

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10020:2013

ISO 13082:2011

Xuất bản lần 1

**SỮA VÀ SẢN PHẨM SỮA – XÁC ĐỊNH HOẠT ĐỘ
LIPASE CỦA CHÉ PHẨM LIPASE ĐƯỜNG TIÊU HÓA**

*Milk and milk products – Determination of the lipase activity
of pregastric lipase preparation*

HÀ NỘI - 2013

Lời nói đầu

TCVN 10020:2013 hoàn toàn tương đương với ISO 13082:2011;

TCVN 10020:2013 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F12
Sữa và sản phẩm sữa bột, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường
Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Sữa và sản phẩm sữa - Xác định hoạt độ lipase của ché phẩm lipase đường tiêu hóa

Milk and milk products - Determination of the lypase activity of pregastric lipase preparation

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hoạt độ lipase trong ché phẩm lipase đường tiêu hóa và rennet dạng hồ nhão có nguồn gốc từ động vật.

CHÚ THÍCH: Chưa có phương pháp chuẩn để kiểm tra lại phương pháp này vì không có chất chuẩn ổn định. Mặt khác, có thể không cần đến phương pháp chuẩn vì cơ chất ổn định và có thể xác định được.

2 Thuật ngữ và định nghĩa

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

2.1

Đơn vị lipase quốc tế (international lipase unit)

(ILU)

Lượng hoạt độ lipase giải phóng axit butanoic (axit butyric) ở tốc độ $1,25 \mu\text{mol}/\text{min}$ trong các điều kiện quy định.

CHÚ THÍCH 1: Hoạt độ lipase biểu thị bằng đơn vị lipase quốc tế (ILU) trên gam sản phẩm hoặc ILU trên mililit sản phẩm.

CHÚ THÍCH 2: Định nghĩa này được dựa trên lượng chất chuẩn độ tiêu tồn trực tiếp mà không xem xét đến việc một phần nhỏ axit butyric (4 %) không tách ra nên không chuẩn độ được. Do đó, có sự sai lệch nhỏ trong định nghĩa này.

3 Nguyên tắc

Thủy phân các este triglycerid bằng lipase. Các axit béo tự do (như axit butyric) giải phóng ra khỏi cơ chất tributyrin được chuẩn độ bằng natri hydroxit ở pH ổn định. Lượng natri hydroxit tiêu tồn trong một khoảng thời gian xác định được dùng để tính hoạt độ ILU trên mililit hoặc ILU trên gam.

Vì không có chất chuẩn, nên trong phép thử sử dụng mẫu kiểm soát (đã biết hoạt độ).

4 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích và nước được sử dụng phải là nước cất, nước đã loại khoáng hoặc nước có độ tinh khiết tương đương, trừ khi có quy định khác.

Các hóa chất loại khác có thể ảnh hưởng đến kết quả. Do đó, trước khi sử dụng các thuốc thử khác với loại quy định dưới đây thì cần kiểm tra xác nhận để đảm bảo cho cùng kết quả.

4.1 Tributyrin (glycerintributyrat hoặc glyceryl tributyrat), ví dụ: Merck No. 1.01958.0100¹⁾ hoặc loại tương đương.

4.2 Natri caseinat, ví dụ: Sigma C8654¹⁾ hoặc loại tương đương.

4.3 Lecithin, từ đậu nành, ví dụ BDH Prod. 29863¹⁾ hoặc loại tương đương.

4.4 Paraffin lỏng. Sử dụng paraffin có độ lỏng cao (hoặc tương tự dầu khoáng nhẹ), ví dụ: Merck No. 7174.1000¹⁾ hoặc loại tương đương.

4.5 Hạt vôi natri cacbonat (soda lime) [Carbosorb]¹⁾, ví dụ: BDH no 331104¹⁾ hoặc loại tương đương.

4.6 Dung dịch natri hydroxit, $c(\text{NaOH}) = 0,025 \text{ mol/l}$, có thể sử dụng loại bán sẵn hoặc được chuẩn bị như sau:

Dùng pipet (5.1), chuyển 25,00 ml dung dịch natri hydroxit 1 mol/l đã biết chính xác độ chuẩn cho vào bình. Thêm nước đến 1 000 ml.

Dung dịch natri hydroxit 0,025 mol/l khi được bảo quản trong vật chứa đậy kín, tránh được cacbon dioxide của không khí bằng cách dùng bãy CO₂ có hạt vôi (4.5) ở nhiệt độ phòng có thể bền ít nhất 1 tháng. Tham khảo tư vấn của nhà cung cấp thiết bị hoặc thuốc thử, nếu cần. Thay hạt vôi ít nhất một năm một lần.

Khi thay mě natri hydroxit mới, cần kiểm tra tính ổn định của độ chuẩn thực tế bằng cách so sánh độ chuẩn của mě cũ với độ chuẩn của mě mới, ví dụ: sử dụng mẫu kiểm soát.

Đối với các mẫu có hoạt tính thấp và chuẩn độ thủ công, dùng NaOH 0,010 mol/l thay cho NaOH 0,025 mol/l, vì dung dịch NaOH 0,010 mol/l cho kết quả chuẩn độ tốt hơn. Chuẩn bị dung dịch NaOH 0,010 mol/l mới ngay trước khi sử dụng (trừ khi độ chuẩn đã được kiểm tra lại). Nếu sử dụng dung dịch NaOH 0,010 mol/l, thì hiệu chỉnh phép tính theo công thức trong 8.1.

¹⁾ Ví dụ về sản phẩm thích hợp có bán sẵn trên thị trường. Thông tin này đưa ra tạo thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn và không ấn định phải sử dụng sản phẩm này.

4.7 Dung dịch lecithin, 10 % khối lượng/thể tích. Cân 10,0 g lecithin vào trong lọ thích hợp. Dùng bô khuấy từ để hòa tan lecithin trong khoảng 95 ml parafin lỏng, thời gian trộn thường khoảng 1 ngày đến 2 ngày. Khi lecithin đã hòa tan hết, thêm parafin lỏng đến 100 ml.

Khi được bảo quản trong tủ lạnh, dung dịch lecithin này có thể bền được 1 năm.

4.8 Mẫu kiểm soát

Đưa mẫu kiểm soát đã biết hoạt độ lipase vào mỗi dãy phép thử. Thu lấy các kết quả và dùng kết quả này để đánh giá độ biến thiên của phép thử.

Mẫu kiểm soát có thể là mẫu đã được phân tích sau cùng hoặc mẫu khác đã biết hoạt độ lipase.

Khi phương pháp được thực hiện lần đầu, sử dụng mẫu kiểm soát thu được từ phòng thử nghiệm khác hoặc mẫu đã được phân tích đầu tiên để làm mẫu kiểm soát cho các dãy phân tích tiếp theo. Nếu cần, bảo quản mẫu kiểm soát trong tủ đông lạnh.

CHÚ THÍCH: Khó để có được mẫu kiểm soát thích hợp đối với rennet dạng sệt.

5 Thiết bị, dụng cụ

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

5.1 Micropipet hoặc loại pipet khác, dung tích 1 ml và 10 ml có độ lặp lại bằng hoặc cao hơn 0,5 %.

5.2 Bình định mức một vạch, phù hợp với loại A trong TCVN 7153 (ISO 1042)^[3].

5.3 Nồi cách thủy, có thể tuần hoàn nước ngoài và có thể duy trì nhiệt độ của bình phản ứng không đổi ở $42^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$.

5.4 Bộ trộn, Warren¹⁾, Ultraturax¹⁾ hoặc loại tương đương.

5.5 Thiết bị có pH ổn định, gồm các thành phần sau:

- a) bình phản ứng đẳng nhiệt có khuấy hiệu quả, ví dụ: có bộ khuấy cơ hoặc khuấy từ;
- b) buret để chuẩn độ;
- c) bộ ghi, máy in hoặc máy tính.

Thiết bị 178 Stat Titrino¹⁾ là sản phẩm thích hợp cho mục đích này. Chuẩn độ thủ công có thể làm giảm độ chộm của phương pháp.

Do đó, đối với mục đích kiểm soát, thiết bị được sử dụng cần được đề cập trong báo cáo kết quả thử nghiệm.

5.6 Túi trộn hoặc túi trộn nhu động, để hòa trộn rennet dạng sệt, ví dụ: túi chuẩn BA 6041 của Seward¹⁾ hoặc loại tương đương.

6 Lấy mẫu

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

Việc lấy mẫu không qui định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 6400 (ISO 707)^[1].

Bảo quản các mẫu thử ở nhiệt độ thấp hơn hoặc bằng 5 °C trong 2 tháng. Trong trường hợp bảo quản lâu hơn thì mẫu cần được bảo quản đông lạnh, ví dụ: - 18 °C, vì sẽ cải thiện đáng kể tính ổn định của bột lipase.

7 Cách tiến hành

7.1 Cơ chất

Hòa tan 600 mg natri caseinat (4.2) vào trong bình trộn chứa 95 g nước. Thêm 0,5 ml dung dịch lecithin (4.3) và 1,0 ml tributyrin (4.1). Trộn ở tốc độ thấp trong 60 s. Rót cơ chất sang bình hoặc cốc có mỗ và giữ trên máy khuấy từ với tốc độ thấp ở nhiệt độ phòng.

Sử dụng cơ chất trong vòng 4 h sau khi chuẩn bị.

7.2 Chuẩn bị dung dịch thử lipase

7.2.1 Mẫu lipase dạng lỏng

Dùng pipet lấy chính xác lượng cần thiết của mẫu lipase dạng lỏng hoặc mẫu kiểm soát cho vào bình định mức một vạch 100 ml (5.2) để thu được 100 ml dung dịch lipase có nồng độ (4 ± 1) ILU/ml. Thêm nước đến vạch.

CHÚ THÍCH: Có thể sử dụng các bình định mức với các dung tích khác nhau hoặc không cần pha loãng mẫu nếu hoạt độ lipase thấp hơn hoặc bằng 5 ILU.

7.2.2 Mẫu lipase dạng bột

Mẫu lipase dạng bột có thể không đồng nhất. Do đó, trộn nhẹ bột để lấy được mẫu đại diện. Cân một lượng mẫu lipase dạng bột hoặc mẫu kiểm soát cần thiết cho vào cốc có mỗ để thu được dung dịch lipase có nồng độ (4 ± 1) ILU/ml.

Hòa mẫu thử lipase hoặc mẫu kiểm soát lipase trong khoảng 90 ml nước trong khi vẫn khuấy liên tục. Kiểm tra pH của dung dịch ở các khoảng thời gian thích hợp và chỉnh đến $pH 8,50 \pm 0,1$ bằng dung dịch natri hydroxit nồng độ phù hợp, ví dụ dung dịch NaOH 0,1 mol/ml, nếu cần. Sau khi khuấy hòa tan khoảng 20 min, chuyển dung dịch sang bình định mức một vạch 100 ml (5.2). Thêm nước đến vạch.

Chuyển dung dịch lipase vào cốc có mỗ khô và khuấy liên tục. Phân tích dung dịch thu được càng sớm càng tốt trong vòng 2 h sau khi chuẩn bị mẫu lipase. Ghi lại hệ số pha loãng d (= tổng thể tích tính bằng mililit trên gam mẫu hoặc mililit trên mililit mẫu).

Lipase dạng bột thường khó hòa tan, có pH dễ thay đổi. pH cao thì dễ hòa tan hơn và rất quan trọng đối với khả năng tái lập nên sử dụng cùng một giá trị pH trong suốt quá trình hòa tan lipase dạng bột.

CHÚ THÍCH: Có thể sử dụng các bình định mức có dung tích khác nhau, nếu cần.

7.3 Mẫu rennet dạng sệt

Trộn mẫu đến khi đồng nhất. Hòa $15\text{ g} \pm 1\text{ g}$ rennet dạng sệt trong túi trộn nhu động (5.6) trong 40 ml nước. Chỉnh pH của dung dịch thu được đến $8,5 \pm 0,1$ bằng dung dịch NaOH 0,1 mol/ml. Dùng túi trộn nhu động (5.6), đồng hóa dung dịch ở tốc độ khuyến cáo là 230 r/min trong 60 s. Chỉnh lại pH của dung dịch đến 8,5 và phân tích dung dịch mẫu càng sớm càng tốt trong vòng 2 h sau khi chuẩn bị.

Cách khác, hòa tan mẫu dạng sệt trong túi bằng chất dẻo trong 60 s.

Ghi lại chính xác lượng mẫu đã lấy và tổng lượng mẫu đã pha loãng, bằng gam, chính xác đến ba chữ số có nghĩa.

Thiết lập hệ số pha loãng d (8.1) của rennet dạng sệt: tổng khối lượng của mẫu pha loãng (kể cả khối lượng rennet) chia cho khối lượng của rennet dạng sệt.

Rennet dạng sệt thường có hoạt độ thấp. Nếu hoạt độ yêu cầu (4 ± 1) ILU/ml không thể có được trong dung dịch thử, thì phân tích dung dịch thử luôn mà không cần pha loãng. Trong trường hợp đó cần phải nêu trong báo cáo thử nghiệm là hoạt độ của dung dịch thử thấp dưới dải hoạt độ yêu cầu.

7.4 Cách tiến hành

7.4.1 Chuẩn bị thiết bị

7.4.1.1 Chuẩn bị thiết bị để phân tích như trong 7.4.1.2 đến 7.4.1.7.

7.4.1.2 Làm nóng sơ bộ nồi cách thủy (5.3) đến khi nhiệt độ $42,0\text{ }^{\circ}\text{C}$ đạt được trong khắp bình phản ứng. Chỉnh nhẹ nhiệt độ nồi cách thủy để có được $42,0\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong bình phản ứng, nếu cần.

7.4.1.3 Cho natri hydroxit (4.6) vào đài buret (5.5).

7.4.1.4 Hiệu chỉnh điện cực pH.

7.4.1.5 Cài đặt pH chuẩn độ đến 6,20 hoặc chọn chương trình chuẩn độ lipase đã được cài đặt.

7.4.1.6 Đặt bình phản ứng vào máy chuẩn độ và bắt đầu khuấy.

7.4.1.7 Gắn điện cực pH và nhiệt kế, sẵn sàng cho việc phân tích.

ĐIỀU QUAN TRỌNG – Khuấy một cách hiệu quả để phản ứng được tối ưu.

7.4.2 Thực hiện phép thử

Bắt đầu phép thử như sau:

- Dùng pipet (5.1), cho 10 ml cơ chất (7.1) vào bình phản ứng.
- Dùng pipet (5.1), thêm 1 ml dung dịch thử lipase (7.2) hoặc dung dịch thử rennet dạng sệt (7.3) vào cơ chất.
- Bắt đầu chuẩn độ và thực hiện trong 15 min. Trong 5 min đầu chỉnh pH đến 6,20 và lượng natri hydroxit tiêu tốn không được sử dụng để tính toán. Đảm bảo rằng pH đạt đến mức ổn định 6,20 trong 4 min đầu tiên của chuẩn độ. Ghi lại lượng natri hydroxit tiêu tốn trong 10 min cuối cùng (*c* trong 8.1).

Nếu pH không ổn định ở mức 6,2 trong 2 min đầu tiên của chuẩn độ, thì chỉnh pH bằng cách thêm vài giọt axit clohydric (HCl) 0,1 mol/l hoặc 1 mol/l để có được pH $6,20 \pm 0,02$ sau khi chuẩn độ 4 min. Lặp lại phép thử, nếu cần.

Tốc độ tiêu tốn natri hydroxit phải tuyển tính. Nếu không tuyển tính, thì có thể do khuấy không đủ, điều này rất quan trọng. Đảm bảo việc khuấy hiệu quả bằng cách quan sát sự chuyển động trên bề mặt chất lỏng trong bình phản ứng. Kiểm tra độ tuyển tính của đường chuẩn độ, ví dụ: ghi lại lượng dung dịch natri hydroxit tiêu tốn trong hai giai đoạn liên tiếp 5 min, thay cho ít nhất 10 min và so sánh mức tiêu tốn trong từng giai đoạn để cho thấy độ tuyển tính.

Thông thường, không cần thiết phải xác định giá trị trắng. Tuy nhiên, nếu hoạt độ lipase của mẫu thử quá thấp nên không đạt được mức hoạt độ quy định (4 ± 1) ILU, khi đó phân tích giá trị trắng của mẫu nước và sau đó được trừ đi trong tính kết quả. Ghi lại bước này trong báo cáo thử nghiệm nếu rõ hoạt độ thấp dưới giá trị thông thường cho phép đối với phương pháp.

Thực hiện phép xác định trắng trước khi phân tích mẫu. Nếu mẫu cuối cùng được phân tích là dương tính, thì đo giá trị thử trắng thứ hai như phép thử cuối cùng để đảm bảo rằng kết quả dương tính là không phải do nhiễm lipase từ cơ chất.

Nếu không sẵn có bình phàn ứng 10 ml thì có thể thực hiện phân tích trên lượng mẫu lớn hơn, ví dụ như bằng cách thêm 2 ml mẫu vào 20 ml cơ chất. Trong trường hợp đó, kết quả thu được cần chia đôi.

CHÚ THÍCH 1: Việc tiêu tốn dung dịch natri hydroxit 0,025 mol/l (c trong 8.1) thường từ 1,5 ml đến 2,5 ml.

CHÚ THÍCH 2: Giới hạn định lượng thường là 0,04 ILU/ml tương ứng với tiêu tốn 0,020 ml natri hydroxit 0,025 mol/l.

CHÚ THÍCH 3: Tốt nhất là pH cần ổn định sẵn trong thời gian thử nghiệm sau 4 min để chắc chắn rằng độ pH ổn định hoàn toàn ở 6,20 khi việc chuẩn độ chính thức bắt đầu sau 5 min.

8 Tính và biểu thị kết quả

8.1 Tính kết quả

Tính hoạt độ lipase của mẫu thử, a_l , bằng đơn vị lipase quốc tế (ILU) trên gam hoặc bằng ILU trên mililit, sử dụng công thức sau:

$$a_l = \frac{V c f_1 d}{t f_2}$$

Trong đó:

V là thể tích dung dịch natri hydroxit (7.4.2) đã tiêu tốn, tính bằng mililit (ml);

c là nồng độ chất chuẩn độ natri hydroxit, tính bằng mol trên lit (mol/l);

f_1 là hệ số chuyển đổi miligam axit butyric để thành microgram;

f_2 là hệ số chuyển đổi hoạt độ trên 1,25 $\mu\text{mol}/\text{min}$ theo định nghĩa;

d là hệ số pha loãng của mẫu thử;

t là thời gian mà lượng natri hydroxit tiêu tốn được ghi nhận, tính bằng phút (min).

Công thức này có thể được đơn giản hóa bằng cách đưa các giá trị đã biết: $c = 0,025$; $f_1 = 1\,000$; $f_2 = 1,25$; $t = 10$ như sau:

$$a_l = V \times 2,00 \times d$$

8.2 Biểu thị kết quả

Biểu thị kết quả chính xác đến ba chữ số có nghĩa.

9 Độ chum

9.1 Phép thử liên phòng thử nghiệm

Các giá trị về độ lặp lại và độ tái lập thu được từ phép thử liên phòng thử nghiệm này đã được xác định theo TCVN 6910-1 (ISO 5725-1)^[4] và TCVN 6910-2 (ISO 5725-2)^[5]. Các chi tiết của phép thử liên phòng thử nghiệm về độ chum của phương pháp được đưa ra trong Phụ lục A.

Các giá trị này được biểu thị ở mức xác suất 95 % và có thể không áp dụng được cho các dải nồng độ và các chất nền khác với các giá trị đã nêu.

Nếu trong quá trình vận hành dài, nhiều trường hợp nhỏ hơn 95 % nằm trong các giá trị nêu trong 9.2 và 9.3, thì nên cải tiến trình tự của phương pháp.

9.2 Độ lặp lại

Hệ số biến thiên lặp lại, $C_{v,r}$, tính bằng phần trăm biểu thị độ biến thiên của các kết quả phân tích độc lập thu được, khi sử dụng cùng phương pháp thử trên cùng một vật liệu, do cùng một người phân tích sử dụng cùng một thiết bị, tiến hành trong cùng một phòng thử nghiệm, trong một khoảng thời gian ngắn, không được quá 5 % các trường hợp lớn hơn 9,9 % trung bình của các kết quả thử nghiệm.

Nếu hai phép xác định được thực hiện trong các điều kiện này, thì chênh lệch tuyệt đối r_{rel} tính bằng phần trăm giữa hai kết quả không được vượt quá 27,7 % trung bình của các kết quả thử nghiệm.

9.3 Độ tái lập

Hệ số biến thiên tái lập, $C_{v,R}$, tính bằng phần trăm biểu thị độ biến thiên của các kết quả phân tích độc lập thu được, khi sử dụng cùng phương pháp thử trên vật liệu thử giống nhau, do các người phân tích khác nhau thực hiện trong các phòng thử nghiệm khác nhau, sử dụng các thiết bị khác nhau, không được quá 5 % các trường hợp lớn hơn 24,5 % trung bình của các kết quả thử nghiệm.

Nếu hai phép xác định được thực hiện trong các điều kiện này, thì chênh lệch tuyệt đối R_{rel} tính bằng phần trăm giữa hai kết quả không được vượt quá 68,7 % trung bình của các kết quả thử nghiệm.

10 Báo cáo thử nghiệm

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

- moi thong tin can thiet de nhien biет day du ve mau thử;
- phuong phap lay mau da su dung, neu biêt;
- phuong phap thử da su dung va vien dan tieu chuẩn nay;

- d) tất cả các chi tiết thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này, cùng với mọi chi tiết bất thường khác có thể ảnh hưởng tới kết quả;
- e) kết quả thử nghiệm thu được;
- f) hoặc nếu đáp ứng được yêu cầu về độ lặp lại thì nêu kết quả cuối cùng thu được.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm

A.1 Yêu cầu chung

Một nghiên cứu cộng tác quốc tế có 12 phòng thí nghiệm từ bảy quốc gia tham gia thực hiện trên bột lipase phân giải protein. Phép thử này do M. Harboe, Đan Mạch tổ chức thực hiện. Kết quả thu được đã được O. Leray (F) phân tích thống kê theo theo TCVN 6910-1 (ISO 5725-1) và TCVN 6910-2 (ISO 5725-2)[¶].

A.2 Mẫu thử và kết quả

Nghiên cứu cộng tác quốc tế này được thực hiện trên sáu mẻ khác nhau của bột lipase thương mại, chứa hoạt độ thấp, trung bình hoặc cao. Các mẫu chứa lipase bê, lipase cừu hoặc lipase dê con dạng đơn lẻ hoặc hỗn hợp. Sáu mẫu này được chia thành 12 mẫu mù lặp lại hai lần.

Kết quả được nêu trong Bảng A.1 thu được từ một nghiên cứu liên phòng thử nghiệm thực hiện trong năm 2009. Kết quả trong Bảng A.1 đã loại trừ phòng thử nghiệm số 8 là mẫu 2/5 (Cochran), phòng thí nghiệm số 1 là mẫu 3/4 (Cochran) và phòng thử nghiệm số 12 là các mẫu 8/9 và 7/11 (Grubbs).

Bảng A.1 – Kết quả nghiên cứu liên phòng thử nghiệm

Thông số	Mẫu lipase						Trung bình
	2/5 Cao	3/4 Cao	1/6 Trung bình	10/12 Trung bình	7/11 Thấp	8/9 Thấp	
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	12	12	12	11	10	10	
Giá trị trung bình, ILU/g	88,9	80,8	51,1	45,3	9,3	21,2	
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r	10,5	7,2	5,5	2,3	1,4	1,7	
Hệ số biến thiên lặp lại, $C_{V,r}$, %	11,8	8,9	10,8	5,2	14,6	8,1	9,9
Giới hạn lặp lại, r	29,3	20,1	15,5	6,5	3,8	4,8	
Chênh lệch tuyệt đối lặp lại, r_{rel} , %	33	24,8	30,3	14,5	40,9	22,6	27,7
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R	15,5	17,3	12,7	12,5	2,2	6,7	
Hệ số biến thiên tái lập, $C_{V,R}$, %	17,4	21,5	24,8	27,6	24,2	31,8	24,5
Giới hạn tái lập, R	43,3	48,5	35,5	35	6,3	18,9	
Chênh lệch tuyệt đối tái lập, R_{rel} , %	48,7	60,1	69,3	77,3	67,7	89	68,7

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 7151 (ISO 648) *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Pipet một mức*
 - [2] TCVN 6400 (ISO 707), *Sữa và sản phẩm sữa – Hướng dẫn lấy mẫu*
 - [3] TCVN 7153 (ISO 1042) *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Bình định mức*
 - [4] TCVN 6910-1 (ISO 5725-1), *Độ chính xác (độ đúng và độ chum) của phương pháp đo và kết quả đo. Phần 1: Nguyên tắc và định nghĩa chung.*
 - [5] TCVN 6910-2 (ISO 5725-2), *Độ chính xác (độ đúng và độ chum) 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.*
 - [6] IDF G ROUP OF EXPERTS B12. The use of lipases in cheesemaking. Bull. Int. Dairy Fed. 1994, (294), pp. 2-20
 - [7] FOOD AND NUTRITION BOARD . Lipase/esterase (forestomach) activity. In: Food chemicals codex, 4th edition (FCCIV), p. 804. Washington, DC: National Academy Press, 1996
 - [8] HARBOE, M. International collaborative study on determination of the lipase activity of pregastric lipase preparations. Bull. Int. Dairy Fed. (in press).
-