

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6837:2007

ISO 11868:2007

Xuất bản lần 2

**SỮA XỬ LÝ NHIỆT – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG LACTULOZA
PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ LỎNG HIỆU NĂNG CAO**

*Heat-treated milk – Determination of lactulose content –
Method using high-performance liquid chromatography*

HÀ NỘI – 2007

Lời nói đầu

TCVN 6837:2007 thay thế TCVN 6837:2001;

TCVN 6837:2007 hoàn toàn tương đương với ISO 11868:2007;

TCVN 6837:2007 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC/F12 *Sữa và sản phẩm sữa* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị; Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Sữa xử lý nhiệt – Xác định hàm lượng lactuloza –

Phương pháp sắc ký lỏng hiệu năng cao

*Heat-treated milk – Determination of lactulose content –
Method using high-performance liquid chromatography*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng lactuloza trong sữa, sữa gầy, sữa đã tách một phần chất béo hoặc sữa nguyên chất đã được xử lý nhiệt, sử dụng sắc ký lỏng hiệu năng cao, để phân biệt sữa tiệt trùng bằng xử lý siêu nhiệt (UHT) với sữa tiệt trùng đóng chai.

Phương pháp này đã được thử nghiệm trên dải hàm lượng lactuloza từ 200 mg/l đến 1 500 mg/l và có thể áp dụng cho tất cả các loại sữa xử lý nhiệt.

Phương pháp qui định trong tiêu chuẩn này được sử dụng trong các trường hợp có tranh chấp.

2 Thuật ngữ và định nghĩa

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

2.1

Hàm lượng lactuloza của sữa gầy, sữa đã tách một phần chất béo hoặc sữa nguyên chất
(lactulose content of skimmed, partially skimmed or whole milk)

Khối lượng của các chất xác định được bằng qui trình qui định trong tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH Hàm lượng lactuloza được biểu thị bằng miligam trên lít mẫu.

3 Nguyên tắc

Chất béo và protein được loại ra khỏi mẫu sữa, sau đó được lọc. Hàm lượng lactuloza trong dịch lọc được xác định bằng sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC). Kết quả thu được của mẫu được đánh giá bằng cách đối chứng với các mẫu chuẩn bao gồm sữa gầy không chứa lactuloza được bổ sung một lượng lactuloza biết trước.

4 Thuốc thử

Tất cả các thuốc thử được sử dụng phải là loại tinh khiết phân tích và nước được sử dụng là nước cất hai lần hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, trừ khi có qui định khác.

4.1 Lactoza ngậm một phân tử nước.

4.2 Lactuloza, có độ tinh khiết tối thiểu 99 %.

4.3 Dung dịch mẫu đã xử lý sơ bộ

Hoà tan trong nước 91,0 g kẽm axetat ngậm hai phân tử nước $[Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O]$; 54,6 g axit phosphotungstic ngậm hai bốn nước $H_3[P(W_3O_{10})_4] \cdot 24H_2O$ và 58,1 ml axit axetic băng trong bình định mức 1 000 ml và pha loãng bằng nước đến vạch.

4.4 Dịch rửa giải

Lọc nước, loại dùng cho HPLC qua màng lọc có đường kính lỗ 0,45 μm (5.8) và đun sôi để loại bỏ không khí hoà tan trước khi dùng.

Để loại bỏ không khí hoà tan, có thể sử dụng các phương pháp khác thay cho việc đun sôi nước nhưng cũng cho kết quả tương tự (ví dụ: sục khí heli).

CHÚ THÍCH Các phương pháp thay thế thường tốn kém hơn.

4.5 Mẫu chuẩn

4.5.1 Dung dịch chuẩn lactuloza

Cân khoảng 75 mg lactuloza (4.2), chính xác đến 0,1 mg cho vào bình định mức một vạch 100 ml (5.6). Hoà tan trong nước và pha loãng bằng nước đến vạch.

4.5.2 Sữa gầy thanh trùng, không chứa lactuloza được xác định theo phương pháp qui định dưới đây.

Sử dụng các mẫu sữa gầy thanh trùng giống hết nhau, chứa khoảng 250 mg, 500 mg, 750 mg và 1000 mg lactuloza trên lít, thu được bằng cách bổ sung tương ứng 5 ml, 10 ml, 15 ml và 20 ml dung dịch chuẩn lactuloza (như mô tả trong 8.2) vào sữa gầy thanh trùng.

5 Thiết bị, dụng cụ

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

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

5.2 Phễu thuỷ tinh, đường kính khoảng 7 cm.

5.3 Bộ lọc

5.3.1 Giấy lọc, loại trung bình, đường kính khoảng 12,5 cm.

5.3.2 Màng lọc xeluloza axetat, đường kính lỗ 0,45 μm .

5.4 Ống đong, dung tích 25 ml.

5.5 Pipet chia độ, dung tích 10 ml, được chia độ 0,1 ml.

5.6 Bình định mức một vạch, dung tích 50 ml, 100 ml và 1 000 ml.

5.7 Pipet một vạch, có thể phân phối được 5 ml, 10 ml, 15 ml và 20 ml.

5.8 Dụng cụ lọc bằng thủy tinh, đường kính lỗ 0,45 μm .

5.9 Bình thủy tinh, dung tích 20 ml, có khoá.

5.10 Bể siêu âm.

5.11 Bơm nước bằng chân không.

5.12 Thiết bị HPLC, như sau:

5.12.1 Máy khuấy từ và bếp đun, để giữ dịch rửa giải ở nhiệt độ $90\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ trước khi chuyển sang cột trước để phân tích.

5.12.2 Bơm, có thể tạo tốc độ dòng từ 0,3 ml/min đến 0,6 ml/min với xung áp suất nhỏ hơn 1 % trên khắp cột (1,5 MPa đến 4 MPa).

5.12.3 Cột HPX-87 P (Bio-Rad, 30 cm x 0,78 cm)¹⁾, hoặc cột tương đương được nhồi chất trao đổi ion sulfonic ở dạng cần thiết, dựa trên polime liên kết ngang với polystyren divinylbenzen 8 %. Cột trước (pre-column) gồm hệ khử tro Bio-Rad (một đoạn cột 3 cm x 0,46 cm được nhồi resin trao đổi cation dưới dạng hidro và một đoạn cột 3 cm x 0,46 cm được nhồi resin trao đổi anion dưới dạng cacbonat) hoặc một hệ thống có hiệu quả tương đương.

Các tiến cột kéo dài cả hạn dùng và cả chiều dài của cột phân tích, giảm tối đa các vấn đề gặp phải khi tách và giảm cơ bản các sai số định lượng. Khi hệ thống HPLC bắt đầu giảm độ phân giải, thì thay tiến cột đã hết tác dụng trước khi chúng nhiễm bẩn sang cột chính.

¹⁾ Cột HPX-87P (Bio-Rad, 30 cm x 0,78 cm) và hệ thống khử tro Bio-Rad là các ví dụ của các sản phẩm thích hợp bán sẵn. Thông tin này đưa ra tạo thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn, tổ chức ISO không ấn định phải sử dụng các sản phẩm này.

TCVN 6837:2007

5.12.4 Lò cột đẳng nhiệt, có thể duy trì nhiệt độ ở $75\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Đặt các tiến cột bên ngoài buồng. Ống dẫn vào cột chính nên có phần dài khoảng 10 cm đến 15 cm nằm trong lò để làm cân bằng chất rửa giải đến nhiệt độ $75\text{ }^{\circ}\text{C}$, nếu không thì pic có thể bị biến dạng.

5.12.5 Detector chỉ số khúc xạ, có độ nhạy cao, có mức ổn nhỏ hơn 5×10^{-9} đơn vị chỉ số khúc xạ (RIU), đo được trong nước.

Bộ ổn nhiệt bên trong nên đặt ở nhiệt độ cao hơn nhiệt độ phòng, đủ để thu được đường nền ổn định. Trong phần lớn các trường hợp, nên để ở nhiệt độ $35\text{ }^{\circ}\text{C}$ đến $40\text{ }^{\circ}\text{C}$.

CHÚ THÍCH Việc duy trì độ nhạy cao của chỉ số khúc xạ bị cản trở bởi sự trôi đường nền do thay đổi nhiệt độ. Để giảm thiểu sự trôi đường nền, nên đặt thiết bị HPLC trong phòng điều hoà để tránh nhiệt độ bị thay đổi.

5.12.6 Bộ tích phân, đo được chiều cao pic.

Chọn cẩn thận các thông số kiểm tra tích phân (ví dụ: độ rộng pic, độ dốc, ngưỡng pic). Bộ tích phân phải vẽ được đường vuông góc giữa các pic lactoza và pic lactuloza. (Việc gạn bỏ kem trong sữa sẽ làm mất độ chính xác do các lượng glucoza trong sữa luôn dao động). Bộ tích phân phải hạn chế được việc cản trở phát hiện đường nền giữa pic lactoza và pic lactuloza, trừ khi với mọi nồng độ của lactuloza thì chỗ thấp nhất giữa hai pic đều chạm tới đường nền.

Có nhiều bộ tích phân tự động thay đổi các thông số phân tích pic trong quá trình làm việc. Nếu có thể, nên loại bỏ tính năng này để thu được kết quả có độ lặp lại cao hơn.

6 Lấy mẫu

Điều quan trọng là phòng thí nghiệm nhận được đúng mẫu đại diện và không bị hư hỏng hoặc bị biến đổi chất lượng trong suốt quá trình vận chuyển và bảo quản.

Việc lấy mẫu không qui định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 6400 (ISO 707).

Bảo quản mẫu để tránh được sự biến đổi chất lượng và tránh thay đổi thành phần của mẫu.

7 Chuẩn bị mẫu thử

Đưa mẫu về nhiệt độ $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ và trộn cẩn thận. Nếu chất béo không phân tán đều thì hâm nóng mẫu từ từ đến $40\text{ }^{\circ}\text{C}$, trộn mẫu một cách nhẹ nhàng bằng cách chỉ đảo chiều hộp đựng và làm nguội nhanh mẫu về $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

8 Cách tiến hành

8.1 Phần mẫu thử

8.1.1 Dùng pipet lấy 15 ml mẫu thử (điều 7) cho vào bình định mức 50 ml (5.6). Dùng ống đong chia độ (5.4) để thêm 20 ml nước và xoay bình. Dùng pipet chia độ (5.5) lấy 5,5 ml dung dịch mẫu đã xử lý sơ bộ (4.3) cho vào bình và xoay bình. Pha loãng bằng nước đến vạch và trộn.

8.1.2 Sau khi để yên 1 h ở $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$, lọc qua bộ lọc (5.3.1 hoặc 5.3.2) vào phễu thủy tinh (5.2). Loại bỏ 5 ml dịch lọc đầu tiên. Thu lấy dịch lọc còn lại vào lọ thủy tinh sạch.

8.2 Chuẩn bị các mẫu hiệu chuẩn

8.2.1 Khái quát

Dùng pipet cho vào bốn bình định mức 50 ml, mỗi bình 15 ml sữa gầy không chứa lactuloza (4.5.2).

8.2.2 Dung dịch chuẩn A

8.2.2.1 Dùng pipet cho 5 ml dung dịch chuẩn lactuloza (4.5.1) vào bình định mức 50 ml thứ nhất đựng sữa gầy không chứa lactuloza (8.2.1) và xoay bình.

8.2.2.2 Dùng ống đong (5.4) cho thêm 15 ml nước và xoay bình.

8.2.2.3 Dùng pipet chia độ (5.5) cho thêm 5,5 ml dung dịch mẫu đã xử lý sơ bộ (4.3) và xoay bình. Pha loãng bằng nước đến vạch và lắc bình. Sau khi để yên dung dịch 1 h ở $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$, lọc qua bộ lọc (5.3.1 hoặc 5.3.2) vào trong phễu thủy tinh (5.2). Loại bỏ 5 ml dịch lọc đầu tiên. Thu lấy dịch lọc còn lại vào lọ thủy tinh sạch.

8.2.3 Dung dịch chuẩn B

Dùng pipet lấy 10 ml dung dịch chuẩn lactuloza (4.5.1) cho vào bình định mức 50 ml thứ hai đựng sữa gầy không chứa lactuloza (8.2.1) và xoay bình.

Dùng ống đong (5.4) cho thêm 10 ml nước và xoay bình.

Tiến hành tiếp theo qui định trong 8.2.2.3.

8.2.4 Dung dịch chuẩn C

Dùng pipet lấy 15 ml dung dịch chuẩn lactuloza (4.5.1) cho vào bình định mức 50 ml thứ ba đựng sữa gầy không chứa lactuloza (8.2.1) và xoay bình.

Dùng ống đong (5.4) cho thêm 5 ml nước và xoay bình.

Tiến hành tiếp theo qui định trong 8.2.2.3.

8.2.5 Dung dịch chuẩn D

Dùng pipet lấy 20 ml dung dịch chuẩn lactuloza (4.5.1) cho vào bình định mức 50 ml thứ tư đựng sữa gầy không chứa lactuloza (8.2.1) và xoay bình.

Tiến hành tiếp theo qui định trong 8.2.2.3.

8.3 Xác định bằng sắc ký khí

8.3.1 Dùng pipet lấy khoảng 3 ml dịch lọc từ phần mẫu thử (8.1.2) và từ các mẫu hiệu chuẩn (8.2) cho vào các bình thuỷ tinh (5.9) riêng rẽ. Loại bỏ không khí hoà tan ra khỏi dịch lọc bằng cách nổi van của bình với bơm chân không nước (5.11) và tiến hành đuổi khí bằng nổi cách thuỷ siêu âm (5.10) khoảng 30 s ở nhiệt độ phòng. Tránh tạo bọt, nếu có thể.

CHÚ THÍCH Nếu lẫn không khí vào mẫu thì có thể xuất hiện pic âm sau một thời gian lưu lactuloza.

8.3.2 Bơm từ 10 µl đến 30 µl (được đo chính xác) dịch lọc vào thiết bị HPLC (5.12) hoạt động với tốc độ dòng là 0,3 ml/min.

Khi hàm lượng lactuloza nhỏ hơn 200 mg/kg sữa, thì phải tiến hành phân tích sử dụng hai cột trong dây, tăng tốc độ dòng lên 0,6 ml/min.

CHÚ THÍCH Sắc đồ (phụ lục A) cho thấy một pic của lactoza lớn vượt ngoài thang đo với thời gian lưu khoảng 19 min và tương tự trong trường hợp đối với các mẫu chuẩn (8.2.2, 8.2.3, 8.2.4 và 8.2.5) và với sữa xử lý nhiệt, thì có một pic tương đối nhỏ của lactuloza với thời gian lưu khoảng 24 min.

Chọn cách điều chỉnh máy vẽ đồ thị để cung cấp chiều cao tối thiểu cho pic lactuloza là 5 mm đối với mẫu chuẩn A (8.2.2). Tùy thuộc vào chất lượng của cột và tiền cột đã sử dụng (5.12.3), mà thu được pic lactuloza (5.12.6) tách biệt tốt hay tách không tốt. Để xác định độ phân giải tối thiểu yêu cầu giữa lactoza và lactuloza, cần chuẩn bị dung dịch tiêu chuẩn chứa 0,69 g lactoza (4.1) và 3,75 mg lactuloza (4.2) trên 50 ml.

Thông số tách sau đây, R_s , không được nhỏ hơn 5:

$$R_s = \frac{h_2}{h_v}$$

trong đó

h_2 là chiều cao của pic lactuloza;

h_v là chiều cao chỗ lõm giữa các pic lactoza và lactuloza.

Thời gian bơm hợp lý giữa các mẫu liên tiếp là 60 min.

8.3.3 Bộ tích phân ghi lại chiều cao của từng pic h_1 và h_2 , trong đó h_1 là chiều cao của pic lactoza và h_2 là chiều cao của pic lactuloza.

Cần bơm lại mẫu nếu đường nền vượt quá 10 % toàn bộ thang đo.

Cần thiết phải kiểm tra hình dạng của sắc đồ trước khi định lượng, để phát hiện sự bất thường do thiết bị hay do nguồn gốc và bản chất của mẫu cần phân tích.

Nếu còn nghi ngờ, lặp lại phép phân tích. Chiều cao pic lactoza trong mẫu thử không được sai lệch quá 10 % so với các chuẩn. Nếu vượt quá, cần chuẩn bị các mẫu chuẩn khác.

Đối với từng dãy mẫu thử, luôn cần có các mẫu hiệu chuẩn. Cứ 10 mẫu đến 15 mẫu thì hiệu chuẩn lại.

8.4 Độ thu hồi

Nếu cần, kiểm tra độ thu hồi bằng qui trình bổ sung chuẩn. Nếu độ thu hồi nhỏ hơn 99 % trong các mẫu có hàm lượng lactuloza bằng hoặc lớn hơn 200 mg/l thì phải lặp lại phép phân tích.

9 Tính toán và biểu thị kết quả

9.1 Hiệu chuẩn

Sau mỗi lần bơm dung dịch chuẩn và tách bằng thiết bị HPLC, bộ tích phân sẽ ghi lại chiều cao của các pic sau đây:

h_{2a} là giá trị bằng số của chiều cao pic lactuloza của dung dịch chuẩn A;

h_{2b} là giá trị bằng số của chiều cao pic lactuloza của dung dịch chuẩn B;

h_{2c} là giá trị bằng số của chiều cao pic lactuloza của dung dịch chuẩn C;

h_{2d} là giá trị bằng số của chiều cao pic lactuloza của dung dịch chuẩn D;

Tính nồng độ lactuloza, c_{a-d} , trong các dung dịch chuẩn A, B, C và D (8.2), tính bằng miligam trên 50 ml như sau:

$$c_a = m_L \times 5/100$$

$$c_b = m_L \times 10/100$$

$$c_c = m_L \times 15/100$$

$$c_d = m_L \times 20/100$$

trong đó m_L là giá trị khối lượng lactuloza của dung dịch chuẩn (4.5.1).

TCVN 6837:2007

Phép phân tích hồi qui tuyến tính bình phương nhỏ nhất đối với các cặp $h_{2a} - c_a$, $h_{2b} - c_b$, $h_{2c} - c_c$ và $h_{2d} - c_d$, với c_a , c_b , c_c và c_d là các biến thiên độc lập, cho các hệ số hồi qui, a và b trong công thức sau:

$$h_2 = a + b \times c_L$$

trong đó

h_2 là giá trị bằng số của chiều cao pic lactuloza được coi là biến thiên phụ thuộc trong hồi qui;

c_L là giá trị bằng số nồng độ của lactuloza, miligam trên 50 ml được coi là biến thiên độc lập trong hồi qui.

9.2 Tính hàm lượng lactuloza

Tính hàm lượng lactuloza của mẫu thử, w_L , được biểu thị bằng miligam trên lít theo công thức sau đây:

$$\left[w_L = \frac{(h_{2s} - a)}{b \cdot V_s} d \right]$$

trong đó

h_{2s} là giá trị bằng số của chiều cao pic lactuloza của mẫu;

V_s là giá trị bằng số thể tích của mẫu thử, tính bằng mililit (8.1.1);

d là hệ số pha loãng, được biểu thị bằng miligam trên lít ($d = 10^3$)

10 Độ chụm

10.1 Phép thử liên phòng thử nghiệm

Các chi tiết của phép thử liên phòng thử nghiệm về độ chụm của phương pháp được nêu trong phụ lục B và được ghi lại trong [4]. Các giá trị thu được từ phép thử liên phòng này có thể không áp dụng được cho các dải nồng độ và các chất nền khác với các dải nồng độ và các chất nền đã nêu.

10.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm riêng rẽ độc lập, thu được khi sử dụng cùng phương pháp, tiến hành trên vật liệu thử giống hệt nhau trong một phòng thử nghiệm, do một người thực hiện sử dụng cùng thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn, không quá 5 % các trường hợp lớn hơn 15,6 mg/l.

10.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm riêng rẽ, thu được khi sử dụng cùng phương pháp, tiến hành thử trên vật liệu giống hệt nhau trong các phòng thử nghiệm khác nhau, do các người khác nhau thực hiện, sử dụng các thiết bị khác nhau, không quá 5 % các trường hợp lớn hơn 47,6 mg/l.

11 Báo cáo thử nghiệm

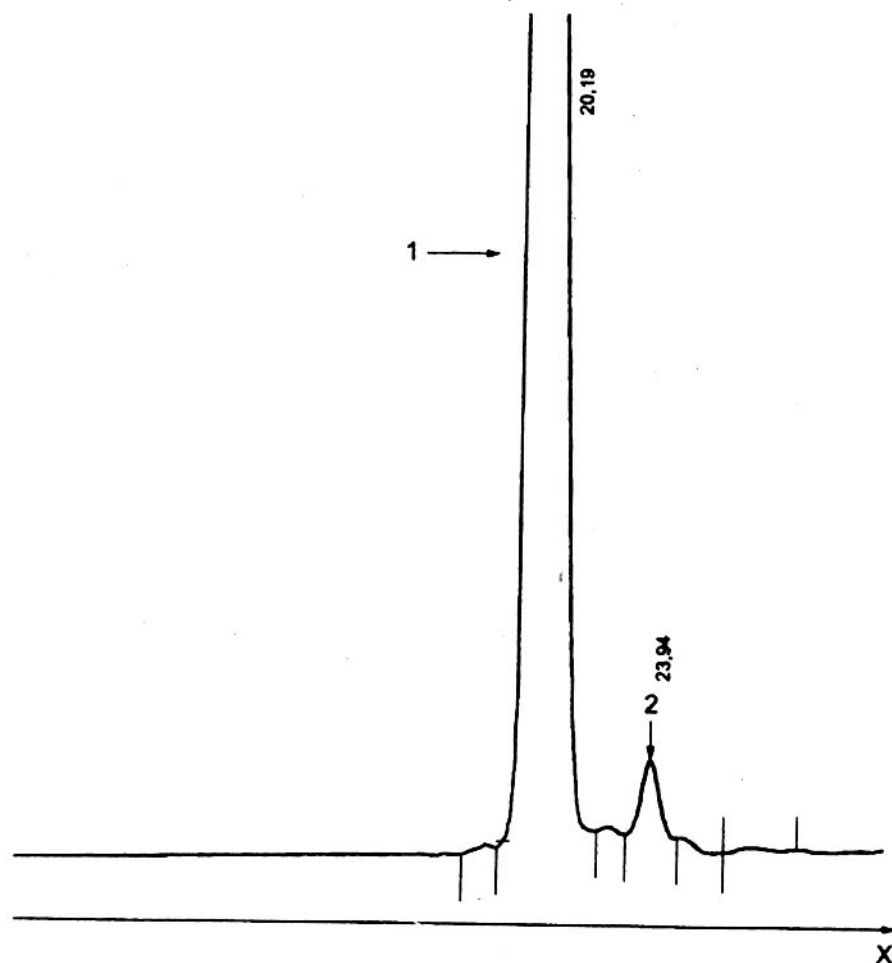
Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- 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 dùng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- d) mọi chi tiết thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, hoặc tùy ý lựa chọn cùng với các chi tiết bất thường nào khác có thể ảnh hưởng tới kết quả;
- e) kết quả thử nghiệm thu được.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Ví dụ về sắc đồ



Chú giải

X thời gian lưu, min

1 lactoza

2 lactuloza (750 mg/l sữa)

Phụ lục B

(Tham khảo)

Kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm

Một phép thử cộng tác quốc tế gồm chín phòng thử nghiệm từ năm quốc gia tham gia, tiến hành trên sáu mẫu sữa. Các kết quả thu được đã được phân tích thống kê theo TCVN 6910-1 (ISO 5725-1) và TCVN 6910-2 (ISO 5725-2) và đưa ra dữ liệu về độ chụm như trong bảng B.1.

Bảng B.1 – Các kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm về lactuloza

	Mẫu						
	1	2	3	4	5	6	Trung bình
Giá trị trung bình, mg/l	357,07	362,82	376,98	273,09	331,78	331,11	
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ *	9	9	8	9	9	9	
Giới hạn lặp lại r ($2,8 s_r$), mg/l	16,217	20,187	11,521	14,483	14,344	16,509	15,543
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , mg/l	5,792	7,210	4,115	5,172	5,123	5,896	5,550
Hệ số biến thiên lặp lại, %	1,622	1,987	1,091	1,894	1,544	1,781	1,536
Giới hạn tái lập R ($2,8 s_R$), mg/l	47,737	52,783	49,214	48,091	43,230	44,541	47,599
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R , mg/l	17,049	18,851	17,567	17,175	15,439	15,908	16,998
Hệ số biến thiên tái lập, %	4,775	5,196	4,662	6,289	4,653	4,804	5,064
* Các giá trị trung bình giới hạn lặp lại và tái lập, độ lệch chuẩn đã được tính không kể 1 ngoại lệ trong mẫu 3 và không phải là 2 như đã đề cập trong [4]. Không cho phép tiến hành lại các phép thử ngoại lệ trên các kết quả thu được sau khi bỏ các con số ngoại lệ.							

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 6400 (ISO 707), Sữa và sản phẩm sữa – Hướng dẫn lấy mẫu.
- [2] TCVN 6910-1:2001 (ISO 5725-1:1994), Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp đo và kết quả đo. Phần 1: Nguyên tắc và định nghĩa chung.
- [3] TCVN 6910-2:2001 (ISO 5725-2:1994), 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.
- [4] MOTTAR, J. Milk. Determination of lactulose. *Bullentin of the International Dairy Federation*, **285** (1993), pp 86-97.
-