

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6763:2017

ISO 6886:2016

Xuất bản lần 3

**DẦU MỠ ĐỘNG VẬT VÀ THỰC VẬT - XÁC ĐỊNH ĐỘ BỀN
ÔXY HÓA (PHÉP THỬ ÔXY HÓA NHANH)**

*Animal and vegetable fats and oils -
Determination of oxidative stability (accelerated oxidation test)*

HÀ NỘI - 2017

Lời nói đầu

TCVN 6763:2017 thay thế TCVN 6763:2008;

TCVN 6763:2017 hoàn toàn tương đương với ISO 6886:2016;

TCVN 6763:2017 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.

Dầu mỡ động vật và thực vật – Xác định độ bền oxy hóa (phép thử oxy hoá nhanh)

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

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định độ bền oxy hoá của dầu và mỡ dưới các điều kiện đặc biệt dẫn tới quá trình oxy hoá nhanh như: nhiệt độ cao và dòng không khí mạnh. Phương pháp này không áp dụng để xác định khả năng ổn định của dầu và mỡ ở nhiệt độ môi trường, nhưng phương pháp này cho phép so sánh hiệu quả của các chất chống oxy hoá được bổ sung vào dầu và mỡ.

Phương pháp này áp dụng cho cả dầu mỡ động thực vật nguyên chất và dầu mỡ động thực vật tinh luyện. Tiêu chuẩn này không áp dụng cho sữa và sản phẩm sữa (hoặc chất béo từ sữa và sản phẩm sữa).

CHÚ THÍCH: Sự có mặt của các axit béo dễ bay hơi và các sản phẩm oxy hoá của các axit dễ bay hơi làm hạn chế độ chính xác của phép đo.

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 thực vật – Chuẩn bị mẫu thử.*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Thời gian cảm ứng (induction period)

Khoảng thời gian được tính từ khi bắt đầu đo đến thời điểm mà sự hình thành các sản phẩm ôxy hoá bắt đầu tăng nhanh.

3.2

Độ bền ôxy hoá (oxidative stability)

Thời gian cảm ứng được xác định theo qui trình qui định trong tiêu chuẩn này, tính bằng giờ.

CHÚ THÍCH: Khi xác định độ bền ôxy hoá, thường sử dụng nhiệt độ từ 100 °C đến 120 °C. Tùy thuộc vào độ bền ôxy hoá của mẫu thử trong điều kiện thử nghiệm hoặc khi yêu cầu thực hiện phép ngoại suy hồi qui, thì phép xác định có thể được tiến hành ở nhiệt độ khác. Thời gian cảm ứng tối ưu là từ 6 h đến 24 h. Việc tăng hoặc giảm 10 °C sẽ làm giảm hoặc làm tăng thời gian cảm ứng khoảng 2 lần.

3.3

Tính dẫn điện (conductivity)

Khả năng dẫn điện của vật liệu.

4 Nguyên tắc

Thổi luồng không khí sạch qua mẫu thử đã được đưa về nhiệt độ qui định. Khí được thoát ra trong suốt quá trình ôxy 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, cho thấy thời gian cảm ứng kết thúc. Việc tăng nhanh này là do sự tích lũy các axit béo dễ bay hơi sinh ra trong suốt quá trình ôxy 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 các rãnh đường kính xấp xỉ 1 mm, cỡ lỗ 0,3 mm, có dụng cụ đo độ ẩm.

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

5.2 Axeton.

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

5.4 Glyxerol.

5.5 Dầu bền nhiệt.

6 Thiết bị, dụng cụ

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

6.1 Thiết bị xác định độ bền oxy hoá

Xem sơ đồ mô tả ở Hình 1 và Hình 2.

CHÚ THÍCH: Có thể sử dụng thiết bị xác định độ bền oxy hoá có tên thương mại là Rancimat của Công ty Metrohm AG, Herisau, Thụy Sĩ hoặc thiết bị OSI của Công ty Omnion, Mỹ¹⁾.

6.1.1 Bộ lọc không khí, gồm có một ống gắn giấy lọc ở đầu cuối và được đổ đầy bằng rây phân tử (5.1), nối với đầu hút của bơm.

6.1.2 Bơm có màng chắn khí, tốc độ dòng có thể điều chỉnh đến 10 l/h kết hợp với thiết bị kiểm soát tốc độ dòng, thủ công hoặc tự động, với độ 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 tốc độ dòng khoảng 10 l/h.

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

Nắp làm kín phải được gắn với ống dẫn khí vào và ra. Phần hình trụ của bình tốt nhất là được thu hẹp vài centimet ở phía dưới đỉnh để làm tan bọt xuất hiện. Có thể dùng một bộ phá bọt nhân tạo (ví dụ: vòng thủy tinh) cho mục đích này.

6.1.4 Cuvet đo có nắp đậy (thường là 8 cuvet), có dung tích khoảng 150 ml, có ống dẫn khí kéo dài đến đáy bình.

Cuvet phải có lỗ thông khí ở đỉnh.

6.1.5 Điện cực (thường là 8 điện cực), để đo độ dẫn điện, trong dải đo từ 0 $\mu\text{S}/\text{cm}$ đến 300 $\mu\text{S}/\text{cm}$, phù hợp theo kích thước của cuvet đo (6.1.4).

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

CHÚ THÍCH Dùng máy tính có bộ phận kiểm soát quá trình trung tâm với thiết bị Rancimat và OSI (Omnion).

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 nhiệt độ của khối gia nhiệt, gắn với role kiểm soát và bộ phận gia nhiệt có thể điều chỉnh được, dải nhiệt độ từ 0 °C đến 150 °C.

¹⁾ Rancimat (www.metrohm.com) và OSI (Omnion) (<http://world.std.com/~omnion>), là ví dụ về thiết bị phù hợp có bán sẵn. Thông tin này đưa ra tạo thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn và không ấn định phải sử dụng thiết bị này.

TCVN 6763:2017

6.1.8 Khối gia nhiệt, làm bằng hợp kim nhôm đúc, điều chỉnh được nhiệt độ đến $150\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Khối này có các lỗ (thường là 8 lỗ) cho bình sục khí (6.1.3) và có một lỗ để tiếp xúc với nhiệt kế (6.1.7).

Ngoài ra, có thể dùng bể ổn nhiệt, được đổ đầy dầu, thích hợp với nhiệt độ đến $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ và có thể điều chỉnh chính xác đến $0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$.

6.2 Nhiệt kế đã được hiệu chuẩn và chứng nhận hoặc Pt 100 đơn vị, có dải nhiệt độ đến $150\text{ }^{\circ}\text{C}$, chia vạch $0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$.

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

6.4 Tủ sấy, có thể duy trì nhiệt độ đến $150\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$.

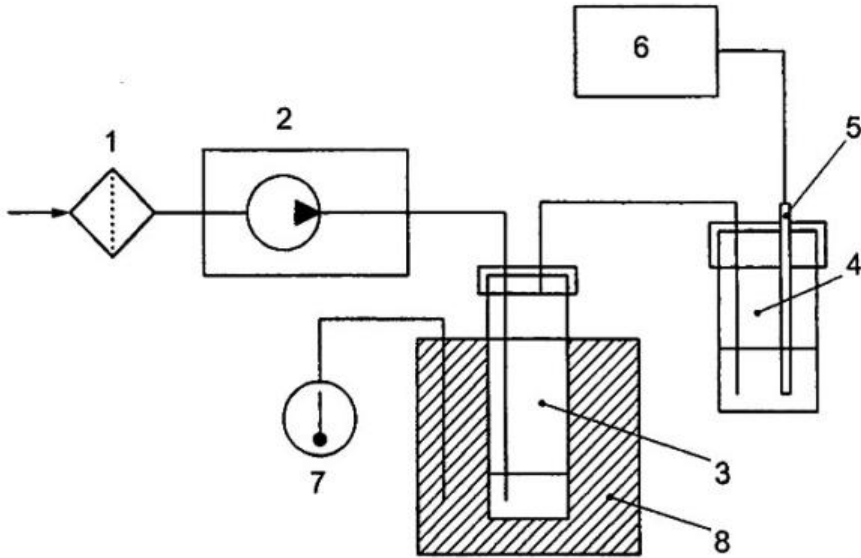
6.5 Ống nối, dẻo và được làm từ vật liệu trơ [polytetrafluoroetylen [Polytetrafluoroetylen (PTFE)] hoặc silicon].

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 vận chuyển và bảo quản.

Việc lấy mẫu không qui định trong tiêu chuẩn này. Nên lấy mẫu theo TCVN 2625 (ISO 5555) ^[1].

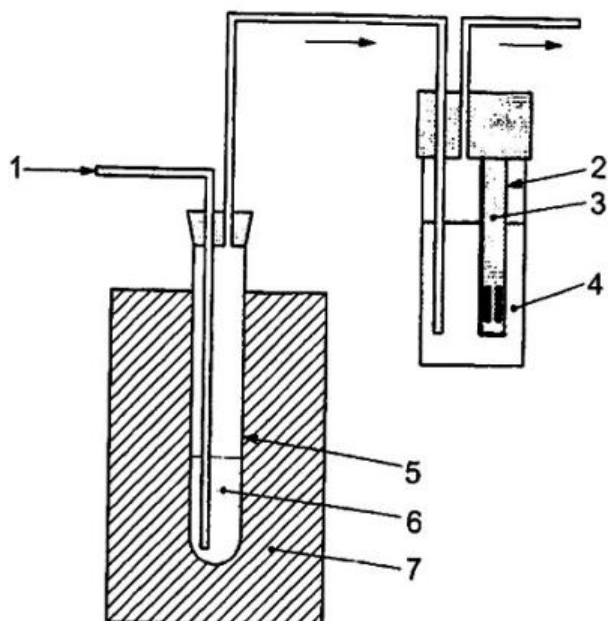
Bảo quản mẫu trong tối ở nhiệt độ khoảng $4\text{ }^{\circ}\text{C}$.



CHÚ DẪN

- 1 Bộ lọc không khí (6.1.1)
- 2 Bơm có màng chắn khí có thể kiểm soát tốc độ dòng (6.1.2)
- 3 Bình sục khí (6.1.3)
- 4 Cuvet đo (6.1.4)
- 5 Điện cực (6.1.5)
- 6 Thiết bị đo và ghi (6.1.6)
- 7 Nhiệt kế tiếp xúc và thyristor (6.1.7)
- 8 Khối gia nhiệt (6.1.8).

Hình 1 – Sơ đồ mô tả thiết bị



CHÚ DẪN

- | | |
|----------------|------------------|
| 1 Không khí | 5 Bình sục khí |
| 2 Cuvet đo | 6 Mẫu |
| 3 Điện cực | 7 Khối gia nhiệt |
| 4 Dung dịch đo | |

Hình 2 – Sơ đồ mô tả khối gia nhiệt, 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 (ISO 661).

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

Đun mẫu dạng rắn và bán rắn đến nhiệt độ cao hơn điểm nóng chảy và trộn kỹ. Tránh đun quá nhiệt.

Dùng pipet có cùng nhiệt độ với nhiệt độ của mẫu.

8.2 Chuẩn bị thiết bị

8.2.1 Qui trình làm sạch

Rửa bình sục khí, cuvet đo, ống dẫn vào và ra bằng axeton ít nhất ba lần để loại bỏ sạch các tạp chất. Tráng rửa bằng nước vòi.

Bình sục khí phải sạch để đạt được thời gian cảm ứng chính xác. Loại bỏ tất cả các vết dầu đã oxy hoá từ các lần phản ứng trước đó.

Đổ đầy dung dịch kiểm làm sạch dụng cụ thủy tinh phòng thử nghiệm vào các bình sục khí và lắp ống dẫn vào. Bảo quản bình này ít nhất 2 h ở nhiệt độ 70 °C.

Cẩn thận tráng bình đã được làm sạch cùng với các ống dẫn vào và ra bằng nước vòi và sau đó rửa bằng nước cất hoặc nước đã loại khoáng. Làm khô bình trong tủ sấy (6.4) ít nhất 1 h ở nhiệt độ 110 °C.

CHÚ THÍCH: Nếu sử dụng bình sục 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 khối gia nhiệt được gọi là nhiệt độ hiệu chỉnh, ΔT . Để xác định ΔT , sử dụng cảm biến nhiệt độ đã được ngoại chuẩn.

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

Nhiệt độ chính xác trong các bình sục khí rất quan trọng để có được các kết quả lặp lại và tái lập. Do không khí lạnh làm sục bọt khí trong mẫu, nên cài đặt nhiệt độ của khối gia nhiệt cao hơn một chút. Nhìn chung, thường cài đặt nhiệt độ của khối gia nhiệt cao hơn 1 °C đến 2 °C để đạt được nhiệt độ yêu cầu là 100 °C, 110 °C hoặc 120 °C trong dầu.

Trước khi bắt đầu xác định ΔT , bật khối gia nhiệt và chờ đạt được nhiệt độ cài đặt.

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

CẢNH BÁO – Cảm biến nhiệt phải được nhúng ngập trong mẫu dầu và không được chạm vào đáy của bình phản ứng.

Đặt bình vào trong khối gia nhiệt và nối với nguồn cấp khí.

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

$$\Delta T = T_{\text{khối gia nhiệt}} - T_{\text{cảm biến nhiệt}} \quad (1)$$

Trong đó:

$T_{\text{khối gia nhiệt}}$ là nhiệt độ của khối gia nhiệt;

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

Nhiệt độ đã hiệu chuẩn của khối gia nhiệt, $T'_{\text{khối gia nhiệt}}$, sau đó được tính bằng:

$$T'_{\text{khối gia nhiệt}} = T_{\text{đích}} + \Delta T \quad (2)$$

Trong đó: $T_{\text{đích}}$ là nhiệt độ đích.

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

9 Cách tiến hành

9.1 Lắp thiết bị theo Hình 1. Nếu sử dụng thiết bị bán sẵn thì tuân theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

9.2 Lắp bơm có màng chắn khí (6.1.2) và chỉnh dòng chính xác đến 10 l/h. Sau đó, tắt bơm. Có thể dùng thiết bị bán sẵn trên thị trường để kiểm soát việc cài đặt tốc độ dòng tự động.

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

9.3 Đưa nhiệt độ khối gia nhiệt (6.1.8) lên đến nhiệt độ yêu cầu (thường là 100 °C, xem 8.2.2) sử dụng nhiệt kế tiếp xúc và thyristor (6.1.7) hoặc sử dụng bộ kiểm soát nhiệt bằng điện tử. Nhiệt độ phải được duy trì ổn định trong dải $\pm 0,1$ °C trong suốt qui trình thử.

Rót một lượng nhỏ glyxerol (5.4) vào các lỗ của khối gia nhiệt (6.1.8) để tăng sự truyền nhiệt, nếu cần.

Nếu dùng bể ổn nhiệt (6.1.8) thì nâng nhiệt độ đến nhiệt độ yêu cầu và kiểm tra theo 8.2.2.

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

CHÚ THÍCH: Tại nhiệt độ trên 20 °C, các axit cacboxylic dễ bay hơi có thể bay hơi ra khỏi nước trong cuvet đo. Điều này có thể làm giảm tính dẫn điện của dung dịch nước. Do đó phần tăng nhanh của đồ thị biểu thị độ dẫn điện sẽ tạo ra hình dạng sai lệch, do vậy không thể xác định được đường tiếp tuyến trên đoạn đồ thị này (xem Tài liệu tham khảo [2]).

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

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

Nếu không điều chỉnh được tốc độ giấy đến 10 mm/h, thì sử dụng tốc độ 20 mm/h và điều này có thể ghi lại trên giấy ghi.

CHÚ THÍCH: Các thiết bị có bán 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 bình sục khí (6.1.3).

9.7 Bật bơm có màng chắn khí (6.1.2) và cài đặt tốc độ dòng chính xác 10 l/h (hoặc 5,5 psi). Dùng ống nối (6.5) nối ống dẫn khí vào và ra với bình sục khí và cuvet đo.

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

9.8 Đặt bình sục khí có nắp đậy kín (6.1.3) vào đúng vị trí trong khối gia nhiệt hoặc trong bể ổn nhiệt (6.1.8), khi đã đạt được nhiệt độ qui định.

Các bước chuẩn bị 9.7 và 9.8 cần được thực hiện càng nhanh càng tốt. Sau đó, bật ngay máy ghi dữ liệu tự động hoặc ghi lại trên giấy ghi thời gian bắt đầu phép đo.

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

9.10 Trong khi xác định, cần chú ý các phòng ngừa sau:

- a) kiểm tra việc cài đặt máy đo tốc độ dòng và điều chỉnh khi cần để đảm bảo tốc độ dòng ổn định;
- b) kiểm tra màu của rây phân tử (5.1) của bộ lọc không khí;

Lặp lại các phép đo nếu rây phân tử đổi màu trong quá trình thử nghiệm. Nên thay rây phân tử trước mỗi lần đo mẫu.

10 Tính kết quả

10.1 Phép tính thủ công

Vẽ đường thẳng tiếp tuyến dọc theo phần tăng đều đầu tiên của đồ thị. Vẽ đường thẳng tiếp tuyến dọc theo phần tăng nhanh của đồ thị (chi tiết hơn, xem Hình A.1). Nếu không thể vẽ được đường thẳng tiếp tuyến thì tiến hành xác định lại.

Xác định độ bền oxy hoá bằng cách đọc thời gian tại điểm mà hai đường thẳng cắt nhau (thời gian cảm ứng).

10.2 Phép tính tự động

Các thiết bị có bán sẵn có thể tự động tính thời gian cảm ứng bằng cách sử dụng đạo hàm bậc hai cực đại của đồ thị (chi tiết hơn, xem Phụ lục A).

TCVN 6763:2017

Biểu thị độ bền ôxi hoá bằng giờ, chính xác đến 0,1 h.

CHÚ THÍCH: Các ví dụ về đồ thị độ dẫn điện xem ở Hình A.1. Khi đồ thị tăng rất nhanh có thể là do nhiệt độ dung dịch trong cuvet đo quá cao, làm bay hơi axit carboxylic khỏi dung dịch (xem Tài liệu tham khảo [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 nền mẫu khác với dải nồng độ và nền mẫu đã nêu.

11.2 Độ lặp lại

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử độc lập, riêng rẽ 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 quá 5 % các trường hợp lớn hơn 6 % giá trị trung bình của hai kết quả thử, với độ bền ôxi hoá từ 2 h đến 45 h.

11.3 Độ tái lập

Chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử riêng rẽ, thu được khi sử dụng cùng phương pháp, tiến hành thử trên vật liệu giống 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 29 % giá trị trung bình của hai kết quả thử, với độ bền ôxi hoá từ 2 h đến 45 h.

12 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải ghi rõ:

- a) tất cả các thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ mẫu;
- b) phương pháp lấy mẫu đã sử dụng, nếu biết, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- c) phương pháp thử sử dụng, viện dẫn tiêu chuẩn này;
- d) 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;
- e) kết quả thu được hoặc nếu kiểm tra 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, đã có một số phương pháp được xây dựng để xác định độ bền oxy hóa của dầu và mỡ. Những phương pháp này dựa trên tốc độ hấp thụ oxy của dầu và mỡ (ở trạng thái lỏng) khi tiếp xúc với không khí.

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

Trong số các phương pháp xác định gián tiếp thì phương pháp oxy hoá (AOM) là phương pháp cũ nhất. Phương pháp này dựa trên việc xác định chỉ số peroxit cùng với việc sục khí vào sản phẩm ở 98,7 °C. Phương pháp này quy định thời gian trôi qua cho đến khi trị số peroxit đạt tới 100 mmol (oxy hoạt động/2 kg). Phép thử nhanh bắt nguồn từ phương pháp này. Các phép xác định này rất tốn thời gian và không thực hiện tự động được.

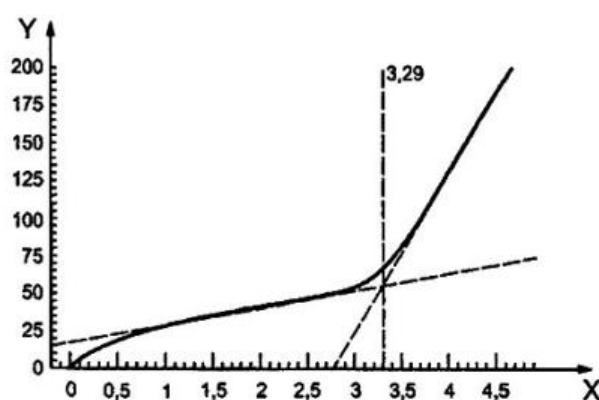
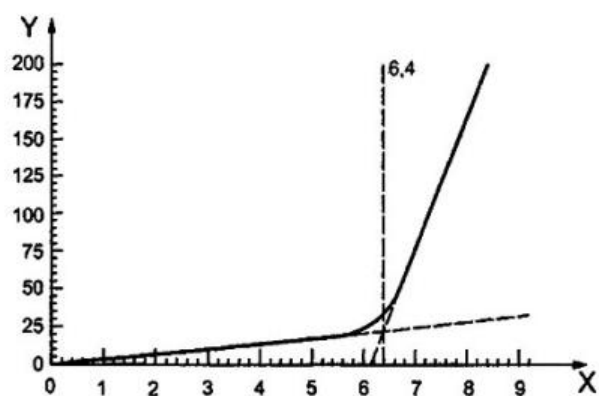
Theo phương pháp được mô tả ở tiêu chuẩn này, quá trình oxy hoá xảy ra theo hai pha:

- a) pha thứ nhất (thời gian cảm ứng) đặc trưng bởi sự hấp thụ chậm oxy và tạo thành các peroxit;
- b) pha thứ hai (pha làm hỏng mùi vị và hương) đặc trưng bởi sự hấp thụ nhanh oxy trong đó các peroxit không chỉ tạo thành, mà còn bị phân giải dưới ảnh hưởng của nhiệt độ cao. Trong suốt quá trình này, sản phẩm tạo thành là các andehyt, keton và các axit béo phân tử lượng thấp. Các sản phẩm này làm tăng khả năng biến đổi mùi vị và hương của sản phẩm.

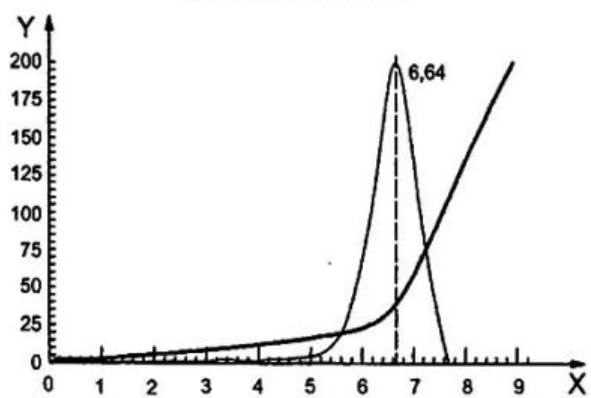
Phương pháp mô tả trong tiêu chuẩn này là phép đo độ dẫn điện của các sản phẩm axit dễ bay hơi thoát ra (phần lớn là axit formic và axit axetic) được sản sinh ra trong quá trình oxy hoá.

Quy trình đã được công bố năm 1974 (xem Tài liệu tham khảo [4]). Phương pháp xác định bằng đo điện thế tự động được công bố năm 1972 (xem Tài liệu tham khảo [5]).

Từ đồ thị độ dẫn điện, thời gian cảm ứng xác định được cũng là thời gian cảm ứng thu được bằng AOM, với điều kiện các phép xác định được tiến hành ở cùng nhiệt độ. Các đồ thị có thể có hình dạng rất khác nhau. Các ví dụ của đồ thị xem ở Hình A.1 (trích từ Tài liệu tham khảo [6]).



a) Phép tính thủ công



b) Phép tính tự động

CHÚ DẪN

X thời gian, h

Y tính dẫn điện, $\mu\text{S}/\text{cm}$

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 bốn 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 Rancimat loại 743). Phép thử được Viện Deutsches für Normung (DIN) thực hiện năm 2004. Các kết quả thu được được phân tích thống kê theo TCVN 6910-2 (ISO 5725-2)^[3] đưa ra dữ liệu về độ chụm theo Bảng B.1 đến Bảng B.3.

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

Mẫu ở 120 °C	Dầu đậu tương	Dầu hạt cải	Dầu ôliu siêu nguyên chất
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 rẽ của tất cả các phòng thử nghiệm	36	40	36
Giá trị trung bình, giờ (<i>h</i>)	4,17	4,10	20,11
Độ lệch chuẩn lặp lại (<i>s_r</i>)	0,09	0,14	0,25
Hệ số biến thiên lặp lại, %	2,2	3,3	1,2
Giới hạn lặp lại (<i>r</i>)	0,25	0,38	0,70
Độ lệch chuẩn tái lập (<i>s_R</i>)	0,41	0,48	2,21
Hệ số biến thiên tái lập, %	9,9	11,8	11,0
Giới hạn tái lập (<i>R</i>)	1,16	1,35	6,20

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

Mẫu ở 110 °C	Dầu đậu tương	Dầu hạt cải	Dầu ôliu siêu nguyên chất	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 rẽ của tất cả các phòng thử nghiệm	36	38	32	36
Giá trị trung bình, giờ (h)	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 nhiệt độ 100 °C

Mẫu E ở 100 °C	Dầu hạt 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 rẽ của tất cả các phòng thử nghiệm	36
Giá trị trung bình, giờ (h)	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, **70-993**.
- [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., ZURCHNER, K. *Dtsch. Lebensmitt. Rundsch*, 1974, **70p. 57**
- [5] PARDUN H., KROLL, E. *Fette, Seifen, Anstrichmittel*, 1972, **74p. 366**
- [6] VAN OOSTEN, C.W., POOT, C. & HENSEN, A.C. *Fette, Seifen, Anstrichmittel*, 1981, **83 p. 133**
-