TCVN TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 6121:2018
ISO 3960:2017

Xuất bản lần 4

DẦU MỠ ĐỘNG VẬT VÀ THỰC VẬT – XÁC ĐỊNH TRỊ SỐ PEROXIT – PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH ĐIỂM KẾT THÚC CHUẨN ĐỘ IÔT (QUAN SÁT BẰNG MẮT)

Animal and vegetable fats and oils – Determination of peroxide value – Iodometric (visual) endpoint determination

HÀ NỘI – 2018

Lời nói đầu

TCVN 6121:2018 thay thế TCVN 6121:2010;

TCVN 6121:2018 hoàn toàn tương đương với ISO 3960:2017;

TCVN 6121:2018 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

Trước đây đã có nhiều phương pháp được xây dựng để xác định trị số peroxit trong dầu và mỡ. Nguyên tắc chung nhất của phương pháp là giải phóng iot khỏi kali iodua trong môi trường axit. Phương pháp Wheeler đã được chuẩn hóa cách đây hơn 50 năm bởi các tổ chức chuẩn hóa khác nhau và thường được sử dụng rộng rãi để kiểm soát hàng hóa. Luật thực phẩm quốc gia và quốc tế (bao gồm tiêu chuẩn Codex) thường quy định giới hạn có thể chấp nhận được đối với trị số peroxit. Do vậy, sự bất thường trong các kết quả lặp lại cho thấy có sai số nhẹ giữa các phương pháp chuẩn hóa. Điều quan trọng là có sự phụ thuộc của kết quả vào lượng mẫu sử dụng cho phép xác định. Việc xác định trị số peroxit (PV) là một quy trình thực nghiệm yêu cầu nghiêm ngặt, do đó, tiểu ban kỹ thuật ISO/TC 34/SC 11 đã quyết định cố định khối lượng mẫu là 5 g đối với PV lớn hơn 1 và 10 g đối với PV nhỏ hơn hoặc bằng 1 và giới hạn áp dụng của phương pháp này đối với dầu mỡ động vật và thực vật có trị số peroxit từ 0 meq đến 30 meq ôxy hoạt động/kg. Người sử dụng tiêu chuẩn này phải hiểu rằng các kết quả thu được có thể thấp hơn một chút so với các tiêu chuẩn trước đây.

Dầu mỡ động vật và thực vật – Xác định trị số peroxit – Phương pháp xác định điểm kết thúc chuẩn độ iôt (quan sát bằng mắt)

Animal and vegetable fats and oils – Determination of peroxide value – Iodometric (visual) endpoint determination

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chuẩn độ iôt để xác định trị số peroxit của dầu mỡ động vật và thực vật bằng cách quan sát để phát hiện điểm kết thúc. Trị số peroxit là giá trị đo lượng ôxy liên kết hóa học với dầu hoặc mỡ dưới dạng các peroxit, đặc biệt là các hydroperoxit.

Phương pháp này áp dụng cho tất cả các loại dầu và mỡ động thực vật, các axit béo và các hỗn hợp của axit béo có trị số peroxit từ 0 meq đến 30 meq (mili đương lượng) ôxy hoạt động trên kilogam. Phương pháp này cũng có thể áp dụng cho margarin và các loại chất béo dạng phết có hàm lượng nước khác nhau. Phương pháp này không thích hợp đối với chất béo sữa và không áp dụng cho lecithin.

Cần lưu ý rằng trị số peroxit là một thông số động, trị số này phụ thuộc vào nguồn gốc của mẫu. Ngoài ra, việc xác định trị số peroxit là một quy trình thực nghiệm yêu cầu nghiêm ngặt và trị số thu được này phụ thuộc vào khối lượng mẫu. Chú ý, vì khối lượng mẫu đã được quy định nên với lượng mẫu thử ít hơn có thể thu được các trị số peroxit hơi thấp hơn.

Tiêu chuẩn này không áp dụng cho sữa và sản phẩm sữa (hoặc chất béo từ sữa và sản phẩm sữa).

CHÚ THÍCH 1: Phương pháp thích hợp để xác định trị số peroxit bằng chuẩn độ iôt đối với chất béo sữa được quy định trong TCVN 9967 (ISO 3976).

CHÚ THÍCH 2: Phương pháp xác định trị số peroxit bằng chuẩn độ điện thế được nêu trong TCVN 9532 (ISO 27107).

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

Trị số peroxit (*peroxide value*)

PV

Lượng chất có trong mẫu thử, tính bằng đơn vị ôxy hoạt động, làm ôxy hoá kali iodua ở điều kiện quy định trong tiêu chuẩn này.

CHÚ THÍCH: Trị số peroxit thường được biểu thị bằng mili đương lượng (meq) ôxy hoạt động trên kilogam dầu nhưng cũng có thể biểu thị (theo đơn vị SI) bằng milimol (mmol) ôxy hoạt động trên kilogam dầu. Trị số biểu thị milimol ôxy hoạt động trên kilogam bằng một nửa trị số được biểu thị bằng mili đương lượng ôxy hoạt động trên kilogam. Nhân trị số peroxit (meq ôxy hoạt động trên kg) với khối lượng đương lượng của ôxy (bằng 8) cho số miligam ôxy hoạt động trên kilogam dầu.

4 Nguyên tắc

Phần mẫu thử được hòa tan trong isooctan và axit axetic băng rồi bổ sung kali iodua. Iôt được giải phóng bởi các peroxit được xác định bằng chuẩn độ iôt (quan sát bằng mắt) với chất chỉ thị hồ tinh bột và bằng dung dịch chuẩn natri thiosulfat. Điểm kết thúc chuẩn độ được xác định bằng phương pháp chuẩn độ iôt (quan sát bằng mắt).

5 Thuốc thử

CẢNH BÁO – Cần lưu ý các quy định quốc gia về xử lý các chất độc hại và trách nhiệm của người thao tác. Cần tuân thủ các biện pháp an toàn kỹ thuật, an toàn đối với tổ chức và cá nhân.

Chỉ sử dụng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích, trừ khi có các quy định khác. Tất cả các thuốc thử không được chứa ôxy hoà tan.

5.1 Nước, đã khử khoáng, đun sôi và làm nguội đến 20 °C.

5.2 Axit axetic băng, 100 % phần khối lượng; đã khử khí trong bể siêu âm, làm sạch trong điều kiện chân không hoặc bằng khí trơ khô, tinh khiết (cacbon dioxit hoặc nitơ).

5.3 Isooctan, đã khử khí trong bể siêu âm, trong điều kiện chân không hoặc làm sạch bằng khí trơ khô, tinh khiết (cacbon dioxit hoặc nitơ).

5.4 Dung dịch axit axetic băng/isooctan, được chuẩn bị bằng cách trộn 60 ml axit axetic băng với 40 ml isooctan (axit axetic băng: φ = 60 ml/100 ml và isooctan: φ = 40 ml/100 ml).

Hỗn hợp được khử khí trong bể siêu âm trong điều kiện chân không hoặc bằng cách xử lý với khí trơ khô, tinh khiết (cacbon dioxit hoặc nitơ).

5.5 Kali iodua, không chứa iôt và các iodat.

5.6 Dung dịch kali iodua bão hoà, nồng độ theo khối lượng ρ(KI) = 175 g/100 ml.

Hòa tan khoảng 14 g kali iodua trong khoảng 8 g nước vừa mới đun sôi để nguội đến nhiệt độ phòng. Đảm bảo dung dịch đã bão hoà (vẫn còn tinh thể không hoà tan). Bảo quản ở nơi tối và chuẩn bị hàng ngày khi sử dụng. Kiểm tra dung dịch như sau: thêm hai giọt dung dịch tinh bột vào 0,5 ml kali iodua trong 30 ml dung dịch axit axetic băng/isooctan (5.4). Nếu thấy tạo màu xanh lam và nếu cần, nhiều hơn một giọt dung dịch chuẩn natri thiosulfat (5.7) để làm mất màu xanh thì loại bỏ dung dịch kali iodua.

5.7 Dung dịch chuẩn natri thiosulfat 0,1 N, $c(Na_2S_2O_3)$ = 0,1 mol/l

Chỉ sử dụng nước mới sôi để pha chế dung dịch này, có thể loại ôxy bằng nitơ. Dung dịch này có thể được sử dụng trong 1 tháng và được bảo quản trong chai màu hổ phách.

5.8 Dung dịch chuẩn natri thiosulfat 0,01 N, $c(Na_2S_2O_3)$ = 0,01 mol/l (xem 9.2)

Cần chuẩn bị dung dịch mới này từ dung dịch chuẩn natri thiosulfat 0,1 mol/l ngay trước khi sử dụng hoặc cần xác định độ chuẩn độ mỗi ngày làm việc. Kinh nghiệm cho thấy, tính ổn định của dung dịch này bị hạn chế và phụ thuộc vào giá trị pH và lượng cacbon dioxit tự do. Chỉ sử dụng nước mới đun sôi để pha loãng và có thể loại bỏ ôxy bằng khí nitơ.

5.9 Dung dịch tinh bột, nồng độ khối lượng ρ = 1 g/100 ml. Trộn 0,5 g tinh bột và một lượng nhỏ nước lạnh. Cho hỗn hợp này vào 50 ml nước sôi, vừa thêm vừa khuấy, đun sôi dung dịch trong vài giây và làm nguội nhanh.

Dung dịch cần được chuẩn bị mới hàng ngày.

Nên sử dụng tinh bột khoai tây để chuẩn độ iôt vì tinh bột này cho màu xanh đậm. Có thể sử dụng các thuốc thử tương tự.

5.10 Dung dịch kali iodat thể tích chuẩn (KIO_3), chất chuẩn thứ cấp được nối chuẩn với Viện Công nghệ và Tiêu chuẩn quốc gia (NIST), Gaithersburg, MD, Mỹ.

5.11 Axit clohydric, c(HCl) = 4 mol/l.

6 Thiết bị, dụng cụ

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

6.1 Bình nón, dung tích 250 ml, có cổ mài và nút thuỷ tinh mài.

6.2 Buret, dung tích 10 ml hoặc 25 ml, được chia vạch ít nhất 0,05 ml, tốt nhất là có điều chỉnh zero tự động (bộ chuẩn độ nhỏ giọt).

6.3 Bộ phận chia liều bằng tay hoặc **tự động**, dung tích 20 ml, có độ phân giải ít nhất 10 µl và có độ chính xác ± 0,15 % (ví dụ: buret dạng pittông).

6.4 Pipet, dung tích 0,5 ml, 1 ml, 10 ml và 100 ml (hoặc pipet tự động).

6.5 Ống đong, dung tích 50 ml và 100 ml.

6.6 Cân phân tích, có thể đọc được đến 0,0001 g.

6.7 Máy khuấy từ, có que khuấy từ (2,5 cm) và đĩa gia nhiệt.

6.8 Bình định mức, dung tích 1 000 ml.

6.9 Bình định mức, dung tích 250 ml.

6.10 Bình định mức, dung tích 500 ml.

6.11 Lò vi sóng

Có thể dùng lò vi sóng để dễ rã đông và rã đông nhanh mẫu dạng rắn. Sử dụng lò vi sóng đúng cách và cẩn thận để không làm tăng trị số peroxit. Có thể kiểm tra trước các điều kiện thích hợp.

7 Lấy mẫu

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

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

8 Chuẩn bị mẫu thử

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

Mẫu thử để xác định trị số peroxit phải được lấy trước tiên và trị số này phải được xác định ngay.

Đồng hóa mẫu, tốt nhất là không làm nóng và cũng không sục khí. Tránh ánh sáng mặt trời. Gia nhiệt các mẫu dạng rắn cẩn thận đến nhiệt độ cao hơn nhiệt độ nóng chảy 10 °C. Các mẫu có tạp chất nhìn thấy được phải được lọc, quá trình lọc phải được ghi lại trong báo cáo thử nghiệm.

Đối với một số sản phẩm, lượng dầu/mỡ chiết được có thể thấp hơn 5 g, hoặc trị số peroxit của dầu/mỡ có thể trên 30 meq ôxy hoạt động trên kilogam. Trong các trường hợp này, người sử dụng cần chọn khối lượng mẫu nhỏ hơn [xem Điều 12 f)].

9 Cách tiến hành

9.1 Yêu cầu chung

Thực hiện tất cả các bước dưới ánh sáng nhân tạo hoặc ánh sáng khuếch tán ban ngày. Tránh tiếp xúc trực tiếp với ánh nắng mặt trời. Cần chắc chắn rằng tất cả các bình không có các hợp chất khử hoặc hợp chất ôxy hóa.

Bảo quản các dung dịch chuẩn natri thiosulfat trong các chai màu hổ phách.

9.2 Chuẩn bị và xác định độ chuẩn độ của dung dịch chuẩn natri thiosulfat 0,01 N

9.2.1 Chuẩn bị dung dịch chuẩn natri thiosulfat 0,01 N

Dùng pipet (6.4) chuyển 100 ml dung dịch chuẩn natri thiosulfat 0,1 N (5.7) vào bình định mức 1000 ml (6.8). Thêm nước vừa mới đun sôi (5.1) đến vạch. Sau khi đồng hóa, chuyển dung dịch chuẩn natri thiosulfat 0,01 N thu được này sang chai màu hổ phách.

Chuẩn bị dung dịch chuẩn natri thiosulfat 0,01 N mới hàng ngày từ dung dịch chuẩn natri thiosulfat 0,1 N trước khi sử dụng hoặc xác định độ chuẩn độ. Kinh nghiệm cho thấy, tính ổn định của dung dịch này bị hạn chế và phụ thuộc vào giá trị pH và lượng cacbon dioxit tự do. Chỉ sử dụng nước mới đun sôi để pha loãng và có thể làm sạch nước bằng khí nitơ.

9.2.2 Xác định độ chuẩn độ của dung dịch chuẩn natri thiosulfat 0,01 N (xác định hệ số)

Cân từ 0,27 g đến 0,33 g kali iodat (KIO_3), chính xác đến 0,001 g, cho vào bình định mức (250 ml hoặc 500 ml) (6.9 hoặc 6.10) và thêm nước mới đun sôi (5.1) đến vạch, làm nguội đến nhiệt độ phòng.

Dùng pipet (6.4) chuyển 5 ml hoặc 10 ml dung dịch kali iodat này vào bình nón 250 ml (6.1). Thêm 60 ml nước vừa mới đun sôi, 5 ml axit clohydric 4 mol/l và khoảng từ 25 mg đến 50 mg kali iodua (5.5) hoặc 0,5 ml dung dịch kali iodua bão hòa (5.6).

Chuẩn độ dung dịch này bằng phương pháp chuẩn độ iôt (quan sát bằng mắt) để xác định hệ số của dung dịch chuẩn natri thiosulfat 0,01 N (xem 9.2.1).

Tính hệ số, *F*, của dung dịch chuẩn natri thiosulfat 0,01 N bằng Công thức sau:

$$F = \frac{m_{KIO_3} \times V_1 \times 6 \times 1000 \times w_{KIO_3}}{M_{KIO_3} \times V_2 \times V_3 \times c_{thio} \times 100} \quad (1)$$

Trong đó:

6 là khối lượng đương lượng để chuẩn độ (1 mol $KIO_3 \Leftrightarrow$ 3 mol I_2);

V_1 là thể tích dung dịch kali iodat dùng để xác định độ chuẩn độ (5 ml hoặc 10 ml);

V_2 là tổng thể tích dung dịch kali iodat, tính bằng mililit (250 ml hoặc 500 ml);

V_3 là thể tích dung dịch chuẩn natri thiosulfat 0,01 N dùng để xác định, tính bằng mililit (ml);

m_{KIO_3} là khối lượng kali iodat, tính bằng gam (g);

w_{KIO3} là độ tinh khiết của kali iodat, tính bằng gam trên 100 g (g/100 g);

M_{KIO3} là khối lượng mol phân tử của kali iodat (214 g/mol);

c_{thio} là nồng độ của dung dịch chuẩn natri thiosulfat 0,01 N, tính bằng mol trên lit (0,01 mol/l).

9.3 Xác định trị số peroxit

9.3.1 Tráng rửa cẩn thận bình nón (6.1) bằng nitơ hoặc cacbon dioxit. Cân các lượng sau đây, chính xác đến 0,1 mg và cho vào bình:

a) 5,0 g ± 0,1 g mẫu thử có các trị số peroxit dự kiến từ 1 đến 30;

b) 10,0 g ± 0,1 g mẫu thử có các trị số peroxit dự kiến từ 0 đến 1.

Tráng rửa bình nón bằng dung dịch axit axetic băng/isooctan (5.4) trước khi sử dụng, để đảm bảo rằng bình không còn chứa hợp chất khử hoặc hợp chất ôxy hóa.

9.3.2 Hòa tan phần mẫu thử trong 50 ml dung dịch axit axetic băng/isooctan bằng cách xoay nhẹ bình.

Đối với các chất béo có điểm nóng chảy cao (chất béo dạng rắn và mỡ động vật), cẩn thận thêm 20 ml isooctan (5.3) vào chất béo tan chảy, xoay nhẹ bình, sau đó thêm ngay 30 ml dung dịch axit axetic băng (5.2). Làm ấm nhẹ mẫu thử, nếu cần.

9.3.3 Thêm 0,5 ml dung dịch kali iodua bão hòa (5.6). Đậy bình nón (6.1) và trộn bằng máy khuấy từ (6.7) mà không tạo dòng xoáy lớn, hoặc lắc trộn bằng tay chính xác 60 s mà không để lẫn bọt khí (sử dụng đồng hồ bấm giờ chính xác đến ± 1 s).

9.3.4 Mở bình nón (6.1) thêm ngay 100 ml nước đã loại khoáng, tráng rửa nút thủy tinh mài và xoay bình.

9.3.5 Chuẩn độ ngay lượng iôt giải phóng bằng dung dịch chuẩn natri thiosulfat 0,01 N (5.8) từ màu vàng cam thành màu vàng nhạt và sau đó thêm 0,5 ml dung dịch tinh bột (5.9) thì chuyển từ màu tím thành không màu. Ngừng chuẩn độ ngay khi thấy dung dịch chuyển sang không màu trong vòng 30 s.

CHÚ THÍCH 1: Pha được chuẩn độ là pha phía dưới. Có sự chậm đổi màu với dung dịch chuẩn natri thiosulfat 0,01 N (5.8) khoảng từ 15 s đến 30 s.

CHÚ THÍCH 2: Trong trường hợp các trị số peroxit thấp hơn 1, thì có thể bổ sung dung dịch tinh bột ngay khi bắt đầu chuẩn độ.

9.3.6 Trong phép thử mẫu trắng được thực hiện đồng thời với phép xác định mẫu thử, sử dụng không quá 0,1 ml dung dịch natri thiosulfat 0,01 N. Nếu trong phép thử mẫu trắng thu được giá trị cao hơn, thì cần thay dung dịch kali iodua bão hòa vì dung dịch này có thể không phù hợp.

10 Tính và biểu thị kết quả

Tính trị số peroxit (PV), biểu thị bằng mili đương lượng (meq) ôxy hoạt động trên kilogam, sử dụng Công thức sau:

$$\frac{(V - V_0) \times c_{thio} \times F \times 1000}{m} \qquad (2)$$

Trong đó:

V là thể tích dung dịch chuẩn natri thiosulfat dùng để xác định, tính bằng mililit (ml);

V_0 là thể tích dung dịch chuẩn natri thiosulfat dùng trong phép thử trắng, tính bằng mililit (ml);

c_{thio} là nồng độ của dung dịch natri thiosulfat, tính bằng mol trên lít (mol/l);

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

F là hệ số của dung dịch natri thiosulfat 0,01 N, xác định theo 9.2.

Báo cáo kết quả đến một chữ số thập phân.

11 Độ chụm của phương pháp

11.1 Phép thử liên phòng thử nghiệm

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 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 vượt quá giá trị *r* nêu trong Bảng A.1 và Bảng A.2.

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 thử giống hệt nhau, trong các phòng thử nghiệm khác nhau, do những người khác nhau thực hiện, sử dụng thiết bị khác nhau, không quá 5 % các trường hợp vượt quá giá trị *R* nêu trong Bảng A.1 và Bảng A.2.

12 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo kết quả thử nghiệm phải nêu rõ:

a) mọi thông tin cần thiết cho việc nhận biết đầy đủ về mẫu thử;

b) phương pháp lấy mẫu, nếu biết;

c) phương pháp thử đã sử dụng và viện dẫn tiêu chuẩn này;

d) mọi 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 thử thu được hoặc nếu kiểm tra độ lặp lại thì nêu kết quả cuối cùng thu được.

f) phần khối lượng mẫu thử đã sử dụng;

Vì khối lượng của phần mẫu thử ảnh hưởng đến kết quả nên khối lượng mẫu thử cần được ghi lại cùng với kết quả.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Kết quả thử liên phòng thử nghiệm

Một phép thử cộng tác quốc tế gồm 23 phòng thử nghiệm của 9 nước tham gia thử nghiệm trên các mẫu sau:

A: Dầu hạt cải/dầu hướng dương tinh luyện (1:1)

B: Dầu ôliu (hỗn hợp của dầu ôliu nguyên chất và tinh luyện)

C: Dầu ôliu siêu nguyên chất (extra virgin olive oil)

D: Dầu ôliu siêu nguyên chất (extra virgin olive oil)

E: Dầu hạt cải để lâu (rape-seed oil, aged)

F: Dầu ôliu lampant (lampante olive oil)

G: Mỡ động vật

H: Mỡ lợn

I: Dầu cọ

J: Stearin cọ

K: Dầu dừa

Phép thử này do Viện Tiêu chuẩn Đức (DIN) tổ chức thực hiện năm 2004/2005. 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) để cho dữ liệu về độ chụm như trong Bảng A.1.

Bảng A.1 – Phép thử trên các loại dầu dạng lỏng ở nhiệt độ phòng

	Mẫu					
	A	B	C	D	E	F
Số phòng thử nghiệm đã tham gia	23	23	21	23	23	23
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	21	21	18	22	23	22
Số lượng kết quả thử của các phòng thử nghiệm còn lại	42	42	36	44	46	44
Giá trị trung bình, meq/kg	1,63	3,21	8,34	12,04	19,02	26,92
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r, meq/kg	0,10	0,08	0,25	0,26	0,36	0,33
Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại, %	6,0	2,6	3,0	2,2	1,9	1,2
Giới hạn lặp lại, r (= 2,8 s_r), meq/kg	0,27	0,23	0,69	0,73	1,01	0,92
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R, meq/kg	0,22	0,46	0,80	1,07	1,71	3,06
Độ lệch chuẩn tương đối tái lập, %	13,3	14,2	9,6	8,9	9,0	11,4
Giới hạn tái lập, R (= 2,8 s_R), meq/kg	0,61	1,28	2,25	3,00	4,78	8,57

Bảng A.2 – Phép thử trên các loại chất béo dạng rắn ở nhiệt độ phòng

	Mẫu					
	G	H	I	J	K (5 g)	K (10 g)
Số phòng thử nghiệm đã tham gia	16	16	16	16	16	16
Số phòng thử nghiệm còn lại sau khi trừ ngoại lệ	15	15	14	12	13	11
Số lượng kết quả thử của các phòng thử nghiệm còn lại	30	30	28	24	26	22
Giá trị trung bình, meq/kg	1,60	3,67	2,99	4,77	0,55	0,71
Độ lệch chuẩn lặp lại, s_r, meq/kg	0,07	0,09	0,08	0,17	0,06	0,04
Độ lệch chuẩn tương đối lặp lại, %	4,6	2,3	2,7	3,66	11,4	6,0
Giới hạn lặp lại, r (= 2,8 s_r), meq/kg	0,20	0,24	0,22	0,49	0,17	0,12
Độ lệch chuẩn tái lập, s_R, meq/kg	0,45	0,48	0,44	0,27	0,19	0,25
Độ lệch chuẩn tương đối tái lập, %	28,0	13,0	14,7	5,6	34,7	34,8
Giới hạn tái lập, R (= 2,8 s_R), meq/kg	1,25	1,33	1,23	0,75	0,53	0,69

Thư mục tài liệu tham khảo

[1] TCVN 9967 (ISO 3976), *Chất béo sữa – Xác định trị số peroxit*

[2] TCVN 2625 (ISO 5555), *Dầu mỡ động vật và thực vật – Lấy mẫu*

[3] 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*

[4] 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*

[5] TCVN 9532 (ISO 27107), *Dầu mỡ động vật và thực vật – Xác định trị số peroxit – Phương pháp chuẩn độ điện thế.*