

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 12275-1:2018**

**ISO 17075-1:2017**

Xuất bản lần 1

**DA – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CROM (VI) –**

**PHẦN 1: PHƯƠNG PHÁP ĐO MÀU**

*Leather – Chemical determination of chromium(VI) content in leather --*

*Part 1: Colorimetric method*

HÀ NỘI – 2018

## Lời nói đầu

TCVN 12275-1:2018 hoàn toàn tương đương với ISO 17075-1:2017.

TCVN 12275-1:2018 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 120 Sản phẩm da biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Bộ tiêu chuẩn TCVN 12275 (ISO 17075) Da – Xác định hàm lượng crom(VI) gồm các tiêu chuẩn sau:

- TCVN 12275-1:2018 (ISO 17075-1:2017), Phần 1: Phương pháp đo màu
- TCVN 12275-2:2018 (ISO 17075-2:2017), Phần 2: Phương pháp sắc ký.

## Da – Xác định hàm lượng crom (VI) –

### Phần 1: Phương pháp đo màu

*Leather – Chemical determination of chromium(VI) content in leather –  
Part 1: Colorimetric method*

#### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định crom(VI) có trong dung dịch chiết từ da tại các điều kiện xác định. Phương pháp này thích hợp để xác định hàm lượng crom(VI) có trong da xuống đến 3 mg/kg.

Tiêu chuẩn này áp dụng cho tất cả các loại da.

Các kết quả thu được từ phương pháp này phụ thuộc nghiêm ngặt vào điều kiện chiết. Không thể so sánh kết quả thu được bằng qui trình chiết khác (dung dịch chiết, pH, thời gian chiết, vv...) với kết quả thu được bởi qui trình qui định trong tiêu chuẩn này.

Nếu một mẫu da cũng được thử với tiêu chuẩn này và TCVN 12275-2 (ISO 17075-2), thì kết quả thu được theo TCVN 12275-2 (ISO 17075-2) được coi là tham khảo. Ưu điểm của phương pháp được mô tả trong tiêu chuẩn TCVN 12275-2 (ISO 17075-2) là không bị nhiễu bởi màu của dịch chiết. Tuy nhiên, các thử nghiệm liên phòng thí nghiệm không cho thấy sự sai khác đáng kể (xem Phụ lục C) và có thể so sánh kết quả của hai phương pháp với nhau.

#### 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 phân tích dùng trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*

TCVN 7117 (ISO 2418), *Da – Phép thử vật lý, cơ lý và độ bền màu – Vị trí lấy mẫu*

TCVN 10048 (ISO 4684), *Da – Phép thử hóa – Xác định chất bay hơi.*

ISO 4044:2017, *Leather - Chemical tests - Preparation of chemical test samples* (Da – Phép thử hóa – Chuẩn bị mẫu thử hóa học)

### **3 Thuật ngữ và định nghĩa**

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

#### **3.1**

**Hàm lượng crom(VI) [chromium(VI) content]**

Hàm lượng crom(VI) có trong da sau khi chiết bằng dung dịch muối tại pH 7,0 đến 8,0.

**CHÚ THÍCH** Hàm lượng crom(VI) được báo cáo là crom(VI), tính bằng miligam trên kilôgam (mg/kg) mẫu khô.

### **4 Nguyên tắc**

Crom(VI) có thể hòa tan được chiết từ mẫu thử trong dung dịch đệm phosphat tại pH 7,0 đến 8,0. Các chất màu được chiết cũng gây ảnh hưởng đến việc xác định được loại bỏ bằng cách chiết pha rắn, nếu cần thiết. Crom(VI) trong dung dịch oxi hóa 1,5-diphenylcacbazit thành 1,5-diphenylcacbazon tạo thành phức crom đỏ/tím, có thể định lượng chất này bằng phép đo trắc quang tại bước sóng 540 nm.

### **5 Hóa chất**

Tất cả các hóa chất được sử dụng phải ít nhất có độ tinh khiết cấp phân tích.

#### **5.1 Dung dịch chiết**

Hòa tan 22,8 g dikali hydrophosphat  $K_2HPO_4 \cdot 3H_2O$  trong 1 000 ml nước, điều chỉnh đến pH  $8,0 \pm 0,1$  bằng axit phosphoric (5.3). Khử khí dung dịch bằng argon hoặc nitơ (5.6) hoặc sử dụng bể siêu âm.

Nên chuẩn bị mới dung dịch hàng ngày. Tuy nhiên, dung dịch có thể bảo quản được trong một tuần trong tủ lạnh tại nhiệt độ  $(4 \pm 3) ^\circ C$  nhưng phải làm ấm đến nhiệt độ phòng và khử khí trước khi sử dụng.

#### **5.2 Dung dịch diphenylcacbazit (DPC)**

Hòa tan 1,0 g 1,5-diphenylcacbazit  $CO(NHNHC_6H_5)_2$  trong 100 ml axeton  $(CH_3)_2CO$  và axit hóa bằng một giọt axit axetic bằng  $CH_3COOH$ .

Dung dịch này phải được đựng trong các bình thủy tinh màu nâu. Dung dịch có thể bảo quản được trong 14 ngày tại  $4 ^\circ C$ .

#### **5.3 Dung dịch axit phosphoric**

700 ml axit o-phosphoric,  $\rho = 1,71$  g/ml, làm đầy đến 1 000 ml bằng nước khử ion (5.7).

Trước hết thêm khoảng 200 ml nước khử ion (5.7) vào bình định mức 1 000 ml, sau đó thêm 700 ml axit o-phosphoric và pha loãng đến vạch mức bằng nước khử ion.

#### **5.4 Dung dịch crom(VI) gốc**

Hòa tan 2,829 g kali dicromat  $(K_2Cr_2O_7)$  (5.8) vào nước (5.7) trong bình định mức và làm đầy đến 1000 ml bằng nước. Một mililit dung dịch này chứa 1 mg crom.

Có thể thay thế bằng dung dịch gốc của crom hóa trị sáu tại mức nồng độ này có sẵn trên thị trường.

### 5.5 Dung dịch crom(VI) chuẩn

Dùng pipet lấy 1 ml dung dịch (5.4) cho vào bình định mức 1 000 ml và làm đầy đến vạch mức bằng dung dịch chiết (5.1). 1 ml dung dịch này chứa 1 µg crom.

Dung dịch này có thể bảo quản được một tuần trong tủ lạnh tại nhiệt độ  $(4 \pm 3) ^\circ\text{C}$ , nhưng phải làm ấm đến nhiệt độ phòng trước khi sử dụng.

Có thể thay thế bằng dung dịch gốc của crom hóa trị sáu tại mức nồng độ này có sẵn trên thị trường.

### 5.6 Argon hoặc nitơ, không chứa oxy

Tốt nhất sử dụng khí trơ argon thay cho nitơ vì argon có khối lượng riêng lớn hơn không khí.

### 5.7 Nước cất hoặc nước khử ion, Loại 3 theo TCVN 4851 (ISO 3696).

### 5.8 Kali dicromat ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ), được sấy khô trong $(16 \pm 2)$ h ở $102 ^\circ\text{C} \pm 2 ^\circ\text{C}$ .

### 5.9 Metanol, loại HPLC.

## 6 Thiết bị, dụng cụ và vật liệu

Thiết bị, dụng cụ phòng thí nghiệm thông thường và các thiết bị, dụng cụ sau:

### 6.1 Máy lắc cơ học thích hợp, $(100 \pm 10) \text{ min}^{-1}$

### 6.2 Bình nón, dung tích 250 ml, có nắp đậy

### 6.3 Ống sục khí và lưu lượng kế, phù hợp cho lưu lượng dòng $(50 \pm 10) \text{ ml/min}$ .

### 6.4 Màng lọc, có kích thước lỗ $0,45 \mu\text{m}$ (polytetrafluetylen hoặc polyamit 66).

### 6.5 Bình định mức, dung tích 25 ml, 100 ml và 1 000 ml.

### 6.6 Pipet, các dung tích danh nghĩa khác nhau.

### 6.7 Máy đo quang phổ hoặc quang phổ lọc, có bước sóng 540 nm.

### 6.8 Cuvet trắc quang, bằng thạch anh, có chiều dày 40 mm hoặc chiều dày thích hợp khác.

### 6.9 Cartridge bằng thủy tinh hoặc polypropylen được nhồi vật liệu chiết pha rắn (SPE) thích hợp, ví dụ: pha đảo (RP) C18 hoặc magie silicat hoạt hóa phù hợp, ví dụ về vật liệu SPE, xem Phụ lục A.

### 6.10 Hệ thống chiết pha rắn (SPE), có thiết bị chân không hoặc bơm tiêm y tế bền với dung môi.

**6.11 Dụng cụ cắt hoặc dao sắc, để cắt da thành các mảnh từ 3 mm đến 5 mm.**

**6.12 Cân phân tích, có thể cân được đến 0,1 mg.**

## **7 Cách tiến hành**

### **7.1 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu**

Nếu có thể, lấy mẫu theo TCVN 7117 (ISO 2418). Nếu việc lấy mẫu không thực hiện được theo TCVN 7117 (ISO 2418) (ví dụ da được lấy từ các sản phẩm đã hoàn thiện như giày, quần áo), thì chi tiết về việc lấy mẫu phải được nêu trong báo cáo thử nghiệm.

Chuẩn bị mẫu bằng cách cắt mẫu da thành các mảnh nhỏ bằng dụng cụ cắt (6.11) theo Điều 6.3 của ISO 4044:2017.

### **7.2 Chuẩn bị dung dịch phân tích**

Dùng cân (6.12) cân khoảng  $(2 \pm 0,1)$  g mẫu da đã được cắt thành các mảnh nhỏ chính xác đến 0,001 g. Dùng pipet lấy 100 ml dung dịch đã được khử khí (5.1) cho vào bình nón 250 ml (6.2). Loại bỏ oxy bằng cách sục khí argon (hoặc nitơ) không chứa oxy (5.6) vào bình trong 5 min với lưu lượng dòng thể tích  $(50 \pm 10)$  ml/min. Tháo ống sục khí (6.3), cho da vào và đậy nắp bình. Ghi lại thể tích chiết  $V_0$ .

Lắc bình nón có chứa các mảnh da trong  $3 \text{ h} \pm 5 \text{ min}$  bằng máy lắc cơ học (6.1) để chiết crom(VI).

Lắc bình nhẹ nhàng theo chuyển động tròn đều để giữ cho bột da không bị bám dính lên thành bình và tránh lắc nhanh hơn mức qui định

Ngay sau khi hoàn thành 3 h chiết, lọc dung dịch trong bình nón qua phễu lọc màng vào một bình bằng thủy tinh hoặc chất dẻo có nắp. Kiểm tra pH của dung dịch, pH của dung dịch phải nằm trong khoảng từ 7,0 đến 8,0. Nếu pH của dung dịch không nằm trong giới hạn này, thực hiện lại qui trình trên.

Xem xét việc sử dụng lượng mẫu ít hơn nếu pH không nằm trong khoảng 7,0 đến 8,0. Trong trường hợp này, giới hạn định lượng sẽ tăng lên.

### **7.3 Xác định crom(VI) trong dung dịch thu được từ qui trình chiết**

Nếu mẫu da được nhuộm màu, thường là các chất màu, ví dụ thuốc nhuộm, sẽ được chiết cùng. Điều này có thể ảnh hưởng đến sự phát hiện crom(VI). Có thể loại chất màu chiết được bằng cách cho dung dịch chiết (7.2) qua cartridge có chứa vật liệu chiết pha rắn phù hợp (6.9), xem ví dụ trong Phụ lục A.

Xử lý sơ bộ cartridge SPE theo cách sau:

- a) trước hết, rửa cartridge (6.9) bằng 5 ml metanol (5.9),
- b) sau đó bằng 5 ml nước cất (5.7) và
- c) cuối cùng, rửa trực tiếp bằng 10 ml dung dịch chiết (5.1).

Không làm khô cartridge (6.9) trong hoặc sau khi xử lý sơ bộ.

Từ dung dịch thu được trong 7.2, lấy 10 ml ( $V_1$ ) và chuyển định lượng chất này vào cartridge (6.9) trên hệ thống SPE có thiết bị chân không hoặc bơm tiêm (6.10). Thu dung dịch rửa giải vào bình định mức 25 ml (6.5). Dội cartridge bằng 10 ml dung dịch chiết (5.1) thu vào bình 25 ml trên. Làm đầy đến thể tích định mức ( $V_2$ ) bằng dung dịch chiết (5.1). Ghi dung dịch này là  $S_1$ .

Dùng pipet (6.6) lấy 10 ml ( $V_3$ ) dung dịch  $S_1$  vào bình định mức 25 ml. Pha loãng dung dịch này đến 3/4 thể tích của bình bằng dung dịch chiết (5.1). Thêm 0,5 ml dung dịch axit phosphoric (5.3) và sau đó là 0,5 ml dung dịch diphenylcacbazit (5.2). Làm đầy đến thể tích định mức ( $V_4$ ) bằng dung dịch chiết (5.1) và trộn kĩ.

Để yên trong 15 min  $\pm$  5 min. Đo độ hấp thụ của dung dịch tại 540 nm trong cuvet 40 mm (6.8) so với độ hấp thụ của dung dịch trắng (7.4). Ghi lại độ hấp thụ thu được là  $A_1$ .

Đối với mỗi phép đo, dùng pipet lấy 10 ml khác của dung dịch  $S_1$  cho vào bình định mức 25 ml và xử lý như mô tả ở trên, nhưng không cho thêm dung dịch diphenylcacbazit (5.2). Đo độ hấp thụ của dung dịch này giống cách đo trước và ghi lại độ hấp thụ,  $A_2$ .

#### 7.4 Dung dịch trắng

Cho dung dịch chiết (5.1) vào bình định mức 25 ml đến 3/4 bình, thêm 0,5 ml axit phosphoric (5.3) và 0,5 ml dung dịch diphenylcacbazit (5.2), làm đầy đến vạch định mức bằng dung dịch chiết (5.1) và trộn kĩ. Chuẩn bị dung dịch này hàng ngày và để trong bóng tối. Xử lý dung dịch trắng giống như đối với dung dịch phân tích, trừ việc chiết pha rắn.

#### 7.5 Hiệu chuẩn

Chuẩn bị các dung dịch hiệu chuẩn từ dung dịch chuẩn (5.5). Nồng độ crom trong các dung dịch này phải nằm trong khoảng dự kiến của các phép đo.

Chuẩn bị các dung dịch hiệu chuẩn trong các bình định mức 25 ml (6.5).

Vẽ đường cong hiệu chuẩn thích hợp bằng cách sử dụng ít nhất sáu chuẩn, trong phạm vi từ 0,5 ml đến 15 ml dung dịch chuẩn (5.5). Dùng pipet lấy các thể tích dung dịch chuẩn đã cho (5.5) vào các bình định mức 25 ml. Cho thêm 0,5 ml axit phosphoric (5.3) và 0,5 ml dung dịch diphenylcacbazit (5.2) vào mỗi bình. Làm đầy đến vạch mức bằng dung dịch chiết (5.1), trộn kĩ và để yên trong 15 min  $\pm$  5 min. Đo độ hấp thụ của các dung dịch trong cùng một loại cuvet trắc quang (6.8) tại bước sóng 540 nm so với dung dịch trắng thu được trong 7.4.

Xây dựng đồ thị biểu thị mối tương quan giữa nồng độ crom(VI) tính bằng microgram trên mililit ( $\mu\text{g/ml}$ ) và độ hấp thụ đo được. Biểu thị nồng độ crom(VI) trên trục x và độ hấp thụ trên trục y.

Các phép thử nghiệm liên phòng, đã cho thấy cuvet 40 mm (6.8) là thích hợp nhất. Các dung dịch chuẩn được mô tả ở trên được dùng để phân tích sử dụng cuvet 40 mm. Tuy nhiên, trong một vài trường hợp, có thể sử dụng cuvet lớn hơn hoặc nhỏ hơn. Phải chú ý để bảo đảm phạm vi hiệu chuẩn được sử dụng nằm trong phạm vi đo tuyến tính của máy đo quang phổ.

## 7.6 Xác định tỉ lệ thu hồi

### 7.6.1 Ảnh hưởng của chất nền

Việc xác định tỉ lệ thu hồi đóng vai trò quan trọng để cung cấp thông tin về hiệu ứng của chất nền có thể có khả năng ảnh hưởng đến kết quả.

Thêm một thể tích dung dịch crom(VI) thích hợp vào 10 ml dung dịch thu được trọng 7.2 để thu được nồng độ crom đến 10 mg/kg. Lựa chọn nồng độ dung dịch pha theo cách trên sao cho thể tích cuối của dung dịch pha tối đa là 11 ml. Xử lý dung dịch theo cách giống như đối với mẫu (ghi độ hấp thụ là  $A_{1s}$  và  $A_{2s}$ ). (Xem 7.3).

Độ hấp thụ của dung dịch phải nằm trong phạm vi của đường cong hiệu chuẩn, nếu không thì thực hiện lại qui trình, sử dụng lượng thể tích dung dịch 7.2 ít hơn. Tỉ lệ thu hồi phải lớn hơn 80 %.

**CHÚ THÍCH 1** Nếu không phát hiện được crom(VI) đã thêm vào, điều này cho biết da có thể chứa các tác nhân khử. Trong một số trường hợp, nếu tỉ lệ thu hồi theo 7.6.2 lớn hơn 90 %, và sau khi xem xét cẩn thận, có thể kết luận mẫu da này không chứa crom(VI) (dưới giới hạn phát hiện).

**CHÚ THÍCH 2** Tỉ lệ thu hồi là một dấu hiệu chỉ ra liệu qui trình làm việc hoặc hiệu ứng chất nền có ảnh hưởng đến kết quả hay không. Thông thường, tỉ lệ thu hồi lớn hơn 80 %.

### 7.6.2 Ảnh hưởng của vật liệu SPE (6.9)

Dùng pipet lấy một thể tích dung dịch (5.5) tương ứng với hàm lượng crom(VI) của da cho vào bình định mức 100 ml và làm đầy đến thể tích định mức bằng dung dịch chiết (5.1).

Xử lý dung dịch này giống như đối với dịch chiết da. Xác định hàm lượng crom(VI) trong dung dịch giống cách làm với dịch chiết da và so sánh với hàm lượng đã tính toán. Trong trường hợp không phát hiện thấy crom(VI) trong mẫu da, thì nồng độ của dung dịch phải là 6 µg/100 ml. Tỉ lệ thu hồi phải lớn hơn 90 %. Nếu tỉ lệ thu hồi bằng hoặc thấp hơn 90 %, thì vật liệu SPE là không thích hợp với qui trình này và phải được thay thế.

## 8 Tính toán và biểu thị kết quả

### 8.1 Tính hàm lượng crom(VI)

$$w_{Cr(VI)} = \frac{(A_1 - A_2) \cdot V_0 \cdot V_4 \cdot V_2}{V_1 \times V_3 \times m \times F}$$

trong đó

$w_{Cr(VI)}$  là phần khối lượng của Cr(VI) được chiết từ da, được tính bằng miligam trên kilôgam (mg/kg);

$A_1$  là độ hấp thụ của dung dịch mẫu có DPC;

$A_2$  là độ hấp thụ của dung dịch mẫu không có DPC;



- $F$  là gradient của đường cong hiệu chuẩn ( $y/x$ ), tính bằng mililit trên microgam ( $\text{ml}/\mu\text{g}$ )
- $m$  là khối lượng của mẫu da đã lấy, tính bằng gam (g);
- $V_0$  là thể tích chiết của mẫu ban đầu, tính bằng mililit (ml);
- $V_1$  là thể tích của phần mẫu thử được lấy từ dịch chiết của mẫu ban đầu, tính bằng mililit (ml);
- $V_2$  là tổng thể tích dung dịch rửa giải ( $S_1$ ), sau khi cho qua cột SPE, từ đó lấy lượng thể tích  $V_1$ , tính bằng mililit (ml);
- $V_3$  là thể tích được lấy từ dung dịch  $S_1$ , tính bằng mililit (ml);
- $V_4$  là thể tích được tạo thành từ phần thể tích được lấy từ dung dịch  $S_1$ , tính bằng mililit (ml).

Kết quả tính theo khối lượng chất khô:

$$w_{Cr(VI)-khô} = w_{Cr(VI)} \cdot D$$

trong đó

$D$  là hệ số chuyển đổi thành chất khô:

$$D = \frac{100}{100 - w}$$

$w$  là phần khối lượng của chất dễ bay hơi được xác định theo TCVN 10048 (ISO 4684), tính bằng phần trăm.

## 8.2 Tỷ lệ thu hồi (theo 7.6.1)

$$\eta = \frac{(A_{1s} - A_{2s}) - (A_1 - A_2)}{\rho \cdot F} \times 100$$

trong đó

- $\eta$  là tỷ lệ thu hồi, tính bằng phần trăm (%);
- $\rho$  là nồng độ theo khối lượng của crom(VI) đã thêm vào, tính bằng microgam trên mililit ( $\mu\text{g}/\text{ml}$ );
- $F$  là gradient của đường cong hiệu chuẩn, tính bằng mililit trên microgam ( $\text{ml}/\mu\text{g}$ );
- $A_{1s}$  là độ hấp thụ của dung dịch sau khi cho thêm crom(VI) và DPC;
- $A_{2s}$  là độ hấp thụ của dung dịch sau khi cho thêm crom(VI), nhưng không cho thêm DPC;
- $A_1$  là độ hấp thụ của dung dịch mẫu có DPC;
- $A_2$  là độ hấp thụ của dung dịch mẫu không có DPC.

**8.3 Biểu thị kết quả**

Hàm lượng crom(VI) tính bằng miligam trên kilôgam (mg/kg) được làm tròn đến 0,1 mg. Hàm lượng được tính theo chất khô. Các chất dễ bay hơi (ISO 4684), tính bằng phần trăm (%) được làm tròn đến 0,1 %.

Việc chiết chất nền đối với da là phức tạp (ví dụ, do sự nhuộm màu) và các kết quả nhỏ hơn 3 mg/kg chỉ ra sự dao động lớn và có độ tin cậy hạn chế, do đó giới hạn phát hiện được xem xét là 3 mg/kg.

Trong trường hợp mức crom(VI) được phát hiện là lớn hơn 3 mg/kg, cần so sánh phổ UV/VIS của dung dịch thử với dung dịch chuẩn (7.5) để xác định xem kết liệu quả là dương có phải do các chất nhiễu gây ra hay không.

**9 Báo cáo thử nghiệm**

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

- a) hàm lượng crom(VI) thu được từ 8.1, làm tròn đến 0,1 mg/kg;
- b) viện dẫn tiêu chuẩn này;
- c) mô tả mẫu thử và chi tiết về cách lấy mẫu (7.1), nếu cần thiết;
- d) chiều dày cuvet đã sử dụng nếu khác 40 mm;
- e) các chất dễ bay hơi của da tính bằng phần trăm (%), làm tròn đến 0,1 %;
- g) tỉ lệ thu hồi tính bằng phần trăm (%) nếu thấp hơn 80 % hoặc cao hơn 120 %;
- h) chi tiết của bất kỳ sai khác nào so với qui trình qui định.

**Phụ lục A**

(tham khảo)

**Vật liệu chiết pha rắn (SPE)**

Nếu các chất màu, ví dụ thuốc nhuộm, được chiết cùng trong qui trình 7.2, thì nhất thiết phải loại bỏ các chất có khả năng gây nhiễu này ra khỏi dung dịch chiết.

Kinh nghiệm cho thấy các loại vật liệu chiết pha rắn khác nhau được nhồi trong các cột nhỏ có thể loại bỏ một cách hiệu quả các chất màu.

Hàm lượng của chất màu được chiết từ mẫu da có thể khác nhau, phụ thuộc vào thuốc nhuộm sử dụng và qui trình hãm. Điều quan trọng là có thể loại bỏ thuốc nhuộm được chiết cùng bằng vật liệu cột SPE.

Ví dụ về vật liệu SPE phù hợp<sup>1</sup>

- Trong các thử nghiệm liên phòng, cartridge có 1 g vật liệu RP C18 và cột (cartridge) DIONEX (Dionex onGuard-RP đã được thử nghiệm.
- Cartridge) thích hợp khác được cung cấp bởi WATERS (WATERS Sep-Pak Plus tC18);
- Vật liệu SPE phù hợp khác là cột magan silicat hoạt hóa, ví dụ Florisil®.

Để loại bỏ các chất màu, trong một số trường hợp nên sử dụng 1 g vật liệu SPE hoặc các pha khác. Trong tất cả các trường hợp, phải thử rất cẩn thận tỉ lệ thu hồi.

Than hoạt tính được cho thấy là không thích hợp để khử màu dịch chiết.

---

<sup>1</sup> Dionex OnGuard-RP và WATERS Sep-Pak Plus tC18 là các ví dụ về những sản phẩm phù hợp có giá trị thương mại. Thông tin này nhằm tạo thuận lợi cho người sử dụng và không phải là chỉ định của tiêu chuẩn này.

## Phụ lục B

(tham khảo)

## Độ chụm

Các kết quả nhận được từ hai thử nghiệm liên phòng riêng biệt được tiến hành năm 2007, được minh họa trong Bảng B.1 và B.2 dưới đây.

**Bảng B.1 – Độ chụm từ Thử nghiệm 1 đối với hai loại da**

Các giá trị tính bằng miligam trên kilôgam (mg/kg)

Hàm lượng crom(VI) <sup>a</sup>	Độ lặp lại <sup>b</sup>	Độ tái lặp <sup>b</sup>
7,04	1,58	3,22
7,83	1,11	3,54

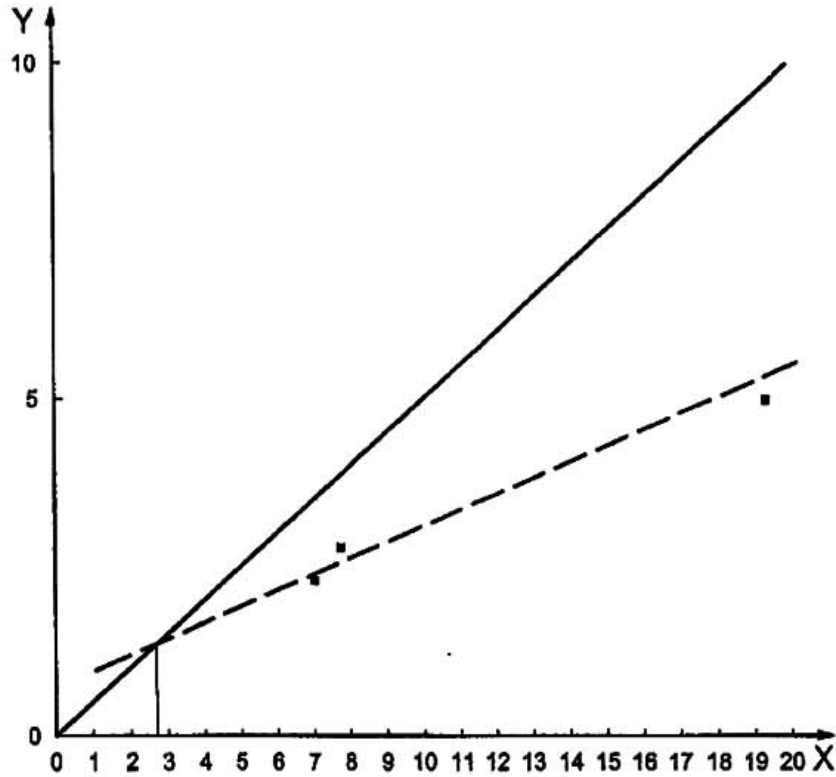
<sup>a</sup> Giá trị trung bình  
<sup>b</sup> P 95 %, hệ số 2,8

**Bảng B.2 – Các kết quả của Thử nghiệm 2 đối với một loại da**

Phòng thí nghiệm	Hàm lượng crom(VI) mg/kg			Giá trị trung bình mg/kg
1001a	19,40	18,70	19,3	19,13
1002a	20,60	21,30	21,7	21,20
1006a	21,80	22,20	21,8	21,93
1007a	19,00	18,00	21,0	19,33
1008a	25,00	24,30	24,9	24,73
1009a	19,20	17,80	18,3	18,43
1010a	16,80	13,60	13,7	14,70
501a	20,90	20,60	18,1	19,87
504a	22,00	20,00	19,00	20,33
505a	15,20	14,70	16,2	15,37
507a	24,10	23,40	25,7	24,40
508a	20,60	19,50	21,1	20,40
512a	18,70	15,40	16,5	16,87
2892a	18,40	19,00	—	18,70
2893a	16,40	16,40	—	16,40
2894a	19,40	19,30	18,9	19,20

Giá trị trung bình: 19,4 mg/kg  
Độ không đảm bảo: 5,0 mg/kg

Khi tính toán các dữ liệu được biểu thị trên Hình B.1, giới hạn phát hiện của phương pháp được xác định là 3 mg/kg đối với giá trị trung bình.



#### CHÚ DẪN

- X Các giá trị trung bình của các phép thử nghiệm liên phòng (2003 đến 2005)  
 Y Độ không đảm bảo đo liên quan đến giá trị trung bình

Hình B.1 – Đồ thị xác định giới hạn phát hiện của phương pháp xác định Cr(VI)

## Phụ lục C

(tham khảo)

## So sánh phương pháp đo màu [TCVN 12275-1 (ISO 17075-1)] và phương pháp sắc ký ion [TCVN 12275-2 (ISO 17075-2)]

Dữ liệu trong Bảng C.1 thu được từ thử nghiệm liên phòng (tháng chín năm 2015) với 13 phòng thí nghiệm tham gia. Việc phân tích được tiến hành trên mẫu da chưa biết hàm lượng crom(VI).

**Bảng C.1 – Kết quả thử nghiệm liên phòng từ mẫu da sử dụng phương pháp đo màu [TCVN 12275-1 (ISO 17075-1)] và phương pháp sắc ký ion [TCVN 12275-2 (ISO 17075-2)]**

Phương pháp đo màu TCVN 12275-1 (ISO 17075-1)		Phương pháp sắc ký ion TCVN 12275-2 (ISO 17075-2)	
Giá trị trung bình	Độ lệch chuẩn	Trung bình	Độ lệch chuẩn
mg/kg		mg/kg	
3,71	0,93	2,56	1,17