

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 11513-1:2016  
ISO 12228-1:2014**

**XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG STEROL TỔNG SỐ VÀ CÁC  
STEROL RIÊNG RẺ - PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ KHÍ -  
PHẦN 1: DẦU MỠ ĐỘNG VẬT VÀ THỰC VẬT**

*Determination of individual and total sterols contents -  
Gas chromatographic method - Part 1: Animal and vegetable fats and oils*

**HÀ NỘI - 2016**

## Lời nói đầu

TCVN 11513-1:2016 hoàn toàn tương đương với ISO 12228-1:2014;

TCVN 11513-1:2016 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F2 Dầu mỡ động vật và thực vật biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Bộ TCVN 11513 (ISO 12228) Xác định hàm lượng sterol tổng số và các sterol riêng rẽ – Phương pháp sắc ký khí gồm có các phần sau:

TCVN 11513-1:2016 (ISO 12228-1:2014), Phần 1: Dầu mỡ động vật và thực vật;

TCVN 11513-2:2016 (ISO 12228-2:2014), Phần 2: Dầu ôliu và dầu bã ôliu.

# Xác định hàm lượng sterol tổng số và các sterol riêng rẽ - Phương pháp sắc ký khí - Phần 1: Dầu mỡ động vật và thực vật

*Determination of individual and total sterols contents - Gas chromatographic method -  
Part 1: Animal and vegetable fats and oils*

## 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng và thành phần của các sterol trong dầu mỡ động vật và thực vật bằng sắc ký khí. Tuy nhiên, phép xác định hàm lượng và thành phần của các sterol trong dầu ôliu và dầu bã ôliu được thực hiện theo TCVN 11513-2 (ISO 12228-2).

## 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 6128 (ISO 661) *Dầu mỡ động vật và thực vật – Chuẩn bị mẫu thử.*

## 3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

### 3.1

**Thành phần của các sterol (composition of sterols)**

Thành phần của các sterol riêng rẽ trong mẫu, bắt đầu với cholesterol và kết thúc với  $\Delta 7$ -avenasterol (xem Bảng 1) trong các điều kiện qui định tại tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH 1: Thành phần được biểu thị bằng phần trăm tất cả các diện tích pic, đã chuẩn hóa đến 100 %.

### 3.2

#### Hàm lượng sterol tổng số (total sterol content)

Phần khối lượng của tổng tất cả các sterol riêng rẽ, được xác định theo phương pháp qui định trong tiêu chuẩn này, bắt đầu với cholesterol và kết thúc với  $\Delta^7$ -avenasterol (xem Bảng 1) chia cho khối lượng phần mẫu thử.

CHÚ THÍCH 1: Hàm lượng này được biểu thị bằng miligam trên kilogam.

## 4 Nguyên tắc

Phần mẫu thử được xà phòng hóa bằng cách đun sôi hồi lưu với dung dịch kali hydroxit trong etanol. Chất không xà phòng hóa được tách ra bằng chiết pha rắn trên cột nhôm ôxit. Cột nhôm ôxit được sử dụng để giữ lại các aion của axit béo; các sterol được đi qua cột. Phần sterol từ chất không xà phòng hóa được tách bằng sắc ký lớp mỏng. Định tính và định lượng các thành phần sterol cần xác định bằng sắc ký khí, sử dụng cholestanol hoặc betulin làm chất chuẩn nội.

## 5 Thuốc thử

**CẢNH BÁO – Thực hiện các qui định về xử lý các chất nguy hiểm. Cần tuân thủ các biện pháp an toàn kỹ thuật cho tổ chức và cá nhân.**

Chỉ sử dụng thuốc thử loại tinh khiết phân tích và nước đạt loại 3 trong TCVN 4851 (ISO 3696), trừ khi có qui định khác.

**5.1 Kali hydroxit (KOH),** dung dịch trong etanol, nồng độ mol  $c(\text{KOH})$  xấp xỉ 0,5 mol/l.

Hòa tan 3 g kali hydroxit trong 5 ml nước và pha loãng bằng etanol (5.3) đến 100 ml. Dung dịch phải không màu hoặc có màu vàng rơm.

**5.2 Dung dịch chuẩn nội,** cholestanol ( $5\alpha$ -cholestan- $3\beta$ -ol) hoặc betulin, dung dịch 1,0 mg/ml phần thể tích trong etanol (xem chú thích trong 5.10).

CHÚ THÍCH: Trong trường hợp dầu đã hydro hóa, có thể chứa cholestanol, thì nên sử dụng betulin (pic 17 trong Bảng 1).

**5.3 Etanol,** phần thể tích tối thiểu  $\varphi = 95 \%$ .

**5.4 Nhôm ôxit,** trung tính, kích cỡ hạt 0,063 mm đến 0,200 mm, hoạt tính loại I (hàm lượng nước = 0 %).

**5.5 Dietyl ete,** mới chưng cất, không có peroxit và cặn.

**CẢNH BÁO – Dietyl ete là chất dễ cháy và có thể tạo thành peroxit gây nổ. Giới hạn gây nổ trong không khí là 1,7 % đến 48 % (phần thể tích). Hết sức cẩn thận khi sử dụng dietyl ete.**

Tránh nguồn nhiệt và ánh sáng mặt trời.

**5.6 Tấm sắc ký lớp mỏng silica gel (TLC), có bán sẵn, kích thước 20 cm x 20 cm, độ dày 0,25 mm.**

**5.7 Dung môi triển khai, hexan/dietyl ete.**

Phần thể tích của từng dung môi là 50 ml /100 ml.

**5.8 Dung dịch chuẩn dùng cho sắc ký lớp mỏng, cholesterol/cholestanol 1,0 mg/ml phần thể tích trong axeton hoặc betulin 5,0 mg/ml trong axeton.**

CHÚ THÍCH 1: Cholesterol và cholestanol có cùng giá trị  $R_f$  (0,35) trong TLC, trong khi giá trị  $R_f$  đối với betulin là 0,30 (xem Hình A.1).

CHÚ THÍCH 2: Trong trường hợp dầu đã hydro hóa, có thể chứa cholestanol, thì nên sử dụng betulin (pic 17 trong Bảng 1).

**5.9 Thuốc thử dạng phun sương, metanol.**

**5.10 Thuốc thử silyl hóa, được chuẩn bị bằng cách cho 50  $\mu$ l 1-metyl imidazol vào 1 ml N-metyl-N (trimethylsilyl)-hepta-fluorobutyramid (MSHFBA).**

CHÚ THÍCH: Các dung dịch sử dụng một lần có bán sẵn trên thị trường. Có thể sử dụng thuốc thử silyl hóa khác, ví dụ: có thể sử dụng bis trimethylsilyl trifluoroacetamid với 1 % trimethylchlorosilan có bán sẵn, và có thể sử dụng khi dùng cholestanol làm chất chuẩn nội. Tuy nhiên, đối với betulin cần đưa ra cảnh báo cụ thể để đảm bảo cả nhóm hydroxyl của betulin đã được silyl hóa. Nếu không, betulin có thể cho hai pic trên sắc ký đồ.

## 6 Thiết bị, dụng cụ

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

**6.1 Bình cầu đáy tròn, dung tích 25 ml và 50 ml, có cổ mài.**

**6.2 Bộ sinh hàn, có khớp nối thủy tinh mài gắn khít với bình cầu (6.1).**

**6.3 Cột thủy tinh, có khóa polytetrafluoroetylen (PTFE), màng lọc thủy tinh tiêu kết và bình thu nhận 100 ml, dài 25 cm, đường kính trong 1,5 cm.**

**6.4 Bộ cơ quay, nối với bơm chân không và nối cách thủy được duy trì ở nhiệt độ 40 °C.**

**6.5 Bể triển khai, bằng thủy tinh, có nắp đáy thủy tinh mài, phù hợp để sử dụng với tấm có kích thước 20 cm x 20 cm.**

**6.6 Microxyranh, có thể phân phối 100  $\mu$ l.**

**6.7 Tủ sấy, duy trì nhiệt độ ở 105 °C  $\pm$  3 °C.**

## TCVN 11513-1:2016

6.8 **Bình hút ẩm**, chứa chất hút ẩm hiệu quả, để bảo quản tám sắc ký TLC.

6.9 **Lọ phản ứng**, dung tích 0,3 ml đến (1,0 đến 1,5) ml, có nắp vặn và lớp lót bằng màng PTFE, để chuẩn bị các dẫn xuất sterol.

6.10 **Thiết bị sắc ký khí**, cột mao quản, có bộ bơm mẫu chia dòng dùng detector ion hóa ngọn lửa và bộ ghi phù hợp.

6.11 **Cột mao quản**, được làm bằng silica nóng chảy hoặc thủy tinh, dài 25 m đến 60 m, đường kính trong 0,2 mm đến 0,25 mm, pha tĩnh SE-54 (hoặc pha không phân cực tương đương có giới hạn nhiệt độ trong khoảng 280 °C đến 300 °C); độ dày màng khoảng 0,1 µm.

CHÚ THÍCH: Với độ dày màng 0,1 µm sẽ cho độ phân giải pic tốt hơn.

6.12 **Microxyranh dùng cho sắc ký khí**, để bơm các lượng 1 µl.

6.13 **Cân phân tích**, có thể cân chính xác đến 0,001 g và có thể đọc đến 0,000 1 g.

## 7 Mẫu thử

### 7.1 Lấy mẫu

Việc lấy mẫu không qui định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 2625 (ISO 5555) <sup>[1]</sup>.

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

### 7.2 Chuẩn bị mẫu thử

Chuẩn bị mẫu thử theo TCVN 6128 (ISO 661).

## 8 Cách tiến hành

### 8.1 Chuẩn bị cột nhôm ôxit

Cho 10 g nhôm ôxit (5.4) trong 20 ml etanol (5.3) và rót huyền phù đặc này vào cột thủy tinh (6.3). Để nhôm ôxit lắng và cho dung môi chạy qua cột cho đến khi mức dung môi ngang đỉnh của lớp nhôm ôxit.

### 8.2 Phân mẫu thử

Cân khoảng 250 mg mẫu thử, chính xác đến 1 mg, cho vào bình 25 ml (6.1), tiến hành tiếp 8.3.

Đối với dầu mỡ có hàm lượng sterol thấp (ví dụ: ít hơn 2 000 mg trên kilogam) hoặc với lý do khác

thì tiến hành qui trình sử dụng lượng mẫu thử lớn gấp ba lần. Điều chỉnh thuốc thử và thiết bị cho phù hợp.

### 8.3 Tách chất không xà phòng hóa

Cho chính xác 1,00 ml dung dịch chuẩn nội (5.2) vào phần mẫu thử (8.2). Thêm 5 ml dung dịch kali hydroxit trong etanol (5.1) và vài hạt trợ sôi. Nối bộ sinh hàn (6.2) với bình và giữ cho sôi nhẹ 15 min. Ngắt nguồn nhiệt. Pha loãng ngay lượng chứa trong bình trong khi vẫn nóng với 5 ml etanol (5.3) và xoay hoặc lắc bình để đồng hóa.

Dùng pipet lấy 5 ml dung dịch này cho lên cột nhôm ôxit (8.1) đã chuẩn bị. Thu lấy dịch rửa giải vào bình cầu đáy tròn 50 ml (6.1) và cho cột tự chảy đến khi mức dung môi đạt mức đỉnh của lớp nhôm ôxit. Đầu tiên, rửa giải chất không xà phòng hóa bằng 5 ml etanol (5.3) và sau đó bằng 30 ml dietyl ete (5.5), với tốc độ dòng khoảng 2 ml/min. Loại bỏ dung môi khỏi bình bằng cách cho vào bộ cô quay (6.4).

**CẢNH BÁO – Cột nhôm ôxit là cần thiết đối với qui trình này. Không được thay bằng cột silica hoặc các cột khác hoặc chiết bằng dung môi.**

### 8.4 Sắc ký lớp mỏng

Hòa tan chất không xà phòng hóa thu được trong 8.3 với một lượng nhỏ dietyl ete (5.5) (khoảng 0,5 ml). Dùng microxyranh (6.6) để chuyển dung dịch này vào bản sắc ký thành một đường thẳng, ở khoảng cách 2 cm, tính từ cạnh dưới của tấm TLC (5.6). Để một khoảng ít nhất 3 cm, cách mỗi cạnh tấm sắc ký. Chấm một điểm 5  $\mu$ l của dung dịch chuẩn TLC (5.8) cách cạnh 1,5 cm. Đổ khoảng 100 ml dung môi triển khai (5.7) đầy bể triển khai (6.5). Đặt tấm sắc ký vào bể và triển khai cho đến khi dung môi đạt đến cạnh trên. Lấy tấm sắc ký ra khỏi bể và để dung môi bay hơi trong tủ hút.

CHÚ THÍCH: Chuyển định lượng mẫu (8.3) vào tấm TLC là không cần thiết trong bước này. Có thể sử dụng thiết bị tự động để chuyển mẫu vào bản sắc ký. Không cần làm bão hòa buồng chứa.

### 8.5 Tách các sterol

Phun metanol (5.9) lên tấm sắc ký cho đến khi xuất hiện các quầng sterol (và betulin) màu trắng trên nền hơi mờ (tối hơn). Cholestanol là một phần của quầng  $\Delta$ 5-sterol (xem Hình A.1). Đánh dấu các quầng cao hơn các điểm chuẩn 2 mm và thấp hơn các quầng quan sát được 4 mm (xem Hình A.1). Dùng thìa cạo hết phần lớp này và thu lấy lượng silica vào một cốc nhỏ có mỏ.

CHÚ THÍCH 1: Trong bước này, cần tránh hao hụt từng phần betulin khi mở rộng biên ở cạnh dưới của quầng quan sát được (4 mm so với 2 mm ở cạnh trên). Dầu hạt hướng dương có thể cho thấy ba dải ( $\Delta$ 5-sterol,  $\Delta$ 7-sterol và betulin).

CHÚ THÍCH 2: Nếu dùng betulin làm chất chuẩn nội thì xuất hiện quầng sterol thấp hơn một chút (xem Hình A.1).

## TCVN 11513-1:2016

Thêm 0,5 ml etanol vào silica gel thu được. Chiết silica gel vào cốc có mỡ ba lần, mỗi lần 5 ml dietyl ete (5.5) và lọc vào bình (6.1). Cô lượng chiết ete đã gộp lại đến khoảng 1 ml trong bộ cô quay (6.4) và chuyển dung dịch còn lại vào lọ phản ứng (6.9). Thổi hết dung môi trong lọ phản ứng bằng dòng hơi nitơ.

### 8.6 Chuẩn bị ete trimethylsilyl sterol

Cho 100  $\mu$ l thuốc thử silyl hóa (5.10) vào lọ phản ứng (6.9) có chứa các sterol đã tách. Đậy nắp và gia nhiệt lọ 15 min trong tủ đã cài đặt nhiệt độ ở  $(105 \pm 3) ^\circ\text{C}$ . Để lọ phản ứng nguội đến nhiệt độ phòng và bơm dung dịch trực tiếp lên thiết bị sắc ký khí (6.10).

### 8.7 Sắc ký khí

Tối ưu hóa chương trình nhiệt độ và tốc độ dòng khí mang sao cho thu được sắc đồ giống với Hình A.2 đến Hình A.7. Kiểm tra việc tách các phân sterol đã silyl hóa thu được từ các loại dầu đã biết trước, như trong Hình A.2 đến Hình A.7.

CHÚ THÍCH 1: Các thông số sau đây đã được thử nghiệm và được cho là phù hợp (xem sắc đồ trong Phụ lục A): cột GC: SE-54, dài 50 m, đường kính trong 0,25 mm, độ dày màng 0,10  $\mu\text{m}$ ; khí mang  $\text{H}_2$ , tốc độ dòng khí mang 36 cm/s, chia dòng 1:20, nhiệt độ detector/bộ bơm 320  $^\circ\text{C}$ , chương trình nhiệt độ tăng từ 245  $^\circ\text{C}$  đến 265  $^\circ\text{C}$  với tốc độ 5  $^\circ\text{C}/\text{min}$ , đẳng dòng ở 265  $^\circ\text{C}$  trong 40 min; thể tích bơm 1  $\mu\text{l}$ . Có thể sử dụng cột mao quản có chất lượng tương đương.

CHÚ THÍCH 2: Dung dịch chuẩn chứa cholesterol, campesterol, stigmasterol và sitosterol có thể được sử dụng để kiểm tra thời gian lưu. Chạy phép thử trắng để thử khả năng nhiễu (ví dụ: cholesterol) từ dung môi, thành bình, bộ lọc, tay .v.v....

## 9 Biểu thị kết quả

### 9.1 Nhận biết sterol

Để nhận biết sự có mặt các sterol trong mẫu thử, xác định các thời gian lưu tương ứng (RRT) bằng cách chia thời gian lưu (RT) của sterol cần tìm cho RT của cholesterol và/hoặc betulin. Bảng 1 cho RRT của các sterol khác nhau tương ứng với cholesterol ( $\text{RRT}_c$ ) và betulin ( $\text{RRT}_b$ ), với pha tĩnh SE-54.

CHÚ THÍCH: RRT trong Bảng 1 (xác định được trong các điều kiện ở chú thích 1 của 8.7) đã đề cập, chỉ giúp nhận biết các sterol riêng rẽ và để minh họa trình tự rửa giải (xem Hình A.1). Thực tế, RRT tìm thấy có thể lệch đôi chút so với RRT nêu trong Bảng 1 do RRT phụ thuộc vào các điều kiện thực nghiệm (loại cột và chiều dài cột GLC, chương trình nhiệt độ và chất lượng pha tĩnh).

### 9.2 Thành phần của các sterol

Tính phần khối lượng  $w_i$  của các sterol riêng rẽ  $i$ , bằng g/100 g (phần trăm), theo Công thức sau:



$$w_i = \frac{A_i}{\sum A} \times 100 \quad (1)$$

Trong đó:

$A_i$  là diện tích pic của sterol  $i$ ;

$\sum A$  là tổng diện tích pic của tất cả các sterol (pic 1,3 đến 16 hoặc 1 đến 16, nếu sử dụng betulin).

**Bảng 1– Nhận biết pic của các sterol riêng rẽ và betulin bằng sắc ký khí theo RRT  
(pha tinh SE-54)**

Số Pic	Tên thông thường của sterol	Tên của các sterol theo hệ thống	RRT <sub>c</sub>	RRT <sub>B</sub>
1	Cholesterol	Cholest-5-en-3β-ol	1,00	0,44
2	Cholestanol	5α-cholestan-3β-ol	1,02	0,45
3	Brassicasterol	[24S]-24-methyl cholesta-5,22-dien-3β-ol	1,09	0,48
4	24-Methylen cholesterol	24-methylen cholesta-5,24-dien-3β-ol	1,21	0,53
5	Campesterol	[24R]-24-methyl cholest-5-en-3β-ol	1,23	0,54
6	Campestanol	[24R]-24-methyl cholestan-3β-ol	1,25	0,55
7	Stigmasterol	[24S]-24-ethyl cholesta-5,22-dien-3β-ol	1,31	0,57
8	Δ7-Campesterol	[24R]-24-methyl cholest-7-en-3β-ol	1,38	0,59
9	Δ5,23-Stigmastadienol	[24R,S]-24-ethyl cholesta-5,23-dien-3β-ol	1,40	0,60
10	Clerosterol	[24S]-24-ethyl cholesta-5,25-dien-3β-ol	1,42	0,62
11	Sitosterol	[24R]-24-ethyl cholest-5-en-3β-ol	1,47	0,64
12	Sitostanol	[24R]-24-ethyl cholestan-3β-ol	1,50	0,65
13	Δ5-Avenasterol	[24Z]-24(28)-ethyliden cholest-5-en-3β-ol	1,52	0,66
14	Δ5,24-Stigmastadienol	[24R,S]-24-ethyl cholesta-5,24-dien-3β-ol	1,59	0,69
15	Δ7-Stigmastenol	[24R,S]-24-ethyl cholest-7-en-3β-ol	1,65	0,72
16	Δ7-Avenasterol	[24Z]-24(28)-ethyliden cholest-7-en-3β-ol	1,70	0,74
X	(Erythrodiol)		2,03	0,88
Y	(Uvaol)		2,17	0,95
17	Betulin	Lup-20[29]-ene-3β,28-diol	2,30	1,00

RRT<sub>c</sub>: thời gian lưu tương đối tính theo cholesterol = 1,00

RRT<sub>B</sub>: thời gian lưu tương đối tính theo betulin = 1,00

CHÚ THÍCH: Sitosterol có thể rửa giải đồng thời cùng với α-spinasterol và Δ7,22,25-stigmastatrienol. [24R]-24-Ethyl cholesta-7, 25(27)-dien-3β-ol có mặt trong sterol của dầu hương dương và dầu hạt bí và có thể rửa giải đồng thời cùng với pic 14 (Δ5, 24-stigmastadienol).

### 9.3 Xác định hàm lượng sterol tổng số

Trong tiêu chuẩn này, giả định rằng các hệ số đáp ứng của tất cả các sterol và betulin là bằng nhau.

CHÚ THÍCH: Trong một vài phép thử, các sterol đã silyl hóa và betulin đã silyl hóa với các lượng bằng nhau cho cùng độ nhạy detector, sử dụng detector FID trong các điều kiện này.

Tính hàm lượng sterol tổng số,  $w$ , bằng miligam trên kilogram chất béo, theo Công thức (2):

$$w = \frac{\sum(A) \times m_{IS} \times 1000}{A_{IS} \times m} \quad (2)$$

Trong đó:

$m_{IS}$  là khối lượng chất chuẩn nội (cholestanol) (trong trường hợp này là 1 mg), tính bằng miligam (mg);

$\sum(A)$  là tổng diện tích pic của tất cả các sterol (pic 1,3 đến 16 hoặc 1 đến 16, nếu sử dụng betulin);

$A_{IS}$  là diện tích pic của chất chuẩn nội;

$m$  là khối lượng mẫu thử, (trong trường hợp này là 0,25 g), tính bằng gam (g).

Để tính hàm lượng sterol tổng số thì tất cả các pic của sterol bắt đầu với cholesterol và kết thúc với  $\Delta 7$ -avenasterol (pic 16), nhưng không có erythrodiol và uvaol (pic X và pic Y).

## 10 Độ chụm

### 10.1 Phép thử liên phòng thử nghiệm

Chi tiết của phép thử liên phòng thử nghiệm về độ chụm của phương pháp được nêu trong Phụ lục B. Các giá trị thu được từ phép thử liên phòng thử nghiệm này có thể không áp dụng được cho các dải nồng độ phân tích và chất nền khác với dải nồng độ và chất nền đã nêu.

### 10.2 Giới hạn lặp lại, $r$

Giới hạn lặp lại ( $r$ ) là giá trị mà độ lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử thu được trong các điều kiện lặp lại sẽ nhỏ hơn hoặc bằng giá trị đó được dự kiến với xác suất 95 %.

Điều kiện lặp lại là các điều kiện trong đó các kết quả thử độc lập, thu được khi sử dụng cùng phương pháp, trên vật liệu thử giống hệt nhau, trong cùng một phòng thử nghiệm, do một người thực hiện, sử dụng cùng thiết bị, thực hiện trong một khoảng thời gian ngắn.

### 10.3 Giới hạn tái lập, $R$

Giới hạn tái lập ( $R$ ) là giá trị mà độ lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử thu được trong các điều kiện tái lập sẽ nhỏ hơn hoặc bằng giá trị đó được dự kiến với xác suất 95 %.

Điều kiện tái lập là các điều kiện trong đó các kết quả thử độc lập, thu được khi sử dụng cùng phương pháp, trên vật liệu thử giống hệt nhau, trong các phòng thử nghiệm khác nhau, do những người khác nhau thực hiện, sử dụng các thiết bị khác nhau, thực hiện trong một khoảng thời gian ngắn.

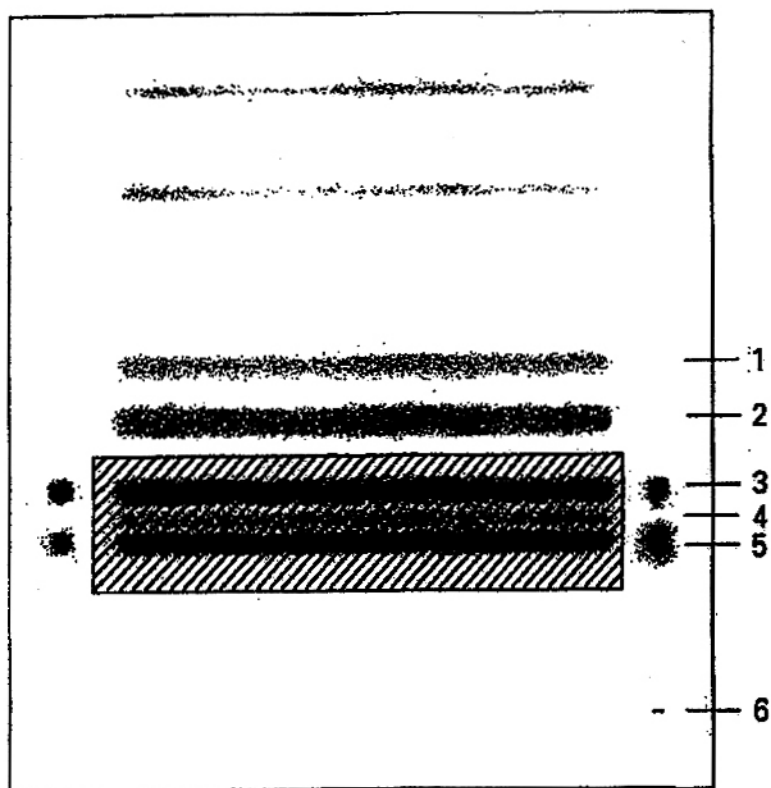
## 11 Báo cáo thử nghiệm

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

- a) mọi thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- b) phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- c) phương pháp thử đã sử dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- d) mọi thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, hoặc được xem là tùy chọn, cùng với mọi tình huống bất thường có thể ảnh hưởng đến kết quả thử;
- e) kết quả thu được hoặc nếu kiểm tra độ lặp lại thì nêu kết quả cuối cùng thu được.

**Phụ lục A**  
(Tham khảo)

**Hình vẽ**

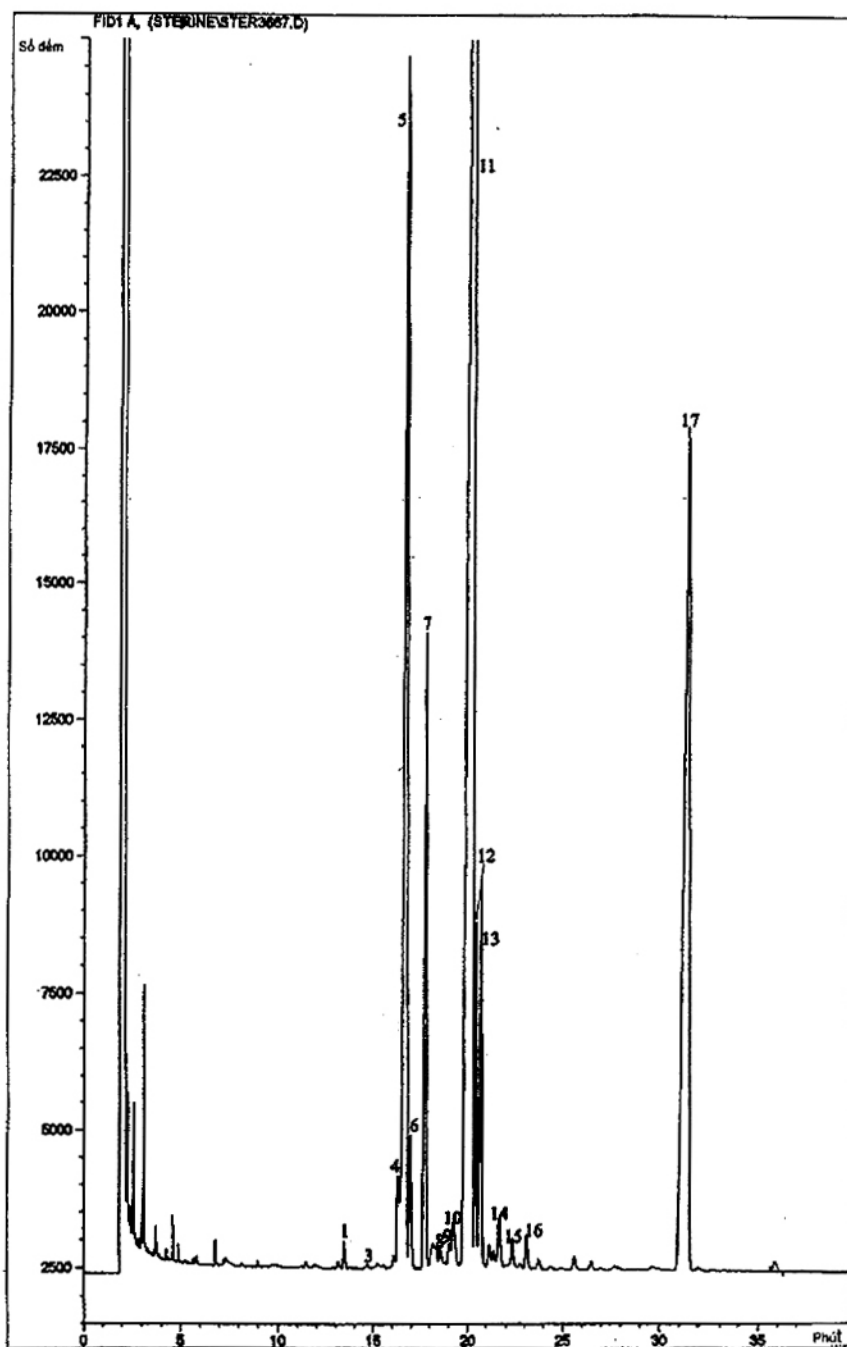


**CHÚ DẪN**

- 1 triterpen
- 2 metyl sterol
- 3 cholestanol và  $\Delta 5$ -sterol
- 4  $\Delta 7$ -sterol
- 5 betulin
- 6 điểm bắt đầu

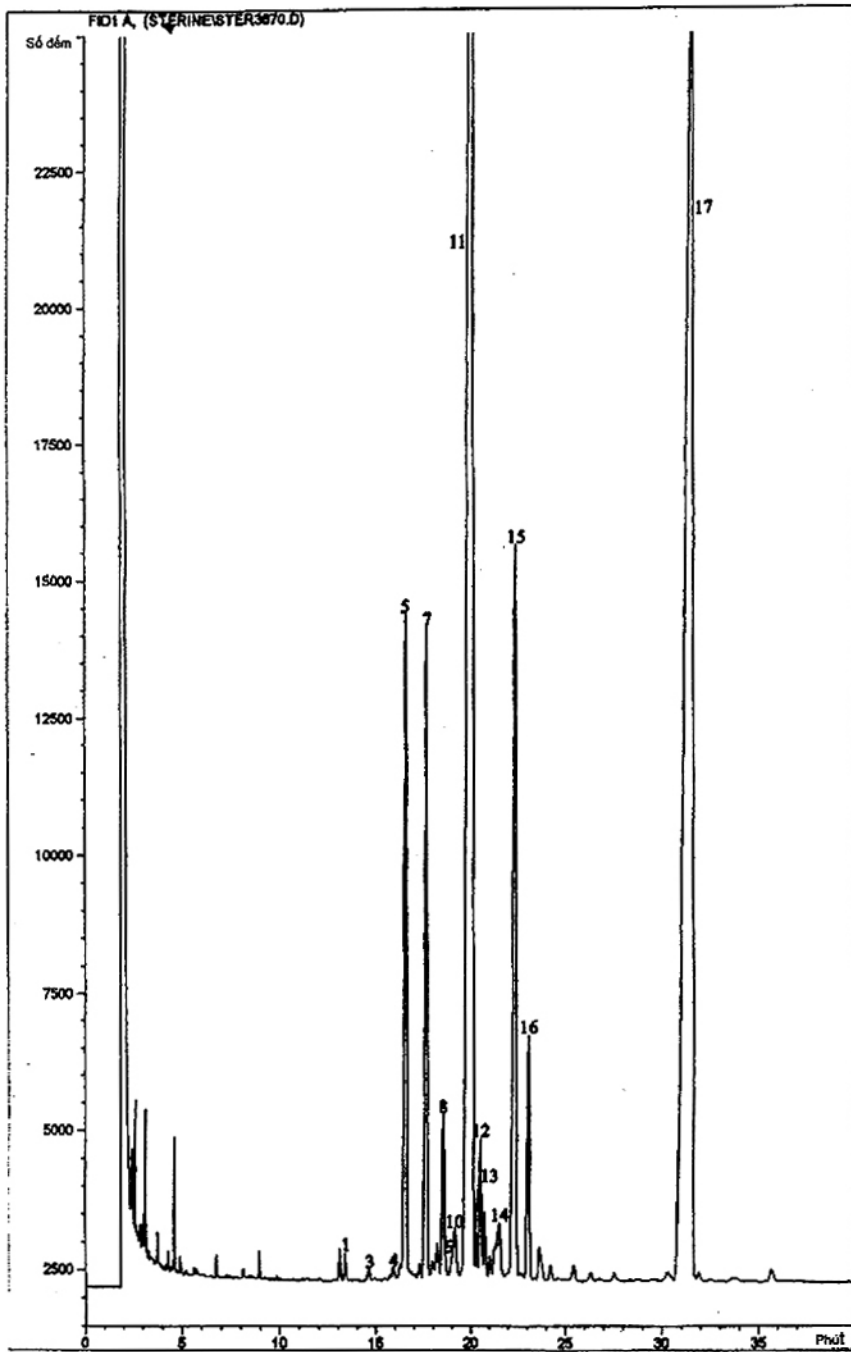
CHÚ THÍCH: Quảng xuất hiện màu trắng trên nền mờ. Không lựa chọn quảng gạch bóng; ghi lại mép rộng ở đáy (4 mm so với 2 mm ở đỉnh). Giá trị Rf của các dải: betulin 0,30;  $\Delta 7$ -sterol 0,33;  $\Delta 5$ -sterol 0,35; metyl sterol 0,45; triterpen 0,53.

**Hình A.1 – Tách các sterol bằng TLC ra khỏi chất không xà phòng hóa  
(các bước 8.3 và 8.4)**



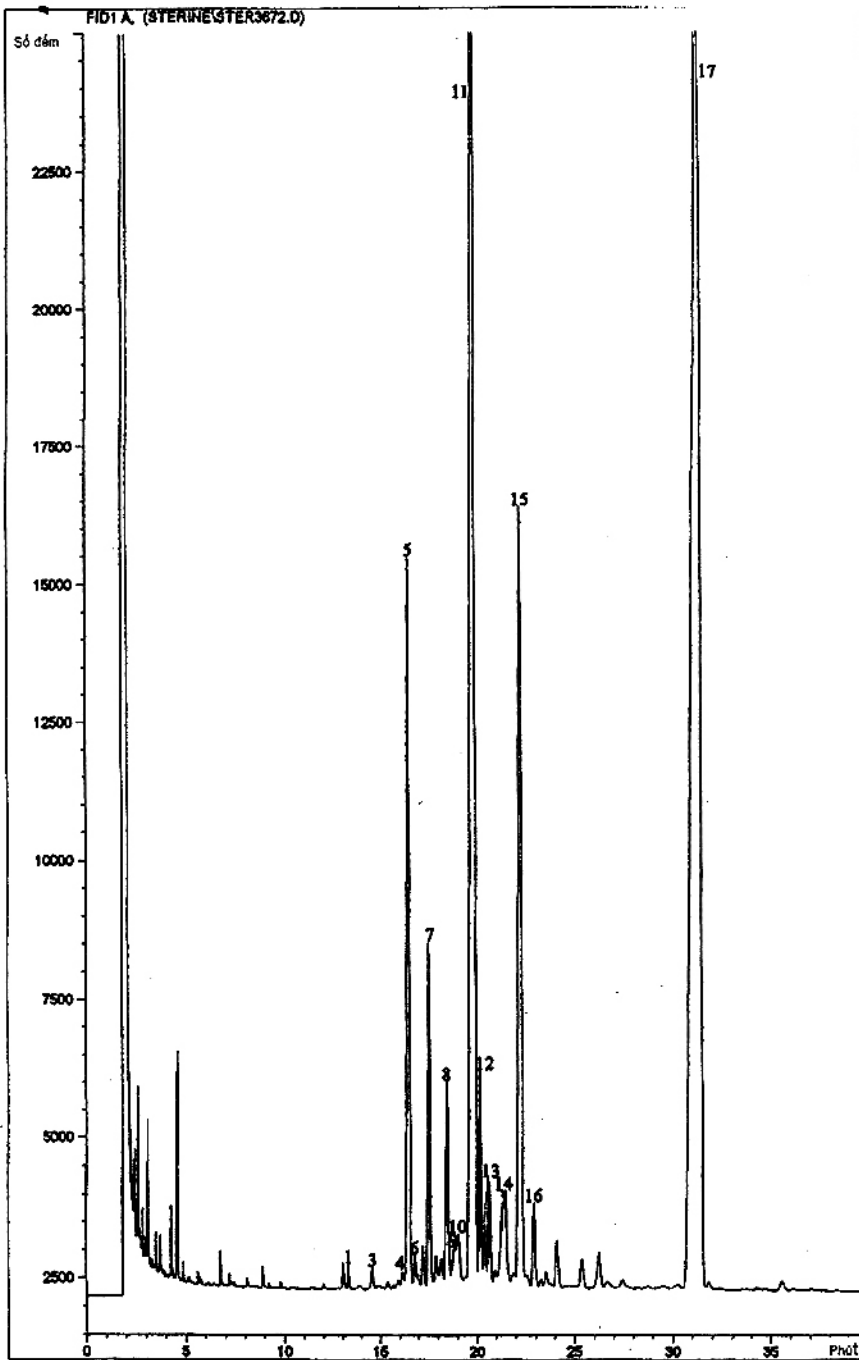
CHÚ THÍCH: Nhận biết số pic theo Bảng 1. Các điều kiện như trong Chú thích 1 của 8.7.

Hình A.2 – Phân tích sắc ký khí-lòng (GLC) các sterol từ dầu ngô (Mẫu A)



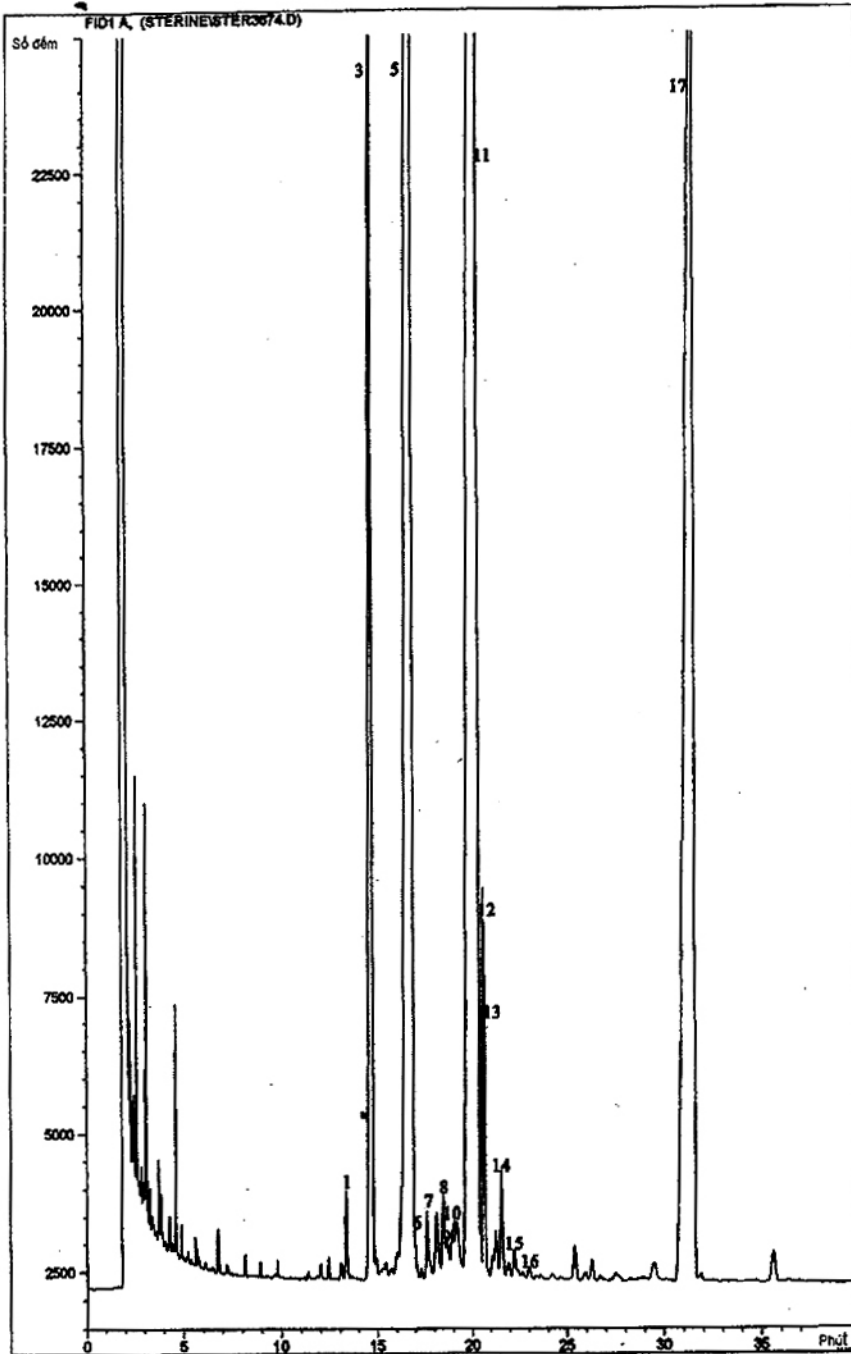
·CHÚ THÍCH: Nhận biết số pic theo Bảng 1. Các điều kiện như trong 8.7, Chú thích 1.

**Hình A.3 – GLC các sterol từ dầu hạt hướng dương tinh luyện (Mẫu B)**



CHÚ THÍCH: Nhận biết số pic theo Bảng 1. Các điều kiện như trong 8.7, Chú thích 1.

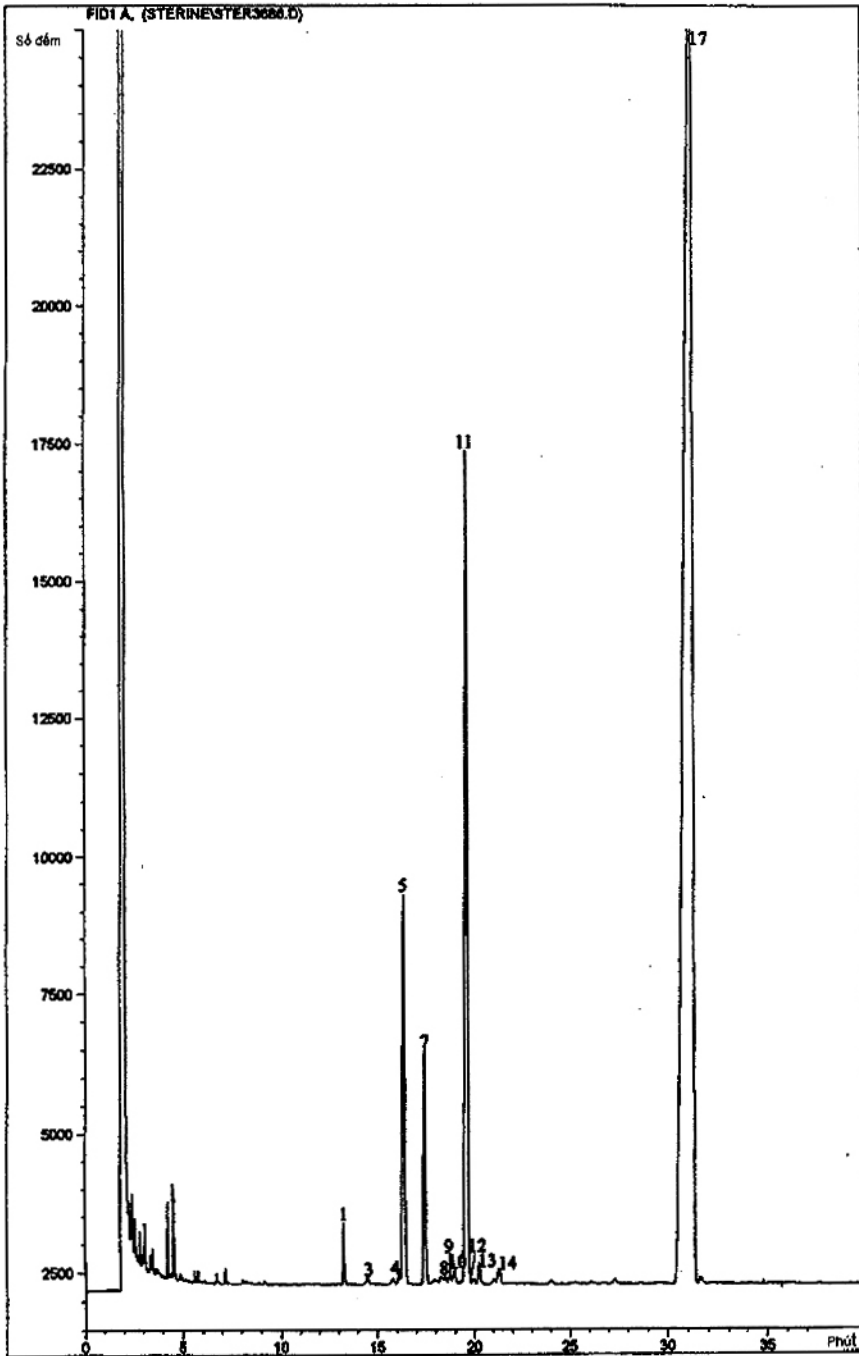
Hình A.4 – GLC các sterol từ dầu hạt rum tinh luyện (Mẫu C)



CHÚ THÍCH: Nhận biết số pic theo Bảng 1. Các điều kiện như trong 8.7, Chú thích 1.

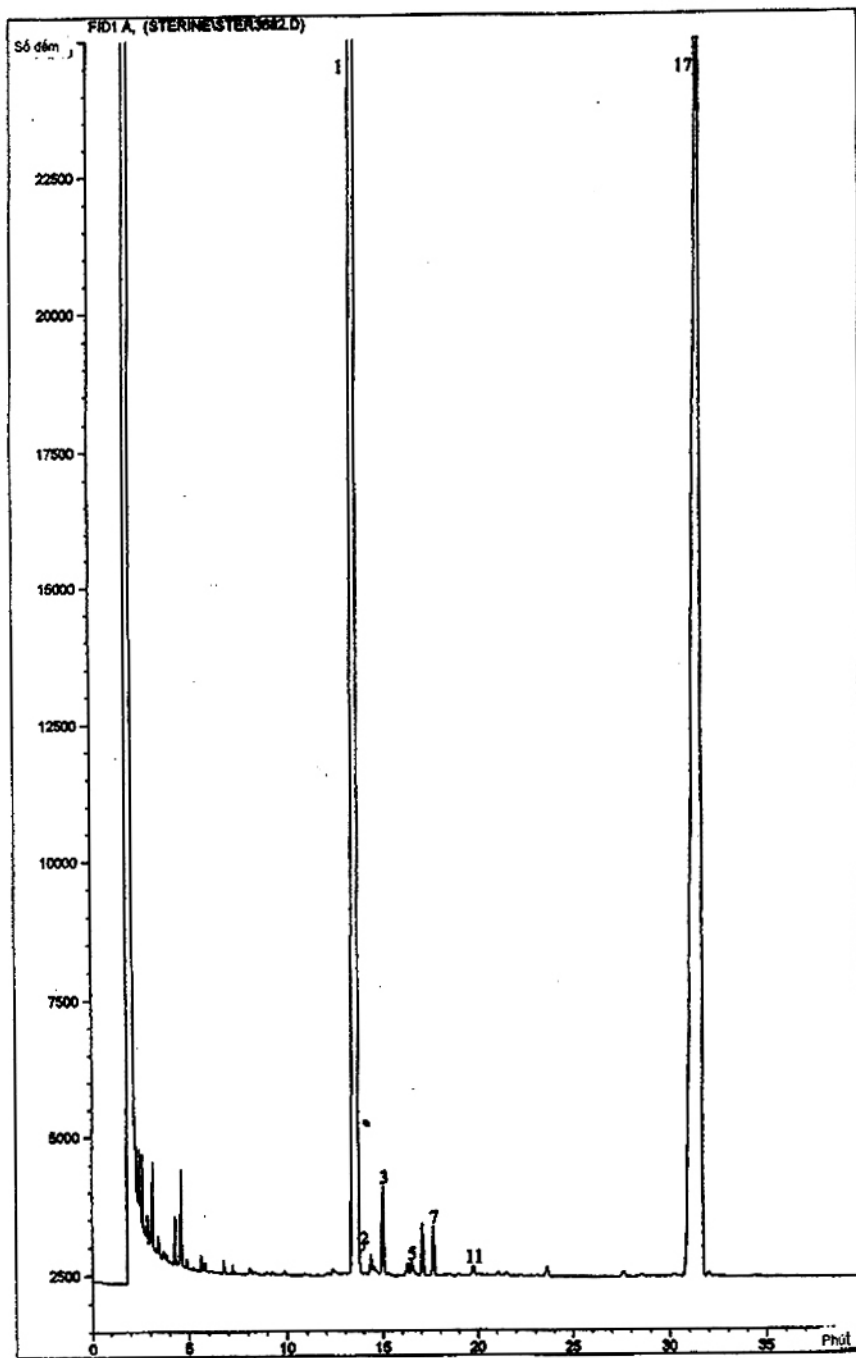
Hình A.5 – GLC các sterol từ dầu hạt cải dầu tinh luyện (Mẫu D)





CHÚ THÍCH: Nhận biết số pic theo Bảng 1. Các điều kiện như trong 8.7, Chú thích 1.

Hình A.6 – GLC các sterol từ dầu cọ (Mẫu E)



CHÚ THÍCH: Nhận biết số pic theo Bảng 1. Các điều kiện như trong 8.7, Chú thích 1.

Hình A.7 – GLC các sterol từ butter fat (Mẫu F)



Bảng B.2 – Kết quả thống kê đối với hàm lượng sterol riêng rẽ: Cholesterol (tính bằng %)

Phép nghiên cứu cộng tác được tổ chức năm	2011/2012						1996/1997	
	A	B	C	D	E	F	B	D
Mẫu								
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia	14	14	14	14	13	14	14	14
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	12	13	13	11	11	13	12	14
Số lượng kết quả thử trong tất cả các phòng thử nghiệm	24	26	26	22	22	26	24	28
Giá trị trung bình ( $m$ ), %	0,22	0,28	0,57	0,36	3,34	97,69	0,40	0,40
Độ lệch chuẩn lặp lại ( $s_r$ )	0,04	0,10	0,06	0,03	0,33	0,25	0,05	0,08
Hệ số biến thiên lặp lại, $CV_r$ , %	16,0	34,7	10,9	8,3	9,8	0,3	11,5	18,3
Giới hạn lặp lại ( $r$ )	0,10	0,27	0,17	0,08	0,92	0,71	0,13	0,22
Độ lệch chuẩn tái lập ( $s_R$ )	0,05	0,17	0,39	0,10	1,57	1,07	0,21	0,15
Hệ số biến thiên tái lập, $CV_R$ , %	23,3	60,6	68,1	28,2	47,1	1,1	52,4	34,1
Giới hạn tái lập ( $R$ )	0,14	0,47	1,09	0,29	4,41	2,99	0,58	0,41

Bảng B.3 – Kết quả thống kê đối với hàm lượng sterol riêng rẽ: Brassicasterol (tính bằng %)

Phép nghiên cứu cộng tác được tổ chức năm	2011/2012					1996/1997	
	A	B	C	D	E	B	D
Mẫu							
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia	14			14		14	14
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	14			14		13	13
Số lượng kết quả thử trong tất cả các phòng thử nghiệm	28			28		26	26
Giá trị trung bình ( $m$ ), %	0,04			10,04		0,09	10,80
Độ lệch chuẩn lặp lại ( $s_r$ )	0,04			0,15		0,068	0,14
Hệ số biến thiên lặp lại, $CV_r$ , %	88,2			1,5		0,190	0,38
Giới hạn lặp lại ( $r$ )	0,11			0,43		80,289	1,26
Độ lệch chuẩn tái lập ( $s_R$ )	0,05			0,36		0,089	0,26
Hệ số biến thiên tái lập, $CV_R$ , %	118,6			3,5		104,9	2,4
Giới hạn tái lập ( $R$ )	0,14			1,00		0,25	0,72

**Bảng B.4 – Kết quả thống kê đối với hàm lượng sterol riêng rẽ:  
tổng của 24-methylen cholesterol và campesterol (tính bằng %)**

Phép nghiên cứu cộng tác được tổ chức năm	2011/2012					1996/1997	
	A	B	C	D	E	B	D
<b>Mẫu</b>							
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia	14	14	14	14	13	14	14
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	13	13	12	14	11	11	13
Số lượng kết quả thử trong tất cả các phòng thử nghiệm	26	26	24	28	22	22	26
<b>Giá trị trung bình (<math>m</math>), %</b>	<b>20,67</b>	<b>9,22</b>	<b>12,28</b>	<b>35,39</b>	<b>22,68</b>	<b>9,0</b>	<b>37,50</b>
Độ lệch chuẩn lặp lại ( $s_r$ )	0,11	0,16	0,17	0,25	0,34	2,3	0,19
Hệ số biến thiên lặp lại, $CV_r$ , %	0,5	1,8	1,4	0,7	1,5	0,6	0,5
<b>Giới hạn lặp lại (<math>r</math>)</b>	<b>0,32</b>	<b>0,46</b>	<b>0,48</b>	<b>0,70</b>	<b>0,95</b>	<b>0,58</b>	<b>0,54</b>
Độ lệch chuẩn tái lập ( $s_R$ )	0,44	0,58	0,46	0,57	0,66	0,26	0,35
Hệ số biến thiên tái lập, $CV_R$ , %	2,1	6,3	3,7	1,6	2,9	2,9	0,9
<b>Giới hạn tái lập (<math>R</math>)</b>	<b>1,23</b>	<b>1,62</b>	<b>1,28</b>	<b>1,60</b>	<b>1,85</b>	<b>0,72</b>	<b>0,97</b>

**Bảng B.5 – Kết quả thống kê đối với hàm lượng sterol riêng rẽ: Campesterol  
(tính bằng %)**

Phép nghiên cứu cộng tác được tổ chức năm	2011/2012					1996/1997	
	A	B	C	D	E	B	D
<b>Mẫu</b>							
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia	14	14	14	14	13		
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	13	14	12	14	10		
Số lượng kết quả thử trong tất cả các phòng thử nghiệm	26	20	24	28	20		
<b>Giá trị trung bình (<math>m</math>), %</b>	<b>20,67</b>	<b>8,99</b>	<b>11,95</b>	<b>34,86</b>	<b>22,33</b>		
Độ lệch chuẩn lặp lại ( $s_r$ )	0,11	0,18	0,08	0,25	0,19		
Hệ số biến thiên lặp lại, $CV_r$ , %	0,5	2,0	0,7	0,7	0,9		
<b>Giới hạn lặp lại (<math>r</math>)</b>	<b>0,32</b>	<b>0,51</b>	<b>0,23</b>	<b>0,71</b>	<b>0,53</b>		
Độ lệch chuẩn tái lập ( $s_R$ )	0,44	0,59	0,64	0,74	0,69		
Hệ số biến thiên tái lập, $CV_R$ , %	2,1	6,6	5,4	2,1	3,1		
<b>Giới hạn tái lập (<math>R</math>)</b>	<b>1,23</b>	<b>1,65</b>	<b>1,80</b>	<b>2,07</b>	<b>1,92</b>		

**Bảng B.6 – Kết quả thống kê đối với hàm lượng sterol riêng rẽ: Campestanol  
(tính bằng %)**

Phép nghiên cứu cộng tác được tổ chức năm	2011/2012					1996/1997	
	A	B	C	D	E	B	D
Mẫu							
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia	14	14	14	14	13	14	14
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	11	10	13	12	8	10	12
Số lượng kết quả thử trong tất cả các phòng thử nghiệm	22	20	26	24	16	20	24
Giá trị trung bình ( $m$ ), %	1,36	0,13	0,41	0,14	0,00	0,1	0,2
Độ lệch chuẩn lặp lại ( $s_r$ )	0,03	0,03	0,04	0,03	0,00	0,03	0,06
Hệ số biến thiên lặp lại, $CV_r$ , %	2,2	24,3	10,7	20,4	0,00	35,1	32,8
Giới hạn lặp lại ( $r$ )	0,08	0,09	0,12	0,08	0,00	0,09	0,16
Độ lệch chuẩn tái lập ( $s_R$ )	0,17	0,15	0,20	0,11	0,00	0,13	0,18
Hệ số biến thiên tái lập, $CV_R$ , %	12,4	1117,6	47,7	79,3	0,00	147,5	106,0
Giới hạn tái lập ( $R$ )	0,47	0,43	0,55	0,31	0,00	0,37	0,50

**Bảng B.7 – Kết quả thống kê đối với hàm lượng sterol riêng rẽ: Stigmasterol  
(tính bằng %)**

Phép nghiên cứu cộng tác được tổ chức năm	2011/2012					1996/1997	
	A	B	C	D	E	B	D
Mẫu							
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia	14	14	14	14	13	14	14
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	14	13	12	13	12	13	13
Số lượng kết quả thử trong tất cả các phòng thử nghiệm	28	26	24	26	24	26	26
Giá trị trung bình ( $m$ ), %	7,05	7,84	5,28	0,30	11,28	8,10	0,30
Độ lệch chuẩn lặp lại ( $s_r$ )	0,07	0,10	0,12	0,04	0,30	0,11	0,05
Hệ số biến thiên lặp lại, $CV_r$ , %	0,9	1,3	2,4	13,1	2,7	1,4	15,5
Giới hạn lặp lại ( $r$ )	0,18	0,28	0,35	0,11	0,85	0,31	0,15
Độ lệch chuẩn tái lập ( $s_R$ )	0,18	0,61	0,36	0,08	0,95	0,25	0,10
Hệ số biến thiên tái lập, $CV_R$ , %	2,5	7,7	6,9	25,3	8,4	3,0	30,9
Giới hạn tái lập ( $R$ )	0,49	1,70	1,02	0,21	2,66	0,69	0,29

**Bảng B.8 – Kết quả thống kê đối với hàm lượng sterol riêng rẽ:  $\Delta 7$ -campesterol**  
(tính bằng %)

Phép nghiên cứu cộng tác được tổ chức năm	2011/2012					1996/1997	
	A	B	C	D	E	B	D
Mẫu							
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia	14	14	14	14	13	14	14
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	14	14	14	14	11	14	14
Số lượng kết quả thử trong tất cả các phòng thử nghiệm	28	28	28	28	22	28	28
Giá trị trung bình ( $m$ ), %	0,39	2,28	3,77	0,71	0,13	1,60	0,30
Độ lệch chuẩn lặp lại ( $s_r$ )	0,06	0,20	0,20	0,08	0,04	0,15	0,05
Hệ số biến thiên lặp lại, $CV_r$ , %	15,5	8,9	5,2	11,00	29,1	9,4	17,4
Giới hạn lặp lại ( $r$ )	0,17	0,57	0,55	0,2	0,11	0,43	0,15
Độ lệch chuẩn tái lập ( $s_R$ )	0,20	0,35	0,50	0,29	0,18	0,91	0,15
Hệ số biến thiên tái lập, $CV_R$ , %	51,1	15,3	13,3	40,5	138,3	56,2	50,1
Giới hạn tái lập ( $R$ )	0,55	0,98	1,40	0,81	0,51	2,56	0,43

**Bảng B.9 – Kết quả thống kê đối với hàm lượng sterol riêng rẽ:  $\Delta 5,23$ -stigmastadienol**  
(tính bằng %)

Phép nghiên cứu cộng tác được tổ chức năm	2011/2012					1996/1997	
	A	B	C	D	E	B	D
Mẫu							
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia	14	14	14	14	13	14	14
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	14	12	13	14	12	14	14
Số lượng kết quả thử trong tất cả các phòng thử nghiệm	28	24	26	28	24	28	28
Giá trị trung bình ( $m$ ), %	0,35	0,24	0,76	0,25	0,17	1,2	0,5
Độ lệch chuẩn lặp lại ( $s_r$ )	0,03	0,04	0,07	0,04	0,04	0,14	0,06
Hệ số biến thiên lặp lại, $CV_r$ , %	9,4	14,6	8,6	16,7	20,7	11,6	11,9
Giới hạn lặp lại ( $r$ )	0,09	0,10	0,18	0,12	0,10	0,39	0,16
Độ lệch chuẩn tái lập ( $s_R$ )	0,16	0,18	0,29	0,11	0,23	0,94	0,15
Hệ số biến thiên tái lập, $CV_R$ , %	44,9	73,8	37,5	44,3	132,6	78,5	31,7
Giới hạn tái lập ( $R$ )	0,44	0,50	0,80	0,31	0,63	2,62	0,42

**Bảng B.10 – Kết quả thống kê đối với hàm lượng sterol riêng rẽ: Clerosterol  
(tính bằng %)**

Phép nghiên cứu cộng tác được tổ chức năm	2011/2012					1996/1997	
	A	B	C	D	E	B	D
Mẫu							
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia	14	14	14	14	13	14	14
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	14	14	14	13	12	10	12
Số lượng kết quả thử trong tất cả các phòng thử nghiệm	28	28	28	26	24	20	24
Giá trị trung bình ( $m$ ), %	0,76	0,92	1,10	0,56	0,48	0,07	0,2
Độ lệch chuẩn lặp lại ( $s_r$ )	0,08	0,08	0,17	0,06	0,05	0,022	0,03
Hệ số biến thiên lặp lại, $CV_r$ , %	9,9	8,5	15,0	9,9	9,5	34,4	16,5
Giới hạn lặp lại ( $r$ )	0,21	0,22	0,46	0,16	0,13	0,063	0,08
Độ lệch chuẩn tái lập ( $s_R$ )	0,14	0,15	0,34	1,40	0,42	0,101	0,20
Hệ số biến thiên tái lập, $CV_R$ , %	18,1	16,5	31,1	25,1	88,1	156,0	114,6
Giới hạn tái lập ( $R$ )	0,39	0,42	0,96	0,40	1,18	0,284	0,56

**Bảng B.11 – Kết quả thống kê đối với hàm lượng sterol riêng rẽ:  $\beta$ -sitosterol  
(tính bằng %)**

Độ chệch của phép nghiên cứu cộng tác được tổ chức năm	2011/2012					1996/1997	
	A	B	C	D	E	B	D
Mẫu							
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia	14	14	14	14	13	14	14
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	12	12	11	12	10	13	14
Số lượng kết quả thử trong tất cả các phòng thử nghiệm	24	24	22	24	20	26	28
Giá trị trung bình ( $m$ ), %	2,84	0,52	3,02	0,25	0,40	57,0	44,3
Độ lệch chuẩn lặp lại ( $s_r$ )	0,07	0,11	0,13	0,04	0,00	0,41	0,22
Hệ số biến thiên lặp lại, $CV_r$ , %	2,4	20,4	4,5	16,3	0,0	0,7	0,5
Giới hạn lặp lại ( $r$ )	0,19	0,30	0,38	0,11	0,00	1,15	0,63
Độ lệch chuẩn tái lập ( $s_R$ )	0,42	0,26	0,53	0,19	0,45	1,42	0,73
Hệ số biến thiên tái lập, $CV_R$ , %	14,7	49,6	17,5	76,2	111,8	2,5	1,7
Giới hạn tái lập ( $R$ )	1,17	0,72	1,48	0,53	1,25	3,99	2,05



**Bảng B.12 – Kết quả thống kê đối với hàm lượng sterol riêng rẽ:  $\Delta 5$ -avenasterol**  
(tính bằng %)

Phép nghiên cứu cộng tác được tổ chức năm	2011/2012					1996/1997	
	A	B	C	D	E	B	D
<b>Mẫu</b>							
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia	14	14	14	14	13	14	14
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	12	13	13	13	11	12	13
Số lượng kết quả thử trong tất cả các phòng thử nghiệm	24	26	26	26	22	24	26
<b>Giá trị trung bình (<math>m</math>), %</b>	<b>4,46</b>	<b>2,12</b>	<b>1,66</b>	<b>1,65</b>	<b>1,23</b>	<b>4,7</b>	<b>4,9</b>
Độ lệch chuẩn lặp lại ( $s_r$ )	0,13	0,07	0,15	0,15	0,19	0,13	0,11
Hệ số biến thiên lặp lại, $CV_r$ , %	3,0	3,5	9,2	9,3	15,2	2,70	2,20
<b>Giới hạn lặp lại (<math>r</math>)</b>	<b>0,37</b>	<b>0,21</b>	<b>0,43</b>	<b>0,43</b>	<b>0,52</b>	<b>0,36</b>	<b>0,30</b>
Độ lệch chuẩn tái lập ( $s_R$ )	0,31	0,77	1,09	0,22	0,28	0,68	0,33
Hệ số biến thiên tái lập, $CV_R$ , %	7,0	36,4	65,7	13,5	22,6	14,43	6,75
<b>Giới hạn tái lập (<math>R</math>)</b>	<b>0,88</b>	<b>2,16</b>	<b>3,05</b>	<b>0,63</b>	<b>0,78</b>	<b>1,90</b>	<b>0,93</b>

**Bảng B.13 – Kết quả thống kê đối với hàm lượng sterol riêng rẽ:  $\Delta 5,24$ -stigmastadienol**  
(tính bằng %)

Phép nghiên cứu cộng tác được tổ chức năm	2011/2012					1996/1997	
	A	B	C	D	E	B	D
<b>Mẫu</b>							
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia	14	14	14	14	13	14	14
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	12	13	13	13	12	11	13
Số lượng kết quả thử trong tất cả các phòng thử nghiệm	24	26	26	26	24	22	26
<b>Giá trị trung bình (<math>m</math>), %</b>	<b>0,80</b>	<b>1,12</b>	<b>3,57</b>	<b>1,65</b>	<b>0,90</b>	<b>1,40</b>	<b>0,50</b>
Độ lệch chuẩn lặp lại ( $s_r$ )	0,07	0,15	0,22	0,15	0,09	0,06	0,08
Hệ số biến thiên lặp lại, $CV_r$ , %	8,8	13,8	6,2	9,3	10,4	4,1	15,9
<b>Giới hạn lặp lại (<math>r</math>)</b>	<b>0,20</b>	<b>0,43</b>	<b>0,62</b>	<b>0,43</b>	<b>0,26</b>	<b>0,16</b>	<b>0,23</b>
Độ lệch chuẩn tái lập ( $s_R$ )	0,11	0,30	1,09	0,22	0,55	0,25	0,16
Hệ số biến thiên tái lập, $CV_R$ , %	13,5	27,1	30,6	13,5	61,0	17,7	31,2
<b>Giới hạn tái lập (<math>R</math>)</b>	<b>0,30</b>	<b>0,85</b>	<b>3,06</b>	<b>0,63</b>	<b>1,53</b>	<b>0,69</b>	<b>0,46</b>

**Bảng B.14 – Kết quả thống kê đối với hàm lượng sterol riêng rẽ:  $\Delta 7$ -stigmastenol**  
(tính bằng %)

Phép nghiên cứu cộng tác được tổ chức năm	2011/2012					1996/1997	
	A	B	C	D	E	B	D
<b>Mẫu</b>							
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia	14	14	14	14	13	14	14
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	13	13	13	12	11	11	12
Số lượng kết quả thử trong tất cả các phòng thử nghiệm	26	26	26	24	22	22	24
<b>Giá trị trung bình (<math>m</math>), %</b>	<b>0,60</b>	<b>13,23</b>	<b>16,71</b>	<b>0,16</b>	<b>0,18</b>	<b>10,9</b>	<b>0,1</b>
Độ lệch chuẩn lặp lại ( $s_r$ )	0,04	0,33	0,48	0,04	0,08	0,12	0,09
Hệ số biến thiên lặp lại, $CV_r$ , %	7,4	2,5	2,9	25,8	43,9	1,1	79,1
<b>Giới hạn lặp lại (<math>r</math>)</b>	<b>0,12</b>	<b>0,91</b>	<b>1,36</b>	<b>0,11</b>	<b>0,22</b>	<b>0,33</b>	<b>0,25</b>
Độ lệch chuẩn tái lập ( $s_R$ )	0,40	1,47	1,48	0,08	0,27	0,21	0,11
Hệ số biến thiên tái lập, $CV_R$ , %	66,5	11,1	8,9	53,3	150,9	2,0	96,3
<b>Giới hạn tái lập (<math>R</math>)</b>	<b>1,11</b>	<b>4,12</b>	<b>4,15</b>	<b>0,24</b>	<b>0,77</b>	<b>0,60</b>	<b>0,30</b>

**Bảng B.15 – Kết quả thống kê đối với hàm lượng sterol riêng rẽ:  $\Delta 7$ -avenasterol**  
(tính bằng %)

Phép nghiên cứu cộng tác được tổ chức năm	2011/2012					1996/1997	
	A	B	C	D	E	B	D
<b>Mẫu</b>							
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia	14	14	14	14	13	14	14
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	14	13	13	14	10	12	13
Số lượng kết quả thử trong tất cả các phòng thử nghiệm	28	26	26	28	28	24	26
<b>Giá trị trung bình (<math>m</math>), %</b>	<b>0,56</b>	<b>3,82</b>	<b>1,45</b>	<b>0,07</b>	<b>0,01</b>	<b>4,9</b>	<b>0,1</b>
Độ lệch chuẩn lặp lại ( $s_r$ )	0,07	0,24	0,10	0,03	0,00	0,14	0,04
Hệ số biến thiên lặp lại, $CV_r$ , %	12,7	6,2	7,0	43,4	0,0	2,8	31,9
<b>Giới hạn lặp lại (<math>r</math>)</b>	<b>0,20</b>	<b>0,66</b>	<b>0,28</b>	<b>0,09</b>	<b>0,00</b>	<b>0,38</b>	<b>0,11</b>
Độ lệch chuẩn tái lập ( $s_R$ )	0,25	0,66	0,56	0,05	0,03	0,35	0,10
Hệ số biến thiên tái lập, $CV_R$ , %	45,4	17,2	38,5	77,7	316,2	7,1	78,6
<b>Giới hạn tái lập (<math>R</math>)</b>	<b>0,71</b>	<b>1,84</b>	<b>1,56</b>	<b>0,15</b>	<b>0,09</b>	<b>0,93</b>	<b>0,27</b>

**Thư mục tài liệu tham khảo**

- [1] TCVN 2625:2007 (ISO 5555:2001) *Dầu mỡ động vật và thực vật – 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.*
-