

TCVN 14431:2025

ISO 15151:2018

Xuất bản lần 1

**SỮA, SẢN PHẨM SỮA, THỨC ĂN CÔNG THỨC
DÀNH CHO TRẺ SƠ SINH VÀ SẢN PHẨM DINH DƯỠNG
DÀNH CHO NGƯỜI LỚN – XÁC ĐỊNH KHOÁNG CHẤT VÀ
NGUYÊN TỐ VẾT – PHƯƠNG PHÁP ĐO PHỔ PHÁT XẠ
NGUYÊN TỬ PLASMA CẢM ỨNG CAO TẦN (ICP-AES)**

Milk, milk products, infant formula and adult nutritionals –

*Determination of minerals and trace elements – Inductively coupled plasma
atomic emission spectrometry (ICP-AES) method*

HÀ NỘI – 2025

Lời nói đầu

TCVN 14431:2025 hoàn toàn tương đương với ISO 15151:2018¹⁾;

TCVN 14431:2025 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F6 *Dinh dưỡng và thức ăn kiêng* biên soạn, Viện Tiêu chuẩn Chất lượng Việt Nam đề nghị, Ủy ban Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng Quốc gia thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

¹⁾ Phương pháp nêu trong ISO 15151:2018 tương đương với AOAC 2011.14 *Calcium, copper, iron, magnesium, manganese, potassium, phosphorus, sodium, and zinc in infant formula by microwave digestion and inductively coupled plasma optical emission spectrometry*.

Sữa, sản phẩm sữa, thức ăn công thức dành cho trẻ sơ sinh và sản phẩm dinh dưỡng dành cho người lớn – Xác định khoáng chất và nguyên tố vết – Phương pháp đo phổ phát xạ nguyên tử plasma cảm ứng cao tần (ICP-AES)

Milk, milk products, infant formula and adult nutritionals – Determination of minerals and trace elements – Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES) method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định định lượng các nguyên tố calci (Ca), đồng (Cu), sắt (Fe), maginesi (Mg), mangan (Mn), phosphor (P), kali (K), natri (Na) và kẽm (Zn) sử dụng phổ phát xạ nguyên tử plasma cảm ứng cao tần (ICP-AES). Phương pháp này có thể áp dụng cho sữa, sữa bột, bơ, phomat, whey, thức ăn công thức dành cho trẻ sơ sinh và thực phẩm dinh dưỡng dành cho người lớn trong các dải phân tích nêu trong Bảng 1.

Bảng 1 – Dải phân tích

	Ca	Cu	Fe	Mg	Mn	P	K	Na	Zn
Giới hạn dưới của dải phân tích ^a , tính bằng mg/100 g	20	0,03	0,5	3	0,01	15	10	10	0,2
Giới hạn trên của dải phân tích ^a , tính bằng mg/100 g	1 280	1,2	20	110	1,0	800	2 000	850	18
^a Các nồng độ áp dụng cho: – sữa và sản phẩm dạng lỏng "uống liền", sử dụng 4 g cỡ mẫu điển hình trên thể tích dung dịch phân tích cuối cùng là 25 ml. – sữa bột, thức ăn công thức dạng bột dành cho trẻ sơ sinh và thực phẩm dinh dưỡng dạng bột dành cho người lớn, đã được pha (hoàn nguyên) (25 g trong 200 g nước), sử dụng cỡ mẫu điển hình theo khối lượng sản phẩm đã pha trên thể tích dung dịch phân tích cuối cùng là 25 ml. Dải phân tích đối với các thành phần nguyên liệu sữa không hoàn nguyên (bơ, phomat, whey bột, whey protein cô đặc) được điều chỉnh tỷ lệ tăng theo các giá trị này dựa trên cỡ mẫu sử dụng cho các thành phẩm. Ví dụ: nếu dùng 0,6 g phomat để phân hủy thì dải phân tích cao hơn 4 g/0,6 g = 6,7 lần.									

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

TCVN 7151 (ISO 648) *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Pipet một mức*

TCVN 7153 (ISO 1042) *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Bình định mức*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này không có thuật ngữ nào được định nghĩa.

4 Nguyên tắc

Chất hữu cơ được phân hủy bằng phương pháp phân hủy ướt, sử dụng acid nitric trong lò vi sóng điều áp hoặc thiết bị thích hợp khác để phân hủy ướt và pha loãng. Sử dụng chất nội chuẩn. Dung dịch thử và các dung dịch chuẩn được nguyên tử hóa trong plasma của máy đo phổ plasma cảm ứng cao tần và đo phát xạ ở bước sóng thích hợp, sử dụng phép ngoại chuẩn.

5 Thuốc thử và vật liệu thử

CẢNH BÁO – Khi sử dụng tiêu chuẩn này có thể bao gồm các vật liệu, các thao tác và thuốc thử nguy hiểm. Tiêu chuẩn này không đề cập đến các vấn đề an toàn khi sử dụng chúng. Người sử dụng tiêu chuẩn này phải tự thiết lập các thao tác an toàn và đảm bảo sức khỏe.

Chỉ sử dụng thuốc thử đạt chất lượng phân tích, trừ khi có quy định khác.

5.1 Nước, phù hợp với loại 2 của TCVN 4851 (ISO 3696), trừ khi có quy định khác.

5.2 Acid nitric (HNO_3), đậm đặc, 65 % phần khối lượng.

5.3 Dung dịch acid nitric (HNO_3), 10 % phần thể tích. Cho một phần HNO_3 (5.2) vào bảy phần nước và trộn.

5.4 Dung dịch gốc nguyên tố Ca, P, K (nồng độ mỗi nguyên tố $\rho = 10\,000\text{ mg/L}$) và nguyên tố Cu, Fe, Mg, Mn, Na, Zn (nồng độ mỗi nguyên tố $\rho = 1\,000\text{ mg/L}$).

Sử dụng dung dịch gốc nguyên tố phù hợp, tốt nhất là dung dịch này đã được chứng nhận. Các dung

dịch gốc một nguyên tố và cả dung dịch gốc nhiều nguyên tố có các quy định kỹ thuật đầy đủ, nêu rõ acid được sử dụng (chủ yếu là acid nitric) và có kỹ thuật chuẩn bị, có bán sẵn. Không dùng dung dịch gốc nguyên tố đã hết hạn sử dụng.

5.5 Dung dịch chuẩn

5.5.1 Yêu cầu chung

Tùy thuộc vào phạm vi áp dụng, có thể cần đến các dung dịch chuẩn nhiều nguyên tố khác nhau. Nhìn chung, khi kết hợp các dung dịch chuẩn nhiều nguyên tố thì cần tính đến tính tương thích hóa học và khả năng thủy phân của các thành phần của chúng. Ví dụ đưa ra dưới đây xem xét dải đo của các thiết bị ICP-AES khác nhau và nồng độ dự kiến của các nguyên tố trong sữa và sản phẩm sữa.

Các dung dịch chuẩn nhiều nguyên tố được cho là ổn định trong vài tháng nếu bảo quản ở nơi tối (theo hạn sử dụng được quy định bởi nhà sản xuất). Có thể sử dụng các nguyên tố kết hợp khác ở các nồng độ khác nhau, với điều kiện dung dịch gốc nguyên tố (5.4) được pha loãng với cùng một acid có cùng nồng độ, được sử dụng cho dung dịch thử cũng như để chuẩn bị dải phân tích chuẩn, bao phủ nồng độ của các nguyên tố cần xác định.

Bảo quản dung dịch chuẩn làm việc trong chai nhựa HDPE (6.6) để tránh ô nhiễm.

5.5.2 Dung dịch chuẩn làm việc Fe, $\rho = 400$ mg/L

Dùng pipet lấy 20,0 ml dung dịch gốc Fe (5.4) cho vào bình định mức 50 ml. Pha loãng bằng nước đến vạch 50 ml. Chuyển dung dịch chuẩn làm việc vào chai bảo quản phù hợp (6.6).

5.5.3 Dung dịch chuẩn làm việc Cu, Mn và Zn, $\rho = 50$ mg Cu, 50 mg Mn và 200 mg Zn/L

Dùng pipet lấy các dung dịch gốc nguyên tố (5.4) gồm: 5,00 ml dung dịch gốc Cu, 5,00 ml dung dịch gốc Mn và 20,0 ml dung dịch gốc Zn cho vào bình định mức 100 ml. Pha loãng bằng nước đến vạch 100 ml. Chuyển dung dịch chuẩn làm việc vào chai bảo quản phù hợp (6.6).

5.6 Dung dịch nội chuẩn, ví dụ yttri, indi hoặc stronti, $\rho = 1\ 000$ mg/L.

5.7 Hydro peroxide (H_2O_2), 30 % phần thể tích.

6 Thiết bị, dụng cụ

Làm sạch tất cả các dụng cụ bằng thủy tinh và chất dẻo, bao gồm bình phân hủy trong lò vi sóng, rửa kỹ bằng dung dịch acid nitric (5.3), tráng ba lần với nước (5.1) và để khô. Các dụng cụ thủy tinh và chất dẻo đã làm sạch được bảo quản trong môi trường không có bụi để đảm bảo tránh bị ô nhiễm khi sử dụng.

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

- 6.1 Cân phân tích**, có thể cân chính xác đến 1 mg, đọc được đến 0,1 mg.
- 6.2 Bình định mức một vạch**, dung tích danh định khác nhau, loại A phù hợp với TCVN 7153 (ISO 1042).
- 6.3 Pipet một vạch**, dung tích danh định khác nhau, phù hợp với yêu cầu của TCVN 7151 (ISO 648).
- 6.4 Micropipet**, có thể điều chỉnh được dung tích từ 0,100 ml đến 1,000 ml và từ 1 ml đến 5 ml, có đầu tip pipet bằng chất dẻo.
- 6.5 Bộ phân phối**, có thể phân phối từ 1 ml đến 10 ml.
- 6.6 Chai nhựa HDPE**, để bảo quản dung dịch chuẩn và dung dịch mẫu.
- 6.7 Lò phân hủy mẫu vi sóng điều áp**, có bộ điều khiển có thể lựa chọn hiệu suất nguồn vi sóng từ 0 W đến 1 800 W, có bộ điều khiển nhiệt độ, điều khiển áp suất và bộ phận làm nguội không khí, có gắn với các bình thích hợp dung tích 75 ml và có bán sẵn hoặc loại tương đương.
- 6.8 Thiết bị ICP-AES**
- Thiết bị phải được gắn tia plasma xuyên tâm như một yêu cầu tối thiểu. Plasma hướng trục có thể được chấp nhận tương đương. Khi cần tiến hành hiệu chỉnh nền. Cài đặt tối đa hóa các điều kiện làm việc [ví dụ: chiều cao quan sát, dòng khí, tần số radio (RF) hoặc nguồn plasma, tốc độ đưa mẫu vào, thời gian tích phân, số lần lặp lại] theo hướng dẫn của nhà sản xuất.
- 6.9 Nồi cách thủy**, có khả năng duy trì nhiệt độ từ $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến $40\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- 6.10 Dụng cụ nghiền thích hợp.**
- 6.11 Ống lấy mẫu.**
- 6.12 Buồng dạng ống.**
- 6.13 Ống phun khí đồng tâm.**

7 Lấy mẫu

Mẫu đại diện phải được gửi đến phòng thử nghiệm. Mẫu không bị hư hỏng hoặc thay đổi trong quá trình vận chuyển hoặc bảo quản. Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 6400 (ISO 707).

Bảo quản mẫu thử sao cho tránh bị hư hỏng và thay đổi các thành phần của mẫu.

8 Chuẩn bị mẫu thử

8.1 Sữa và whey

Đặt mẫu thử trong nồi cách thủy (6.9) ở 20 °C và trộn kỹ. Trong trường hợp mẫu sữa, nếu chất béo không phân tán đều thì làm ấm mẫu thử từ từ trong nồi cách thủy (6.9) ở 40 °C. Trộn đều bằng cách đảo chiều vật chứa mẫu. Khi mẫu được trộn kỹ, làm nguội nhanh trong nồi cách thủy (6.9) ở 20 °C.

8.2 Sữa bột, whey bột và thức ăn công thức dành cho trẻ sơ sinh

Chuyển mẫu thử vào vật chứa có dung tích gấp hai lần thể tích mẫu và có nắp đậy kín khí. Đậy ngay vật chứa. Trộn kỹ sữa bột bằng cách lắc và đảo chiều vật chứa nhiều lần.

8.3 Phomat

Loại bỏ cùi, các vết đốm hoặc lớp nấm mốc bề mặt của phomat, sao cho có được mẫu thử đại diện cho phần phomat ăn được. Nghiền mẫu thử bằng cách sử dụng dụng cụ nghiền (6.10). Trộn nhanh toàn bộ lượng mẫu và tốt nhất là nghiền nhanh mẫu thêm lần nữa.

Nếu mẫu thử không thể nghiền được (ví dụ: phomat mềm), thì trộn kỹ toàn bộ mẫu. Chuyển ngay mẫu đã xử lý sơ bộ hoặc phần mẫu đại diện, vào vật chứa có nắp đậy kín khí.

Phân tích mẫu thử càng sớm càng tốt sau khi nghiền. Không phân tích các mẫu phomat nghiền khi thấy có nấm mốc không mong muốn phát triển hoặc bắt đầu bị hư hỏng.

9 Cách tiến hành

9.1 Phân mẫu thử

9.1.1 Yêu cầu chung

Nếu cần kiểm tra yêu cầu về độ lặp lại, tiến hành hai phép xác định đơn lẻ trong cùng các điều kiện lặp lại.

CẢNH BÁO – Khi sử dụng hệ thống phân tích dưới áp lực (ví dụ: lò phân hủy mẫu vi sóng điều áp) thì cần đưa ra cảnh báo cụ thể để tránh mọi nguy cơ gây cháy nổ. Cần xem xét cụ thể về kích cỡ phần mẫu thử. Trong bình phân hủy dung tích 75 ml thì chỉ phân hủy lượng mẫu tối đa tương ứng với khối lượng chất khô là 1 g.

9.1.2 Sữa và whey

Cân 4 g mẫu thử đã chuẩn bị (8.1), chính xác đến 1 mg, cho vào bình của lò vi sóng (6.7) hoặc ống phân hủy.

9.1.3 Sữa bột, whey bột, thức ăn công thức, bơ và phomat

Cân 1 g mẫu thử đã chuẩn bị (8.2), hoặc 0,5 g bơ hoặc 0,5 g đến 0,8 g phomat (8.3), chính xác đến 1 mg, cho vào bình của lò vi sóng (6.7) để phân hủy bằng áp lực. Cân 0,4 g đến 0,5 g mẫu thử đã chuẩn bị (8.2), hoặc 0,3 g bơ hoặc 0,3 g phomat (8.3), chính xác đến 1 mg, cho vào ống phân hủy.

Nếu không đáp ứng tiêu chí về độ lặp của mẫu lại thì tiến hành bước đệm để giảm sự dao động về tính đồng nhất. Hòa tan 25 g bột trong 200 g nước và lấy một phần để phân tích.

9.1.4 Phép thử mẫu trắng

Tiến hành quy trình thử mẫu trắng song song với quy trình thử phần mẫu thử, sử dụng cùng một quy trình và cùng một lượng các thuốc thử được thêm vào, trong các bước phân hủy (9.2) và xác định phần mẫu thử (9.3).

Có thể thay đổi các lượng thêm vào.

9.2 Phân hủy chất hữu cơ

9.2.1 Phân hủy ướt

9.2.1.1 Yêu cầu chung

Có thể sử dụng lò phân hủy mẫu vi sóng điều áp (6.7) hoặc bất kỳ thiết bị thích hợp khác để phân hủy ướt.

9.2.1.2 Lò phân hủy mẫu vi sóng điều áp có chất nội chuẩn

Đặt bình chứa mẫu thử (9.1.2 hoặc 9.1.3) và mẫu trắng (9.1.4) vào tủ hút. Thêm 10 ml acid nitric (5.2) và 0,125 ml dung dịch nội chuẩn (5.6). Lắc nhẹ và chờ vài phút trước khi đặt bình. Đặt bình vào lò vi sóng (6.7). Áp dụng chương trình phân hủy bằng hệ thống điều áp nêu trong Bảng 2.

Bảng 2 – Chương trình phân hủy đối với lò phân hủy mẫu vi sóng điều áp

Bước	Công suất ban đầu W	Thời gian min	Nhiệt độ cuối cùng °C	Hệ thống làm mát
1	Tối đa 1 800	20	Từ 180 đến 200	Thấp
2	Tối đa 1 800	35	Từ 180 đến 200	Thấp
3	0	15	< 50	Cao

CHÚ THÍCH: Các thông số như loại thuốc thử và lượng thuốc thử được thêm vào, công suất lò vi sóng và thời gian phân hủy, có thể thay đổi theo loại mẫu và cỡ mẫu thử được phân tích.

9.3 Phép xác định

9.3.1 Chuẩn bị dung dịch thử

9.3.1.1 Phân hủy ướt bằng chất nội chuẩn

Làm nguội dung dịch phân hủy (9.2.1.2) đến nhiệt độ phòng đồng thời giảm áp suất không khí.

Thêm 0,5 ml hydro peroxide (5.7) vào tất cả các ống trừ ống đựng mẫu trắng, để trung hòa hơi nitric. Chuyển hết lượng chứa trong ống vào ống lấy mẫu. Pha loãng bằng nước đến 25 ml. Trộn kỹ. Nếu cần tiếp tục với quy trình pha loãng trong 9.3.1.2.

9.3.1.2 Pha loãng

Tùy thuộc loại mẫu thử và nguyên tố cần đo, pha loãng dung dịch thử (9.3.1.1) (hệ số pha loãng f_1), sử dụng micropipet (6.4) trong bình định mức một vạch (6.2) theo yêu cầu.

CHÚ THÍCH: Nồng độ acid nitric trong dung dịch thử sau khi pha loãng thường bằng nồng độ của dung dịch acid nitric (5.3).

9.3.2 Phép đo bằng ICP-AES

9.3.2.1 Yêu cầu chung

Thiết lập các đường phân tích, độ chọn lọc, giới hạn xác định và định lượng, độ chụm, khoảng làm việc tuyến tính và các chất gây nhiễu trước khi vận hành hệ thống ICP-AES.

Cài đặt máy đo phổ ở bước sóng yêu cầu phụ thuộc vào nguyên tố (chất phân tích) của phép xác định (xem Phụ lục B). Mỗi giá trị là trung bình từ ít nhất ba phép đo riêng rẽ của mẫu thử và dung dịch chuẩn. Các giá trị trung bình nằm trong dải chấp nhận.

CHÚ THÍCH: Có thể sử dụng dung dịch đệm ion hóa, nếu thích hợp.

9.3.2.2 Hiệu chuẩn

Thể tích và nồng độ tương ứng nêu trong Bảng 3 được đưa ra để hướng dẫn. Lựa chọn cả hai trong dải tuyến tính của thiết bị cụ thể được sử dụng (ở ít nhất năm nồng độ, bao gồm mức zero).

Dùng pipet (6.3 hoặc 6.4) chuyển các lượng dung dịch nêu trong Bảng 3 vào sáu bình định mức 100 ml (6.2) tương ứng. Pha loãng bằng nước đến vạch và trộn. Các dung dịch chuẩn thu được nêu trong Bảng 3.

Dung dịch chuẩn phải có cùng nồng độ acid nitric giống như của dung dịch mẫu thử sau khi pha loãng (9.3.1.2).

Bảng 3 – Sơ đồ dùng pipet đối với dung dịch chuẩn và nồng độ của từng nguyên tố

Pipet (ml)						Dung dịch nguyên tố	Nồng độ (mg/L)					
Số bình							Số bình					
1	2	3	4	5	6		1	2	3	4	5	6
0	1	2	3	4	5	Ca (5.4)	0	100	200	300	400	500
0	1	2	3	4	5	K (5.4)	0	100	200	300	400	500
0	1	2	3	4	5	P (5.4)	0	100	200	300	400	500
0	3	6	9	12	15	Na (5.4)	0	30	60	90	120	150
0	2	4	6	8	10	Mg (5.4)	0	20	40	60	80	100
0	1	2	3	4	5	Fe (5.5.2)	0	4	8	12	16	20
0	0,2	2	3	4	5	Cu (5.5.3)	0	0,1	1	1,5	2	2,5
						Mn (5.5.3)	0	0,1	1	1,5	2	2,5
						Zn (5.5.3)	0	0,4	4	6	8	10
40	40	40	40	40	40	HNO ₃ (5.3)						
0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	Chất nội chuẩn (5.6)						

9.3.2.3 Phương pháp ngoại chuẩn

Lấy riêng các dung dịch chuẩn (9.3.2.2) theo thứ tự tăng dần cho vào thiết bị plasma và đo độ phát xạ của nguyên tố cần xác định. Kết quả có hệ số tương quan phải lớn hơn 0,999 5.

9.3.2.4 Phép đo dung dịch thử

Thực hiện phép đo đối với dung dịch thử (9.3.1) ở bước sóng được chọn và đo phép thử mẫu trắng ngay sau phép đo hiệu chuẩn, trong cùng các điều kiện. Pha loãng dung dịch thử (hệ số pha loãng f_2) nếu tín hiệu cao hơn tín hiệu của chuẩn cao nhất có mức zero. Lập lại các phép đo. Để kiểm tra bất kỳ độ trôi nào của phép đo, thì tiến hành ít nhất một lần kiểm soát chất lượng mẫu kiểm tra đường chuẩn liên tục (QC-CCV, đạt $100 \pm$ trong khoảng 5 % kết quả danh định) mỗi lần 8 đến 10 mẫu đối với từng nguyên tố. Một số thiết bị có chất nội chuẩn được bổ sung để hiệu chỉnh độ trôi.

10 Tính và biểu thị kết quả

10.1 Tính kết quả

Tính hàm lượng nguyên tố, w , sử dụng Công thức (1) hoặc Công thức (2):

$$w_1 = \frac{\rho \times V}{m \times 1000} \times f_1 \times f_2$$

(1)

$$w_2 = \frac{\rho \times V}{m} \times f_1 \times f_2 \quad (2)$$

Trong đó:

w_1 là hàm lượng Ca, K, Mg, P hoặc Na của mẫu thử, sử dụng Công thức (1), tính bằng gam trên kilogam (g/kg);

w_2 là hàm lượng Cu, Fe, Mn hoặc Zn của mẫu thử sử dụng Công thức (2), tính bằng miligam trên kilogam (mg/kg);

ρ là nồng độ khối lượng nguyên tố của dung dịch thử (9.3.1), tính được bằng phần mềm của ICP-AES, biểu thị bằng miligam trên lít (mg/L);

V là thể tích của dung dịch phân hủy ($V = 25$ ml) đã được chuyển hết (9.3.1), tính bằng mililit (ml);

m là khối lượng của mẫu thử, sử dụng trong quy trình (9.1.2 hoặc 9.1.3), tính bằng gam (g);

f_1 là hệ số pha loãng của dung dịch thử đã tiến hành trong bước chuẩn bị (9.3.1.2);

f_2 là hệ số pha loãng của dung dịch thử đã tiến hành trong bước đo (9.3.2.4).

Chất nội chuẩn được hiệu chỉnh độ pha loãng. Mẫu trắng phải nằm trong dải giới hạn phát hiện. Nếu không nằm trong dải phát hiện thì hiệu chỉnh các nồng độ của dung dịch thử.

10.2 Biểu thị kết quả

Biểu thị kết quả thử nghiệm đến ba chữ số có nghĩa.

11 Độ chụm

11.1 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 thử nghiệm biểu thị mức xác suất 95 % và có thể không áp dụng cho các dải nồng độ phân tích và/hoặc nền mẫu khác với dải nồng độ và nền mẫu nêu trong Phụ lục A.

11.2 Độ lặp lại

Các kết quả của phương pháp được dự kiến có hệ số biến thiên lặp lại, $C_{v,r}$ là 5 % hoặc thấp hơn theo quy định trong các yêu cầu tiến hành của phương pháp chuẩn (SMPR). Độ lặp lại tổng thể xem Bảng A.1 và chi tiết về hiệu năng xem Phụ lục A, tương ứng, đối với calci, đồng, sắt, maggesi, mangan,

phosphor, kali, natri và kẽm.

11.3 Độ tái lập

Các kết quả của phương pháp được dự kiến có hệ số biến thiên tái lập, $C_{v,R}$ là 10 % hoặc thấp hơn theo quy định trong SMPR (≤ 16 % đối với Mn và Cu). Độ tái lập tổng thể xem Bảng A.1 và chi tiết về hiệu năng xem Phụ lục A, tương ứng, đối với calci, đồng, sắt, magesi, mangan, phosphor, kali, natri và kẽm.

12 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm các thông tin sau:

- a) mọi thông tin cần thiết để nhận biết mẫu thử (loại mẫu, nguồn gốc và ký hiệu mẫu);
- b) viện dẫn tiêu chuẩn này;
- c) ngày và loại quy trình lấy mẫu (nếu biết);
- d) ngày nhận mẫu;
- e) ngày thử nghiệm;
- f) các kết quả thử nghiệm và đơn vị biểu thị kết quả;
- g) mọi điều kiện thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc được xem là tùy chọn có thể ảnh hưởng đến kết quả.

Phụ lục A

(tham khảo)

Dữ liệu về độ chụm

Dữ liệu nêu trong Bảng A.1 đến Bảng A.18 thu được từ nghiên cứu liên phòng thử nghiệm quốc tế, tổ chức năm 2016 phù hợp với TCVN 6910-2 (ISO 5725-2) và Thỏa thuận hài hòa AOAC-IUPAC đối với các quy trình nghiên cứu cộng tác để đánh giá các đặc tính độ chụm của phương pháp phân tích [3]. Các nghiên cứu được thực hiện dựa trên các yêu cầu nêu trong Tài liệu tham khảo [4].

Bảng A.1 – Dữ liệu về độ chụm đối với calci trong sữa và sản phẩm sữa

Mẫu	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g
Năm thử nghiệm liên phòng	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Số lượng phòng thử nghiệm	14	13	13	13	13	13	13
Số phòng thử không tuân thủ	2	2	2	2	2	2	2
Số phòng thử nghiệm ngoại lệ	0	0	1	2	0	4	0
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	12	11	10	9	11	7	11
Số kết quả chấp nhận được	24	22	20	18	22	14	20
Giá trị trung bình, mg/100 g	530	116	105	709	689	19,8	494
Độ lệch chuẩn lặp lại, s _r , mg/100 g	12,7	2,89	3,45	10,3	33,5	0,42	8,37
Độ lệch chuẩn tái lập, S _R , mg/100 g	24,7	6,77	8,61	23,7	37,8	1,62	19,2
Hệ số biến thiên lặp lại, C _{V,r} , %	2,40	2,48	3,28	1,45	4,86	2,1	1,69
Hệ số biến thiên tái lập, C _{V,R} , %	4,65	5,82	8,19	3,3	5,49	8,2	3,88
Giá trị HorRat	1,06	1,05	1,46	0,79	1,30	1,14	0,87
^a SRM 1849a, ^b sữa nguyên chất, ^c sữa bột nguyên chất, ^d whey bột, ^e protein whey cô đặc, ^f bơ, ^g phomat. CHÚ THÍCH 1: Các kết quả của SRM 1849a, sữa nguyên chất, whey bột, protein whey cô đặc, bơ và phomat, được biểu thị bằng mg/100 g. Kết quả của sữa bột nguyên chất được biểu thị bằng mg/100 g sản phẩm cuối cùng đã hoàn nguyên. CHÚ THÍCH 2: SRM 1849a, là tên thương mại của sản phẩm được NIST cung cấp. Thông tin này đưa ra tạo thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn này và không ấn định sử dụng chúng. Có thể sử dụng các sản phẩm tương tự nếu cho cùng các kết quả.							

Bảng A.2 – Dữ liệu về độ chụm đối với đồng trong sữa và sản phẩm sữa

Mẫu	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g
Năm thử nghiệm liên phòng	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Số lượng phòng thử nghiệm	14	13	13	13	13	13	13
Số phòng thử không tuân thủ	2	4	3	4	2	7	3
Số phòng thử nghiệm ngoại lệ	0	2	0	0	0	0	1
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	12	7	10	9	11	6	9
Số kết quả chấp nhận được	24	14	20	18	22	12	18
Giá trị trung bình, mg/100 g	1,95	0,007	0,006	0,049	0,122	0,023	0,054
Độ lệch chuẩn lặp lại, s _r , mg/100 g	0,053	0,000	0,001	0,004	0,008	–	0,004
Độ lệch chuẩn tái lập, s _R , mg/100 g	0,099	0,005	0,004	0,024	0,025	–	0,030
Hệ số biến thiên lặp lại, C _{v,r} , %	2,71	4,1	20,7	8,40	6,24	–	7,6
Hệ số biến thiên tái lập, C _{v,R} , %	5,09	78,2	71,3	48,5	20,7	–	56,1
Giá trị HorRat	0,50	3,27	2,91	2,72	1,33	–	3,20
^a SRM 1849a, ^b Sữa nguyên chất, ^c sữa bột nguyên chất, ^d whey bột, ^e protein whey cô đặc, ^f bơ, ^g phomat. CHÚ THÍCH: Các kết quả của SRM 1849a, sữa nguyên chất, whey bột, protein whey cô đặc, bơ và phomat, được biểu thị bằng mg/100 g. Kết quả của sữa bột nguyên chất được biểu thị bằng mg/100 g sản phẩm cuối cùng đã hoàn nguyên.							

Bảng A.3 – Dữ liệu về độ chụm đối với sắt trong sữa và sản phẩm sữa

Mẫu	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g
Năm thử nghiệm liên phòng	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Số lượng phòng thử nghiệm	14	13	13	13	13	13	13
Số phòng thử không tuân thủ	2	6	6	4	4	8	5
Số phòng thử nghiệm ngoại lệ	0	2	0	0	2	1	3
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	12	5	7	9	7	4	5
Số kết quả chấp nhận được	24	10	14	18	14	8	10
Giá trị trung bình, mg/100 g	17,4	0,016	0,033	0,338	0,662	0,030	0,174
Độ lệch chuẩn lặp lại, s _r , mg/100 g	0,23	0,00	0,01	0,13	0,021	–	0,02
Độ lệch chuẩn tái lập, s _R , mg/100 g	0,75	0,01	0,02	0,20	0,11	–	0,03
Hệ số biến thiên lặp lại, C _{v,r} , %	1,30	16	21	37,0	3,13	–	10
Hệ số biến thiên tái lập, C _{v,R} , %	4,34	35	49	59	16,3	–	20
Giá trị HorRat	0,59	1,69	2,58	4,40	1,35	–	1,34
^a SRM 1849a, ^b Sữa nguyên chất, ^c sữa bột nguyên chất, ^d whey bột, ^e protein whey cô đặc, ^f bơ, ^g phomat. CHÚ THÍCH: Các kết quả của SRM 1849a, sữa nguyên chất, whey bột, protein whey cô đặc, bơ và phomat, được biểu thị bằng mg/100 g. Kết quả của sữa bột nguyên chất được biểu thị bằng mg/100 g sản phẩm cuối cùng đã hoàn nguyên.							

Bảng A.4 – Dữ liệu về độ chụm đối với kali trong sữa và sản phẩm sữa

Mẫu	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g
Năm thử nghiệm liên phòng	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Số lượng phòng thử nghiệm	14	13	13	13	13	13	13
Số phòng thử không tuân thủ	2	2	2	2	2	2	3
Số phòng thử nghiệm ngoại lệ	0	0	0	0	0	1	0
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	12	11	11	11	11	10	10
Số kết quả chấp nhận được	24	22	22	22	22	20	20
Giá trị trung bình, mg/100 g	932	157	130	1 868	788	40,7	98,7
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , mg/100 g	36,9	3,64	1,63	23,5	10,6	2,9	1,59
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R , mg/100 g	42,1	10,2	9,73	287	57,6	8,8	7,5
Hệ số biến thiên lặp lại, $C_{v,r}$, %	3,96	2,32	1,25	1,26	1,34	7,2	1,61
Hệ số biến thiên tái lập, $C_{v,R}$, %	4,52	6,49	7,46	15,4	7,30	21,6	7,6
Giá trị HorRat	1,12	1,23	1,37	4,22	1,76	3,34	1,34
^a SRM 1849a, ^b Sữa nguyên chất, ^c sữa bột nguyên chất, ^d whey bột, ^e protein whey cô đặc, ^f bơ, ^g phomat. CHÚ THÍCH: Các kết quả của SRM 1849a, sữa nguyên chất, whey bột, protein whey cô đặc, bơ và phomat, được biểu thị bằng mg/100 g. Kết quả của sữa bột nguyên chất được biểu thị bằng mg/100 g sản phẩm cuối cùng đã hoàn nguyên.							

Bảng A.5 – Dữ liệu về độ chụm đối với maginesi trong sữa và sản phẩm sữa

Mẫu	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g
Năm thử nghiệm liên phòng	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Số lượng phòng thử nghiệm	14	13	13	13	13	13	13
Số phòng thử không tuân thủ	2	2	2	2	2	4	3
Số phòng thử nghiệm ngoại lệ	0	0	0	2	0	0	1
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	12	11	11	9	11	9	9
Số kết quả chấp nhận được	24	22	22	18	22	18	18
Giá trị trung bình, mg/100 g	163	10,2	9,24	202	73,4	1,94	19,9
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , mg/100 g	2,95	0,3	0,352	3,13	0,815	0,164	0,511
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R , mg/100 g	5,68	0,9	0,873	9,1	3,61	0,537	1,72
Hệ số biến thiên lặp lại, $C_{v,r}$, %	1,81	2	3,81	1,55	1,11	8,5	2,57
Hệ số biến thiên tái lập, $C_{v,R}$, %	3,48	9	9,44	4,5	4,92	27,7	8,7
Giá trị HorRat	0,66	1,08	1,17	0,88	0,83	2,71	1,20
^a SRM 1849a, ^b Sữa nguyên chất, ^c sữa bột nguyên chất, ^d whey bột, ^e protein whey cô đặc, ^f bơ, ^g phomat. CHÚ THÍCH: Các kết quả của SRM 1849a, sữa nguyên chất, whey bột, protein whey cô đặc, bơ và phomat, được biểu thị bằng mg/100 g. Kết quả của sữa bột nguyên chất được biểu thị bằng mg/100 g sản phẩm cuối cùng đã hoàn nguyên.							

Bảng A.6 – Dữ liệu về độ chụm đối với mangan trong sữa và sản phẩm sữa

Mẫu	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g
Năm thử nghiệm liên phòng	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Số lượng phòng thử nghiệm	14	13	13	13	13	13	13
Số phòng thử không tuân thủ	2	4	4	5	5	8	5
Số phòng thử nghiệm ngoại lệ	0	3	2	1	2	2	1
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	12	6	7	7	6	3	7
Số kết quả chấp nhận được	24	12	14	14	12	6	14
Giá trị trung bình, mg/100 g	4,89	0,002	0,002	0,009	0,009	0,001 0	0,013
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , mg/100 g	0,088	–	0,000	0,004	–	–	0,002
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R , mg/100 g	0,221	–	0,001	0,005	–	–	0,005
Hệ số biến thiên lặp lại, $C_{v,r}$, %	1,81	–	3,3	38	–	–	11,531
Hệ số biến thiên tái lập, $C_{v,R}$, %	4,51	–	42,5	50	–	–	39,447
Giá trị HorRat	0,51	–	1,49	2,20	–	–	1,824

^a SRM 1849a, ^b Sữa nguyên chất, ^c sữa bột nguyên chất, ^d whey bột, ^e protein whey cô đặc, ^f bơ, ^g phomat.

CHÚ THÍCH: Các kết quả của SRM 1849a, sữa nguyên chất, whey bột, protein whey cô đặc, bơ và phomat, được biểu thị bằng mg/100 g. Kết quả của sữa bột nguyên chất được biểu thị bằng mg/100 g sản phẩm cuối cùng đã hoàn nguyên.

Bảng A.7 – Dữ liệu về độ chụm đối với natri trong sữa và sản phẩm sữa

Mẫu	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g
Năm thử nghiệm liên phòng	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Số lượng phòng thử nghiệm	14	13	13	13	13	13	13
Số phòng thử không tuân thủ	2	2	2	2	2	2	3
Số phòng thử nghiệm ngoại lệ	0	0	0	2	0	1	0
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	12	11	11	9	11	10	10
Số kết quả chấp nhận được	22	22	22	18	22	20	20
Giá trị trung bình, mg/100 g	427	36,7	33,5	933	261	243	972
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , mg/100 g	7,6	0,93	0,575	42,3	5,50	7,7	14,1
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R , mg/100 g	10,9	1,99	2,42	54	13,2	14,1	83,4
Hệ số biến thiên lặp lại, $C_{v,r}$, %	1,78	2,54	1,72	4,54	2,11	3,2	1,46
Hệ số biến thiên tái lập, $C_{v,R}$, %	2,54	5,43	7,24	5,7	5,04	5,8	8,59
Giá trị HorRat	0,56	0,83	1,09	1,42	1,03	1,17	2,14

^a SRM 1849a, ^b Sữa nguyên chất, ^c sữa bột nguyên chất, ^d whey bột, ^e protein whey cô đặc, ^f bơ, ^g phomat.

CHÚ THÍCH: Các kết quả của SRM 1849a, sữa nguyên chất, whey bột, protein whey cô đặc, bơ và phomat, được biểu thị bằng mg/100 g. Kết quả của sữa bột nguyên chất được biểu thị bằng mg/100 g sản phẩm cuối cùng đã hoàn nguyên.

Bảng A.8 – Dữ liệu về độ chụm đối với phosphor trong sữa và sản phẩm sữa

Mẫu	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g
Năm thử nghiệm liên phòng	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Số lượng phòng thử nghiệm	13	12	12	12	12	12	12
Số phòng thử không tuân thủ	2	2	2	2	2	2	3
Số phòng thử nghiệm ngoại lệ	0	0	1	2	0	1	0
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	11	10	9	8	10	9	9
Số kết quả chấp nhận được	22	20	13	16	20	18	18
Giá trị trung bình, mg/100 g	401	94,6	85,8	991	501	25,4	827
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , mg/100 g	11,8	2,82	2,33	12,9	9,01	0,92	16,5
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R , mg/100 g	18,5	3,89	5,38	56	20,9	2,56	59,0
Hệ số biến thiên lặp lại, $C_{v,r}$, %	2,94	2,98	2,72	1,30	1,80	3,63	1,99
Hệ số biến thiên tái lập, $C_{v,R}$, %	4,62	4,11	6,27	5,7	4,17	10,1	7,13
Giá trị HorRat	1,01	0,72	1,08	1,42	0,94	1,45	1,73
^a SRM 1849a, ^b Sữa nguyên chất, ^c sữa bột nguyên chất, ^d whey bột, ^e protein whey cô đặc, ^f bơ, ^g phomat. CHÚ THÍCH: Các kết quả của SRM 1849a, sữa nguyên chất, whey bột, protein whey cô đặc, bơ và phomat, được biểu thị bằng mg/100 g. Kết quả của sữa bột nguyên chất được biểu thị bằng mg/100 g sản phẩm cuối cùng đã hoàn nguyên.							

Bảng A.9 – Dữ liệu về độ chụm đối với kẽm trong sữa và sản phẩm sữa

Mẫu	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g
Năm thử nghiệm liên phòng	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Số lượng phòng thử nghiệm	14	13	13	13	13	13	13
Số phòng thử không tuân thủ	2	2	2	2	2	5	3
Số phòng thử nghiệm ngoại lệ	0	2	1	2	2	2	1
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	12	9	10	9	9	6	9
Số kết quả chấp nhận được	24	20	20	18	18	12	18
Giá trị trung bình, mg/100 g	15,2	0,375	0,357	0,127	0,788	0,066	2,4
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , mg/100 g	0,559	0,013	0,011	0,008	0,021	–	0,1
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R , mg/100 g	0,80	0,020	0,029	0,086	0,089	–	0,1
Hệ số biến thiên lặp lại, $C_{v,r}$, %	3,69	3,57	3,04	6,1	2,63	–	2,4
Hệ số biến thiên tái lập, $C_{v,R}$, %	5,26	5,27	8,17	67,2	11,3	–	4,8
Giá trị HorRat	0,70	0,40	0,62	4,36	0,96	–	0,48
^a SRM 1849a, ^b Sữa nguyên chất, ^c sữa bột nguyên chất, ^d whey bột, ^e protein whey cô đặc, ^f bơ, ^g phomat. CHÚ THÍCH: Các kết quả của SRM 1849a, sữa nguyên chất, whey bột, protein whey cô đặc, bơ và phomat, được biểu thị bằng mg/100 g. Kết quả của sữa bột nguyên chất được biểu thị bằng mg/100 g sản phẩm cuối cùng đã hoàn nguyên.							

Bảng A.10 – Dữ liệu độ chụm đối với calci trong thức ăn công thức dành cho trẻ sơ sinh và sản phẩm dinh dưỡng dành cho người lớn

Mẫu	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g	8 ^h	9 ⁱ	10 ^j	11 ^k	12 ^l	13 ^m	14 ⁿ	15 ^o	16 ^p	17 ^q	18 ^r	19 ^s
Năm thử nghiệm liên phòng	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Số lượng phòng thử nghiệm	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	13	14	14	14	14	14	14	14
Số phòng thử không tuân thủ	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
Số phòng thử nghiệm ngoại lệ	0	0	1	0	0	0	0	0	1	1	0	1	1	0	0	0	0	0	0
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	12	12	11	12	12	12	12	12	11	11	12	10	11	12	12	12	12	12	12
Số kết quả chấp nhận được	24	24	22	24	24	24	24	24	22	22	24	20	22	24	24	24	24	24	24
Giá trị trung bình, mg/100 g	530	34,6	55,5	14,5	99	7,44	34,4	49,5	38,2	68,9	63,2	45,7	69,5	36,7	58,0	74,4	48,9	30,3	65,9
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , mg/100 g	12,7	1,48	5,1	0,3	7,2	0,167	0,91	2,33	0,98	2,7	1,34	0,4	2,22	0,774	2,18	2,84	4,14	0,63	1,57
Độ lệch tái lập, s_R , mg/100 g	24,7	2,49	15,4	0,8	10,2	1,102	2,57	5,27	2,93	6,5	5,18	3,8	5,52	2,72	4,59	5,81	6,32	1,08	4,73
Hệ số biến thiên lặp lại, $C_{V,r}$, %	2,40	4,29	9,3	2,2	7,3	2,25	2,64	4,70	2,56	3,9	2,13	0,9	3,20	2,11	3,76	3,81	8,46	2,08	2,38
Hệ số biến thiên tái lập, $C_{V,R}$, %	4,65	7,20	27,8	5,3	10,3	14,8	7,47	10,6	7,7	9,5	8,20	8,4	7,9	7,42	7,92	7,8	12,9	3,56	7,17
Giá trị HorRat	1,06	1,09	4,50	0,70	1,82	1,77	1,12	1,69	1,17	1,58	1,35	1,32	1,33	1,13	1,29	1,32	2,05	0,53	1,19

^a SRM NIST 1849a, ^b Bột chứa hàm lượng chất béo thấp dành cho người lớn, ^c Sản phẩm uống liền chứa hàm lượng chất béo cao dành cho người lớn, ^d Sản phẩm uống liền chứa hàm lượng chất béo cao dành cho người lớn - giả được, ^e Sản phẩm uống liền chứa hàm lượng protein cao dành cho người lớn, ^f Sản phẩm uống liền chứa hàm lượng protein cao dành cho người lớn - giả được, ^g Sữa bột dành cho trẻ nhỏ - giả được, ^h Sữa bột dành cho trẻ nhỏ, ⁱ Bột illuma dành cho trẻ nhỏ, ^j Bột elemental (sản phẩm chứa acid amin tự do không có peptid) dành cho trẻ sơ sinh, ^k Bột elemental dành cho trẻ sơ sinh - giả được, ^l Sữa bột PH dành cho trẻ sơ sinh, ^m Bột đậu nành PH dành cho trẻ sơ sinh, ⁿ Bột fructo-oligosaccharit (FOS) và galacto-oligosaccharit (GOS) dành cho trẻ sơ sinh, ^o Sữa bột dành cho trẻ sơ sinh, ^p Bột đậu nành dành cho trẻ sơ sinh, ^q Sữa uống liền dành cho trẻ sơ sinh, ^r Sản phẩm uống liền dành cho trẻ sơ sinh - giả được, ^s Bột ăn dặm.

CHÚ THÍCH: Các kết quả được biểu thị bằng mg/100 g sản phẩm cuối cùng đã hoàn nguyên (dạng lỏng "uống liền"; dạng bột hoàn nguyên (25 g trong 200 g nước); dạng lỏng sệt được pha loãng theo tỷ lệ 1:1 theo khối lượng). SRM 1849a được biểu thị bằng mg/100 g sản phẩm.

Bảng A.11 – Dữ liệu độ chụm đối với đồng

Mẫu	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g	8 ^h	9 ⁱ	10 ^j	11 ^k	12 ^l	13 ^m	14 ⁿ	15 ^o	16 ^p	17 ^q	18 ^r	19 ^s
Năm thử nghiệm liên phòng	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Số lượng phòng thử nghiệm	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14
Số phòng thử không tuân thủ	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	6	3	2	2	2	2	2	2	2
Số phòng thử nghiệm ngoại lệ	0	0	0	0	0	0	1	0	0	1	0	1	0	0	1	0	1	2	0
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	12	12	12	12	12	12	11	12	12	11	8	10	12	12	11	12	11	10	12
Số kết quả chấp nhận được	24	24	24	24	24	24	22	24	24	22	16	20	24	24	22	24	22	20	24
Giá trị trung bình, mg/100 g	1,95	0,071	0,239	0,009 1	0,184	0,010 8	0,006 5	0,111	0,046	0,082	0,003 9	0,056	0,063	0,047	0,061	0,068	0,046	0,003 6	0,029
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , mg/100 g	0,053	0,002	0,004	0,002	0,006	0,001	0,001	0,005	0,003	0,003	0,001	0,001	0,004	0,002	0,002	0,004	0,001	0,001	0,002
Độ lệch tái lập, s_R , mg/100 g	0,099	0,007	0,018	0,004	0,016	0,005	0,002	0,010	0,005	0,007	0,004	0,005	0,006	0,004	0,008	0,006	0,004	0,003	0,003
Hệ số biến thiên lặp lại, $C_{v,r}$, %	2,71	2,57	1,82	20	3,37	6	10,37	4,21	7,52	3,84	25,9	1,73	5,82	4,07	2,71	5,16	2,34	32,9	5,25
Hệ số biến thiên tái lập, $C_{v,R}$, %	5,09	9,97	7,51	39	8,7	50	27,4	9,0	10,1	8,2	95	8,1	9,1	9,18	12,30	8,12	9,1	71	11,3
Giá trị HorRat	0,50	0,59	0,54	1,71	0,60	2,23	1,13	0,57	0,56	0,49	3,66	0,47	0,53	0,51	0,71	0,48	0,51	2,68	0,59
^a SRM NIST 1849a, ^b Bột chứa hàm lượng chất béo thấp dành cho người lớn, ^c Sản phẩm uống liền chứa hàm lượng chất béo cao dành cho người lớn, ^d Sản phẩm uống liền chứa hàm lượng chất béo cao dành cho người lớn - giả được, ^e Sản phẩm uống liền chứa hàm lượng protein cao dành cho người lớn, ^f Sản phẩm uống liền chứa hàm lượng protein cao dành cho người lớn - giả được, ^g Sữa bột dành cho trẻ nhỏ - giả được, ^h Sữa bột dành cho trẻ nhỏ, ⁱ Bột illuma dành cho trẻ nhỏ, ^j Bột elemental dành cho trẻ sơ sinh, ^k Bột elemental dành cho trẻ sơ sinh - giả được, ^l Sữa bột PH dành cho trẻ sơ sinh, ^m Bột đậu nành PH dành cho trẻ sơ sinh, ⁿ Bột FOS-GOS dành cho trẻ sơ sinh, ^o Sữa bột dành cho trẻ sơ sinh, ^p Bột đậu nành dành cho trẻ sơ sinh, ^q Sữa uống liền dành cho trẻ sơ sinh, ^r Sản phẩm uống liền dành cho trẻ sơ sinh - giả được, ^s Bột ăn dặm.																			
CHÚ THÍCH: Các kết quả được biểu thị bằng mg/100 g sản phẩm cuối cùng đã hoàn nguyên (dạng lỏng "uống liền"; dạng bột hoàn nguyên (25 g trong 200 g nước); dạng lỏng sệt được pha loãng theo tỷ lệ 1:1 theo khối lượng). SRM 1849a được biểu thị bằng mg/100 g sản phẩm.																			

Bảng A.12 – Dữ liệu độ chụm đối với sắt

Mẫu	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g	8 ^h	9 ⁱ	10 ^j	11 ^k	12 ^l	13 ^m	14 ⁿ	15 ^o	16 ^p	17 ^q	18 ^r	19 ^s
Năm thử nghiệm liên phòng	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Số lượng phòng thử nghiệm	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14
Số phòng thử không tuân thủ	2	2	2	2	2	2	5	2	2	2	6	3	2	2	2	2	2	6	2
Số phòng thử nghiệm ngoại lệ	0	1	0	1	0	2	3	1	1	2	2	1	1	0	1	1	0	3	1
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	12	11	12	11	12	10	6	11	11	10	6	10	11	12	11	11	12	5	11
Số kết quả chấp nhận được	24	22	24	22	24	20	12	22	22	20	12	20	22	24	22	22	24	10	22
Giá trị trung bình, mg/100 g	17,4	0,615	2,43	0,454	2,05	0,489	0,044	1,17	0,724	1,132	0,028	1,008	1,23	0,543	1,24	1,26	1,35	0,018	0,808
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , mg/100 g	0,227	0,015	0,190	0,074	0,126	0,040	0,001	0,048	0,026	0,053	0,001	0,015	0,035	0,014	0,042	0,048	0,027	0,002	0,019
Độ lệch tái lập, $s_{R,r}$, mg/100 g	0,755	0,058	0,312	0,141	0,169	0,075	0,006	0,093	0,104	0,066	0,003	0,101	0,081	0,082	0,084	0,081	0,107	0,003	0,096
Hệ số biến thiên lặp lại, $C_{v,r}$, %	1,30	2,41	7,81	16,2	6,14	8,2	3,3	4,11	3,61	4,7	2,8	1,45	2,88	2,58	3,42	3,81	2,0	12,3	2,38
Hệ số biến thiên tái lập, $C_{v,R}$, %	4,34	9,44	12,8	31	8,26	15	15	8,0	14,3	5,8	12	9,97	6,6	15,0	6,81	6,48	7,9	17	11,9
Giá trị HorRat	0,59	0,78	1,30	2,44	0,81	1,22	0,81	0,72	1,21	0,52	0,608	0,88	0,60	1,21	0,82	0,59	0,73	0,82	1,02

^a SRM NIST 1849a, ^b Bột chứa hàm lượng chất béo thấp dành cho người lớn, ^c Sản phẩm uống liền chứa hàm lượng chất béo cao dành cho người lớn, ^d Sản phẩm uống liền chứa hàm lượng chất béo cao dành cho người lớn - giả được, ^e Sản phẩm uống liền chứa hàm lượng protein cao dành cho người lớn, ^f Sản phẩm uống liền chứa hàm lượng protein cao dành cho người lớn - giả được, ^g Sữa bột dành cho trẻ nhỏ - giả được, ^h Sữa bột dành cho trẻ nhỏ, ⁱ Bột illuma dành cho trẻ nhỏ, ^j Bột elemental dành cho trẻ sơ sinh, ^k Bột elemental dành cho trẻ sơ sinh - giả được, ^l Sữa bột PH dành cho trẻ sơ sinh, ^m Bột đậu nành PH dành cho trẻ sơ sinh, ⁿ Bột FOS-GOS dành cho trẻ sơ sinh, ^o Sữa bột dành cho trẻ sơ sinh, ^p Bột đậu nành dành cho trẻ sơ sinh, ^q Sữa uống liền dành cho trẻ sơ sinh, ^r Sản phẩm uống liền dành cho trẻ sơ sinh - giả được, ^s Bột ăn dặm.

CHÚ THÍCH: Các kết quả được biểu thị bằng mg/100 g sản phẩm cuối cùng đã hoàn nguyên (dạng lỏng "uống liền"; dạng bột hoàn nguyên (25 g trong 200 g nước); dạng lỏng sệt được pha loãng theo tỷ lệ 1:1 theo khối lượng). SRM 1849a được biểu thị bằng mg/100 g sản phẩm

Bảng A.13 – Dữ liệu độ chụm đối với kali

Mẫu	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g	8 ^h	9 ⁱ	10 ^j	11 ^k	12 ^l	13 ^m	14 ⁿ	15 ^o	16 ^p	17 ^q	18 ^r	19 ^s
Năm thử nghiệm liên phòng	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Số lượng phòng thử nghiệm	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14
Số phòng thử không tuân thủ	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	3	2	2	2	2	2	2	2
Số phòng thử nghiệm ngoại lệ	0	0	0	0	0	0	1	0	0	2	0	1	0	0	0	0	0	0	0
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	12	12	12	12	12	12	11	12	12	10	12	10	12	12	12	12	12	12	12
Số kết quả chấp nhận được	24	24	24	24	24	24	22	24	24	20	24	20	24	24	24	24	24	24	24
Giá trị trung bình, mg/100 g	932	44,0	222	177	150	98	7,64	69,7	55,1	84,9	86,4	67,5	78,3	48,3	76,1	82,7	81,4	61,4	136
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , mg/100 g	36,9	0,73	4,97	4	2,91	1,60	0,329	3,59	1,53	1,3	1,82	0,9	2,04	0,783	2,66	2,46	0,859	2,56	2,41
Độ lệch tái lập, S_R , mg/100 g	42,1	2,60	9,3	8	5,27	4,47	0,82	6,06	3,49	4,73	7,20	4,5	4,26	2,79	5,09	5,38	4,59	2,70	9,2
Hệ số biến thiên lặp lại, $C_{V,r}$, %	3,96	1,65	2,24	2,2	1,93	1,62	4,31	5,16	2,79	1,5	2,10	1,3	2,61	1,62	3,50	2,98	1,055	4,18	1,77
Hệ số biến thiên tái lập, $C_{V,R}$, %	4,52	5,90	4,18	4,6	3,50	4,54	10,7	8,7	6,33	5,6	8,33	6,6	5,44	5,78	6,7	6,5	5,63	4,39	6,7
Giá trị HorRat	1,12	0,92	0,83	0,89	0,66	0,80	1,28	1,46	1,02	0,96	1,44	1,11	0,93	0,92	1,14	1,12	0,97	0,72	1,25
^a SRM NIST 1849a, ^b Bột chứa hàm lượng chất béo thấp dành cho người lớn, ^c Sản phẩm uống liền chứa hàm lượng chất béo cao dành cho người lớn, ^d Sản phẩm uống liền chứa hàm lượng chất béo cao dành cho người lớn - giả được, ^e Sản phẩm uống liền chứa hàm lượng protein cao dành cho người lớn, ^f Sản phẩm uống liền chứa hàm lượng protein cao dành cho người lớn - giả được, ^g Sữa bột dành cho trẻ nhỏ - giả được, ^h Sữa bột dành cho trẻ nhỏ, ⁱ Bột illumina dành cho trẻ nhỏ, ^j Bột elemental dành cho trẻ sơ sinh, ^k Bột elemental dành cho trẻ sơ sinh - giả được, ^l Sữa bột PH dành cho trẻ sơ sinh, ^m Bột đậu nành PH dành cho trẻ sơ sinh, ⁿ Bột FOS-GOS dành cho trẻ sơ sinh, ^o Sữa bột dành cho trẻ sơ sinh, ^p Bột đậu nành dành cho trẻ sơ sinh, ^q Sữa uống liền dành cho trẻ sơ sinh, ^r Sản phẩm uống liền dành cho trẻ sơ sinh - giả được, ^s Bột ăn dặm.																			
CHÚ THÍCH: Các kết quả được biểu thị bằng mg/100 g sản phẩm cuối cùng đã hoàn nguyên (dạng lỏng "uống liền"; dạng bột hoàn nguyên (25 g trong 200 g nước); dạng lỏng sệt được pha loãng theo tỷ lệ 1:1 theo khối lượng). SRM 1849a được biểu thị bằng mg/100 g sản phẩm.																			

Bảng A.14 – Dữ liệu độ chụm đối với magnesi

Mẫu	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g	8 ^h	9 ⁱ	10 ^j	11 ^k	12 ^l	13 ^m	14 ⁿ	15 ^o	16 ^p	17 ^q	18 ^r	19 ^s
Năm thử nghiệm liên phòng	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Số lượng phòng thử nghiệm	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14
Số phòng thử không tuân thủ	2	2	2	2	2	3	2	2	2	2	2	4	2	2	2	2	2	2	2
Số phòng thử nghiệm ngoại lệ	0	0	0	1	0	2	1	0	2	1	2	2	1	2	2	0	1	2	0
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	12	12	12	11	12	9	11	12	10	11	10	8	11	10	10	12	11	10	12
Số kết quả chấp nhận được	24	24	24	22	24	18	22	24	20	22	20	16	22	20	20	24	22	20	24
Giá trị trung bình, mg/100 g	163	13,1	39,5	1,97	32,8	1,68	1,86	9,34	5,37	5,13	5,07	4,30	6,54	4,54	5,01	8,07	6,25	3,33	5,96
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , mg/100 g	2,95	0,218	0,515	0,05	0,67	0,019	0,033	0,347	0,107	0,19	0,080	0,052	0,087	0,105	0,115	0,240	0,177	0,062	0,064
Độ lệch tái lập, s_R , mg/100 g	5,68	1,001	1,80	0,33	1,40	0,141	0,247	0,875	0,283	0,623	0,264	0,221	0,651	0,263	0,277	0,732	0,453	0,249	0,580
Hệ số biến thiên lặp lại, $C_{v,r}$, %	1,81	1,67	1,30	2,8	2,03	1,1	1,75	3,72	1,99	3,6	1,58	1,20	1,34	2,32	2,30	2,98	2,84	1,86	1,07
Hệ số biến thiên tái lập, $C_{v,R}$, %	3,48	7,65	4,56	16,9	4,26	8,4	13,29	9,37	5,27	12,1	5,22	5,14	9,95	5,80	5,54	9,07	7,24	7,5	9,74
Giá trị HorRat	0,66	1,00	0,70	1,66	0,64	0,80	1,29	1,16	0,60	1,37	0,59	0,57	1,17	0,64	0,62	1,10	0,84	0,79	1,13

^a SRM NIST 1849a, ^b Bột chứa hàm lượng chất béo thấp dành cho người lớn, ^c Sản phẩm uống liền chứa hàm lượng chất béo cao dành cho người lớn, ^d Sản phẩm uống liền chứa hàm lượng chất béo cao dành cho người lớn - giả dược, ^e Sản phẩm uống liền chứa hàm lượng protein cao dành cho người lớn, ^f Sản phẩm uống liền chứa hàm lượng protein cao dành cho người lớn - giả dược, ^g Sữa bột dành cho trẻ nhỏ - giả dược, ^h Sữa bột dành cho trẻ nhỏ, ⁱ Bột illuma dành cho trẻ nhỏ, ^j Bột elemental dành cho trẻ sơ sinh, ^k Bột elemental dành cho trẻ sơ sinh - giả dược, ^l Sữa bột PH dành cho trẻ sơ sinh, ^m Bột đậu nành PH dành cho trẻ sơ sinh, ⁿ Bột FOS-GOS dành cho trẻ sơ sinh, ^o Sữa bột dành cho trẻ sơ sinh, ^p Bột đậu nành dành cho trẻ sơ sinh, ^q Sữa uống liền dành cho trẻ sơ sinh, ^r Sản phẩm uống liền dành cho trẻ sơ sinh - giả dược, ^s Bột ăn dặm.

CHÚ THÍCH: Các kết quả được biểu thị bằng mg/100 g sản phẩm cuối cùng đã hoàn nguyên (dạng lỏng "uống liền"; dạng bột hoàn nguyên (25 g trong 200 g nước); dạng lỏng sệt được pha loãng theo tỷ lệ 1:1 theo khối lượng). SRM 1849a được biểu thị bằng mg/100 g sản phẩm.

Bảng A.15 – Dữ liệu độ chụm đối với mangan

Mẫu	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g	8 ^h	9 ⁱ	10 ^j	11 ^k	12 ^l	13 ^m	14 ⁿ	15 ^o	16 ^p	17 ^q	18 ^r	19 ^s
Năm thử nghiệm liên phòng	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Số lượng phòng thử nghiệm	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14
Số phòng thử không tuân thủ	2	2	2	2	2	4	2	2	2	2	4	3	2	2	3	2	2	3	2
Số phòng thử nghiệm ngoại lệ	0	2	1	1	0	3	3	1	2	1	2	2	2	2	1	3	4	3	0
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	12	10	11	11	12	7	9	11	10	11	8	9	10	10	10	9	8	8	12
Số kết quả chấp nhận được	24	20	22	22	24	14	18	22	20	22	16	18	20	20	20	18	16	16	24
Giá trị trung bình, mg/100 g	4,89	0,156	0,357	0,008	0,420	0,006	0,004	0,165	0,009	0,052	0,004	0,012	0,025	0,012	0,006	0,034	0,012	0,001	0,088
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , mg/100 g	0,088	0,001	0,023	0,001	0,023	0,000	0,000	0,006	0,000	0,001	0,000	0,000	0,001	0,000	0,000	0,001	0,000	0,000	0,002
Độ lệch tái lập, s_R , mg/100 g	0,221	0,011	0,062	0,002	0,039	0,000	0,000	0,014	0,001	0,005	0,001	0,002	0,002	0,002	0,001	0,002	0,002	0,001	0,010
Hệ số biến thiên lặp lại, $C_{V,r}$, %	1,81	0,9	6,5	8,5	5,36	2,80	4,9	3,65	2,34	1,6	4,63	3,20	2,1	1,5	6,30	2,9	3,45	18	2,48
Hệ số biến thiên tái lập, $C_{V,R}$, %	4,51	6,9	17,5	18,5	9,2	7,3	11,5	8,7	8,4	10,3	21,6	20,7	9,1	13,0	23,7	6,3	13,0	65	11,44
Giá trị HorRat	0,51	0,46	1,32	0,80	0,72	0,30	0,43	1	0,58	0,37	0,58	0,82	0,94	0,46	0,59	0,97	0,33	0,59	1,95
^a SRM NIST 1849a, ^b Bột chứa hàm lượng chất béo thấp dành cho người lớn, ^c Sản phẩm uống liền chứa hàm lượng chất béo cao dành cho người lớn, ^d Sản phẩm uống liền chứa hàm lượng chất béo cao dành cho người lớn - giả được, ^e Sản phẩm uống liền chứa hàm lượng protein cao dành cho người lớn, ^f Sản phẩm uống liền chứa hàm lượng protein cao dành cho người lớn - giả được, ^g Sữa bột dành cho trẻ nhỏ - giả được, ^h Sữa bột dành cho trẻ nhỏ, ⁱ Bột illuma dành cho trẻ nhỏ, ^j Bột elemental dành cho trẻ sơ sinh, ^k Bột elemental dành cho trẻ sơ sinh - giả được, ^l Sữa bột PH dành cho trẻ sơ sinh, ^m Bột đậu nành PH dành cho trẻ sơ sinh, ⁿ Bột FOS-GOS dành cho trẻ sơ sinh, ^o Sữa bột dành cho trẻ sơ sinh, ^p Bột đậu nành dành cho trẻ sơ sinh, ^q Sữa uống liền dành cho trẻ sơ sinh, ^r Sản phẩm uống liền dành cho trẻ sơ sinh - giả được, ^s Bột ăn dặm. CHÚ THÍCH: Các kết quả được biểu thị bằng mg/100 g sản phẩm cuối cùng đã hoàn nguyên (dạng lỏng "uống liền"; dạng bột hoàn nguyên (25 g trong 200 g nước); dạng lỏng sệt được pha loãng theo tỷ lệ 1:1 theo khối lượng). SRM 1849a được biểu thị bằng mg/100 g sản phẩm.																			

Bảng A.16 – Dữ liệu độ chụm đối với natri

Mẫu	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g	8 ^h	9 ⁱ	10 ^j	11 ^k	12 ^l	13 ^m	14 ⁿ	15 ^o	16 ^p	17 ^q	18 ^r	19 ^s
Năm thử nghiệm liên phòng	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Số lượng phòng thử nghiệm	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14
Số phòng thử không tuân thủ	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	3	2	2	2	2	2	2	2
Số phòng thử nghiệm ngoại lệ	1	0	0	0	0	0	0	1	0	1	0	1	0	0	1	0	0	1	0
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	11	12	12	12	12	12	12	11	12	11	12	10	12	12	11	12	12	11	12
Số kết quả chấp nhận được	22	24	24	24	24	24	24	22	24	22	24	20	24	24	22	24	24	22	24
Giá trị trung bình, mg/100 g	427	24,5	140	138	102	102	4,96	18,5	20,3	26,9	26,9	17,5	26,6	15,9	15,5	25,2	18,4	12,2	29,3
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , mg/100 g	7,6	0,452	3,09	4	1,77	0,93	0,238	0,64	0,729	1,20	0,495	0,27	0,82	0,384	0,407	1,05	0,664	0,358	0,408
Độ lệch tái lập, s_R , mg/100 g	10,9	1,99	6,75	8	6,22	5,60	0,662	1,26	1,76	2,21	2,15	1,39	1,99	1,24	1,42	2,04	1,71	0,80	2,25
Hệ số biến thiên lặp lại, $C_{V,r}$, %	1,78	1,84	2,21	3,1	1,73	0,90	4,80	3,45	3,59	4,5	1,84	1,5	3,10	2,42	2,62	4,18	3,61	2,95	1,40
Hệ số biến thiên tái lập, $C_{V,R}$, %	2,54	8,12	4,84	5,9	6,08	5,48	13,4	6,8	8,66	8,2	7,98	8,0	7,48	7,77	9,13	8,10	9,32	6,6	7,68
Giá trị HorRat	0,56	1,16	0,90	1,10	1,08	0,97	1,50	0,93	1,20	1,19	1,16	1,08	1,08	1,04	1,22	1,16	1,28	0,85	1,13

^a SRM NIST 1849a, ^b Bột chứa hàm lượng chất béo thấp dành cho người lớn, ^c Sản phẩm uống liền chứa hàm lượng chất béo cao dành cho người lớn, ^d Sản phẩm uống liền chứa hàm lượng chất béo cao dành cho người lớn - giả được, ^e Sản phẩm uống liền chứa hàm lượng protein cao dành cho người lớn, ^f Sản phẩm uống liền chứa hàm lượng protein cao dành cho người lớn - giả được, ^g Sữa bột dành cho trẻ nhỏ - giả được, ^h Sữa bột dành cho trẻ nhỏ, ⁱ Bột illuma dành cho trẻ nhỏ, ^j Bột elemental dành cho trẻ sơ sinh, ^k Bột elemental dành cho trẻ sơ sinh - giả được, ^l Sữa bột PH dành cho trẻ sơ sinh, ^m Bột đậu nành PH dành cho trẻ sơ sinh, ⁿ Bột FOS-GOS dành cho trẻ sơ sinh, ^o Sữa bột dành cho trẻ sơ sinh, ^p Bột đậu nành dành cho trẻ sơ sinh, ^q Sữa uống liền dành cho trẻ sơ sinh, ^r Sản phẩm uống liền dành cho trẻ sơ sinh - giả được, ^s Bột ăn dặm.

CHÚ THÍCH: Các kết quả được biểu thị bằng mg/100 g sản phẩm cuối cùng đã hoàn nguyên (dạng lỏng "uống liền"; dạng bột hoàn nguyên (25 g trong 200 g nước); dạng lỏng sệt được pha loãng theo tỷ lệ 1:1 theo khối lượng). SRM 1849a được biểu thị bằng mg/100 g sản phẩm.

Bảng A.17 – Dữ liệu độ chụm đối với phosphor

Mẫu	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g	8 ^h	9 ⁱ	10 ^j	11 ^k	12 ^l	13 ^m	14 ⁿ	15 ^o	16 ^p	17 ^q	18 ^r	19 ^s
Năm thử nghiệm liên phòng	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Số lượng phòng thử nghiệm	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14
Số phòng thử không tuân thủ	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	4	3	3	3	3	3	3	3
Số phòng thử nghiệm ngoại lệ	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	11	11	10	11	11	11	11	11	11	11	11	10	11	11	11	11	11	11	11
Số kết quả chấp nhận được	22	22	20	22	22	22	22	22	22	22	22	20	22	22	22	22	22	22	22
Giá trị trung bình, mg/100 g	401	29,7	89,5	70,8	94,9	41,1	23,8	44,4	22,6	51,8	48,3	25,6	41,3	23,6	32,3	49,6	29,1	25,2	49,1
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , mg/100 g	11,8	0,498	2,3	1,4	3,28	0,74	0,55	1,73	0,69	1,54	0,95	0,310	0,56	0,272	1,18	2,34	0,635	0,37	0,65
Độ lệch tái lập, S_R , mg/100 g	18,5	2,11	7,4	1,8	5,85	1,68	1,86	3,68	1,88	3,64	3,42	1,98	2,89	2,04	2,61	3,67	1,95	1,39	3,18
Hệ số biến thiên lặp lại, $C_{V,r}$, %	2,94	1,68	2,6	2,0	3,46	1,81	2,32	3,89	3,04	2,98	1,96	1,21	1,36	1,16	3,66	4,72	2,18	1,49	1,33
Hệ số biến thiên tái lập, $C_{V,R}$, %	4,62	7,1	8,3	2,5	6,17	4,08	7,8	8,3	8,3	7,0	7,08	7,76	7,0	8,7	8,1	7,4	6,69	5,5	6,5
Giá trị HorRat	1,01	1,04	1,44	0,42	1,08	0,63	1,11	1,29	1,18	1,13	1,12	1,12	1,08	1,23	1,20	1,18	0,98	0,79	1,03

^a SRM NIST 1849a, ^b Bột chứa hàm lượng chất béo thấp dành cho người lớn, ^c Sản phẩm uống liền chứa hàm lượng chất béo cao dành cho người lớn, ^d Sản phẩm uống liền chứa hàm lượng chất béo cao dành cho người lớn - giả dược, ^e Sản phẩm uống liền chứa hàm lượng protein cao dành cho người lớn, ^f Sản phẩm uống liền chứa hàm lượng protein cao dành cho người lớn - giả dược, ^g Sữa bột dành cho trẻ nhỏ - giả dược, ^h Sữa bột dành cho trẻ nhỏ, ⁱ Bột illuma dành cho trẻ nhỏ, ^j Bột elemental dành cho trẻ sơ sinh, ^k Bột elemental dành cho trẻ sơ sinh - giả dược, ^l Sữa bột PH dành cho trẻ sơ sinh, ^m Bột đậu nành PH dành cho trẻ sơ sinh, ⁿ Bột FOS-GOS dành cho trẻ sơ sinh, ^o Sữa bột dành cho trẻ sơ sinh, ^p Bột đậu nành dành cho trẻ sơ sinh, ^q Sữa uống liền dành cho trẻ sơ sinh, ^r Sản phẩm uống liền dành cho trẻ sơ sinh - giả dược, ^s Bột ăn dặm.

CHÚ THÍCH: Các kết quả được biểu thị bằng mg/100 g sản phẩm cuối cùng đã hoàn nguyên (dạng lỏng "uống liền"; dạng bột hoàn nguyên (25 g trong 200 g nước); dạng lỏng sệt được pha loãng theo tỷ lệ 1:1 theo khối lượng). SRM 1849a được biểu thị bằng mg/100 g sản phẩm.

Bảng A.18 – Dữ liệu độ chụm đối với kẽm

Mẫu	1 ^a	2 ^b	3 ^c	4 ^d	5 ^e	6 ^f	7 ^g	8 ^h	9 ⁱ	10 ^j	11 ^k	12 ^l	13 ^m	14 ⁿ	15 ^o	16 ^p	17 ^q	18 ^r	19 ^s
Năm thử nghiệm liên phòng	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016	2016
Số lượng phòng thử nghiệm	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14
Số phòng thử không tuân thủ	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	7	3	2	2	2	2	2	2	2
Số phòng thử nghiệm ngoại lệ	0	0	1	1	0	1	1	2	1	2	2	1	0	2	2	0	1	3	1
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	12	12	11	11	12	11	11	10	11	10	5	10	12	10	10	12	11	9	11
Số kết quả chấp nhận được	24	24	20	20	24	22	22	20	22	20	10	20	24	20	20	24	22	18	22
Giá trị trung bình, mg/100 g	15,2	0,748	2,57	0,46	2,22	0,289	0,161	0,740	0,554	0,750	0,007	0,552	0,580	0,608	0,551	0,852	0,706	0,094	0,335
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , mg/100 g	0,559	0,015	0,034	0,015	0,058	0,009	0,006	0,026	0,020	0,020	0,002	0,023	0,014	0,015	0,028	0,037	0,012	0,003	0,009
Độ lệch tái lập, s_R , mg/100 g	0,80	0,071	0,151	0,028	0,178	0,026	0,024	0,047	0,034	0,075	0,003	0,044	0,055	0,034	0,037	0,083	0,029	0,009	0,033
Hệ số biến thiên lặp lại, $C_{v,r}$, %	3,69	2,05	1,32	3,3	2,61	3,09	3,5	3,45	3,64	2,6	30,6	4,16	2,41	2,53	5,03	4,35	1,71	3,3	2,7
Hệ số biến thiên tái lập, $C_{v,R}$, %	5,26	9,4	5,9	6,2	7,99	9,0	14,9	6,3	6,1	10,0	54	7,98	9,5	5,6	6,6	9,7	4,11	9,0	9,9
Giá trị HorRat	0,70	0,80	0,60	0,49	0,80	0,66	1,00	0,54	0,50	0,84	2,22	0,64	0,77	0,46	0,54	0,84	0,34	0,56	0,75

^a SRM NIST 1849a, ^b Bột chứa hàm lượng chất béo thấp dành cho người lớn, ^c Sản phẩm uống liền chứa hàm lượng chất béo cao dành cho người lớn, ^d Sản phẩm uống liền chứa hàm lượng chất béo cao dành cho người lớn - giả được, ^e Sản phẩm uống liền chứa hàm lượng protein cao dành cho người lớn, ^f Sản phẩm uống liền chứa hàm lượng protein cao dành cho người lớn - giả được, ^g Sữa bột dành cho trẻ nhỏ - giả được, ^h Sữa bột dành cho trẻ nhỏ, ⁱ Bột illuma dành cho trẻ nhỏ, ^j Bột elemental dành cho trẻ sơ sinh, ^k Bột elemental dành cho trẻ sơ sinh - giả được, ^l Sữa bột PH dành cho trẻ sơ sinh, ^m Bột đậu nành PH dành cho trẻ sơ sinh, ⁿ Bột FOS-GOS dành cho trẻ sơ sinh, ^o Sữa bột dành cho trẻ sơ sinh, ^p Bột đậu nành dành cho trẻ sơ sinh, ^q Sữa uống liền dành cho trẻ sơ sinh, ^r Sản phẩm uống liền dành cho trẻ sơ sinh - giả được, ^s Bột ăn dặm.

CHÚ THÍCH: Các kết quả được biểu thị bằng mg/100 g sản phẩm cuối cùng đã hoàn nguyên (dạng lỏng "uống liền"; dạng bột hoàn nguyên (25 g trong 200 g nước); dạng lỏng sệt được pha loãng theo tỷ lệ 1:1 theo khối lượng). SRM 1849a được biểu thị bằng mg/100 g sản phẩm.

Phụ lục B

(tham khảo)

Lưu ý về kỹ thuật phát hiện, các dạng nhiễu và việc định lượng

B.1 Khái quát

Kỹ thuật AES được sử dụng rộng rãi để phân tích định tính và định lượng. Phụ lục này mô tả một số hiện tượng có thể quan trọng trong việc diễn giải quy trình của tiêu chuẩn này. Mặc dù đã đưa ra một số xem xét về mặt lý thuyết nhưng phụ lục này không nhằm mục đích trở thành cuốn sổ tay về các kỹ thuật quang phổ.

B.2 Các dạng nhiễu

B.2.1 Khái quát

Để xác định một chất phân tích cụ thể trong một mẫu, thường ưu tiên sử dụng các vạch quang phổ có độ nhạy cao nhất. Trong trường hợp bị nhiễu, đặc biệt là nhiễu quang phổ, thì phải chọn một vạch khác, kể cả khi vạch đó kém nhạy hơn. Kỹ thuật ICP-AES thường có nhiều loại nhiễu, được mô tả ngắn gọn như sau.

B.2.2 Nhiễu quang phổ

Nhiễu quang phổ (các vạch quang phổ của nguyên tử chồng lên nhau hoặc không phân giải được) thường gặp trong phát xạ nguyên tử, trong đó ánh sáng được phát ra không chỉ bởi nguyên tố cần phân tích mà còn từ tất cả các nguyên tố khác có trong mẫu. Thông thường, loại nhiễu này có thể được loại bỏ bằng cách lựa chọn vạch phát xạ thích hợp và có thể được kiểm tra bằng vạch phát xạ thứ hai (Bảng B.1). Cần đảm bảo giá trị nồng độ từ vạch kiểm tra thứ hai không sai lệch quá $\pm 5\%$ so với vạch phát xạ thứ nhất.

Loại nhiễu quang phổ thường gặp trong kỹ thuật phát xạ là sự xuất hiện của phổ băng thông-phát xạ do sự có mặt của các dạng phân tử.

B.2.3 Nhiễu ion hóa

Nhiễu ion hóa gây ra bởi sự có mặt của các nguyên tố dễ bị ion hóa trong nền mẫu của mẫu thử, dẫn đến thay đổi trạng thái cân bằng ion hóa của chất phân tích do bị tăng mật độ số electron. Dạng nhiễu này cũng được chú ý trong các thiết bị mà dòng khí argon có tốc độ thấp.

Có thể bổ sung lượng lớn nguyên tố dễ bị ion hóa (ví dụ: dung dịch caesi 0,5 % phần khối lượng) vào mẫu và sử dụng các dung dịch chuẩn để khắc phục dạng nhiễu này.

B.2.4 Nhiều vật lý

Nhiều vật lý là do sự khác biệt về một số tính chất vật lý của dung dịch (mẫu thử và chất chuẩn hiệu chuẩn) như độ nhớt, sức căng bề mặt và áp suất pha hơi. Những khác biệt này sau đó có thể gây ra những thay đổi về hiệu suất hút, sự phun sương hoặc nguyên tử hóa.

Có thể khắc phục dạng nhiễu này đến mức độ nào đó bằng cách dựng đường chuẩn trên nền mẫu trắng thông qua việc pha loãng hoặc thêm nồng độ acid tương đối cao hoặc bằng kỹ thuật bổ sung chuẩn.

Bảng B.1 – Bước sóng phát xạ được chọn, bước sóng kiểm tra thứ hai và các nguyên tố gây nhiễu đối với phép xác định bằng ICP-AES

Nguyên tố	Bước sóng phát xạ	Loại vạch quang phổ	Nguyên tố gây nhiễu
Ca	210,324	Ion	Y
	211,276	Ion	
	317,933	Ion	
	422,673	Nguyên tử	
Cu	324,754	Nguyên tử	Ti, Fe
	327,395	Nguyên tử	
Fe	238,204	Ion	
	259,940	Ion	
	239,563	Ion	
K	766,491	Nguyên tử	
	769,897	Nguyên tử	
Mg	279,800	Ion	Fe
	285,213	Nguyên tử	
Mn	257,610	Ion	Fe, Mo, Cr, Al, Fe
	293,306	Ion	
	259,372	Ion	
Na	588,995	Nguyên tử	Ar
	589,592	Nguyên tử	
P	213,618	Nguyên tử	Cu, Fe, Mo, Zn Cu, Al, Mg
	214,914	Nguyên tử	
Zn	202,548	Ion	P
	213,857	Nguyên tử	
Y (chất nội chuẩn)	360,074	Ion	
	410,237	Nguyên tử	
In (chất nội chuẩn)	303,936	Nguyên tử	
Sr (chất nội chuẩn)	460,733	Nguyên tử	
CHÚ THÍCH: Các đường khác của độ nhạy thích hợp, không bị nhiễu hoặc hiệu chỉnh độ nhiễu trong nền mẫu cụ thể có thể được chấp nhận để sử dụng.			

B.3 Định lượng

B.3.1 Yêu cầu chung

Do kỹ thuật quang phổ không thể trực tiếp đo nồng độ bằng cách chuyển đổi tín hiệu phát xạ thành nồng độ nên việc hiệu chuẩn là không thể tránh khỏi. Có thể dùng đường chuẩn để hiệu chuẩn.

B.3.2 Đường chuẩn

Dựng đường chuẩn bằng cách thêm lượng chất cần nghiên cứu vào dung dịch nền hỗ trợ với lượng ngày càng tăng. Điều kiện khó nhất cần đáp ứng là làm cho các dung dịch được sử dụng cho đường chuẩn giống hệt với dung dịch dùng cho phân tích mẫu. Tuy nhiên, đường chuẩn thường được ghi lại trong các dung dịch chỉ chứa hợp chất được nghiên cứu, trong khi mẫu có nhiều chất khác.

Sự hiểu biết chưa đầy đủ về thành phần mẫu thử có thể là khó khăn nghiêm trọng đối với việc dựng đường chuẩn trên nền mẫu trắng. Tuy nhiên, nếu đã biết rõ thành phần của mẫu thử và các mẫu không khác nhau quá nhiều thì việc dựng đường chuẩn trên nền mẫu trắng được ưu tiên hơn việc bổ sung chuẩn, đặc biệt là trong các phép xác định đa nguyên tố. Thông thường tỷ lệ giữa cường độ chất phân tích và cường độ của nguyên tố thứ hai được thêm vào mẫu (chất nội chuẩn) được sử dụng để cải thiện độ chính xác của phép phân tích. Bằng cách này, một số tham số trong quá trình kích thích và xử lý quang phổ có thể được giảm thiểu hoặc loại bỏ bằng cách áp dụng kỹ thuật dùng chuẩn nội chuẩn.

Nếu độ tuyến tính được đảm bảo thì cần hai dung dịch chuẩn là đủ để dựng đường chuẩn.

Tuy nhiên, nên sử dụng ba đến năm dung dịch chuẩn. Trong mọi trường hợp, cần kiểm tra thường xuyên độ tuyến tính. Cần lựa chọn vùng làm việc sao cho nồng độ của dung dịch mẫu thử nằm ở giữa đường chuẩn.

B.3.3 Chất nội chuẩn

Nếu sử dụng chất nội chuẩn trực tiếp thì cần hiệu chỉnh độ trôi theo tín hiệu. Phần mẫu thử cần được pha loãng chính xác. Nếu chất nội chuẩn được thêm vào phần mẫu thử thì cần hiệu chỉnh độ trôi theo tín hiệu và độ pha loãng.

B.3.4 Bổ sung chuẩn

Bổ sung chuẩn là cách kiểm tra phép đo nồng độ của các mẫu có thành phần dung dịch rất khác nhau. Phương pháp bổ sung chuẩn cũng được sử dụng để bù lại ảnh hưởng độ nhiễu do hóa chất và do các chất nền khác. Phép bổ sung chuẩn cũng là cách để kiểm tra tính hoàn chỉnh của quá trình phân hủy.

Bổ sung chuẩn là dùng một lượng nhỏ có nồng độ đã biết (ví dụ: bình dung dịch chuẩn số 3, xem Bảng 3). Độ thu hồi phải trong khoảng từ 90 % đến 100 %.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 6400 (ISO 707) *Sữa và sản phẩm sữa – Hướng dẫn lấy mẫu*
 - [2] 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*
 - [3] AOAC INTERNATIONAL. *AOAC Official Methods Program, Associate Referee's Manual on development, Study, Review, and Approval Process*. Part IV AOAC Guidelines for Collaborative Studies, 1995, pp. 23–51
 - [4] AOAC SMPR 2014.004, *Standard Method Performance Requirements for Minerals and Trace Elements in Infant Formula and Adult/Pediatric Nutritional Formula*
-