

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6763:2008

ISO 6886:2006

Xuất bản lần 2

**DẦU MỠ ĐỘNG THỰC VẬT – XÁC ĐỊNH KHẢ NĂNG
CHỊU ÔXY HOÁ (PHÉP THỬ ÔXY HOÁ NHANH)**

*Animal and vegetable fats and oil – Determination of oxidative stability
(accelerated oxidation test)*

Lời nói đầu

TCVN 6763:2008 thay thế TCVN 6763:2000;

TCVN 6763:2008 hoàn toàn tương đương với ISO 6886:2006;

TCVN 6030:2008 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC/F2
Dấu mỡ động thực vật biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn
Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ
công bố.

Dầu mỡ động thực vật – Xác định khả năng chịu ôxy hoá (phép thử ôxy hoá nhanh)

Animal and vegetable fats and oil – Determination of oxidative stability (accelerated oxidation test)

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định khả năng chịu ôxy hoá của dầu và mỡ dưới các điều kiện đặc biệt dẫn tới quá trình ôxy hoá nhanh như: nhiệt độ cao và dòng không khí mạnh. Phương pháp này không áp dụng để xác định khả năng chịu ôxy hoá của dầu và mỡ ở nhiệt độ môi trường và không để so sánh hiệu quả của chất chống ôxy hoá thêm vào dầu và mỡ.

Phương pháp áp dụng cho cả dầu mỡ động thực vật nguyên chất và dầu mỡ động thực vật tinh luyện.

CHÚ THÍCH Sự có mặt của các axit béo dễ bay hơi và các sản phẩm ôxy hoá của các axit dễ bay hơi làm cho phép đo khó chính xác.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là 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.

TCVN 6128:2007 (ISO 661:2003), Dầu mỡ động thực vật – Chuẩn bị mẫu thử.

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Chu kỳ cảm ứng (induction period)

Khoảng thời gian giữa tính từ khi bắt đầu đo đến thời điểm khi quá trình ôxy hoá của sản phẩm bắt đầu tăng nhanh.

3.2

Khả năng chịu oxy hoá (oxidative stability)

Chu kỳ cảm ứng được xác định theo qui trình qui định trong tiêu chuẩn này, khả năng chịu oxy hoá được tính bằng giờ.

CHÚ THÍCH Khi xác định khả năng chịu oxy hoá, thường sử dụng nhiệt độ qui định là 100 °C đến 120 °C. Tuy thuộc vào khả năng chịu oxy hoá của mẫu thử hoặc khi yêu cầu thực hiện phép ngoại suy hồi qui, thì việc xác định có thể được tiến hành ở nhiệt độ khác. Tùy chọn chu kỳ cảm ứng giữa 6 h đến 24 h. Tăng hoặc giảm nhiệt độ 10 °C sẽ giảm hoặc tăng chu kỳ cảm ứng xấp xỉ bằng 2.

3.3

Tính dẫn điện (conductivity)

Khả năng dẫn điện của vật liệu.

4 Nguyên tắc

Một luồng không khí tinh khiết được thổi qua mẫu thử đã được đưa về nhiệt độ qui định. Khí được thoát ra trong suốt quá trình oxy hoá, cùng với không khí được dẫn vào một bình chứa nước đã khử khoáng hoặc đã được chưng cất và có một điện cực để đo tính dẫn điện. Điện cực được nối với thiết bị đo và ghi. Khi tính dẫn điện bắt đầu tăng nhanh, điều đó cho biết quá chu kỳ cảm ứng kết thúc. Quá trình tăng lên nhanh là do sự phân ly của các axit béo dễ bay hơi trong suốt quá trình oxy hoá.

5 Thuốc thử và vật liệu thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích và nước cất hoặc nước đã khử khoáng.

5.1 Rây phân tử, có ẩm kế, đường kính 1 mm, cỡ lỗ 0,3 mm.

Rây phân tử phải được sấy khô trong tủ sấy ở nhiệt độ 150 °C và sau đó được làm nguội đến nhiệt độ phòng trong bình hút ẩm.

5.2 Axeton.

5.3 Dung dịch kiềm sạch, dùng cho các thiết bị phòng thử nghiệm bằng thủy tinh.

5.4 Glyxerol.

5.5 Dầu chịu nhiệt.

6 Thiết bị, dụng cụ

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

6.1 Thiết bị xác định khả năng chịu ôxy hoá

Xem sơ đồ mô tả ở Hình 1 và Hình 2.

CHÚ THÍCH Thiết bị xác định khả năng chịu ôxy hoá có thể tìm được dưới tên thương mại Rancimat của Công ty Methrom-Herisau AG, Thụy sỹ hoặc thiết bị OSI của Công ty Omnion, Mỹ¹⁾.

6.1.1 Bộ lọc không khí, gồm có một ống lắp khít với giấy lọc ở phần cuối và được lắp với rây phân tử (5.1), nối với phía cuối ống hút của bơm.

6.1.2 Bơm có màng ngăn khí, có tốc độ dòng chảy điều chỉnh được 10 l/h kết hợp với thiết bị kiểm soát tốc độ dòng chảy, bằng tay hoặc tự động, với độ sai lệch tối đa là $\pm 1,0$ l/h so với giá trị đã định.

CHÚ THÍCH Đối với thiết bị OSI, áp suất 5,5 psi tương đương với dòng chảy xấp xỉ 10 l/h.

6.1.3 Bình thông khí bằng thủy tinh boro silicat (thường là 8 cái) có nắp đậy kín.

Được nối với nắp kín có ống dẫn khí vào và ra. Phần hình trụ của bình tốt nhất là được thu hẹp vài xentimet ở phía dưới đỉnh để một ít bọt nổi lên và thoát ra. Có thể dùng một vòng thủy tinh nhân tạo cho mục đích này.

6.1.4 Cuvét đo có nắp đậy (thường là 8 cái), có dung tích khoảng 150 ml, với ống dẫn khí vào kéo dài đến cạnh đáy của bình.

Có lỗ thông khí ở đỉnh.

6.1.5 Điện cực (thường là 8 cái), để đo tính dẫn điện, có thang đo từ 0 $\mu\text{S}/\text{cm}$ đến 300 $\mu\text{S}/\text{cm}$, gắn bằng các kích thước của cuvet đo (6.1.4).

6.1.6 Thiết bị đo và ghi, gồm một bộ khuếch đại và một máy ghi để ghi tín hiệu đo của mỗi điện cực (6.1.5).

CHÚ THÍCH Dùng máy tính để kiểm soát quá trình cùng với thiết bị Rancimat và OSI (Omnion).

¹⁾ Rancimat (www.metrohm.com) và OSI (Omnion) (<http://world.std.com/~omnion>), là ví dụ về thiết bị phù hợp dễ tìm thấy trong thương mại. Thông tin này đưa ra tạo thuận lợi cho người sử dụng tiêu chuẩn này và tổ chức ISO không ấn định phải sử dụng thiết bị này.

TCVN 6763:2008

6.1.7 Nhiệt kế tiếp xúc đã được hiệu chuẩn và chứng nhận, chia vạch 0,1 °C hoặc Pt 100 đơn vị (nhiệt kế chịu nhiệt bằng bạch kim) để đo nhiệt đốt, gắn với rdle và một pin nhiệt có thể điều chỉnh được, dải nhiệt độ từ 0 °C đến 150 °C.

6.1.8 Khuôn đốt, làm từ nhôm đúc, điều chỉnh được nhiệt độ đến 150 °C ± 0,1 °C.

Khuôn có các lỗ (thường là 8 lỗ) cho ống thông khí (6.1.3), và có một lỗ để tiếp xúc nhiệt kế (6.1.7).

Bằng cách khác, có thể dùng **nồi cách thủy**, được đổ đầy dầu, thích hợp với nhiệt độ đến 150 °C và có thể điều chỉnh chính xác đến 0,1 °C.

6.2 Nhiệt kế đã được hiệu chuẩn và chứng nhận hoặc Pt 100 đơn vị, có dải nhiệt độ đến 150 °C, chia vạch 0,1 °C.

6.3 Pipet đo, dung tích 50 ml và 5 ml.

6.4 Tủ sấy, có thể duy trì đến nhiệt độ ở 150 °C ± 3 °C.

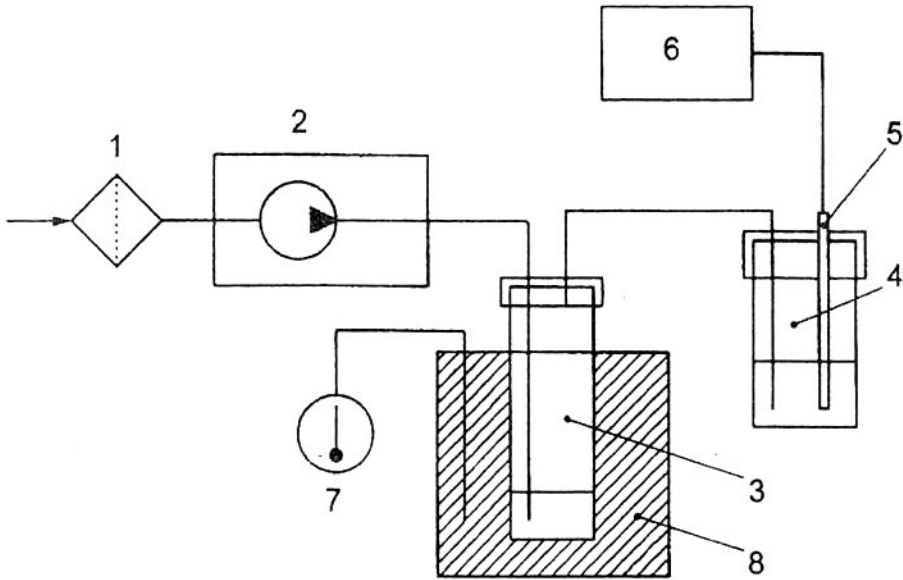
6.5 Ống nối, mềm, dẻo và làm từ vật liệu trơ [polytetrafluoroetylen (Teflon) hoặc silicon].

7 Lấy mẫu

Điều quan trọng là phòng thử nghiệm nhận được mẫu thử đại diện và không bị hư hỏng trong quá trình vận chuyển hoặc bảo quản.

Phương pháp lấy mẫu không qui định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 2625:2007 (ISO 5555:2001) ^[1].

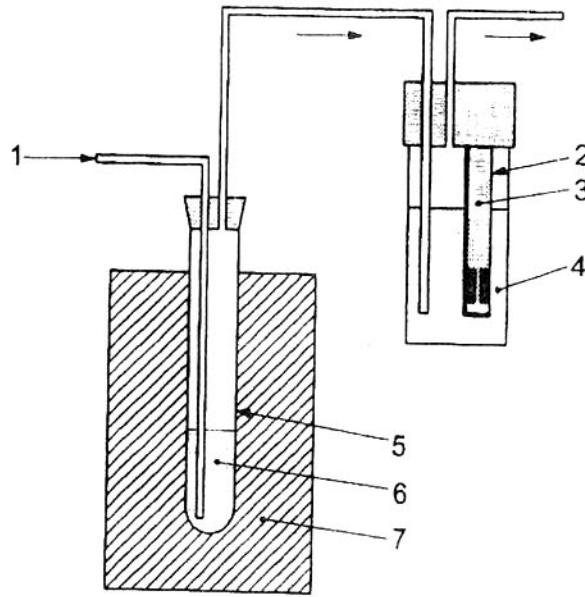
Bảo quản mẫu trong tối ở nhiệt độ khoảng 4 °C.



Chú giải

- 1 Bộ lọc không khí (6.1.1)
- 2 Bơm có màng ngăn khí có thể kiểm soát tốc độ dòng chảy (6.1.2)
- 3 Bình thông khí (6.1.3)
- 4 Cuvet đo (6.1.4)
- 5 Các điện cực (6.1.5)
- 6 Thiết bị đo và ghi (6.1.6)
- 7 Nhiệt kế tiếp xúc và bầu cảm ứng (6.1.7)
- 8 Khuôn đốt (6.1.8).

Hình 1 – Sơ đồ mô tả thiết bị



Chú giải

- | | |
|-----------------|------------------|
| 1 Không khí vào | 5 Bình thông khí |
| 2 Cuvet đo | 6 Mẫu |
| 3 Điện cực | 7 Khuôn đốt |
| 4 Dung dịch đo | |

Hình 2 – Sơ đồ mô tả khuôn đốt, bình phản ứng và cuvet đo

8 Chuẩn bị mẫu thử và thiết bị

8.1 Chuẩn bị mẫu thử

Chuẩn bị mẫu thử theo TCVN 6128:2007 (ISO 661:2003).

Dùng pipet lấy một lượng mẫu theo yêu cầu ở phần giữa mẫu đã được làm đồng nhất kỹ.

Đun mẫu rắn và bán rắn đến nhiệt độ trên điểm nóng chảy và trộn kỹ. Tránh đun quá nhiệt. Dùng pipet có cùng nhiệt độ lấy số lượng qui định từ giữa mẫu.

8.2 Chuẩn bị thiết bị

8.2.1 Làm sạch

Rửa ống thông khí, cuvet đo, ống dẫn vào và ống dẫn ra bằng axeton để loại bỏ các tạp chất hữu cơ càng nhiều càng tốt. Tráng dưới vòi nước.

Độ sạch của ống thông khí đạt được độ chính xác cao với cảm ứng trước đó. Loại bỏ tất cả các vết oxy hoá dầu từ phản ứng trước đó.

Đổ đầy dung dịch kiểm để làm sạch thuỷ tinh vào ống thông khí và lắp ống dẫn vào. Bảo quản ống thông khí ít nhất 2 h ở nhiệt độ 70 °C.

Rửa ống thông khí đã được làm sạch cả ống dẫn vào và ống dẫn ra thật cẩn thận bằng nước vòi và sau cùng bằng nước cất hoặc nước đã được khử khoáng. Sau đó sấy khô trong tủ sấy (6.4) ít nhất 1 h ở nhiệt độ 110 °C.

CHÚ THÍCH Nếu sử dụng bình thông khí dùng một lần thì không cần phải làm sạch như mô tả ở trên.

8.2.2 Xác định nhiệt độ hiệu chỉnh

Chênh lệch giữa nhiệt độ thực của mẫu và nhiệt độ của khuôn đốt được gọi là nhiệt độ hiệu chỉnh, ΔT . Để xác định ΔT thì dùng cảm biến nhiệt độ bên ngoài đã được hiệu chuẩn.

Đối với Rancimat, các thiết bị đã hiệu chuẩn nhiệt độ có thể mua từ Metrohm. Tuy nhiên trong tất cả các trường hợp, dùng nhiệt kế chính xác để hiệu chỉnh nhiệt độ.

Nhiệt độ hiệu chỉnh trong ống thông khí là hết sức quan trọng để thu được kết quả các lần đo lặp lại và tái lập. Do không khí lạnh nên có bọt khí đi qua mẫu, nên đặt nhiệt độ của khuôn đốt cao hơn một chút. Nhìn chung nhiệt độ của khuôn đốt nên đặt cao hơn 1 °C đến 2 °C thích hợp với nhiệt độ yêu cầu là 100 °C, 110 °C hoặc 120 °C trong dầu.

Trước khi xác định ΔT , bật khuôn đốt đến nhiệt độ yêu cầu.

Đổ 5 g dầu chịu nhiệt vào một bình phản ứng. Đặt cảm biến nhiệt qua nắp vào bình phản ứng. Dùng kẹp để giữ cảm biến nhiệt cách xa lối không khí đi vào.

CHÚ Ý Cảm biến nhiệt phải được nhúng ngập vào mẫu dầu và không chạm được vào đáy của bình phản ứng.

Đưa toàn bộ bình vào trong khuôn đốt và nối với bộ cấp khí.

Nếu giá trị nhiệt độ đo được là không đổi thì tính nhiệt độ hiệu chỉnh, ΔT

$$\Delta T = T_{\text{block}} - T_{\text{cảm biến nhiệt}}$$

trong đó

T_{block} là nhiệt độ của khuôn đốt

$T_{\text{cảm biến nhiệt}}$ là nhiệt độ đo được trong bình phản ứng.

TCVN 6763:2008

Nhiệt độ hiệu chuẩn của khuôn, T_{block} , sau đó được tính bằng

$$T_{block} = T_{target} + \Delta T$$

Trong đó T_{target} là nhiệt độ yêu cầu.

Sau khi áp dụng nhiệt độ hiệu chỉnh này thì nhiệt độ trong bình phản ứng phải bằng nhiệt độ yêu cầu.

9 Cách tiến hành

9.1 Lắp thiết bị theo Hình 1. Nếu thiết bị có sẵn trên thị trường, thì tuân theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

9.2 Gắn bơm có màng ngăn khí (6.1.2) và điều chỉnh dòng chảy chính xác đến 10 l/h. Sau đó tắt bơm. Có thể dùng thiết bị có sẵn trên thị trường để kiểm soát việc đặt dòng chảy tự động.

CHÚ THÍCH Đối với loại thiết bị OSI, áp suất 5,5 psi tương đương với dòng chảy xấp xỉ 10 l/h.

9.3 Dùng bầu cảm ứng và nhiệt kế tiếp xúc (6.1.7) đưa nhiệt độ khuôn đốt (6.1.8) lên đến nhiệt độ theo yêu cầu (thường là 100 °C, xem 8.2.2) hoặc dùng bộ điều khiển nhiệt độ chạy bằng điện. Nhiệt độ cần được duy trì ổn định với sai số $\pm 0,1$ °C trong suốt chu kỳ thử.

Rót một ít glyxerol (5.4) vào các lỗ của khuôn đốt (6.1.8) để tăng cường việc truyền nhiệt.

Nếu dùng nổi cách thủy (6.1.8) thì nâng nhiệt độ của nó lên nhiệt độ yêu cầu và kiểm tra như mô tả trong 8.2.2.

9.4 Dùng pipet (6.3) cho 50 ml nước cất hoặc nước đã khử khoáng vào các cuvét đo (6.1.4).

CHÚ THÍCH Tại nhiệt độ trên 20 °C, axit cacboxylic dễ bay hơi có thể bay hơi khỏi nước trong cuvét đo. Điều này có thể dẫn đến làm giảm tính dẫn điện của dung dịch lỏng. Một dạng sai lệch sẽ được hình thành, do sự tăng nhanh đường cong của tính dẫn điện xảy ra không phù hợp để xác định đường tiếp tuyến về phía đồ thị (xem [2]).

9.5 Dùng máy đo điện thế chuẩn kiểm tra các điện cực (6.1.5) và điều chỉnh lại các tín hiệu sao cho các tín hiệu đó ở trên trục 0 của giấy ghi.

Đặt tốc độ giấy 10 mm/h và tần số đo tại một điểm đo trên 20 s. Lấy giá trị đo 200 $\mu\text{S}/\text{cm}$ tại kết quả cao nhất của 100 %.

Nếu không điều chỉnh được tốc độ giấy là 10 mm/h, nhưng lại được 20 mm/h thì điều này có thể ghi lại trên giấy ghi.

CHÚ THÍCH Các thiết bị có sẵn có thể thu được dữ liệu qua máy tính.

9.6 Cân 3,0 g mẫu đã ổn định (xem 8.1), chính xác đến 0,01 g, dùng pipet (6.3) cho vào ống thông khí (6.1.3).

9.7 Bật bơm có màng ngăn khí (6.1.2) và đặt dòng chảy chính xác ở 10 l/h (hoặc 5,5 psi). Dùng ống nối (6.5) nối ống dẫn khí vào và ống dẫn khí ra với ống thông khí và cuvet đo.

CHÚ THÍCH Đối với thiết bị OSI, áp suất 5.5 psi tương đương với dòng chảy khoảng 10 l/h.

9.8 Đặt bình thông khí có gắn nắp kín (6.1.3) vào lỗ đã được định sẵn trên khuôn đốt hoặc trong nồi đun nóng (6.1.8), cả hai cần phải đạt được nhiệt độ qui định.

Chuẩn bị tiến hành các bước 9.7 và 9.8 càng nhanh càng tốt. Sau đó, ngay sau khi bắt đầu tự động đọc dữ liệu hoặc ghi lại trên giấy ghi, được tính là thời gian bắt đầu.

9.9 Phép đo kết thúc khi tín hiệu đạt đến 100 % vạch của máy ghi. Thường là 200 $\mu\text{S/cm}$.

9.10 Trong khi xác định, tiến hành cẩn thận như sau:

- a) kiểm tra việc đặt công tơ mét đo dòng chảy và điều chỉnh đúng vị trí để đảm bảo cho dòng chảy được ổn định;
- b) kiểm tra màu của rây phân tử (5.1) của bộ lọc không khí;

Tiến hành đo lại nếu rây phân tử thay đổi màu trong quá trình thử. Nên thay rây phân tử trước khi cho chạy từng mẫu một.

10 Tính toán

10.1 Tính toán thủ công

Vẽ đường tiếp tuyến dọc theo phần đầu tiên ở phần tăng vừa vừa của đường cong. Vẽ đường tiếp tuyến tối ưu dọc theo phía trên ở phần tăng nhanh của đường cong (để hiểu chi tiết hơn, xem Hình A.1). Nếu không thể vẽ được đường tiếp tuyến tối ưu thì tiến hành xác định lại.

Xác khả năng chịu ôxy hoá bằng cách đọc thời gian tại điểm hai đường thẳng cắt nhau (thời gian cảm ứng).

10.2 Tính toán tự động

Các thiết bị có sẵn có thể tự động tính giai đoạn cảm ứng bằng cách dùng tối đa phép ngoại suy lần thứ hai của đường cong (để hiểu chi tiết hơn, xem Phụ lục A).

Biểu thị khả năng chịu ôxy hoá bằng giờ, chính xác đến 0,1 h.

CHÚ THÍCH Các ví dụ về đồ thị của tính dẫn điện xem ở Hình A.1. Khi đồ thị tăng lên rất nhanh (đồ thị D) có thể đó là kết quả của nhiệt độ dung dịch trong cuvet đo quá cao, gây ra bay hơi axit cacboxylic khỏi dung dịch (xem [2]).

11 Độ chụm

11.1 Kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm

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

11.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa kết quả thu được của hai lần thử nghiệm độc lập riêng rẽ, thu được khi sử dụng cùng một phương pháp, phân tích trên cùng nguyên liệu, do cùng một người tiến hành trong cùng một phòng thử nghiệm, dùng cùng thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn, không quá 5 % các trường hợp lớn hơn 6 % giá trị trung bình của hai kết quả thử, đối với khả năng chịu oxy hoá từ 2 h đến 45 h.

11.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa kết quả của hai lần thử nghiệm riêng rẽ thu được sử dụng cùng một phương pháp, phân tích trên cùng nguyên liệu, do các người khác nhau phân tích trong các phòng thử nghiệm khác nhau, dùng các thiết bị khác nhau, không được quá 5 % các trường hợp lớn hơn 29 % giá trị trung bình của hai kết quả thử đối với khả năng chịu oxy hoá từ 2 h đến 45 h.

12 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- tất cả các thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ mẫu;
- phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- phương pháp thử sử dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- mọi chi tiết thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này hoặc những điều được coi là tùy ý cũng như các sự cố bất kỳ mà có ảnh hưởng đến kết quả thử;
- kết quả thu được hoặc nếu đáp ứng yêu cầu về độ lặp lại thì nêu kết quả cuối cùng thu được.

Phụ lục A
(tham khảo)

**Tóm tắt phương pháp và các ví dụ về đồ thị tính dẫn điện và
phép xác định thời gian cảm ứng**

Những năm qua, một số các phương pháp đã được trình bày để xác định khả năng chịu oxy hoá của dầu và mỡ. Những phương pháp này dựa trên tốc độ hấp thụ oxy của dầu và mỡ (ở trạng thái lỏng) khi nó tiếp xúc với không khí.

Sự hấp thụ oxy có thể đo trực tiếp bằng cách sử dụng thiết bị Warburg hoặc không trực tiếp bằng cách xác định peroxit hoặc các sản phẩm bị tách ra từ nó trong quá trình oxy hoá.

Phương pháp xác định trực tiếp, phương pháp hoạt hoá oxy (AOM) là cũ nhất. Phương pháp này dựa trên sự xác định chỉ số peroxit trong phạm vi cùng với việc tiến hành quạt gió vào sản phẩm ở 98,7 °C và qui định thời gian trôi qua cho đến khi chỉ số peroxit đạt tới 100 mmol (hoạt hoá oxy/2 kg). Phép thử nhanh bắt nguồn từ phương pháp này. Các phép xác định này rất lãng phí thời gian và không làm tự động được.

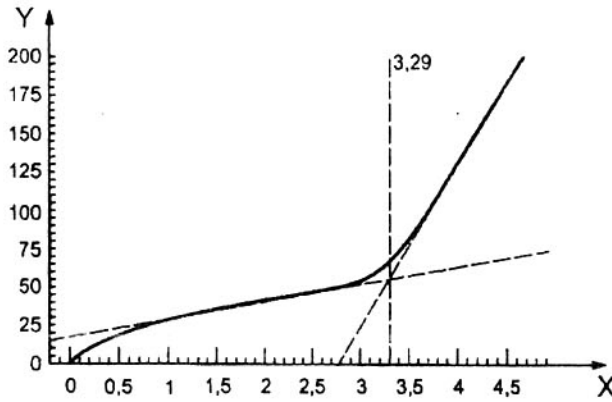
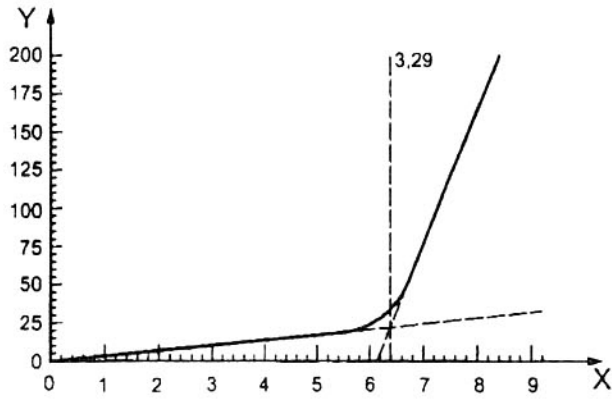
Phương pháp được mô tả ở tiêu chuẩn này, quá trình oxy hoá có hai giai đoạn :

- a) giai đoạn thứ nhất (chu kỳ cảm ứng) đặc trưng bởi sự hấp thụ oxy thấp trong khi tạo thành peroxit;
- b) giai đoạn hai (giai đoạn làm hỏng mùi và màu sắc) đặc trưng bởi sự hấp thụ nhanh trong khi peroxit không chỉ tạo thành, nhưng sau đó peroxit này bị phân ly dưới ảnh hưởng của nhiệt độ cao. Trong suốt quá trình này, sản phẩm tạo thành andehyt, kêtôn và axit béo không no. Các sản phẩm này làm cho mùi và vị bị biến đổi.

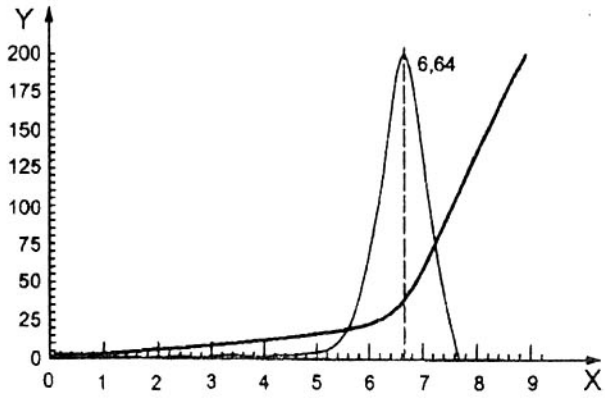
Phương pháp đã mô tả trong tiêu chuẩn này là phép xác định chủ yếu cho các axit dễ bay hơi của các sản phẩm phân tích (phần lớn là axit foocmic và axit axetic) được sản sinh ra trong quá trình oxy hoá.

Quá trình đã được công bố năm 1974 (xem [4]). Phương pháp xác định potentiometric tự động hoá được công bố năm 1972 (xem [5]).

Dùng phương pháp AOM, từ đồ thị tính dẫn, thời gian cảm ứng được xác định trong phạm vi cùng với thời gian cảm ứng thu được, với điều kiện là các phép xác định được tiến hành trong cùng một nhiệt độ. Các đồ thị sẽ rất khác nhau. Các ví dụ của đồ thị xem ở Hình A.1 (trích từ [6]).



a) Tính thủ công



b) Tính tự động

Chú giải

X thời gian, h

Y tính dẫn điện, $\mu\text{S/cm}$

Hình A.1 – Ví dụ về đồ thị của tính dẫn điện

Phụ lục B

(tham khảo)

Kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm

Phép thử cộng tác quốc tế gồm 21 phòng thử nghiệm thuộc sáu nước tiến hành trên 4 mẫu ở ba nhiệt độ khác nhau. Ba nước tham dự sử dụng thiết bị OSI và 18 nước tham dự sử dụng thiết bị Rancimat (trong đó 3 nước sử dụng Rancimat loại 617, 9 nước sử dụng Rancimat loại 679 và 6 nước sử dụng loại Rancimat loại 743). Phép thử được tổ chức bởi Viện Deutsches für Normung (DIN) năm 2004. Kết quả thu được được phân tích thống kê theo ISO 5725-2^[3] đưa ra dữ liệu về độ chụm theo Bảng B.1 đến B.3.

Bảng B.1 – Tóm tắt kết quả thống kê ở 120 °C

Mẫu ở 120 °C	Dầu đậu tương	Dầu cải dầu	Dầu ôliu nguyên chất trích ly
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia	21	21	21
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	18	20	18
Số lượng kết quả thử nghiệm riêng biệt của tất cả các phòng thử nghiệm	36	40	36
Giá trị trung bình, giờ	4,17	4,10	20,11
Độ lệch chuẩn lặp lại (s_r),	0,09	0,14	0,25
Hệ số biến thiên lặp lại, %	2,2	3,3	1,2
Giới hạn lặp lại (r)	0,25	0,38	0,70
Độ lệch chuẩn tái lập (s_R)	0,41	0,48	2,21
Hệ số biến thiên tái lập, %	9,9	11,8	11,0
Giới hạn tái lập (R)	1,16	1,35	6,20

Bảng B.2 – Tóm tắt kết quả thống kê ở 110 °C

Mẫu ở 110 °C	Dầu đậu tương	Dầu cải dầu	Dầu ôliu nguyên chất trích ly	Dầu hạt lanh
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia	21	21	21	21
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	18	19	16	18
Số lượng kết quả thử nghiệm riêng biệt của tất cả các phòng thử nghiệm	36	38	32	36
Giá trị trung bình, giờ	8,01	8,13	45,22	2,82
Độ lệch chuẩn lặp lại (s_r)	0,13	0,16	0,28	0,08
Hệ số biến thiên lặp lại, %	1,6	1,9	0,6	2,8
Giới hạn lặp lại (r)	0,36	0,44	0,78	0,22
Độ lệch chuẩn tái lập (s_R)	0,75	0,76	3,74	0,29
Hệ số biến thiên tái lập, %	9,3	9,3	8,3	10,3
Giới hạn tái lập (R)	2,09	2,12	10,47	0,81

Bảng B.3 – Tóm tắt kết quả thống kê ở 100 °C

Mẫu E ở 100 °C	Dầu lanh
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia	19
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	18
Số lượng kết quả thử nghiệm riêng biệt của tất cả các phòng thử nghiệm	36
Giá trị trung bình, giờ	5,55
Độ lệch chuẩn lặp lại (s_r)	0,09
Hệ số biến thiên lặp lại, %	1,6
Giới hạn lặp lại (r)	0,25
Độ lệch chuẩn tái lập (s_R)	0,44
Hệ số biến thiên tái lập, %	8,0
Giới hạn tái lập (R)	1,24

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 2625:2007 (ISO 5555:2001), Dầu mỡ động vật và thực vật – Lấy mẫu.
- [2] DE MAN, J.M., FAN TIE and DE MAN, L. *J.Am. Oil Chem (Hoá dầu). Soc.*, **64**, 1987, p. 993.
- [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] HARDON, H. and ZURCHNER, K. *Deutsche Lebens (Thực phẩm Đức). Rundschau*, **70**, 1974, p. 57.
- [5] PARDUN, H. and KROLL, E. *Fette, Seifen, Anstrichmittel (Mỡ, xà phòng, chất tẩy)*, **74**, 1972, p. 366.
- [6] VAN OOSTEN, C.W., POOT, C. and HENSEN, A.C. *Fette, Seifen, Anstrichmittel (mỡ, xà phòng, chất tẩy)*, **83**, 1981, p. 133.
-