

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 8107 : 2009**

**ISO 22662 : 2007**

Xuất bản lần 1

**SỮA VÀ SẢN PHẨM SỮA –  
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG LACTOZA BẰNG SẮC KÝ  
LỎNG HIỆU NĂNG CAO (PHƯƠNG PHÁP CHUẨN)**

*Milk and milk products – Determination of lactose content by  
high-performance liquid chromatography (Reference method)*

**HÀ NỘI – 2009**

**Lời nói đầu**

TCVN 8107 : 2009 hoàn toàn tương đương với ISO 22662 : 2007;

TCVN 8107 : 2009 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia 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 và sản phẩm sữa – Xác định hàm lượng lactoza bằng sắc ký lỏng hiệu năng cao (Phương pháp chuẩn)

*Milk and milk products – Determination of lactose content by high-performance liquid chromatography (Reference method)*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp chuẩn để xác định hàm lượng lactoza trong sữa nguyên liệu, sữa đã qua xử lý nhiệt, sữa bột, cream nguyên liệu và cream thanh trùng.

Tiêu chuẩn này không áp dụng cho sữa lên men và sữa có bổ sung oligosacarit.

### 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 7151 : 2002 (ISO 648 : 1977), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Pipet một mức.*

TCVN 4851 : 1989 (ISO 3696 : 1987), *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.*

### 3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

#### 3.1

##### Hàm lượng lactoza (lactose content)

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

**CHÚ THÍCH** Hàm lượng lactoza được biểu thị bằng phần trăm khối lượng.

#### 4 Nguyên tắc

Chất chuẩn nội [D(+)-melezitoza] được bổ sung vào phần sữa đã cân và vào các chuẩn lactoza. Thuốc thử (dung dịch Biggs-Sziarto) được bổ sung vào để làm kết tủa chất béo và protein của sữa. Mẫu được lọc hai lần trước khi tiêm, lần thứ nhất được lọc qua giấy lọc và lần thứ hai qua bộ lọc nylon có kích thước lỗ 0,45  $\mu\text{m}$ . Lactoza và chất chuẩn nội được tách bằng cột trao đổi cation ở dạng ống và được phát hiện bằng detector đo chiết xuất vi phân hoặc detector thích hợp khác. Sử dụng nước loại dùng cho HPLC để làm pha động.

#### 5 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích, trừ khi có qui định khác.

##### 5.1 Nước dùng cho HPLC đã khử khí.

Lọc nước đáp ứng được các yêu cầu loại 1 của TCVN 4851 : 1989 (ISO 3696 : 1987), thu được từ bộ phận tinh sạch nước (6.9) sử dụng bộ lọc dung môi (6.10). Để cải thiện tính năng của bơm và để thu được đường nền ổn định, hàng ngày nên khử khí của pha động bằng cách chọn một trong các kỹ thuật thích hợp như sục khí bằng hệ thống khử khí nội dòng hoặc chân không, siêu âm, sục khí heli.

##### 5.2 Dung dịch D(+)-melezitoza ngậm nước, $c(\text{C}_{18}\text{H}_{32}\text{O}_{16} \cdot \text{H}_2\text{O}) = 50 \text{ mg/ml}$

Hoà tan một lượng D(+)-melezitoza ngậm nước trong nước (5.1) để có được nồng độ cuối cùng tương đương với 50 mg/ml dạng khan.

Dung dịch D(+)-melezitoza có thể bền không quá 1 tuần khi được bảo quản ở 4 °C.

##### 5.3 $\alpha$ -lactoza ngậm một phân tử nước, $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11} \cdot \text{H}_2\text{O}$

Trước khi sử dụng, làm khô  $\alpha$ -lactoza ngậm một phân tử nước ở nhiệt độ 70 °C trong 4 h. Làm nguội trong tủ hút ẩm đến nhiệt độ phòng.

CHÚ THÍCH Sau khi làm khô, lactoza vẫn giữ ở dạng ngậm một phân tử nước.

##### 5.4 Dung dịch Biggs-Sziarto

Hoà tan 25 g kẽm axetat ngậm hai phân tử nước,  $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  và 12,5 g axit phosphotungstic ngậm một phân tử nước ( $\text{W}_{12}\text{O}_{36} \cdot \text{H}_3\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) trong khoảng 100 ml nước dùng cho HPLC (5.1) trong bình định mức một vạch 200 ml.

Thêm 20 ml axit axetic băng ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ). Pha loãng bằng nước (5.1) đến vạch mức 200 ml và trộn. Sau khi chuẩn bị, dung dịch này khi được bảo quản ở 4 °C có thể bền không quá 1 tuần.

**CẢNH BÁO AN TOÀN** – Tuân thủ các chỉ dẫn về an toàn và y tế về bảo quản và thải bỏ các hoá chất này.

## 6 Thiết bị, dụng cụ

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

**6.1 Cột resin trao đổi ion dùng cho HPLC**, dài 300 mm, đường kính trong 7,8 mm, chứa 8 % copolyme liên kết ngang, dựa trên resin trao đổi cation polystyren-divinylbenzen, được nhồi ở dạng ống.

### 6.2 Cột bảo vệ

Để kéo dài thời gian sử dụng của cột resin trao đổi ion, nên thay cột bảo vệ sau khoảng 200 lần tiêm.

### 6.3 Giá đỡ cột bảo vệ nhỏ.

**6.4 Bộ phận làm nóng cột**, có thể duy trì nhiệt độ ổn định ở  $85\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

**6.5 Bơm dùng cho HPLC**, có thể duy trì tốc độ dòng từ 0 ml/min đến 10 ml/min.

### 6.6 Bộ lấy mẫu tự động dùng cho HPLC.

CHÚ THÍCH Có thể sử dụng cách tiêm thủ công.

### 6.7 Detector đo chiết xuất vi phân, có độ nhạy cao.

CHÚ THÍCH Có thể sử dụng các detector khác, ví dụ như detector phân tán ánh sáng.

**6.8 Phần mềm**, có thể: tiêm mẫu tự động, thực hiện thu nhập số liệu, xử lý và quản lý thông tin sắc ký.

**6.9 Bộ phận tinh sạch nước**, có thể cung cấp nước phù hợp với loại 1 của TCVN 4851 : 1989 (ISO 3696 : 1987) có điện trở suất từ 10 M $\Omega$ .cm đến 18 M $\Omega$ .cm.

**6.10 Bộ lọc dung môi**, có nguồn chân không, có bộ lọc màng cỡ lỗ 0,45  $\mu\text{m}$  và đường kính 47 mm.

**6.11 Cân phân tích**, có thể cân chính xác đến 1 mg và có khả năng đọc được đến 0,1 mg.

**6.12 Nồi cách thủy**, có thể duy trì được nhiệt độ trong khoảng từ 38  $^{\circ}\text{C}$  đến 40  $^{\circ}\text{C}$ .

**6.13 Bộ phân phối chính xác, pipet tự động chính xác hoặc pipet một vạch** dung tích 2 ml phù hợp với các yêu cầu loại A của TCVN 7151 (ISO 648).

**6.14 Phễu lọc**, đường kính 75 mm.

**6.15 Giấy lọc**, đường kính 110 mm, loại Whatman số 1<sup>1)</sup> hoặc loại tương đương.

<sup>1)</sup> Giấy Whatman là một ví dụ thích hợp về sản phẩm có bán sẵn. Thông tin này đưa ra tạo thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn, còn ISO không ấn định phải sử dụng sản phẩm này.

## TCVN 8107 : 2009

**6.16 Bộ lọc dạng bơm phun nylon, cỡ lỗ 0,45  $\mu\text{m}$ .**

CHÚ THÍCH Có thể sử dụng bộ lọc trực dòng.

**6.17 Xyranh, có khoá hãm luer, dung tích 5 ml.**

**6.18 Lọ nhỏ dùng cho HPLC, có nắp đậy.**

**6.19 Bình định mức một vạch, dung tích 10 ml  $\pm$  0,02 ml.**

CHÚ THÍCH Có thể sử dụng các bình có dung tích lớn hơn 10 ml và phải tính đến yếu tố đậm đặc.

## 7 Lấy mẫu

Phòng thử nghiệm phải nhận được đúng mẫu đại diện và mẫu 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).

## 8 Chuẩn bị mẫu thử

Đối với mẫu sữa dạng lỏng và cream, làm ấm mẫu thử trên nồi cách thuỷ (6.12) đến nhiệt độ từ 38  $^{\circ}\text{C}$  đến 40  $^{\circ}\text{C}$ . Trộn kỹ mẫu thử một cách nhẹ nhàng bằng cách đảo chiều chai đựng mẫu. Làm nguội mẫu nhanh đến 20  $^{\circ}\text{C} \pm 1$   $^{\circ}\text{C}$  trong khi trộn ngay trước khi cân phần mẫu thử (9.1).

## 9 Cách tiến hành

### 9.1 Chuẩn bị dung dịch chuẩn

**9.1.1** Cân một lượng thích hợp của  $\alpha$ -lactoza ngậm một phân tử nước (5.3), chính xác đến 1 mg, cho vào bình định mức 10 ml (6.19) để có được dung dịch  $\alpha$ -lactoza 20 mg/ml khan.

**9.1.2** Hoà tan  $\alpha$ -lactoza ngậm một phân tử nước (9.1.1) trong khoảng 5 ml nước dùng cho HPLC (5.1). Thêm 2 ml dung dịch D(+)-melezitoza (5.2) cho vào bình dùng làm chất chuẩn nội. Thêm nước dùng cho HPLC (5.1) đến vạch và trộn bằng cách đảo chiều bình. Biểu thị nồng độ cuối cùng của  $\alpha$ -lactoza bằng miligam trên mililit theo dạng khan.

**9.1.3** Lọc dung dịch chuẩn qua giấy lọc gấp nếp (6.15) cho vào phễu lọc (6.14). Rút dịch lọc qua xyranh (6.17). Vặn chặt bộ lọc dạng bơm phun nylon (6.16) vào xyranh và chuyển từng dịch lọc sang lọ nhỏ của HPLC (6.18). Mỗi dung dịch chuẩn được tiêm hai lần lặp lại theo yêu cầu của 9.4.2.

Dung dịch chuẩn đã chuẩn bị này có thể cung cấp được ba dãy dung dịch hiệu chuẩn. Sử dụng mỗi dãy này một lần để hiệu chuẩn cột HPLC. Bảo quản các dãy dung dịch lactoza chuẩn chưa sử dụng ở 4 °C không quá một tuần. Trước khi sử dụng, tiêm dung dịch chuẩn như mẫu chưa biết tại điểm bắt đầu và tại điểm kết thúc dãy các phần mẫu thử.

## 9.2 Chuẩn bị phần mẫu thử

### 9.2.1 Mẫu sữa dạng lỏng

Cân khoảng 3 ml mẫu thử đã chuẩn bị (Điều 8), chính xác đến 1 mg, cho vào bình định mức một vạch 10 ml (6.19). Tiến hành theo 9.3.

### 9.2.2 Mẫu sữa dạng bột

Cân khoảng 0,300 g mẫu thử, chính xác đến 1 mg, cho vào bình định mức một vạch dung tích 10 ml (6.19). Thêm khoảng 5 ml nước dùng cho HPLC (5.1) đã được làm ấm đến khoảng từ 50 °C đến 60 °C. Trộn cho đến khi đồng nhất. Để cho phần mẫu thử này nguội đến 20 °C ± 1 °C. Tiến hành theo 9.3.

### 9.2.3 Mẫu cream

Cân khoảng 1 g mẫu thử đã chuẩn bị (xem Điều 8), chính xác đến 1 mg, cho vào bình định mức một vạch dung tích 10 ml (6.19). Tiến hành theo 9.3.

## 9.3 Chuẩn bị dịch lọc

Cho 2 ml dung dịch chuẩn nội D(+)-melezitoza và 1,2 ml dung dịch Biggs-Sziarto (5.4) vào lượng chứa trong bình thu được trong 9.2.1, 9.2.2 hoặc 9.2.3. Thêm nước dùng cho HPLC (5.1) đến vạch.

Đảo chiều bình năm lần để trộn nhẹ lượng chứa trong bình. Để yên 10 min ở nhiệt độ phòng. Lặp lại thêm hai lần quá trình trộn và để yên bình ở nhiệt độ phòng.

Lọc lượng chứa trong bình qua giấy lọc gấp nếp (6.15), sử dụng phễu lọc (6.14). Thu lấy dịch lọc bằng xyranh (6.17). Vận chặt bộ lọc dạng bơm phun nylon (6.16) vào xyranh và chuyển dịch lọc sang lọ nhỏ của HPLC (6.18). Mỗi dung dịch chuẩn được tiêm hai lần lặp lại theo yêu cầu của 9.4.2.

CHÚ THÍCH Việc lọc qua giấy lọc có thể thay bằng cách cho ly tâm mẫu.

## 9.4 Xác định bằng HPLC

### 9.4.1 Chuẩn bị sơ bộ HPLC

Để thu được đường nền ổn định, bật detector (6.7) ít nhất 24 h trước khi bắt đầu phân tích. Cài đặt nhiệt độ bên trong ở 35 °C. Cài đặt bơm HPLC (6.5) để phân phối được tốc độ dòng 0,2 ml/min trong ít nhất 20 min trong khi bộ phận làm nóng cột (6.4) được cài đặt ở nhiệt độ phòng.

## TCVN 8107 : 2009

Tăng nhiệt độ của bộ phận làm nóng cột lên 85 °C. Khi đạt đến nhiệt độ này, thì tăng đều tốc độ dòng từ 0,2 ml/min lên 0,6 ml/min. Để hệ thống cân bằng ở tốc độ dòng 0,6 ml/min và ở 85 °C trong 2 h hoặc cho đến khi thu được đường nền ổn định.

**CHÚ THÍCH** Kiểm tra và ghi lại áp suất của hệ thống hàng ngày để phát hiện xem có xuất hiện những thay đổi về áp suất bất thường hay không.

### 9.4.2 Điều kiện sắc ký khí

Các điều kiện sắc ký khí như sau:

Điều kiện	Chi tiết
Pha động	Nước dùng cho HPLC đã khử khí
Nhiệt độ detector	35 °C
Nhiệt độ cột bảo vệ	Nhiệt độ môi trường
Nhiệt độ cột	85 °C
Tốc độ dòng	0,6 ml/min
Thể tích tiêm	20 µl
Thời gian vận hành	15 min
Thời gian lưu D(+)-melezitoza	9 min ± 1 min
Thời gian lưu lactoza	11 min ± 1 min

Chọn cẩn thận các thông số thu được và thông số tích phân như: độ nhạy, hệ số thang đo, hằng số thời gian, chiều rộng pic và ngưỡng. Xem Hình 1 về một ví dụ của sắc ký đồ.

Đo hiệu quả cột, còn được gọi là số đếm lý thuyết,  $N$ , ít nhất là một tuần một lần. Giảm  $N$  là có liên quan đến khoảng rộng dải pic thường là do hiệu năng của cột đã bị giảm. Tính  $N$  theo công thức sau đây:

$$N = 5,54 \times \left( \frac{t_R}{w} \right)^2$$

trong đó

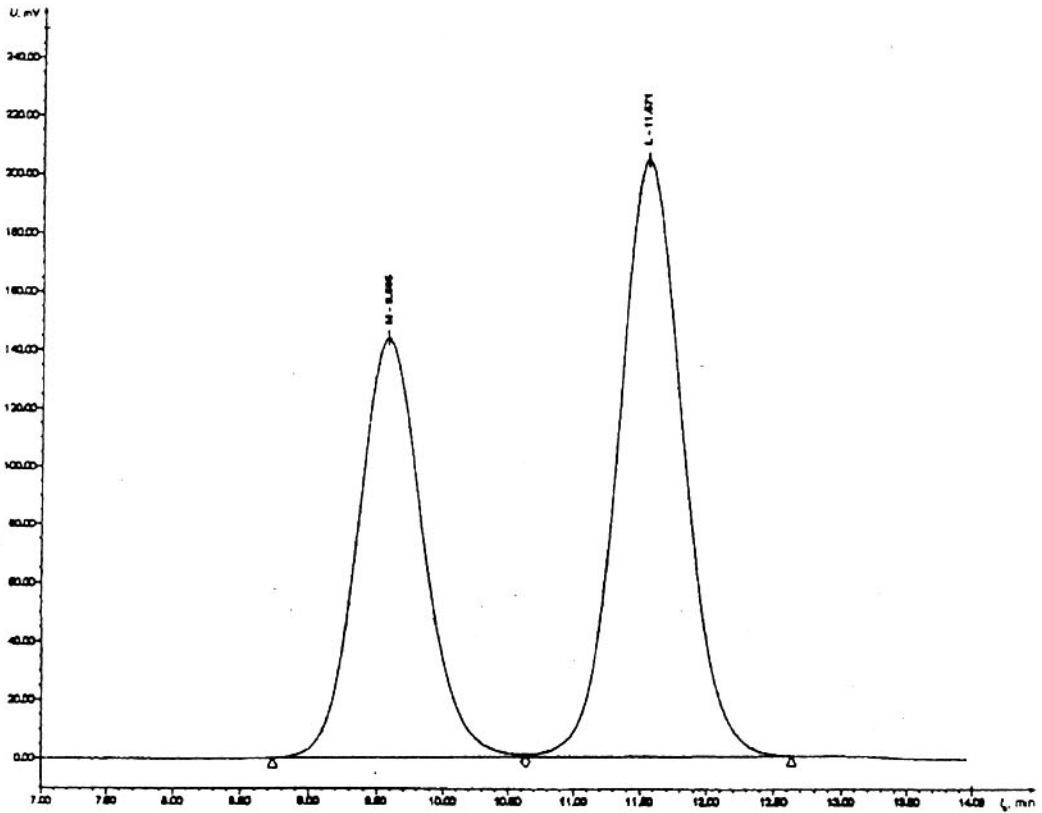
$t_R$  là thời gian lưu của pic lactoza, tính bằng phút (min);

$w$  là chiều rộng pic lactoza, tương đương với chênh lệch thời gian tính bằng phút tại 50 % chiều cao pic

Khi số đếm lý thuyết giảm nhiều hơn 25 % so với phép đo ban đầu, thì nên thay cột.

**CHÚ THÍCH** Trong nhiều trường hợp, tính năng của cột đã sử dụng có hiệu quả thấp có thể được phục hồi lại trạng thái ban đầu bằng cách rửa cột bằng dung môi phục hồi nêu trong tài liệu của nhà sản xuất cột.





## CHÚ DẪN

M D(+)-melezitoza

L  $\alpha$ -lactoza

$t_R$  thời gian lưu

U chênh lệch điện thế

Hình 1 – Ví dụ của sắc ký đồ về mẫu sữa nguyên liệu chứa chất chuẩn nội

## 10 Tính và biểu thị kết quả

### 10.1 Tính toán

Máy tính sẽ thực hiện các phép tính sau đây:

Thứ nhất, phần mềm máy tính (6.8) sẽ tạo ra đồ thị, vẽ mối liên quan giữa tỷ lệ diện tích pic chuẩn lactoza,  $A_s$  và chất chuẩn nội,  $A_{IS}$ , nhân với nồng độ chất chuẩn nội,  $c_{IS}$ , nghĩa là  $(A_s/A_{IS}) \times c_{IS}$  với nồng độ lactoza  $c_l$ . Đường này là tuyến tính đi qua toạ độ.

## **TCVN 8107 : 2009**

Để định lượng mẫu thử chưa biết, phần mềm sẽ tự động chia nồng độ thu được từ đường chuẩn cho khối lượng của mẫu thử để tính phần trăm khối lượng lactoza khan.

### **10.2 Biểu thị kết quả**

Biểu thị kết quả chính xác đến ba chữ số thập phân.

## **11 Độ chụm**

### **11.1 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 A.

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.

### **11.2 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:

- |                   |        |
|-------------------|--------|
| a) sữa dạng lỏng: | 0,06 % |
| b) cream:         | 0,06 % |
| c) sữa bột:       | 0,37 % |

### **11.3 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:

- |                   |        |
|-------------------|--------|
| a) sữa dạng lỏng: | 0,13 % |
| b) cream:         | 0,38 % |
| c) sữa bột:       | 2,94 % |

## 12 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 và nếu đáp ứng được các 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

Một phép thử cộng tác quốc tế gồm chín phòng thử nghiệm từ năm quốc gia tham gia, tiến hành trên 18 mẫu (sáu mẫu sữa nước, sáu mẫu cream và sáu mẫu sữa bột), tất cả đều được lấy từ ba nhà máy sản xuất ở Québec, Canada. Phép thử này do Programme des Analysis des Troupeaux Laitiers du Québec tổ chức.

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 các Bảng từ A.1 đến A.3. Tất cả các giá trị được biểu thị bằng phần trăm, trừ các hệ số biến thiên được biểu thị bằng phần khối lượng.

Bảng A.1 – Các kết quả đối với sữa dạng lỏng

	Mẫu						Trung bình
	1	2	3	4	5	6	
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	8	8	7	8	7	8	
Trung bình khối lượng lactoza, %	4,530	4,466	4,718	4,644	4,364	4,551	
Độ lệch chuẩn lặp lại, $s_r$ , %	0,025	0,023	0,017	0,035	0,011	0,018	0,022
Giới hạn lặp lại $r = 2,8 s_r$ , %	0,071	0,065	0,047	0,098	0,031	0,051	0,061
Hệ số biến thiên lặp lại, %	0,559	0,523	0,360	0,751	0,258	0,397	0,474
Độ lệch chuẩn tái lập, $s_R$ , %	0,042	0,056	0,044	0,046	0,030	0,058	0,046
Giới hạn tái lập $R = 2,8 s_R$ , %	0,118	0,156	0,123	0,128	0,085	0,162	0,129
Hệ số biến thiên tái lập, %	0,931	1,249	0,929	0,986	0,692	1,273	1,010

Bảng A.2 – Các kết quả đối với cream

	Mẫu						Trung bình
	1	2	3	4	5	6	
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	8	8	7	8	6	6	
Trung bình khối lượng lactoza, %	1,461	3,822	3,686	2,886	3,256	3,103	
Độ lệch chuẩn lặp lại, $s_r$ , %	0,030	0,015	0,025	0,032	0,009	0,007	0,020
Giới hạn lặp lại $r = 2,8 s_r$ , %	0,084	0,041	0,069	0,090	0,026	0,020	0,055
Hệ số biến thiên lặp lại, %	2,066	0,381	0,672	1,117	0,283	0,224	0,790
Độ lệch chuẩn tái lập, $s_R$ , %	0,171	0,108	0,136	0,118	0,134	0,136	0,134
Giới hạn tái lập $R = 2,8 s_R$ , %	0,479	0,302	0,380	0,331	0,375	0,382	0,375
Hệ số biến thiên tái lập, %	11,721	2,824	3,686	4,090	4,113	4,397	5,139

Bảng A.3 – Các kết quả đối với sữa bột

	Mẫu						Trung bình
	1	2	3	4	5	6	
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ <sup>a</sup>	6	7	7	6	6	7	
Trung bình khối lượng lactoza, %	48,72 1	36,348	35,087	52,306	46,460	48,171	
Độ lệch chuẩn lặp lại, $s_r$ , %	0,110	0,040	0,111	0,260	0,157	0,118	0,133
Giới hạn lặp lại $r = 2,8 s_r$ , %	0,308	0,111	0,132	0,729	0,440	0,331	0,372
Hệ số biến thiên lặp lại, %	0,226	0,109	0,138	0,497	0,339	0,245	0,289
Độ lệch chuẩn tái lập, $s_R$ , %	1,130	0,801	0,773	0,709	1,461	1,419	1,049
Giới hạn tái lập $R = 2,8 s_R$ , %	3,165	2,241	2,1663	1,986	4,091	3,974	2,937
Hệ số biến thiên tái lập, %	2,322	2,202	2,202	1,356	3,145	2,946	2,362

<sup>a</sup> Chỉ có bảy phòng thử nghiệm cung cấp các kết quả về phép thử trên sữa bột.

**Thư mục tài liệu tham khảo**

- [1] TCVN 6400 (ISO 707), Sữa và sản phẩm sữa – Hướng dẫn lấy mẫu.
  - [2] TCVN 6910-1 (ISO 5725-1), 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 (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.
  - [4] BIGGS D.A., SZIJARTO, L. Method for routine determination of lactose in milk, *J. Dairy Sci.* 1963, 46, pp. 1196-200
  - [5] HARVEY, J. A high performance liquid chromatography method for lactose determination in milk. *Austral. J. Dairy Technol.* 1988, 43, pp. 19-20
  - [6] BRONS, C., OLIEMAN, C. Study of the high-performance liquid chromatographic separation of reducing sugars, applied to the determination of lactose in milk. *J. Chromatogr.* 1983, **259**, pp. 79-86
  - [7] KOOPS, J., OLIEMAN, C. Routine testing of farm milk with the Milko-Scan 203.3. Comparative evaluation of polarimetry, HPLC, enzymatic assay and reductometry for the determination of lactose. Calibration for infra-red analysis of lactose. Calculation of total solids from infra-red measurements. *Neth. Milk Dairy J.* 1985, 39, pp. 89-106
-