

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10109:2013

ISO 8534:2008

Xuất bản lần 1

**DẦU MỠ ĐỘNG VẬT VÀ THỰC VẬT –
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG NƯỚC –
PHƯƠNG PHÁP KARL FISCHER
(KHÔNG CHỨA PYRIDIN)**

*Animal and vegetable fats and oils – Determination of water content –
Karl Fischer method (pyridine free)*

HÀ NỘI - 2013

Lời nói đầu

TCVN 10109:2013 hoàn toàn tương đương với ISO 8534:2008;

TCVN 10109:2013 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.

Lời giới thiệu

Việc xác định hàm lượng nước trong dầu và mỡ bằng phương pháp Karl Fischer được thực hiện theo hai qui trình khác nhau. Tiêu chuẩn này qui định phương pháp Karl Fischer thể tích để xác định hàm lượng nước cao (độ ẩm cao). Phương pháp này được sử dụng cho các mẫu chứa từ 1 mg đến 100 mg nước.

Phụ lục B qui định phương pháp chuẩn độ điện lượng đối với các mẫu chứa từ 10 μg đến 10 mg nước. Phương pháp điện lượng nhạy hơn phương pháp thể tích và cho phép xác định các hàm lượng nước thấp hơn.

Dầu mỡ động vật và thực vật - Xác định hàm lượng nước - Phương pháp Karl Fischer (không chứa pyridin)

Animal and vegetable fats and oils - Determination of water content - Karl Fischer method (pyridine free)

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng nước trong dầu mỡ động vật và thực vật (được gọi là chất béo) sử dụng thiết bị Karl Fischer và thuốc thử không chứa pyridin.

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 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 thuật ngữ và định nghĩa sau:

3.1

Hàm lượng nước (water content)

khối lượng của nước, tính bằng gam trên 100 g mẫu, xác định được bằng phương pháp qui định trong tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH: Hàm lượng nước được biểu thị bằng phần trăm khối lượng.

4 Nguyên tắc

Chất béo hòa tan được chuẩn độ bằng dung dịch iot và sulfua dioxit (SO₂) được oxi hóa bởi iot khi có nước. Về nguyên tắc, xảy ra phản ứng hóa học như Phương trình (1):



Alcohol phản ứng với SO₂ và nitơ bazơ (RN) để tạo thành muối alkylsulfit trung gian, sau đó muối này được oxi hóa bởi iot tạo thành muối alkylsulfat. Phản ứng oxi hóa này tiêu tốn nước có chứa trong mẫu. Kiểm soát điểm kết thúc chuẩn độ bằng máy đo điện thế.

5 Thuốc thử

CẢNH BÁO – Cần tuân thủ về các quy định đối với việc xử lý các chất nguy hại. Phải tuân thủ các biện pháp kỹ thuật an toàn cho tổ chức và cá nhân.

Nên sử dụng các dung môi làm việc có sẵn, cũng như các thuốc thử một thành phần (5.1.1) hoặc hai thành phần (5.1.2). Cần sử dụng các thuốc thử có độ chuẩn từ 1 mg nước/ml đến 2 mg nước/ml.

5.1 Thuốc thử Karl Fischer, bao gồm thuốc thử một thành phần hoặc hai thành phần dùng cho phép xác định thể tích

5.1.1 Thuốc thử một thành phần, chứa tất cả các chất phản ứng trong dung dịch chuẩn độ: iot, sulfur dioxit và imidazol được hòa tan trong alcohol thích hợp. Thường sử dụng metanol làm môi trường làm việc trong cuvet chuẩn độ.

Metanol tuyệt đối được chọn làm dung môi. Đối với dầu và mỡ thì sử dụng hỗn hợp của metanol tuyệt đối và chloroform tuyệt đối (hàm lượng metanol ít nhất là 25 % thể tích, hoặc tối ưu là 50 % thể tích).

5.1.2 Thuốc thử hai thành phần, bao gồm tất cả các chất phản ứng cần thiết cho phép chuẩn độ, nhưng trong hai dung dịch khác nhau. Chất chuẩn độ chỉ chứa iot và metanol, còn dung môi chứa các thành phần phản ứng Karl Fischer khác được sử dụng như môi trường làm việc trong cuvet chuẩn độ.

5.2 Chuẩn nước, chất chuẩn có bán sẵn, có nồng độ xác nhận là 10 mg/g (1,0 % khối lượng).

6 Thiết bị, dụng cụ

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

6.1 Thiết bị Karl Fischer, đã cài đặt theo hướng dẫn của nhà sản xuất để xác định nước trong dầu và mỡ. Cài đặt và hướng dẫn bảo dưỡng thường xuyên theo khuyến cáo của nhà sản xuất. Sử dụng

binh kín khí và không đặt thiết bị ở nơi có độ ẩm cao. Không đặt thiết bị hoặc để mẫu gần nguồn nước như gần vòi nước, chậu nước và bồn rửa trong phòng thử nghiệm.

6.2 Cân phân tích, có thể đọc chính xác đến 0,1 mg.

6.3 Xyranh, dung tích 1 ml, 2 ml, 5 ml, 10 ml và 20 ml.

Để đảm bảo cho các kết quả và độ lặp lại từ chuẩn nước có độ chính xác thì sử dụng xyranh thủy tinh kín khí. Đối với chuẩn nước 10,0 sử dụng xyranh 10 ml và đối với chuẩn nước 1,00 hoặc 0,10 thì sử dụng xyranh 5 ml. Ngoài xyranh có kích cỡ thích hợp, có thể sử dụng kim đủ dài để cho phép bơm dưới bề mặt, qua septum của thiết bị.

7 Lấy mẫu

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

Việc lấy mẫu không quy định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 2625 (ISO 5555)⁽¹⁾.

8 Chuẩn bị mẫu thử

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

Việc xác định hàm lượng nước cần được thực hiện bằng cách điều chỉnh kích cỡ mẫu để có được từ 1 mg đến 100 mg nước cho phép chuẩn độ thể tích và từ 10 µg đến 10 mg cho phép chuẩn độ điện lượng (Phụ lục B) sử dụng thiết bị Karl Fischer và các thuốc thử đã được đánh giá xác nhận bằng các dung dịch chuẩn nước trên dải yêu cầu. Đối với phép xác định thể tích, lượng thuốc thử Karl Fischer tối thiểu được sử dụng để chuẩn độ là 0,5 ml.

9 Cách tiến hành

9.1 Độ chuẩn

Đối với mỗi chai chất chuẩn độ cần kiểm tra hàng ngày để xác định độ chuẩn.

9.1.1 Hiệu chuẩn thiết bị theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

9.1.2 Cho 20 ml đến 40 ml dung môi làm việc (5.1) vào bình chuẩn độ. Dung môi phải ngập trên điện cực platin.

9.1.3 Chuẩn độ bình đến đúng điểm kết thúc ổn định.

CẢNH BÁO – Chú ý để không chuẩn độ quá điểm kết thúc chuẩn độ.

TCVN 10109:2013

9.1.4 Xác định độ chuẩn của chất chuẩn độ, sử dụng chuẩn nước (5.2) và xyranh (6.3). Khối lượng mẫu xác định được bằng cách tính chênh lệch của các khối lượng.

9.1.4.1 Cân khoảng 1 g chuẩn nước, chính xác đến 0,1 mg, cho vào xyranh, đặt lên cân phân tích (6.2).

Mở ampoule, rút một phần nhỏ chất chuẩn để tráng xyranh thường từ 1 ml đến 2 ml là đủ. Rửa toàn bộ phần bên trong của xyranh và loại bỏ nước rửa. Sau đó chuyển ngay chất chuẩn còn lại vào xyranh và đuổi hết bọt khí. Sử dụng chênh lệch khối lượng của ít nhất ba lần bơm từ xyranh.

9.1.4.2 Khi khối lượng hiển thị là không đổi thì cân cả bì.

9.1.4.3 Bơm mẫu nước vào bình chuẩn độ và đầy bình.

9.1.4.4 Đặt xyranh trở lại cân phân tích. Ghi lại khối lượng nước được bơm chính xác đến 0,1 mg. Khối lượng được hiển thị là giá trị âm.

9.1.4.5 Nhập khối lượng mẫu vào thiết bị.

9.1.5 Bắt đầu chuẩn độ và ghi lại độ chuẩn khi đạt điểm kết thúc ổn định. Một số thiết bị có thể cần tính độ chuẩn từ phần trăm hàm lượng nước hiển thị.

9.1.6 Lấy trung bình của ít nhất ba phép chuẩn độ. Ghi lại giá trị trung bình cộng.

9.1.7 Cập nhật giá trị độ chuẩn của thiết bị với việc cài đặt mới.

Độ chuẩn, ρ_{titrant} , tính bằng miligam trên mililit, có thể tính được theo Công thức (2):

$$\rho_{\text{titrant}} = \frac{m_s W_{\text{H}_2\text{O} \cdot s}}{V_{\text{titrant}}} \quad (2)$$

Trong đó:

m_s là khối lượng chuẩn nước, tính bằng gam (g);

$W_{\text{H}_2\text{O} \cdot s}$ là hàm lượng nước của chuẩn nước đã được chứng nhận;

V_{titrant} là thể tích của chất chuẩn độ được sử dụng, tính bằng mililit (ml).

9.1.8 Độ chuẩn không được thay đổi đáng kể từ ngày này sang ngày khác với việc thực hiện thường xuyên, trừ khi chai chứa chất chuẩn độ mới đã mở. Có thể có vấn đề nếu có thay đổi quá 10 % độ chuẩn giữa các ngày của cùng một chai chuẩn. Nếu thiết bị được cài đặt lại quá 12 h trước khi sử dụng thì phải rửa buret và bình chuẩn độ phải được làm đầy lại trước khi xác định độ chuẩn. Thay chất hút ẩm trong chai thuốc thử theo khuyến cáo của nhà sản xuất để giảm thiểu độ lệch về độ chuẩn của thuốc thử.

9.2 Phần mẫu thử

9.2.1 Dùng xyranh, cân và đưa phần mẫu thử vào thiết bị, sử dụng khối lượng nêu trong Bảng 1. Phải sử dụng ít nhất 0,5 ml thuốc thử Karl Fischer để chuẩn độ.

Bảng 1 – Kích cỡ phần mẫu thử dùng cho phép chuẩn độ thể tích

Hàm lượng nước trong phần mẫu thử % khối lượng	Khối lượng phần mẫu thử tối thiểu ^a g	Hàm lượng nước trong phần mẫu thử mg
0,001	20	0,2
0,01	20	2
0,1	5	5
1	1	10
5	0,2	10
10	0,1	10
20	0,05	10

^a Khối lượng chính xác của phần mẫu thử phụ thuộc vào độ chụm yêu cầu và buret được sử dụng. Tuy nhiên, khối lượng phần mẫu thử không được lớn hơn khối lượng dung môi. Tỷ lệ khối lượng tối đa của phần mẫu thử với dung môi là 1 + 1.

9.2.2 Khối lượng phần mẫu thử xác định được theo phép tính độ chênh lệch.

9.2.2.1 Đặt phần mẫu thử trong xyranh có kích thước phù hợp lên cân.

9.2.2.2 Khi cân ổn định, cân cả bì.

9.2.2.3 Chuyển ngay phần mẫu thử từ xyranh vào bình phản ứng.

9.2.2.4 Đặt xyranh trở lại cân. Khi cân ổn định, ghi lại khối lượng, chính xác đến 0,1 mg.

9.3 Xác định

9.3.1 Cho từ 20 ml đến 40 ml dung môi làm việc (5.1) vào bình chuẩn độ. Dung môi phải ngập trên điện cực platin.

9.3.2 Chuẩn độ bình đến kết thúc ổn định.

CẢNH BÁO – Không chuẩn độ quá điểm kết thúc chuẩn độ.

9.3.3 Cân và đưa phần mẫu thử vào thiết bị theo 9.2.

9.3.4 Ghi lại độ ẩm của phần mẫu thử khi đạt đến điểm kết thúc chuẩn độ ổn định.

TCVN 10109:2013

9.3.5 Có thể phân tích sáu phần mẫu thử trước khi thay dung môi và chuẩn độ sơ bộ dung môi làm việc.

9.3.5.1 Thay dung môi làm việc nếu hình thành kết tủa chứng tỏ phần mẫu thử không hòa tan hết.

9.3.5.2 Chuẩn độ sơ bộ dung môi làm việc nếu giữa các lần phân tích phần mẫu thử trên cùng một bình dung dịch làm việc để quá 10 min.

9.3.5.3 Lượng dung môi trong hệ thống dung môi hai thành phần được cho vào bình chuẩn độ xác định lượng nước tối đa có thể chuẩn độ được. Thể tích dung môi hoặc dung môi hỗn hợp cần cho vào bình để xác định được từ 60 mg đến 100 mg nước.

9.3.5.4 Số lượng phần mẫu thử có thể được chuẩn độ trước khi thay và làm cạn dung dịch làm việc, phụ thuộc vào độ hòa tan của mẫu, dung tích thuốc thử của hệ thống thuốc thử hai thành phần và dung tích bình. Thể tích ban đầu của dung môi làm việc được thêm vào sử dụng bộ thuốc thử hai thành phần cho lượng nước tối đa có thể chuẩn độ được. Nên chọn sáu phần mẫu thử nhưng cũng có thể thay đổi dựa trên hàm lượng nước, độ chuẩn của thuốc thử và độ hòa tan của mẫu.

10 Biểu thị kết quả

Các phép tính được thực hiện tự động trong thiết bị.

Hàm lượng nước, $w_{\text{H}_2\text{O},t}$, tính bằng gam trên 100 g phần mẫu thử, theo Công thức (3):

$$w_{\text{H}_2\text{O},t} = \frac{V_{\text{titrant}} \rho_{\text{H}_2\text{O}} \times 100}{m_t \times 1000} \quad (3)$$

Trong đó:

V_{titrant} là thể tích chất chuẩn độ được sử dụng, tính bằng mililit (ml);

$\rho_{\text{H}_2\text{O}}$ là độ chuẩn (đương lượng nước của thuốc thử, tính bằng miligam nước trên mililit);

m_t là khối lượng phần mẫu thử, tính bằng gam (g);

11 Độ chụm của phương pháp

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 thử nghiệm này có thể không áp dụng cho các dải nồng độ và nền mẫu khác với các dải nồng độ và các nền mẫu đã nêu.

11.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm độc lập, đơn lẻ thu được khi sử dụng cùng phương pháp, tiến hành trên vật liệu thử giống hệt nhau, trong cùng một phòng thử nghiệm, do một người thực hiện, sử dụng cùng thiết bị, trong một khoảng thời gian ngắn, không được quá 5 % các trường hợp lớn hơn độ lặp lại r nêu trong Bảng A.1.

11.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử đơn lẻ, thu được khi sử dụng cùng phương pháp, tiến hành thử 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, không được quá 5 % các trường hợp lớn hơn độ tái lập R nêu trong Bảng A.1.

12 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải nêu 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 sử dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- d) các kết quả thu được;
- e) nếu kiểm tra độ lặp lại thì nêu kết quả cuối cùng thu được;
- f) mọi điều kiện thao tác không quy 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;

Tham khảo thêm thông tin về báo cáo thử nghiệm theo 5.10 trong TCVN ISO/IEC 17025:2007 (ISO/IEC 17025:2005).

Phụ lục A
(Tham khảo)

Kết quả của phép thử liên phòng thử nghiệm

Phép thử cộng tác quốc tế bao gồm 22 phòng thử nghiệm của năm nước tiến hành trên các mẫu sau:

- | | |
|---|----------------------------------|
| A: Dầu triglycerit trong bình chứa 3 % nước | E: Dầu hạt thầu dầu/Dầu thực vật |
| B: Mẫu A/Dầu thực vật (1 + 1) | F: Dầu oliu nguyên chất |
| C: Mẫu A/Dầu thực vật (1 + 3) | G: Dầu thực vật |
| D: Dầu hạt thầu dầu | H: Dầu thực vật |

Phép thử này do DIN thực hiện năm 2006, kết quả thu được đã được phân tích thống kê theo TCVN 6910-1 (ISO 5725-1) và TCVN 6910-2 (ISO 5725-2) được nêu trong Bảng 1 đối với phương pháp chuẩn độ thể tích.

Bảng A.1 – Tóm tắt kết quả thống kê đối với phương pháp chuẩn độ thể tích

Mẫu	A	B	C	D	E	F	G	H
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia, n_p	10	12	12	14	14	14	14	13
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ, n_p	9	10	10	14	12	12	12	11
Số kết quả thử nghiệm trong tất cả các phòng thử nghiệm còn lại, n_t	18	20	20	28	24	24	24	22
Hàm lượng nước trung bình, $\bar{w}_{H_2O,1}$, g/100 g	2,939	1,439	0,728	0,295	0,181	0,075	0,044	0,010 4
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , g/100 g	0,025	0,015	0,015	0,008	0,003	0,003	0,002	0,001 0
Hệ số biến thiên lặp lại, CV(r), %	0,8	1,1	2,1	2,7	1,6	4,4	4,8	10,1
Giới hạn lặp lại, r , g/100 g	0,070	0,043	0,043	0,022	0,008	0,009	0,006	0,002 9
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R , g/100 g	0,144	0,024	0,021	0,022	0,008	0,005	0,005	0,002 7
Hệ số biến thiên tái lập, CV(R), %	4,9	1,7	2,9	7,5	4,2	6,9	10,4	26,4
Giới hạn tái lập, R , g/100 g	0,403	0,068	0,060	0,062	0,021	0,015	0,013	0,007 6

Phụ lục B
(Tham khảo)

Các thông tin và dữ liệu về độ chụm sử dụng phương pháp điện lượng

Phương pháp chuẩn độ thể tích qui định trong phần chính của tiêu chuẩn này dùng để xác định hàm lượng nước cao (độ ẩm cao) còn phương pháp chuẩn độ điện lượng qui định trong Phụ lục này dùng để xác định độ ẩm trong dải từ 10 µg đến 10 mg (độ ẩm thấp). Tuy nhiên tùy thuộc vào lượng mẫu thử, mà có thể sử dụng cả hai phương pháp để phép xác định độ ẩm cao và độ ẩm thấp. Với phép chuẩn độ Karl Fischer định lượng, thì lượng nước xác định được bằng cách đo lượng điện tích, tính bằng coulông, sinh ra trong suốt quá trình chuẩn độ. Điện tích tính được bằng cách nhân dòng điện, tính bằng ampe, với thời gian chuẩn độ, tính bằng giây. Theo luật Faraday, cần $2 \times 96,485 \text{ C}$ để phát sinh 1 mol iot và một phân tử iot phản ứng tiếp với một phân tử nước trong phản ứng Karl Fischer.

Trong sự dao động điện lượng của phép xác định nước bằng phương pháp Karl Fischer, iot cần cho phản ứng với nước được tạo thành do oxi hóa anot của iodia. Thay cho việc phân phối thuốc thử Karl Fischer như trong phép chuẩn độ thể tích, thiết bị Karl Fischer có luôn thuốc thử trong cuvet phản ứng. Dòng điện đi qua thuốc thử sinh ra iot ở điện cực anot. Iot được tạo ra tỷ lệ với lượng điện tiêu thụ. Các thiết bị có bán sẵn được thiết kế để sử dụng nguyên tắc này rất phức tạp, thông thường thiết bị hoạt động tự động và được xử lý bằng máy tính. Thiết bị có hai ngăn anot và catot, được tách nhau bằng màng ngăn và chứa chất điện phân để nhúng điện cực platin. Phản ứng xảy ra trong ngăn anot. Ngăn catot để xảy ra phản ứng, đo số lượng điện lượng của điện tích tiêu thụ và chuyển đổi sang hàm lượng nước. Dựa vào luật Faraday mối tương quan giữa điện tích và lượng chất sẽ xác định được lượng iot tạo thành. Vì một phân tử nước phản ứng với một phân tử iot, nên có thể tính được hàm lượng nước.

Phương pháp điện lượng nhạy hơn phương pháp đo thể tích và cho phép xác định hàm lượng nước thấp hơn (xem Bảng B.1). Phương pháp cũng nhạy với môi trường ẩm và phản ứng hóa học phụ.

Bảng B.1 – Cỡ mẫu

Hàm lượng nước trong mẫu % khối lượng	Khối lượng mẫu g	Hàm lượng nước trong mẫu mg
0,000 1	10	0,01
0,001	10	0,1
0,01	5	0,5
0,1	2	2
1	0,2	2

TCVN 10109:2013

Phép thử cộng tác quốc tế bao gồm 22 phòng thử nghiệm trong năm nước tiến hành trên các mẫu sau:

- | | |
|--|----------------------------|
| A Dầu triglyceride chuối trung bình với 3 % nước | E Dầu hạt thầu dầu/Dầu rau |
| B Mẫu A /Dầu rau (1 + 1) | F Dầu ôliu nguyên chất |
| C Mẫu A /Dầu rau (1 + 3) | G Dầu rau |
| D Dầu hạt thầu dầu | H Dầu rau |

Phép thử này do cơ quan Tiêu chuẩn hóa của Đức (DIN) tổ chức vào năm 2006 và các kết quả thu được đã được phân tích thống kê theo TCVN 6910-1 (ISO 5725-1)^[2] và TCVN 6910-2 (ISO 5725-2)^[3] để cho dữ liệu về độ chụm trong Bảng B.2 đối với phương pháp điện lượng.

Bảng B.2 – Dữ liệu thống kê đối với phương pháp điện lượng

Mẫu	A	B	C	D	E	F	G	H
Số lượng phòng thử nghiệm tham gia, n_p	11	14	13	14	14	15	15	15
Số lượng phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ, n_p	11	14	10	13	11	12	11	12
Số kết quả thử nghiệm trong tất cả các phòng thử nghiệm còn lại, n_t	22	28	20	26	22	24	22	24
Hàm lượng nước trung bình, $\bar{w}_{H_2O, t}$, g/100 g	2,994	1,436	0,708	0,284	0,178	0,075 3	0,043 8	0,007 1
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r , g/100 g	0,041	0,037	0,010	0,006	0,003	0,000 7	0,000 6	0,000 4
Hệ số biến thiên lặp lại, $CV(r)$, %	1,4	2,6	1,4	2,3	1,5	0,9	1,3	5,1
Giới hạn lặp lại, r , g/100 g	0,116	0,103	0,027	0,018	0,007	0,001 9	0,001 6	0,001 0
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R , g/100 g	0,214	0,079	0,030	0,013	0,007	0,002 1	0,001 0	0,001 5
Hệ số biến thiên tái lập, $CV(R)$, %	7,1	5,5	4,2	4,6	3,8	2,8	2,3	21,1
Giới hạn tái lập, R , g/100 g	0,599	0,220	0,084	0,036	0,019	0,005 8	0,002 8	0,004 2

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 2625 (ISO 5555), *Dầu mỡ động vật và thực vật – 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] TCVN ISO/IEC 17025:2007 (ISO/IEC 17025:2005), *Yêu cầu chung về năng lực của phòng thử nghiệm và hiệu chuẩn.*
 - [5] RIEDEL-DE HAËN. *Hydranal manual*, 2000 edition. Riedel de Haën, Seelze, Germany
 - [6] DIETRICH, A. Karl Fischer titration: II - Standardization, equipment validation, and control techniques. *Am. Lab.* 1994, **26**, p. 33.
-