định trong tiêu chuẩn này. Xem tiêu chuẩn cụ thể có liên quan đến sản phẩm. Nếu chưa có tiêu chuẩn cụ thể liên quan đến sản phẩm thì các bên có liên quan nên thỏa thuận với nhau về vấn đề này.

6 Cách tiến hành

6.1 Chuẩn bị các dung dịch thử

Khử khí các dung dịch thử có chứa cacbonat bằng cách siêu âm trong nồi cách thủy (4.9) ở nhiệt độ phòng ít nhất 30 min hoặc cho đến khi không còn sủi bọt. Cho 200 ml dung dịch thử vào phễu chiết sạch 1 lit (4.11) và pha loãng với 200 ml axetonitri (3.5). Thêm 100 ml ete dầu mỏ (3.9), đậy nắp phễu chiết và lắc mạnh trong 1 min, xả khí khi bắt đầu lắc. Thêm 200 ml nước và khoảng 10 ml dung dịch natri clorua bão hòa (3.2) vào phễu chiết, đậy nắp và lắc mạnh trong 2 min, xả khí khi bắt đầu lắc. Để cho tách pha. Tháo pha phía dưới (pha nước) và cho pha phía trên (pha hữu cơ) vào cốc riêng và bảo quản pha này.

Gộp pha nước với 100 ml ete dầu mỏ (3.9) vào phễu chiết (4.11), đậy nắp và lại lắc mạnh 1 min, xả khí khi bắt đầu lắc. Để cho tách pha. Tháo pha phía dưới (nước) và loại bỏ. Gộp hai phần dịch chiết trong ete dầu mỏ vào phễu chiết.

CHÚ THÍCH Có thể cần một lượng nhỏ metanol (3.7) (từ 5 ml đến 10 ml) để phá vỡ chất tạo nhũ. Loại metanol nếu có bổ sung.

Thêm khoảng 10 g natri sulfat (3.3) vào phễu và lắc nhanh, thường xuyên xả khí. Gạn ete dầu mỏ vào bình cầu đáy tròn 500 ml (5.10). Tráng rửa natri sulfat bằng khoảng 5 ml ete dầu mỏ (3.9) và cho dịch tráng này vào bình cầu đáy tròn. Cô quay chân không trên nồi cách thủy (4.9) ở 40 °C cho đến khi còn khoảng từ 1 đến 2 ml. Chuyển định lượng phần còn lại vào bình định mức 10 ml với ba lần tráng (mỗi lần khoảng 2 ml) hexan-diclorometan (3.10) và thêm hexan-diclorometan đến vạch (Dịch chiết có thể được bảo quản lạnh và để qua đêm trong bình định mức có nắp đậy. Để cho dịch chiết trở lại nhiệt độ phòng trước khi tiếp tục chiết).

Lọc mẫu qua bộ lọc xyranh (4.6) và cho lên hệ thống GPC. Kiểm tra hiệu năng các thông số của GPC với các chất chuẩn thuốc bảo vệ thực vật trước khi phân tích mẫu; độ thu hồi của các chất chuẩn phải từ 90 % đến 110 %. Vì sự khác nhau của các thiết bị, nên các thông số GPC có thể cần được chỉnh để đạt dải độ thu hồi này. Xem Bảng 2 về các điều kiện GPC.

Thu lấy dịch rửa giải vào bình cầu đáy tròn 250 ml (5.10) (Dịch rửa giải có thể được bảo quản lạnh và để qua đêm trong bình cầu đáy tròn có nắp đậy. Cho dịch rửa giải trở lại nhiệt độ môi trường trước khi thực hiện tiếp). Cô quay dịch rửa giải đến khoảng 1 ml đến 2 ml trong nồi cách thủy (4.9) ở 40 °C. Thêm 30 ml *n*-hexan (3.8) để loại bỏ toàn bộ diclorometan có trước đó vào Florisil và làm bay hơi đến khi còn khoảng từ 1 ml đến 2 ml; lặp lại quy trình này. Chuẩn bị cột thủy tinh xếp bằng cách thêm 7 g Florisil đã hoạt hóa (3.12) sau đó thêm 1 g natri sulfat (3.3). Thêm 15 ml *n*-hexan (3.8) vào cột và xả bỏ hexan

nhưng không được để cột khô. Cho mẫu vào cột với ba lần tráng, mỗi lần 3 ml *n*-hexan và tháo vào bình cầu 250 ml. Thêm 50 ml dung dịch E3 (3.11) và thu dịch rửa giải vào bình cầu đáy tròn, để cho cột chảy đến khô. Cô quay dịch rửa giải trong nồi cách thủy 40 °C (4.9) đến khi còn khoảng 1 ml đến 2 ml và chuyển vào ống li tâm chia vạch (4.13) ba lần, mỗi lần dùng 4 ml diclometan(3.6). Làm bay hơi diclometan đến khi còn ít hơn 0,5 ml bằng bộ cô quay nitơ dùng cho phân tích với nồi cách thủy (4.9) ở 40 °C. Pha loãng mẫu đến 0,5 ml bằng diclometan (3.6) và chuyển ngay vào lọ lấy mẫu tự động.

Bảng 2 – Các điều kiện GPC

Cột	Nhựa Biobeads (4.5)
Nhiệt độ cột	Nhiệt độ phòng
Thể tích bơm	5 ml
Tốc độ dòng bơm	5 ml/min
Khoảng cách loại bỏ dung môi	0 min đến 23 min
Khoảng cách thu nhận dung môi	23 min đến 59 min
Tổng thời gian chạy	59 min
Hợp chất	Thời gian rửa giải một phần, min
α -HCH	31 đến 44
β -HCH	45 đến 56
γ -HCH	45 đến 56
δ -HCH	33 đến 44
Methyl-parathion	31 đến 42
Malathion	25 đến 30
Chlorpyrifos	31 đến 38
Aldrin	29 đến 40
2,4'-DDE	29 đến 40
α -Endosulfan	29 đến 36
4,4-DDE	29 đến 40
2,4-DDD	33 đến 44
Dieldrin	23 đến 30
Ethion	33 đến 44
4,4'-DDD	33 đến 40
2,4'-DDT	29 đến 40
β - Endosulfan	33 đến 44
4,4'-DDT	29 đến 40
Endosulfan sulfat	29 đến 40

6.2 Phân tích sắc ký/phổ khối lượng, xem Bảng 3 về điều kiện sắc ký và Bảng 4 về thời gian lưu và khối lượng được chọn.

Tiến hành kiểm tra hệ thống và điều chỉnh để xác minh thiết bị đủ điều kiện vận hành.

Bảng 3 – Các điều kiện sắc ký khí

Thông số	Điều kiện
Cột	Phenomenex ZB-5 ms 30 m × 0,25 mm, dày 0,5 µm hoặc loại tương đương
Nhiệt độ cột	50 °C giữ trong 2 min; tăng đến 140 °C ở 20 °C/min, tăng đến 280 °C ở 15 °C/min, tăng đến 325 °C ở 20 °C/min ; giữ trong 4 min
Chương trình nhiệt độ tiền cột	60 °C giữ trong 0,10 min; tăng đến 340 °C ở 150 °C/min; giữ trong 15 min
Chương trình ở chế độ tiền cột	GC chia dòng 0,00 min; không chia dòng 0,10 min; GC chia dòng 2,75 min; chia dòng ProSep
Thể tích bơm	15,0 µl
Nhiệt độ nguồn MSD	250 °C
Nhiệt độ tứ cực	150 °C
Thời gian loại dung môi (solvent delay)	11,0 min
Phương pháp thực hiện	SIM
Tốc độ dòng khí mang	1,0 ml/min
Tỉ lệ chia dòng	30 : 1
Chia dòng	29,0 ml/min

Bảng 4 – Thời gian lưu và khối lượng được chọn dùng để phân tích dư lượng^a

Hợp chất	Thời gian mở, min	Thời gian lưu, min	Ion định lượng	Ion định tính số 1	Tỷ lệ độ nhiễu tương đối (ion định tính số 1/ion định lượng)	Ion định tính số 2	Tỷ lệ độ nhiễu tương đối (ion định tính số 2/ion định lượng)	Ion định tính số 3	Tỷ lệ độ nhiễu tương đối (ion định tính số 3/ion định lượng)
α -HCH	Nhóm 1 thời gian khởi động: 11,00	12,87	219	183	134,80	221	51,50	–	–
β -HCH		13,22	185	183	274,25	254	23,21	–	–
γ -HCH		13,36	219	183	141,58	221	51,75	–	–
δ -HCH		13,74	219	183	121,74	217	79,15	–	–
Methyl-parathion	Nhóm 2 thời gian khởi động: 13,9	14,18	263	125	166,67	233	7,72	–	–
Malathion	Nhóm 3 thời gian khởi động: 14,39	14,53	99	127	270,05	158	137,80	–	–
Chlorpyrifos		14,69	314	199	184,59	258	77,45	–	–
Aldrin		14,93	263	265	70,96	293	44,39	–	–
2,4'-DDE	Nhóm 4 thời gian khởi động: 15,20	15,70	318	246	271,4	316	74,42	–	–
α -Endosulfan		15,96	339	277	158,57	265	181,03	–	–
4,4'-DDE		16,11	318	246	152,79	316	78,31	–	–
2,4'-DDD		16,22	235	199	25,19	165	65,45	–	–
Dieldrin		16,31	277	263	129,66	345	25,28	–	–
Ethion	Nhóm 5 thời gian khởi động: 16,42	16,57	231	153	89,23	384	6,81	–	–
4,4'-DDD		16,66	235	237	68,39	165	68,32	178	10,0
2,4'-DDT		16,71	235	237	71,86	165	61,80	246	14,50
β -Endosulfan		16,72	265	267	101,74	207	181,49	–	–
4,4'-DDT	Nhóm 6 thời gian khởi động: 16,86	17,13	235	237	72,43	165	59,71	–	–
Endosulfan sulfat		17,18	272	387	48,17	389	31,97	–	–

6.3 Cân bằng thiết bị

Để cho thiết bị cân bằng cách bơm ba chất chuẩn nồng độ cao, sau đó ba chất chuẩn nồng độ thấp.

6.4 Trình tự bơm

Để phân tích, cho chạy hai bộ chất chuẩn hiệu chuẩn giữa các lần chạy các dung dịch thử và chạy hai mẫu trắng dung môi bao gồm một mẫu trắng dung môi sau mỗi lần chạy chất chuẩn có nồng độ cao. Trong quá trình phân tích mẫu, có thể bổ sung các dung dịch chuẩn.

6.5 Nhận biết phổ khối lượng

Ước tính giới hạn dưới của phép khẳng định đối với từng chất phân tích bằng cách xác định nồng độ mà tại đó đáp ứng ion thấp nhất không vượt quá tỷ lệ tín hiệu trên nhiễu (S/N) (5:1). Đánh giá việc nhận biết của các pic dư lượng thuốc bảo vệ thực vật bằng cách so sánh tỷ lệ ion của các chất chuẩn hiệu chuẩn được phân tích bằng cùng một phương pháp phân tích ở cùng điều kiện. Xem Bảng 4 về việc chọn ion điển hình. Đối với từng chất phân tích, độ nhiều của mẫu thử là $(50 \pm 20) \%$ của tỷ lệ độ nhiều chất chuẩn, phụ thuộc vào cường độ tương đối của ion, xem Bảng 5.

Việc ước tính giới hạn dưới của phép khẳng định sẽ làm giảm khả năng cho các kết quả dương sai đối với tất cả các chất phân tích.

Bảng 5 – Dung sai tối đa cho phép đối với cường độ tương đối của ion, sử dụng dải kỹ thuật phổ khối lượng*

Cường độ tương đối (tỷ lệ % của phần lớn các pic)	Dung sai tối đa cho phép
> 50	± 20
> 20 đến 50	± 25
> 10 đến 20	± 30
≤ 10	± 50

6.6 Phép xác định

Nếu không sử dụng hệ thống máy tính trong việc tính kết quả thì tuân thủ các bước sau:

- Đo diện tích pic của từng mức chất chuẩn tương ứng đối với mỗi loại thuốc bảo vệ thực vật.

* Off.J.Eur.Comm. (2002) L221, 8-36.

TCVN 11031:2015

- b) Phân tích hồi quy tuyến tính, dùng độ đáp ứng của mỗi chất chuẩn không có hiệu chỉnh bù hoặc có hiệu chỉnh bù $1/x$, trong đó x là nồng độ.
- c) Đo diện tích pic của mỗi loại thuốc bảo vệ thực vật tìm thấy trong mẫu thử.
- d) Từ đường chuẩn, tính nồng độ ($\mu\text{g/l}$) của mỗi loại thuốc bảo vệ thực vật trong dung dịch được bơm.

7 Tính kết quả

Hàm lượng của từng loại thuốc bảo vệ thực vật có mặt trong mẫu thử, X , biểu thị bằng microgam trên lít ($\mu\text{g/l}$), được tính bằng công thức:

$$X = \frac{C}{200}$$

Trong đó, C là nồng độ thuốc bảo vệ thực vật trong mẫu đã chiết tinh được từ đường chuẩn, tính bằng microgam trên lít ($\mu\text{g/l}$).

8 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) mọi chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc tùy chọn, cùng với mọi tình huống bất thường khác có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- e) kết quả thử nghiệm thu được.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Các kết quả nghiên cứu liên phòng thử nghiệm

Bảng A.1 – Các kết quả nghiên cứu liên phòng thử nghiệm để xác định dư lượng thuốc bảo vệ thực vật (> 0,05 µg/l) trong đồ uống không cồn bằng sắc kí khí-phổ khối lượng

Dư lượng thuốc bảo vệ thực vật	Nồng độ bổ sung, µg/l	Nồng độ trung bình, µg/l	S_r^a	RSD_r^b , %	S_R^c	RSD_R^d , %	Chỉ số HorRat	Độ thu hồi, %	Số lượng phòng thử nghiệm
Pepsi									
4,4'-DDT	0,1	0,16	— ^e	—	0,09	57	0,96	164	8
	0,5	0,54	—	—	0,08	15	0,31	107	7
	1,0	1,0	—	—	0,30	34	0,75	102	8
2,4'-DDT	0,1	0,18	—	—	0,09	50	0,85	183	8
	0,5	0,49	—	—	0,14	29	0,58	97	8
	1,0	1,1	—	—	0,30	32	0,72	107	8
2,4'-DDD	0,1	0,09	—	—	0,01	11	0,18	93	5
	0,5	0,42	—	—	0,05	13	0,25	84	8
	1,0	0,92	—	—	0,17	19	0,41	92	8
2,4'-DDE	0,1	0,12	—	—	0,03	24	0,39	119	5
	0,5	0,42	—	—	0,08	18	0,36	84	8
	1,0	0,97	—	—	0,30	30	0,67	97	8
4,4'-DDD	0,1	0,18	—	—	0,10	55	0,93	180	8
	0,5	0,44	—	—	0,05	12	0,24	88	7
	1,0	0,99	—	—	0,20	02	0,44	99	8
4,4'-DDE	0,1	0,13	—	—	0,05	38	0,62	134	7
	0,5	0,46	—	—	0,08	17	0,34	93	8
	1,0	0,86	—	—	0,21	25	0,53	86	8
Aldrin	0,1	0,11	—	—	0,01	9	0,15	107	4
	0,5	0,35	—	—	0,10	28	0,52	69	8
	1,0	0,63	—	—	0,22	35	0,72	63	8
Dieldrin	0,1	0,17	—	—	0,15	91	1,55	169	7
	0,5	0,48	—	—	0,08	17	0,33	95	7
	1,0	0,86	—	—	0,13	15	0,33	86	7

Bảng A.1 (tiếp theo)

Dư lượng thuốc bảo vệ thực vật	Nồng độ bổ sung, µg/l	Nồng độ trung bình, µg/l	S _r ^a	RSD _r ^b , %	S _R ^c	RSD _R ^d , %	Chỉ số HorRat	Độ thu hồi, %	Số lượng phòng thử thử nghiệm
α-Endosulfan	0,1	0,15	–	–	0,04	28	0,46	145	5
	0,5	0,41	–	–	0,06	14	0,28	82	7
	1,0	0,78	–	–	0,14	18	0,37	78	8
β-Endosulfan	0,1	0,12	–	–	0,05	44	0,70	115	5
	0,5	0,40	–	–	0,08	21	0,41	79	7
	1,0	0,98	–	–	0,29	30	0,66	98	8
Endosulfan-sulfat	0,1	0,12	–	–	0,03	21	0,33	123	5
	0,5	0,41	–	–	0,07	17	0,33	83	8
	1,0	0,86	–	–	0,18	21	0,46	83	8
γ-HCH	0,1	0,15	–	–	0,06	40	0,67	147	4
	0,5	0,38	–	–	0,14	36	0,69	76	6
	1,0	0,77	–	–	0,29	38	0,81	77	8
α-HCH	0,1	1,1	–	–	–	–	–	1100	1
	0,5	0,35	–	–	0,13	39	0,73	69	7
	1,0	0,75	–	–	0,24	32	0,67	75	8
β-HCH	0,1	0,31	–	–	0,46	147	2,72	313	4
	0,5	0,47	–	–	0,23	48	0,94	95	7
	1,0	0,69	–	–	0,16	24	0,49	69	7
δ-HCH	0,1	0,19	–	–	0,10	54	0,92	189	5
	0,5	0,42	–	–	0,09	21	0,41	83	7
	1,0	0,72	–	–	0,16	22	0,47	72	7
Clopyrifos	0,1	0,17	–	–	0,07	44	0,75	168	5
	0,5	0,50	–	–	0,12	23	0,46	99	7
	1,0	0,91	–	–	0,21	23	0,50	91	8
Ethion	0,1	0,17	–	–	0,09	50	0,84	172	5
	0,5	0,51	–	–	0,20	39	0,79	101	8
	1,0	0,96	–	–	0,25	26	0,57	96	8
Malathion	0,1	0,37	–	–	0,29	78	1,49	373	4
	0,5	0,53	–	–	0,46	88	1,76	106	6
	1,0	0,91	–	–	0,55	60	1,31	91	6
Metyl-parathion	0,1	0,25	–	–	0,26	104	1,88	252	6
	0,5	0,47	–	–	0,22	48	0,94	93	7
	1,0	0,83	–	–	0,32	39	0,83	83	8

Bảng A.1 (tiếp theo)

Dư lượng thuốc bảo vệ thực vật	Nồng độ bổ sung, $\mu\text{g/l}$	Nồng độ trung bình, $\mu\text{g/l}$	S_r^a	RSD_r^b , %	S_R^c	RSD_R^d , %	Chỉ số HorRat	Độ thu hồi, %	Số lượng phòng thử nghiệm
Fanta cam									
4,4'-DDT	0,1	0,19	—	—	0,14	72	1,25	188	7
	0,5	0,51	—	—	0,10	19	0,39	101	8
	1,0	1,1	—	—	0,30	26	0,58	112	8
2,4'-DDT	0,1	0,16	—	—	0,08	50	0,85	165	8
	0,5	0,52	—	—	0,13	25	0,50	104	8
	1,0	0,89	—	—	0,15	17	0,37	89	8
2,4'-DDD	0,1	0,10	—	—	0,01	14	0,22	95	6
	0,5	0,47	—	—	0,10	21	0,41	94	8
	1,0	0,78	—	—	0,23	30	0,64	78	8
2,4'-DDE	0,1	0,13	—	—	0,03	27	0,44	125	5
	0,5	0,43	—	—	0,08	19	0,38	86	7
	1,0	0,82	—	—	0,15	18	0,38	82	8
4,4'-DDD	0,1	0,15	—	—	0,07	47	0,78	150	7
	0,5	0,49	—	—	0,14	29	0,57	99	8
	1,0	0,82	—	—	0,24	30	0,63	82	8
4,4'-DDE	0,1	0,12	—	—	0,04	32	0,52	118	7
	0,5	0,40	—	—	0,07	18	0,35	80	8
	1,0	0,83	—	—	0,16	19	0,40	83	7
Aldrin	0,1	0,12	—	—	0,03	22	0,35	120	4
	0,5	0,39	—	—	0,13	34	0,64	78	8
	1,0	0,62	—	—	0,24	39	0,80	62	8
Dieldrin	0,1	0,15	—	—	0,09	57	0,95	152	7
	0,5	0,46	—	—	0,12	27	0,54	91	8
	1,0	0,92	—	—	0,16	17	0,38	9	7
α -Endosulfan	0,1	0,15	—	—	0,07	48	0,79	153	5
	0,5	0,49	—	—	0,16	32	0,64	98	8
	1,0	0,87	—	—	0,21	24	0,52	87	7
β -Endosulfan	0,1	0,12	—	—	0,04	31	0,49	122	6
	0,5	0,38	—	—	0,11	29	0,55	75	7
	1,0	0,88	—	—	0,31	35	0,77	88	8
Endosulfan-sulfat	0,1	0,12	—	—	0,03	22	0,35	115	5
	0,5	0,44	—	—	0,08	18	0,35	88	8
	1,0	0,82	—	—	0,21	26	0,55	82	8

Bảng A.1 (tiếp theo)

Dư lượng thuốc bảo vệ thực vật	Nồng độ bổ sung, $\mu\text{g/l}$	Nồng độ trung bình, $\mu\text{g/l}$	S_r^a	RSD_r^b , %	S_R^c	RSD_R^d , %	Chỉ số HorRat	Độ thu hồi, %	Số lượng phòng thử nghiệm
γ -HCH	0,1	0,16	—	—	0,04	27	0,46	160	3
	0,5	0,38	—	—	0,14	36	0,69	77	7
	1,0	0,70	—	—	0,28	34	0,71	70	8
α -HCH	0,1	—	—	—	—	—	—	—	0
	0,5	0,43	—	—	0,15	34	0,66	85	8
	1,0	0,72	—	—	0,23	32	0,68	72	8
β -HCH	0,1	0,18	—	—	0,15	83	1,42	182	6
	0,5	0,38	—	—	0,07	20	0,37	76	5
	1,0	0,76	—	—	0,30	39	0,83	76	6
δ -HCH	0,1	0,16	—	—	0,06	39	0,65	160	3
	0,5	0,39	—	—	0,06	16	0,30	77	6
	1,0	0,71	—	—	0,18	26	0,54	71	7
Clopyrifos	0,1	0,17	—	—	0,07	41	0,69	167	6
	0,5	0,47	—	—	0,05	11	0,22	94	8
	1,0	0,88	—	—	0,28	32	0,69	88	8
Ethion	0,1	0,18	—	—	0,06	35	0,60	182	5
	0,5	0,53	—	—	0,22	41	0,82	105	8
	1,0	0,96	—	—	0,25	26	0,56	96	8
Malathion	0,1	0,64	—	—	0,97	151	3,12	645	4
	0,5	0,76	—	—	0,92	121	2,56	152	6
	1,0	1,3	—	—	0,80	63	1,44	128	6
Metyl-parathion	0,1	0,28	—	—	0,28	103	1,88	276	4
	0,5	0,42	—	—	0,20	49	0,94	84	7
	1,0	0,84	—	—	0,30	35	0,76	84	8
Sprite (nước uống có ga hương chanh)									
4,4'-DDT	0,1	0,14	—	—	0,045	31	0,52	143	7
	0,5	0,64	—	—	0,27	43	0,88	129	8
	1,0	1,2	—	—	0,50	43	0,97	116	8
2,4'-DDT	0,1	0,18	—	—	0,06	36	0,62	177	8
	0,5	0,49	—	—	0,16	33	0,65	99	8
	1,0	1,1	—	—	0,50	45	1,01	108	8
2,4'-DDD	0,1	0,10	—	—	0,01	7	0,11	105	5
	0,5	0,49	—	—	0,10	20	0,40	98	8
	1,0	0,99	—	—	0,27	27	0,59	99	8

Bảng A.1 (tiếp theo)

Dư lượng thuốc bảo vệ thực vật	Nồng độ bổ sung, $\mu\text{g/l}$	Nồng độ trung bình, $\mu\text{g/l}$	S_r^a	RSD_r^b , %	S_R^c	RSD_R^d , %	Chỉ số HorRat	Độ thu hồi, %	Số lượng phòng thử nghiệm
2,4'-DDE	0,1	0,10	—	—	0,02	17	0,26	104	7
	0,5	0,44	—	—	0,11	24	0,47	88	8
	1,0	0,91	—	—	0,35	39	0,85	91	8
4,4'-DDD	0,1	0,19	—	—	0,07	35	0,61	189	7
	0,5	0,44	—	—	0,13	30	0,59	88	8
	1,0	1,0	—	—	0,30	30	0,67	101	8
4,4'-DDE	0,1	0,14	—	—	0,03	22	0,37	136	6
	0,5	0,49	—	—	0,13	26	0,51	98	8
	1,0	0,89	—	—	0,21	24	0,51	89	8
Aldrin	0,1	0,12	—	—	0,02	17	0,26	115	5
	0,5	0,37	—	—	0,16	44	0,84	73	8
	1,0	0,66	—	—	0,29	44	0,92	66	8
Dieldrin	0,1	0,13	—	—	0,02	20	0,33	133	6
	0,5	0,50	—	—	0,16	32	0,63	99	7
	1,0	0,91	—	—	0,26	29	0,63	91	7
α -Endosulfan	0,1	0,18	—	—	0,05	30	0,51	176	5
	0,5	0,50	—	—	0,17	34	0,67	99	8
	1,0	0,96	—	—	0,28	29	0,64	96	8
β -Endosulfan	0,1	0,11	—	—	0,04	31	0,50	115	4
	0,5	0,46	—	—	0,15	33	0,66	92	7
	1,0	0,79	—	—	0,27	34	0,73	79	7
Endosulfan-sulfat	0,1	0,12	—	—	0,03	23	0,37	121	7
	0,5	0,41	—	—	0,05	13	0,25	83	7
	1,0	0,81	—	—	0,28	35	0,75	81	8
γ -HCH	0,1	0,12	—	—	0,02	18	0,30	122	4
	0,5	0,38	—	—	0,16	41	0,78	78	7
	1,0	0,82	—	—	0,30	37	0,79	82	8
α -HCH	0,1	—	—	—	—	—	—	—	0
	0,5	0,40	—	—	0,16	41	0,78	79	8
	1,0	0,80	—	—	0,50	63	1,35	80	8
β -HCH	0,1	0,16	—	—	0,08	53	0,88	157	4
	0,5	0,45	—	—	0,11	26	0,50	89	6
	1,0	0,77	—	—	0,26	34	0,73	77	6

Bảng A.1 (tiếp theo)

Dư lượng thuốc bảo vệ thực vật	Nồng độ bổ sung, $\mu\text{g/l}$	Nồng độ trung bình, $\mu\text{g/l}$	S_r^a	RSD_r^b , %	S_R^c	RSD_R^d , %	Chỉ số HorRat	Độ thu hồi, %	Số lượng phòng thử nghiệm
δ -HCH	0,1	0,14	—	—	0,02	18	0,29	140	4
	0,5	0,40	—	—	0,14	35	0,68	80	7
	1,0	0,78	—	—	0,19	24	0,52	78	7
Clopyrifos	0,1	0,14	—	—	0,07	47	0,78	141	5
	0,5	0,51	—	—	0,22	44	0,88	102	8
	1,0	0,83	—	—	0,29	36	0,76	83	8
Ethion	0,1	0,18	—	—	0,05	29	0,49	175	6
	0,5	0,55	—	—	0,21	39	0,78	110	8
	1,0	1,2	—	—	0,60	51	1,16	117	8
Malathion	0,1	0,20	—	—	0,09	47	0,81	195	2
	0,5	0,57	—	—	0,25	43	0,87	115	6
	1,0	0,93	—	—	0,56	60	1,30	93	5
Metyl-parathion	0,1	0,24	—	—	0,17	69	1,23	243	4
	0,5	0,56	—	—	0,21	37	0,74	113	7
	1,0	0,94	—	—	0,45	48	1,06	94	8
Coke (coca cola)									
4,4'-DDT	0,1	0,17	—	—	0,03	40	0,67	125	7
	0,5	0,48	—	—	0,16	33	0,65	175	7
	1,0	1,3	—	—	0,43	35	0,79	125	7
2,4'-DDT	0,1	0,17	—	—	0,09	50	0,85	175	7
	0,5	0,57	—	—	0,18	32	0,65	115	7
	1,0	1,0	—	—	0,50	46	1,02	100	8
2,4'-DDD	0,1	0,10	—	—	0,01	10	0,16	102	4
	0,5	0,53	—	—	0,07	14	0,28	105	7
	1,0	0,96	—	—	0,31	32	0,70	96	8
2,4'-DDE	0,1	0,11	—	—	0,03	26	0,41	111	7
	0,5	0,46	—	—	0,06	13	0,26	91	8
	1,0	0,92	—	—	0,28	30	0,66	92	8
4,4'-DDD	0,1	0,18	—	—	0,08	43	0,73	183	7
	0,5	0,48	—	—	0,14	30	0,59	97	6
	1,0	1,0	—	—	0,30	33	0,73	101	7
4,4'-DDE	0,1	0,12	—	—	0,03	27	0,43	116	7
	0,5	0,46	—	—	0,10	21	0,42	92	8
	1,0	0,93	—	—	0,13	14	0,31	93	8

Bảng A.1 (tiếp theo)

Dư lượng thuốc bảo vệ thực vật	Nồng độ bổ sung, µg/l	Nồng độ trung bình, µg/l	S _r ^a	RSD _r ^b , %	S _R ^c	RSD _R ^d , %	Chỉ số HorRat	Độ thu hồi, %	Số lượng phòng thử nghiệm
Aldrin	0,1	0,14	–	–	0,02	11	0,18	137	3
	0,5	0,38	–	–	0,12	32	0,62	75	8
	1,0	0,62	–	–	0,21	35	0,71	62	8
Dieldrin	0,1	0,12	–	–	0,03	23	0,38	125	7
	0,5	0,47	–	–	0,10	21	0,42	95	7
	1,0	1,0	–	–	0,28	27	0,60	103	8
α-Endosulfan	0,1	0,13	–	–	0,04	29	0,48	130	7
	0,5	0,42	–	–	0,14	33	0,64	84	8
	1,0	0,86	–	–	0,29	34	0,74	86	8
β-Endosulfan	0,1	0,13	–	–	0,03	21	0,34	125	4
	0,5	0,43	–	–	0,13	31	0,60	87	7
	1,0	0,90	–	–	0,27	30	0,64	90	7
Endosulfan-sulfat	0,1	0,12	–	–	0,03	25	0,40	125	6
	0,5	0,45	–	–	0,10	22	0,44	89	8
	1,0	0,80	–	–	0,28	35	0,75	80	8
γ-HCH	0,1	0,12	–	–	0,04	32	0,52	116	5
	0,5	0,37	–	–	0,15	40	0,76	74	7
	1,0	0,76	–	–	0,29	39	0,82	76	8
α-HCH	0,1	0,08	–	–	–	–	–	77	1
	0,5	0,41	–	–	0,14	35	0,69	82	8
	1,0	0,85	–	–	0,27	31	0,67	85	7
β-HCH	0,1	0,15	–	–	0,06	38	0,63	150	2
	0,5	0,45	–	–	0,18	40	0,78	89	6
	1,0	0,73	–	–	0,33	45	0,96	73	5
δ-HCH	0,1	0,15	–	–	0,03	18	0,29	150	3
	0,5	0,42	–	–	0,15	36	0,70	85	7
	1,0	0,73	–	–	0,27	37	0,78	73	7
Clopyrifos	0,1	0,15	–	–	0,08	54	0,90	154	5
	0,5	0,50	–	–	0,16	33	0,66	99	7
	1,0	0,86	–	–	0,25	30	0,64	86	8
Ethion	0,1	0,17	–	–	0,06	35	0,59	168	6
	0,5	0,57	–	–	0,14	25	0,50	114	8
	1,0	1,1	–	–	0,40	34	0,75	107	8

Bảng A.1 (tiếp theo)

Dư lượng thuốc bảo vệ thực vật	Nồng độ bổ sung, $\mu\text{g/l}$	Nồng độ trung bình, $\mu\text{g/l}$	S_r^a	RSD_r^b , %	S_R^c	RSD_R^d , %	Chỉ số HorRat	Độ thu hồi, %	Số lượng phòng thử nghiệm
Malathion	0,1	0,18	—	—	0,03	15	0,25	180	3
	0,5	0,44	—	—	0,18	41	0,79	88	5
	1,0	1,3	—	—	0,50	41	0,94	133	6
Metyl-parathion ^{1,12}	0,1	0,23	—	—	0,19	84	1,48	226	5
	0,5	0,58	—	—	0,32	35	1,12	116	8
	1,0	0,97	—	—	0,35	56	0,79	97	8
Diet pepsi									
4,4'-DDT	0,1	0,18	0,04	22	0,12	67	1,14	177	6
	0,5	0,48	0,15	30	0,22	45	0,90	97	8
	1,0	0,98	0,19	19	0,44	45	0,99	98	8
2,4'-DDT	0,1	0,18	0,02	13	0,10	59	1,00	176	6
	0,5	0,47	0,11	23	0,19	40	0,80	95	8
	1,0	0,85	0,13	16	0,32	38	0,81	85	8
2,4'-DDD	0,1	0,10	0,02	15	0,06	55	0,86	103	3
	0,5	0,45	0,12	28	0,12	28	0,54	89	8
	1,0	0,79	0,25	31	0,25	31	0,67	79	8
2,4'-DDE	0,1	0,11	0,01	9	0,06	56	0,88	106	4
	0,5	0,41	0,11	28	0,11	28	0,54	81	7
	1,0	0,73	0,15	21	0,18	25	0,52	73	8
4,4'-DDD	0,1	0,15	0,08	52	0,10	66	1,09	150	6
	0,5	0,49	0,12	25	0,12	25	0,49	98	7
	1,0	0,80	0,17	22	0,21	27	0,57	80	8
4,4'-DDE	0,1	0,13	0,01	5	0,06	45	0,73	134	4
	0,5	0,40	0,08	19	0,08	20	0,39	80	8
	1,0	0,80	0,23	29	0,23	29	0,62	80	8
Aldrin	0,1	0,11	0,01	9	0,06	56	0,88	109	4
	0,5	0,33	0,07	22	0,13	41	0,76	65	8
	1,0	0,66	0,09	14	0,24	36	0,74	66	8
Dieldrin	0,1	0,41	<0,01	1	0,23	58	1,11	405	3
	0,5	0,47	0,09	18	0,16	34	0,67	95	8
	1,0	0,85	0,28	33	0,31	37	0,79	85	8
α -Endosulfan	0,1	0,17	0,01	4	0,09	50	0,85	171	3

Bảng A.1 (tiếp theo)

Dư lượng thuốc bảo vệ thực vật	Nồng độ bổ sung, $\mu\text{g/l}$	Nồng độ trung bình, $\mu\text{g/l}$	S_r^a	RSD_r^b , %	S_R^c	RSD_R^d , %	Chỉ số HorRat	Độ thu hồi, %	Số lượng phòng thử nghiệm
	0,5	0,40	0,07	16	0,14	35	0,67	81	8
	1,0	0,76	0,21	28	0,24	32	0,68	76	8
β -Endosulfan	0,1	0,15	0,01	6	0,07	48	0,79	154	2
	0,5	0,41	0,07	18	0,21	50	0,96	82	6
	1,0	0,81	0,21	26	0,38	47	1,00	81	7
Endosulfan-sulfat	0,1	0,17	0,01	6	0,07	41	0,69	170	3
	0,5	0,39	0,09	24	0,12	31	0,60	77	8
	1,0	0,81	0,16	20	0,24	30	0,64	81	8
γ -HCH	0,1	0,14	<0,01	1	0,06	43	0,71	144	2
	0,5	0,36	0,03	9	0,18	51	0,97	73	7
	1,0	0,71	0,11	15	0,34	48	1,00	71	6
α -HCH	0,1	—	—	—	—	—	—	—	0
	0,5	0,34	0,06	18	0,15	42	0,79	69	8
	1,0	0,62	0,20	32	0,24	38	0,79	62	8
p -HCH	0,1	0,18	0,01	3	0,13	71	1,22	180	3
	0,5	0,30	0,03	11	0,16	55	1,01	60	6
	1,0	0,63	0,08	12	0,35	56	1,16	63	5
δ -HCH	0,1	0,11	0,02	14	0,06	53	0,84	114	3
	0,5	0,34	0,06	17	0,16	46	0,86	68	7
	1,0	0,69	0,06	20	0,31	45	0,94	69	7
Chlorpyrifos	0,1	0,18	0,01	5	0,08	47	0,80	175	4
	0,5	0,41	0,09	22	0,19	46	0,88	81	7
	1,0	0,86	0,15	17	0,24	28	0,61	86	8
Ethion	0,1	0,17	0,02	12	0,09	54	0,91	166	5
	0,5	0,55	0,12	22	0,31	56	1,13	109	7
	1,0	0,93	0,16	17	0,40	44	0,95	93	8
Malathion	0,1	0,41	0,01	2	0,34	82	1,59	414	3
	0,5	0,60	0,07	12	0,51	84	1,72	120	5
	1,0	1,0	0,10	10	0,66	65	1,44	101	6
Methyl-parathion	0,1	0,18	0,01	3	0,11	60	1,03	179	4
	0,5	0,43	0,15	35	0,22	53	1,03	85	6
	1,0	0,76	0,16	21	0,36	48	1,01	76	8

Bảng A.1 (tiếp theo)

Dư lượng thuốc bảo vệ thực vật	Nồng độ bổ sung, $\mu\text{g/l}$	Nồng độ trung bình, $\mu\text{g/l}$	S_r^a	RSD_r^b , %	S_R^c	RSD_R^d , %	Chỉ số HorRat	Độ thu hồi, %	Số lượng phòng thử nghiệm
Gatorade									
4,4'-DDT	0,1	0,16	0,01	9	0,10	66	1,11	156	3
	0,5	0,61	0,09	15	0,32	52	1,07	122	6
	1,0	1,0	0,30	31	0,60	59	1,32	101	8
2,4'-DDT	0,1	0,23	0,18	76	0,24	103	1,83	230	6
	0,5	0,64	0,13	21	0,40	63	1,30	128	7
	1,0	1,1	0,20	19	0,60	57	1,26	107	7
2,4'-DDD	0,1	0,17	0,02	9	0,08	49	0,84	172	3
	0,5	0,57	0,10	17	0,31	54	1,10	114	7
	1,0	1,0	0,16	17	0,50	54	1,19	100	6
2,4'-DDE	0,1	0,12	0,02	19	0,07	56	0,89	118	5
	0,5	0,44	0,09	21	0,19	44	0,86	88	7
	1,0	0,75	0,14	19	0,23	30	0,64	75	7
4,4'-DDD	0,1	0,18	0,03	17	0,08	44	0,75	181	6
	0,5	0,44	0,16	35	0,27	61	1,20	89	7
	1,0	0,83	0,16	20	0,37	44	0,95	83	8
4,4'-DDE	0,1	0,20	0,14	73	0,18	92	1,59	195	5
	0,5	0,42	0,08	20	0,10	24	0,47	84	7
	1,0	0,79	0,24	30	0,27	34	0,73	79	7
Aldrin	0,1	0,14	0,01	9	0,06	43	0,71	137	5
	0,5	0,41	0,07	17	0,19	45	0,88	82	7
	1,0	0,70	0,17	24	0,23	34	0,70	70	7
Dieldrin	0,1	0,14	0,01	4	0,06	45	0,74	135	2
	0,5	0,45	0,06	13	0,22	48	0,95	90	7 *
	1,0	0,90	0,23	25	0,46	51	1,11	90	7
α -Endosulfan	0,1	0,12	0,01	8	0,06	53	0,84	119	4
	0,5	0,37	0,13	34	0,20	54	1,02	74	7
	1,0	0,82	0,22	26	0,41	49	1,06	82	7
β -Endosulfan	0,1	0,17	0,01	8	0,09	54	0,92	171	2
	0,5	0,46	0,07	15	0,27	59	1,17	92	4
	1,0	0,92	0,10	11	0,50	55	1,20	92	6
Endosulfan-sulfat	0,1	0,20	0,02	8	0,08	42	0,72	199	3
	0,5	0,42	0,11	26	0,21	51	0,99	83	7
	1,0	0,70	0,26	38	0,34	50	1,04	70	7

Bảng B.1 (kết thúc)

Dư lượng thuốc bảo vệ thực vật	Nồng độ bổ sung, $\mu\text{g/l}$	Nồng độ trung bình, $\mu\text{g/l}$	S_r^a	RSD_r^b , %	S_R^c	RSD_R^d , %	Chỉ số HorRat	Độ thu hồi, %	Số lượng phòng thử nghiệm
y-HCH	0,1	0,11	0,01	6	0,06	58	0,92	111	3
	0,5	0,39	0,09	24	0,20	53	1,01	77	6
	1,0	0,76	0,12	15	0,34	45	0,96	76	7
α -HCH	0,1	0,16	—	—	—	—	—	160	0
	0,5	0,39	0,08	20	0,14	36	0,68	79	8
	1,0	0,70	0,14	19	0,28	40	0,84	70	8
P-HCH	0,1	0,15	0,01	7	0,10	63	1,05	154	3
	0,5	0,39	0,06	15	0,20	52	0,97	77	6
	1,0	0,74	0,12	16	0,39	53	1,11	74	6
5-HCH	0,1	0,17	0,01	5	0,08	49	0,83	170	3
	0,5	0,38	0,04	11	0,18	48	0,91	76	7
	1,0	0,61	0,23	38	0,33	54	1,12	61	7
Chlorpyrifos	0,1	0,13	0,01	9	0,07	56	0,90	127	4
	0,5	0,48	0,06	13	0,25	52	1,03	96	6
	1,0	0,86	0,19	22	0,51	59	1,29	86	6
Ethion	0,1	0,26	0,05	19	0,19	75	1,35	257	5
	0,5	0,71	0,27	38	0,46	66	1,38	142	7
	1,0	1,5	0,3	22	1,0	67	1,58	146	7
Malathion	0,1	0,39	—	—	0,14	36	0,68	393	0
	0,5	1,2	0,2	14	1,0	83	1,88	231	5
	1,0	1,3	0,4	34	0,80	63	1,45	127	7
Methyl-parathion	0,1	0,12	0,01	8	0,06	51	0,82	122	3
	0,5	0,54	0,08	14	0,30	56	1,12	109	7
	1,0	0,94	0,28	30	0,60	64	1,40	94	8

^a S_r là độ lệch chuẩn lặp lại.

^b RSD_r là độ lệch chuẩn tương đối lặp lại.

^c S_R là độ lệch chuẩn tái lập.

^d RSD_R là độ lệch chuẩn tương đối tái lập.

^e "—" là không áp dụng.