

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8110 : 2009

ISO 14377 : 2002

Xuất bản lần 1

**SỮA CÔ ĐẶC ĐÓNG HỘP –
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG THIẾC – PHƯƠNG PHÁP
ĐO PHỐ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ DÙNG LÒ GRAPHIT**

Canned evaporated milk – Determination of tin content –

Method using graphite furnace atomic absorption spectrometry

HÀ NỘI – 2009

Lời nói đầu

TCVN 8110 : 2009 hoàn toàn tương đương với ISO 14377 : 2002;

TCVN 8110 : 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 cô đặc đóng hộp – Xác định hàm lượng thiếc – Phương pháp đo phổ hấp thụ nguyên tử dùng lò graphit

*Canned evaporated milk – Determination of tin content –
Method using graphite furnace atomic absorption spectrometry*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp đo phổ hấp thụ nguyên tử dùng lò graphit để xác định hàm lượng thiếc trong sữa cô đặc đóng hộp (đã tiệt trùng). Phương pháp này có thể áp dụng các mẫu chứa hàm lượng thiếc lớn hơn 5 mg/kg.

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*.

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1
Hàm lượng thiếc trong sữa cô đặc đóng hộp (tin content of canned evaporated milk)
Phần khối lượng của chất xác định được bằng quy trình quy định trong tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH Hàm lượng thiếc được biểu thị bằng miligam trên kilogam.

4 Nguyên tắc

Phần mẫu thử được pha loãng 100 lần bằng nước, sau đó pha loãng tiếp với dung dịch axit ascorbic 15 % (chất bồi chính nền) (với tỷ lệ 1 : 1). Độ độ hấp thụ nguyên tử ở bước sóng 286,3 nm bằng máy đo phổ hấp thụ nguyên tử nhiệt điện (lò graphit, nguyên tử hoá từ thành ống). Sử dụng đường chuẩn thu được khi đo các dung dịch chuẩn được chuẩn bị từ sữa (đã cô đặc) chứa hàm lượng thiếc rất thấp [sữa (cô đặc) đóng chai] được pha loãng 100 lần, được pha loãng tiếp theo tỉ lệ 1 : 1 với dung dịch axit ascorbic 15 % để xác định hàm lượng thiếc. Cách khác, có thể dùng nguyên tử hoá platform với chất bồi chính nền là $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4/\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$.

5 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích, chứa một lượng thiếc ở dạng vết.

5.1 Nước, phù hợp với loại 2 của TCVN 4851 (ISO 3696).

5.2 Axit clohydric, đậm đặc, $\rho_{20}(\text{HCl}) = 1,15 \text{ g/ml}$ (Merck "Suprapur"¹⁾ hoặc loại tương đương).

5.3 Dung dịch chuẩn thiếc

5.3.1 Dung dịch gốc thiếc, có hàm lượng thiếc (Sn) 1 000 mg/l.

Dùng chế phẩm có bán sẵn (Baker No. 6943¹⁾ hoặc loại tương đương).

5.3.2 Dung dịch làm việc chuẩn thiếc, có hàm lượng thiếc (Sn) 100 mg/l.

Dùng pipet lấy 10 ml dung dịch gốc thiếc (5.3.1) cho vào bình định mức dung tích 100 ml (6.3). Thêm 30 ml axit clohydric (5.2). Thêm nước (5.1) đến vạch và trộn.

5.3.3 Dung dịch làm việc chuẩn thiếc trong sữa (cô đặc) đã pha loãng

Dùng sữa cô đặc đóng chai gần giống với mẫu sữa đóng hộp để phân tích hàm lượng chất béo và hàm lượng chất khô. Đóng hoá mẫu sữa (đã cô đặc) đóng chai trước khi sử dụng.

Dùng pipet lấy sữa cô đặc đóng chai cho vào năm bình định mức dung tích 100 ml (6.3) mỗi bình 1 ml. Thêm khoảng 80 ml nước (5.1). Sau đó dùng pipet lấy lần lượt 0 µl, 100 µl, 200 µl, 500 µl và 1 000 µl dung dịch làm việc chuẩn thiếc (5.3.2) vào năm bình định mức tương ứng. Pha loãng bằng nước đến vạch và trộn bằng cách xoay nhẹ bình.

¹⁾ Merck Suprapur, No. 127 và No. 5855, Baker No.6943 và Aldrich No. 20400-5 là những ví dụ về các sản phẩm thích hợp có bán sẵn. Thông tin này đưa ra tạo thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn này, ISO không xác định phải sử dụng các sản phẩm trên.

Chuẩn bị các dung dịch làm việc chuẩn thiếc trong sữa (cô đặc) đã pha loãng trong ngày sử dụng.

Nếu không có sẵn sữa cô đặc đóng chai, lấy một lượng sữa thông thường sao cho nồng độ chất khô sữa trong các dung dịch làm việc chuẩn thiếc và các dung dịch thử gần như nhau.

CHÚ THÍCH 1 Giả sử lượng sữa cô đặc trong mỗi một bình trong số năm bình định mức một vạch là 1,00 g thì lượng thiếc trong các dung dịch làm việc chuẩn tương ứng với hàm lượng thiếc trong sản phẩm ban đầu chưa pha loãng lần lượt là 0 mg/kg, 10 mg/kg, 20 mg/kg, 50 mg/kg và 100 mg/kg.

CHÚ THÍCH 2 Xem thêm 6.5 nếu sử dụng nguyên tử hoá platform.

5.4 Dung dịch chất bồi chính nền I, có hàm lượng axit ascorbic ($C_6H_8O_6$) 150 g/l.

Hoà tan 15 g axit ascorbic (Merck No. 127¹⁾ hoặc loại đương đương) bằng nước (5.1) đựng trong bình định mức (6.3). Thêm nước đến vạch và trộn.

5.5 Dung dịch chất bồi chính nền II, có hàm lượng amoni dihydrophosphat ($NH_4H_2PO_4$) là 0,2 mg và hàm lượng magiê nitrat [$Mg(NO_3)_2$] là 0,01 mg/10 µl dung dịch.

CHÚ THÍCH Dung dịch này thay thế cho dung dịch chất bồi chính nền I trong trường hợp nguyên tử hoá platform.

Hoà tan 2,0 g $NH_4H_2PO_4$ (Aldrich No. 20400-5¹⁾ hoặc loại đương đương) và 0,173 g $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ (Merck No. 5855¹⁾ hoặc loại tương đương) trong bình định mức dung tích 100 ml (6.3). Thêm nước (5.1) đến vạch và trộn.

6 Thiết bị, dụng cụ

Ngâm dụng cụ thuỷ tinh sạch trong dung dịch axit nitric (HNO_3) 10 % (khối lượng). Trước khi sử dụng, tráng dụng cụ thuỷ tinh ba lần bằng nước cất hai lần và để khô. Bảo quản dụng cụ thuỷ tinh trong môi trường không bụi.

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

6.1 Cân, có thể cân chính xác đến 1 mg.

6.2 Nồi cách thuỷ, có thể duy trì nhiệt độ từ 40 °C đến 60 °C.

6.3 Bình định mức một vạch, dung tích 100 ml.

6.4 Pipet tự động, có thể điều chỉnh các thể tích từ 50 µl đến 200 µl và từ 200 µl đến 1 000 µl, có đầu tip bằng chất dẻo.

6.5 Máy đo phò hấp thụ nguyên tử, được trang bị:

- bộ phận nguyên tử hoá bằng nhiệt điện (lò graphit),

TCVN 8110 : 2009

- bộ lấy mẫu tự động có các cốc đựng mẫu (dung tích khoảng 2 ml),
- đèn catot rỗng đối với thiếc hoặc đèn phóng điện không điện cực,
- hệ thống hiệu chỉnh nền,
- các ống graphit tráng pyrolytic,
- khí argon,
- bộ phận đo diện tích pic, và
- máy ghi hoặc máy in.

Việc sử dụng các ống graphit tráng pyrolytic sẽ làm cho tín hiệu hơi cao hơn so với khi sử dụng các ống graphit không tráng pyrolytic. Thay vì nguyên tử hoá từ thành ống, có thể thực hiện nguyên tử hoá platform. Trong trường hợp này, không thể sử dụng axit ascorbic làm chất bồi chính nền vì tạo nên dư lượng cacbon trên platform. Thay vào đó, sử dụng 10 µl dung dịch $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ và $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ (5.5) làm chất bồi chính nền. Nếu chọn kỹ thuật platform, các dung dịch thử và dung dịch chuẩn không cần pha loãng 1:1 với dung dịch axit ascorbic 15 % (xem 9.3). Do đó, các dung dịch làm việc chuẩn thiếc trong 5.3.3 chứa khoảng 0,5 g sữa cô đặc trên 100 ml, tức là chỉ cần lấy bằng pipet 0,5 ml sữa cô đặc thay vì lấy 1 ml. Ngoài ra, để chuẩn bị các dung dịch làm việc chuẩn thiếc trong sữa cô đặc đã pha loãng theo như 5.3.3 thì cần thêm các lượng 0 µl, 50 µl, 100 µl, 250 µl và 500 µl dung dịch làm việc chuẩn thiếc (5.3.2) vào nǎm bình định mức dung tích 100 ml (6.3).

7 Lấy mẫu

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

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

Mẫu thử được bảo quản sao cho tránh hư hỏng hoặc biến đổi thành phần. Tránh sự ô nhiễm thiếc.

8 Chuẩn bị mẫu thử

8.1 Lắc kĩ hộp chứa mẫu bằng cách đảo chiều hộp chứa liên tục. Mở hộp ra và rót mẫu vào hộp khác (làm bằng thuỷ tinh hoặc chất dẻo và có nắp đậy kín) đã được làm sạch trước khi dùng. Cần thận lấy hết tất cả phần chất béo hoặc các thành phần khác bám dính trên thành hộp đựng mẫu ban đầu vào mẫu thử. Trộn kĩ bằng cách dùng thìa hoặc dao trộn để khuấy và đậy nắp hộp.

8.2 Làm nóng hộp chứa mẫu **đậy nắp kín** trong nồi cách thuỷ (6.2) ở nhiệt độ từ 40 °C đến 60 °C. Cứ 15 min lại lấy hộp chứa mẫu ra và lắc hộp. Sau 2 h, lấy hộp chứa mẫu ra khỏi nồi cách thuỷ và để nguội đến nhiệt độ môi trường. Mở nắp hộp và dùng thìa hoặc dao trộn để khuấy mẫu. Không dùng thìa hoặc dao trộn có chứa thiếc để trộn.

Không đựng mẫu vào hộp chứa ban đầu vì sau khi đã mở nắp có thể làm tăng hàm lượng thiếc.

CHÚ THÍCH Nếu chất béo được phân tách, các kết quả đúng có thể không như mong đợi.

9 Cách tiến hành

9.1 Phần mẫu thử

Cân 1,0 g ± 0,1 g mẫu thử, chính xác đến 1 mg, vào bình định mức dung tích 100 ml (6.3). Pha loãng đến vạch bằng nước (5.1) và xoay nhẹ bình để trộn mẫu.

Nếu sử dụng nguyên tử hoá platform, cân 0,5 g ± 0,05 g mẫu thử, chính xác đến 1 mg, vào bình định mức dung tích 100 ml (6.3). Thêm nước và đồng hoá như trên.

9.2 Khởi động và cài đặt thiết bị đo

Bật nguồn máy đo phô hấp thụ nguyên tử ít nhất 30 min trước khi bắt đầu đo. Điều chỉnh các thông số của thiết bị theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Theo hướng dẫn, cài đặt máy đo phô hấp thụ nguyên tử Perkin Elmer Zeeman/3030²⁾, được trang bị bộ phận nguyên tử hoá lò graphit HGA-600, đèn phóng điện không điện cực đối với thiếc và bộ phận lấy mẫu tự động AS-60 như sau:

công suất đèn: 8 W

bước sóng: 286,3 nm

độ rộng khe hở: 0,7 nm

khí bao: argon

Thể tích bơm là 20 µl. Đo tất cả các dung dịch chuẩn và dung dịch thử ba lần. Trong quá trình nguyên tử hoá (bước 4 trong Bảng 1), đo diện tích pic của tín hiệu hấp thụ (được hiệu chỉnh theo độ hấp thụ nền).

CHÚ THÍCH 1 Dòng khí giảm xuống 50 ml/min ở bước 4 là giao điểm giữa độ nhạy và dài tuyền tinh.

CHÚ THÍCH 2 Chương trình của bộ nguyên tử hoá lò graphit có thể cần hiệu chỉnh nếu sử dụng kiểu thiết bị khác.

²⁾ Đây là một ví dụ về thiết bị thích hợp có bán sẵn. Thông tin này đưa ra tạo thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn này. ISO không ấn định phải sử dụng thiết bị đó.

Nếu sử dụng nguyên tử hoá platform thì sử dụng cùng một chương trình như trong Bảng 1, trừ khi sau mỗi lần bơm dung dịch thử hoặc dung dịch chuẩn thi thêm 10 µl dung dịch bổ chính nền II (5.5) (xem 6.5).

Bảng 1 – Chương trình của bộ nguyên tử hoá lò graphit

Thứ tự bước	Nhiệt độ lò °C	Thời gian s		Lưu lượng đồng khí nội ml/min	Đọc kết quả
		Phỏng	Giữ		
1	90	20	10	300	-
2	120	20	10	300	-
3	800	15	15	300	-
4	2 200	0	3	50	+
5	2 650	1	5	300	-

9.3 Chuẩn bị các dung dịch hiệu chuẩn và dung dịch thử

Dùng pipet lấy 0,75 ml dung dịch chất bổ chính nền (5.4) cho vào cốc lấy mẫu tự động. Dùng pipet với cùng đầu tip bằng chất dẻo để thêm 0,75 ml dung dịch làm việc chuẩn thiếc (5.3.3) chứa 0 µl kẽm chuẩn.

Trộn bằng cách dùng pipet với cùng đầu tip bằng chất dẻo để lấy 0,75 ml dung dịch ra khỏi chén rồi bơm trở lại. Lặp lại việc này hai lần. Đây là dung dịch zero của các dung dịch hiệu chuẩn.

Chuẩn bị tương tự như trên các dung dịch hiệu chuẩn từ các dung dịch làm việc chuẩn còn lại (5.3.3) trong sửa cô đặc đã pha loãng và dung dịch thử từ phần mẫu thử (9.1).

Nếu sử dụng các cốc lấy mẫu tự động có dung tích nhỏ hơn 2 ml thì điều chỉnh lại thể tích các dung dịch chuẩn, dung dịch thử và dung dịch axit ascorbic để cuối cùng thu được hỗn hợp 1:1 của các dung dịch chuẩn hoặc dung dịch thử với dung dịch axit ascorbic. Trộn kỹ các hỗn hợp thu được.

Nếu thực hiện nguyên tử hoá platform thì không cần thêm dung dịch axit ascorbic. Lấy 1,5 ml của mỗi dung dịch chuẩn và mỗi dung dịch thử cho vào các cốc lấy mẫu tự động. Cho vào một cốc dung dịch bổ chính nền II (5.5).

Nếu máy đo phổ hấp thụ nguyên tử được trang bị bộ lấy mẫu tự động có bộ phận bổ sung tự động dung dịch bổ chính nền và thêm các chuẩn, thi dùng các bộ phận này để pha loãng dung dịch thử theo tỷ lệ 1 : 1 với dung dịch axit ascorbic trong ống graphit cũng như để hiệu chuẩn bằng phương pháp thêm chuẩn. (Thay vì chuẩn bị đường chuẩn bằng phương pháp đo các dung dịch chuẩn trong

sữa cô đặc không chứa thiếc pha loãng). Trong trường hợp dùng phương pháp thêm chuẩn, nên kiểm tra lại dải tuyển tính của đường chuẩn.

9.4 Quy trình đo

9.4.1 Đặt các cốc chứa các dung dịch đã chuẩn bị (9.3) vào bộ phận lấy mẫu tự động sao cho dung dịch zero được đo đầu tiên, sau đó là bốn dung dịch hiệu chuẩn và cuối cùng là dung dịch thử. Đo mỗi dung dịch ba lần và ghi lại diện tích pic của tín hiệu hấp thụ, có hiệu chỉnh độ hấp thụ nền. Sau đó đo bốn dung dịch hiệu chuẩn thêm một lần.

Đường chuẩn tuyển tính đổi với hàm lượng thiếc đến 100 mg/kg trong mẫu ban đầu chưa pha loãng. Các mẫu cho tín hiệu độ hấp thụ cao hơn 10 % tín hiệu độ hấp thụ của chuẩn cao nhất phải được pha loãng hai lần và đo lại. Phải chắc chắn rằng dung dịch thử đã pha loãng chứa 75 g/l axit ascorbic. Trong trường hợp này cũng cần hiệu chỉnh lượng sữa cô đặc trong dung dịch thử pha loãng bằng cách thêm một thể tích thích hợp của sữa cô đặc đóng chai đã được dùng để chuẩn bị các dung dịch chuẩn.

Sự có mặt của axit ascorbic trong các dung dịch tạo nên dư lượng cacbon trên ống graphit. Sau một dãy 50 đến 100 lần nung, cần làm sạch thật kĩ bên trong ống bằng một thìa nhỏ.

9.4.2 Các mẫu chứa ≤ 20 mg thiếc/kg cho các tín hiệu độ hấp thụ thấp, do đó độ chụm của các kết quả không tốt. Để thu được các kết quả chính xác hơn đối với các mẫu trên, thì dùng quy trình có khác một chút, tóm tắt như sau:

Cân 2 g ± 0,2 g mẫu thử, chính xác đến 1 mg, thay vì 1 g như trong 9.1. Nếu sử dụng nguyên tử hoá platform thì cân 1 g ± 0,1 g thay vì cân 0,5 g. Thực hiện ngắt khí (không còn dòng khí bên trong) trong quá trình nguyên tử hoá. Dùng đường chuẩn riêng đối với các mẫu có hàm lượng thiếc thấp bằng cách sử dụng các dung dịch không pha loãng của sữa cô đặc đóng chai đã bổ sung thiếc tương ứng với 0 mg/kg, 5 mg/kg, 10 mg/kg và 20 mg/kg trong mẫu sữa chưa pha loãng.

9.5 Dụng đường chuẩn

Lấy các giá trị trung bình của các diện tích pic đo được của các dung dịch hiệu chuẩn đo được trước và sau dung dịch thử trừ đi giá trị trung bình của diện tích pic của dung dịch hiệu chuẩn zero (9.3).

CHÚ THÍCH: Diện tích pic của dung dịch hiệu chuẩn zero sẽ là vạch zero ào.

Tính các giá trị trung bình của các diện tích pic, được hiệu chỉnh giá trị dung dịch hiệu chuẩn zero, đo được đối với các dung dịch hiệu chuẩn trước và sau dung dịch thử.

Dụng đồ thị từ các giá trị trung bình tương ứng với hàm lượng thiếc trong mẫu chưa pha loãng (10 mg/kg, 20 mg/kg, 50 mg/kg và 100 mg/kg), hoặc tính đường hồi quy bằng phương pháp phân tích đường bình phương nhỏ nhất.

10 Tính toán và biểu thị kết quả

10.1 Tính toán

Chuyển đổi giá trị diện tích pic trung bình của dung dịch thử về phần mẫu thử 1,000 g (đối với nguyên tử hoá platform 0,500 g) theo công thức sau:

$$A_c = \frac{A_s - A_{bl}}{m}$$

trong đó

A_c là diện tích pic trung bình đã chuyển đổi của dung dịch thử, biểu thị bằng độ hấp thụ × giây;

A_s là diện tích pic trung bình của ba lần đo dung dịch thử, biểu thị bằng độ hấp thụ × giây;

A_{bl} là diện tích pic trung bình của ba lần đo dung dịch hiệu chuẩn zero, biểu thị bằng độ hấp thụ × giây;

m là khối lượng của phần mẫu thử (9.1), tính bằng gam. Nhân m với 2 khi sử dụng quy trình nguyên tử hoá platform.

Tính hàm lượng thiếc của mẫu thử, số miligam trên kilogam, bằng cách đọc trực tiếp từ đường chuẩn sử dụng A_c , hoặc tính trực tiếp từ phương trình hồi quy tuyến tính.

10.2 Biểu thị kết quả

Làm tròn kết quả đến chữ số thập phân thứ nhất.

11 Độ chum

11.1 Phép thử liên phòng thử nghiệm

Các giá trị về giới hạn độ lặp lại và độ tái lập thu được từ các kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm tiến hành theo TCVN 6910-1 (ISO 5725-1) và TCVN 6910-2 (ISO 5725-2). Chi tiết về độ chum và độ chính xác của phương pháp sử dụng trong phép thử liên phòng thử nghiệm được nêu trong [5]. Các giá trị nhận được từ phép thử liên phòng thử nghiệm này có thể không áp dụng được cho các dài nồng độ và chất nền khác với các dài nồng độ và chất nền đã nêu.

CHÚ THÍCH IDF 135 đưa ra hướng dẫn cụ thể đối với các phép thử liên phòng thử nghiệm về các phương pháp phân tích các sản phẩm sữa. Hướng dẫn này được dựa trên TCVN 6910 (ISO 5725).

11.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử độc lập, riêng rẽ, thu được khi sử dụng cùng một phương pháp, trên cùng một loại vật liệu thử, trong cùng phòng thử nghiệm, do cùng một người thao tác và sử dụng cùng một thiết bị trong cùng một khoảng thời gian ngắn như nhau, không quá 5 % trường hợp lớn hơn 7 % trung bình của hai kết quả.

11.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử riêng rẽ, thu được khi sử dụng cùng một phương pháp, trên cùng một loại vật liệu thử, trong các phòng thử nghiệm khác nhau, do những người thao tác khác nhau thực hiện và sử dụng các thiết bị khác nhau, không quá 5 % các trường hợp lớn hơn 19 % trung bình của hai kết quả.

12 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- mọi thông tin cần thiết về việc nhận biết đầy đủ mẫu thử;
- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết;
- phương pháp thử đã sử dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- mọi chi tiết thao tác không quy định trong tiêu chuẩn này hoặc được cho là tùy chọn, cùng với các chi tiết bất thường khác có thể ảnh hưởng tới kết quả;
- kết quả thử nghiệm thu được;
- kết quả cuối cùng thu được, nếu đáp ứng được các yêu cầu về độ lặp lại.

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 chênh) 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 chênh) 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] IDF 135, *Milk and milk products – Precision characteristics of analytical methods – Outline of collaborative study procedure*
 - [5] International Dairy Federation. *Bull. Int. Dairy Fed.*, **306**, 1995, pp. 20-22
 - [6] ELLEN G. *De Ware(n)-Chemicus*, 8, 1978, pp. 220-226
 - [7] ITAMI T., EMA M., AMANO H. and KAWASAKI H. *J. Anal. Tox.*, 15, 1991, pp. 119-122
-