
**Corps gras d'origines animale et
végétale — Détermination de la stabilité à
l'oxydation (Test d'oxydation accéléré)**
iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

*Animal and vegetable fats and oils — Determination of oxidation stability
(Accelerated oxidation test)*

ISO 6886:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/db634935-7422-4d32-ae10-4b9e64e168f6/iso-6886-1996>



Sommaire

Page

1	Domaine d'application	1
2	Définitions	1
3	Principe	1
4	Réactifs et matériaux	1
5	Appareillage	2
6	Échantillonnage	4
7	Préparation de l'échantillon pour essai	4
8	Mode opératoire	4
9	Calcul	6
10	Fidélité	6
11	Rapport d'essai	6

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/db634935-7422-4d32-ae10-4b9e64e168f6/iso-6886-1996>

Annexes

A	Résumé de la méthode, exemples de courbes de conductivité et détermination de la période d'induction	7
B	Bibliographie	9

© ISO 1996

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 6886 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, sous-comité SC 11, *Corps gras d'origines animale et végétale*.

Les annexes A et B de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d5634935-7422-4d32-acf0-4b9e64e168f6/iso-6886-1996>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6886:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/db634935-7422-4d32-ae0-4b9e64e168f6/iso-6886-1996>

Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de la stabilité à l'oxydation (Test d'oxydation accéléré)

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la détermination de la stabilité à l'oxydation des corps gras. Elle est applicable aux corps gras d'origines animale et végétale.

NOTE 1 La présence d'acides gras volatils et de produits d'oxydation acides volatils rend impossible des mesurages précis.

2 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions suivantes s'appliquent.

2.1 période d'induction: Temps qui s'écoule entre le moment où l'échantillon atteint la température requise et le moment où les produits d'oxydation commencent à augmenter rapidement.

2.2 stabilité à l'oxydation: Période d'induction déterminée suivant les méthodes prescrites dans la présente Norme internationale. La stabilité à l'oxydation est exprimée en heures.

NOTE 2 La détermination de la stabilité à l'oxydation a généralement lieu à une température de 100 °C. La détermination peut être effectuée à une température plus élevée, selon la stabilité à l'oxydation de l'échantillon soumis à l'essai, par exemple 110 °C. Il convient que la température soit choisie de façon qu'une période d'induction d'au moins 5 h et d'au plus 10 h soit obtenue.

3 Principe

Un courant d'air purifié est passé à travers la prise d'essai, portée à une température spécifiée. Les gaz dégagés au cours du processus d'oxydation sont entraînés par l'air dans un flacon contenant de l'eau déminéralisée ou dis-

tillée dans laquelle est immergée une électrode de mesure de la conductivité. L'électrode est connectée à un dispositif de mesure et d'enregistrement qui indique la fin de la période d'induction lorsque la conductivité se met à augmenter rapidement. Cette augmentation accélérée est causée par la décomposition des acides carboxyliques volatils produits par le processus d'oxydation et absorbés dans l'eau.

4 Réactifs et matériaux

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou déminéralisée.

4.1 Tamis moléculaire, avec indicateur d'humidité, 2 mbar, de 0,3 mm de dimension de pores. Il convient de sécher le tamis moléculaire dans une étuve réglée à 150 °C et de le laisser refroidir jusqu'à température ambiante dans un siccatif.

4.2 Dichromate de potassium (facultatif), solution à 20 g/l dans de l'acide sulfurique à 1 % (V/V).

4.3 Éther de pétrole, dont le point d'ébullition se situe entre 40 °C et 60 °C, ou **acétone**.

4.4 Produit de nettoyage, c'est-à-dire détergent non basique ayant un haut pouvoir d'élimination des graisses.

NOTE 3 Le dodécylbenzène sulfonate satisfait à ces exigences.

4.4.1 Solution de nettoyage A, pour les flacons d'aération et les tuyaux de connexion, préparée à partir de 100 g d'agent nettoyant (4.4) dans 1 litre d'eau.

4.4.2 Solution de nettoyage B, pour les cellules de mesure, préparée à partir de 20 g d'agent de nettoyage (4.4) dans un litre d'eau.

4.5 Glycérol.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

5.1 Appareillage pour la détermination de la stabilité à l'oxydation

Les figures 1 et 2 donnent des représentations schématiques.

NOTE 4 Un appareil pour la détermination de la stabilité à l'oxydation est disponible dans le commerce chez Rancimat, modèle 679, Methrom-Herisau AG, Suisse¹⁾.

5.1.1 Filtre à air, constitué d'un tube équipé d'un papier filtre aux extrémités et dans lequel est placé un tamis moléculaire (4.1), relié à l'extrémité d'une pompe côté aspiration.

5.1.2 Pompe à membrane, avec un débit réglable entre 3 l/h et 30 l/h, l'écart maximal ne dépassant pas $\pm 0,03$ l/h de la valeur fixée.

5.1.3 Vanne à aiguille.

5.1.4 Flacons laveurs (quatre), de 250 ml de capacité, raccordés comme représenté à la figure 1.

Le flacon laveur A doit être vide. Les flacons laveurs B, C et D doivent respectivement être remplis de 150 ml de solution de dichromate de potassium (4.2), 150 ml d'eau et de coton hydrophile, avec le tamis moléculaire (4.1).

NOTE 5 À la place des flacons laveurs, le modèle Rancimat 679 utilise un tamis moléculaire avant l'étape de purification de l'air pompé. L'utilisation de flacons laveurs reste cependant fortement recommandée.

5.1.5 Purgeur d'air.

5.1.6 Système de circulation d'air, situé à chaque point de circulation (en général six), équipé d'un tube capillaire de 5 mm de diamètre extérieur, de 0,6 mm de diamètre intérieur et de 60 mm de longueur.

5.1.7 Débitmètres (en général six), dont la fourchette de mesure est comprise entre 0 l/h et 20 l/h, à raccorder au système de circulation d'air (5.1.6).

5.1.8 Flacons d'aération (en général six), en verre borosilicaté, de 25 mm de diamètre extérieur et de 200 mm de hauteur, bouchés par un bouchon hermétique et un joint conique.

Le bouchon hermétique doit être équipé d'un tube d'arrivée et d'un tube de sortie de gaz et d'un joint sphérique 13/5. La partie cylindrique du flacon doit de préférence être plus étroite à quelques centimètres du sommet de façon à empêcher la formation de mousse. Un anneau en verre artificiel peut également être utilisé à cette fin.

5.1.9 Cellules de mesure (en général six), d'environ 150 ml de capacité, d'environ 120 mm de hauteur totale et d'environ 56 mm de diamètre extérieur, à col conique et équipées d'un tube d'arrivée d'air allant jusqu'au fond du flacon et muni à l'extérieur d'un joint sphérique 13/5. Le flacon doit être percé au sommet de trous de ventilation de 2 mm environ de diamètre.

5.1.10 Électrodes (en général six), pour mesurer la conductivité, constituées de paires d'électrodes en platine dont la fourchette de mesure est comprise entre 0 $\mu\text{S}/\text{cm}$ et 300 $\mu\text{S}/\text{cm}$, équipées d'un joint conique 14/15 et alignées sur les dimensions de la cellule de mesure (5.1.9).

5.1.11 Dispositif de mesure et d'enregistrement, comprenant:

- un interrupteur pour connecter chaque électrode (5.1.10) à un potentiomètre d'étalonnage permettant de régler le signal de mesure à zéro;
- un amplificateur;
- un enregistreur permettant d'enregistrer le signal de mesure de chaque électrode (5.1.10).

5.1.12 Thyristor et thermomètre de contact, de 150 mm de profondeur d'insertion et munis de fixations pour montage en relais ainsi que d'un bloc chauffant réglable; dont l'échelle de température va de 0 °C à 150 °C, avec des graduations tous les 0,2 °C.

5.1.13 Bloc chauffant, en aluminium moulé, de 200 mm de hauteur, réglable à 150 °C $\pm 0,2$ °C. Le bloc doit être percé de trous (en général six), de 27 mm de diamètre et de 140 mm de profondeur destinés à recevoir les flacons d'aération (5.1.8), ainsi que d'une ouverture pour le thermomètre de contact (5.1.12) de 10 mm de diamètre et de 140 mm de profondeur.

Il est également possible d'utiliser un bain chauffant rempli d'huile convenant à des températures allant jusqu'à 150 °C et réglable à 0,2 °C près.

5.2 Thermomètre, pouvant mesurer des températures entre 70 °C et 150 °C, gradué tous les 0,2 °C.

1) Le modèle 679 de Rancimat est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

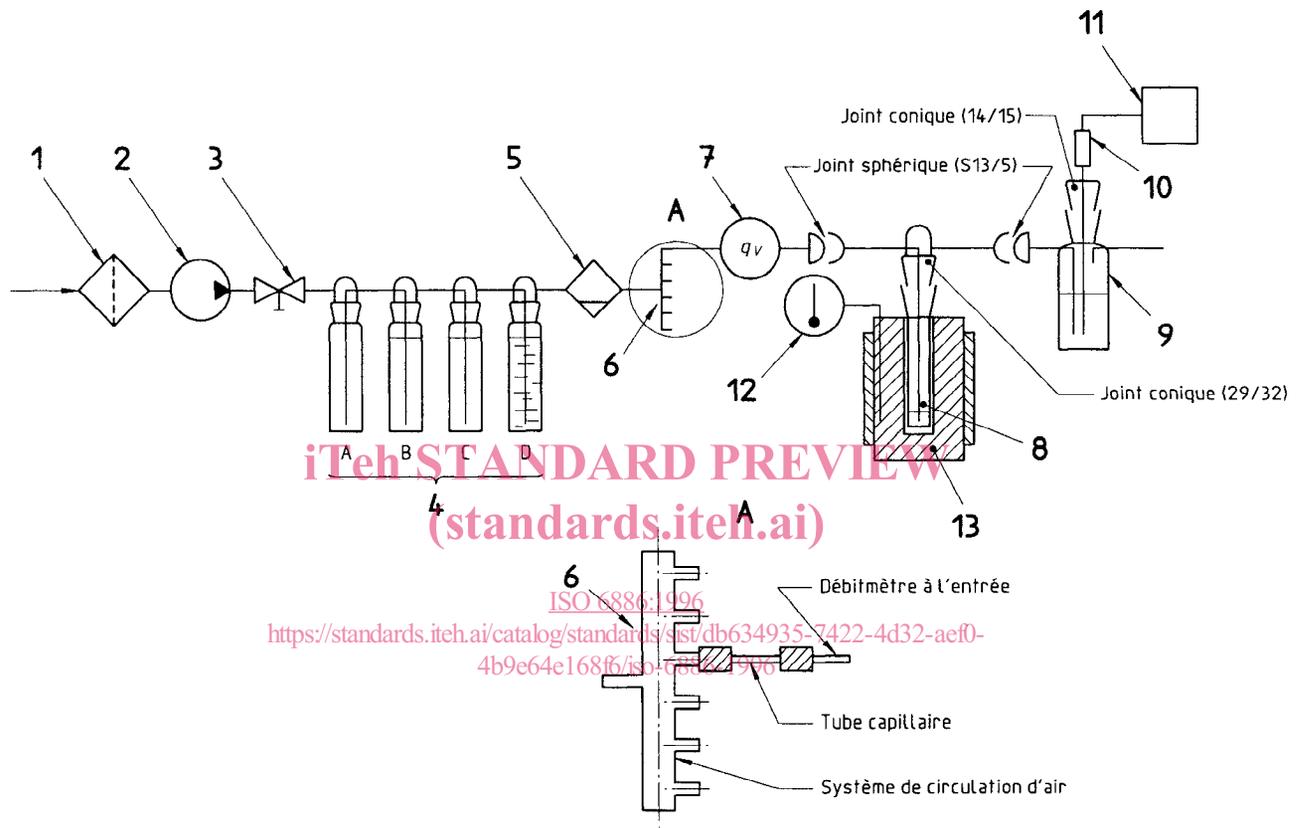
5.3 Pipettes (deux), de 50 ml de capacité.

5.4 Étuve, réglable à $150\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$.

5.5 Étuve, réglable à 500 °C (facultatif).

5.6 Bain de refroidissement, réglable à une température constante d'environ 15 °C à l'aide d'eau du robinet par exemple.

5.7 Tubes de connexion, flexibles et faits en un matériau inerte [polytétrafluoroéthylène (PTFE) ou silicone].



Légende

- 1 Filtre à air (5.1.1)
- 2 Pompe à membrane (5.1.2)
- 3 Vanne à aiguille (5.1.3)
- 4 Flacons laveurs A, B, C, D (5.1.4)
- 5 Purgeur d'air (5.1.5)
- 6 Système de circulation d'air (5.1.6)
- 7 Débitmètre (5.1.7)
- 8 Flacon d'aération (5.1.8)
- 9 Cellule de mesure (5.1.9)
- 10 Électrode (5.1.10)
- 11 Dispositif de mesurage et d'enregistrement (5.1.11)
- 12 Thyristor et thermomètre de contact (5.1.12)
- 13 Bloc chauffant (5.1.13)

Figure 1 — Représentation schématique de l'appareillage

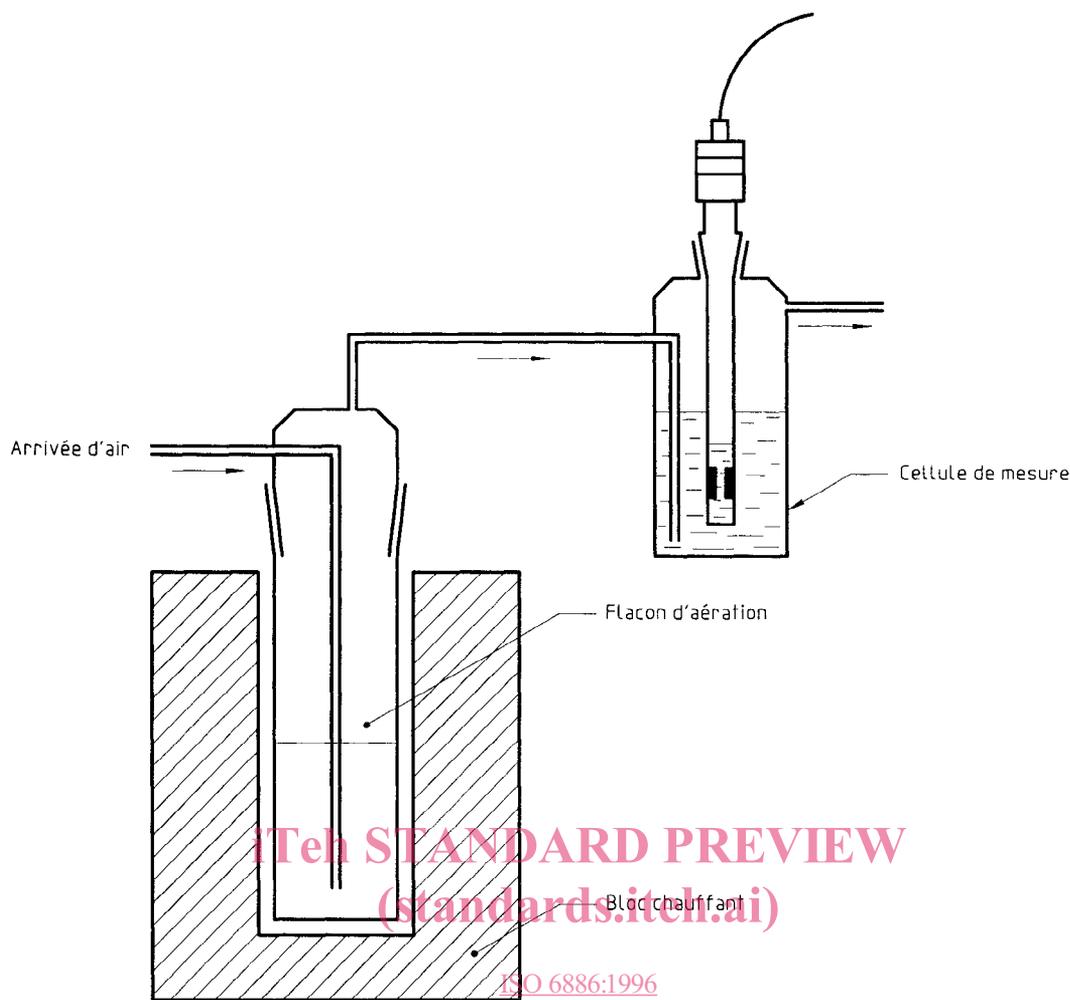


Figure 2 — Représentation schématique du bloc chauffant, du réacteur cylindrique et de la cellule de mesure

6 Échantillonnage

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif, non endommagé ou modifié lors du transport et de l'entreposage.

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode prescrite dans la présente Norme internationale. Une méthode d'échantillonnage recommandée est donnée dans l'ISO 5555^[1].

Conserver l'échantillon à l'abri de la lumière à 4 °C environ.

7 Préparation de l'échantillon pour essai

Afin d'éviter que la préparation de l'échantillon pour essai influence le résultat d'essai, toute manipulation de l'échantillon pour laboratoire doit se limiter aux étapes données en 7.1 et 7.2.

7.1 Corps gras légers

Prélever, à l'aide d'une pipette, la quantité requise au centre de l'échantillon soigneusement homogénéisé.

7.2 Corps gras solides ou semi-solides

Faire chauffer doucement le corps gras jusqu'à ce qu'il devienne fluide. Homogénéiser à l'aide d'un agitateur sans y faire pénétrer d'air puis prélever à l'aide d'une pipette la quantité requise au centre de l'échantillon, la pipette utilisée devant être à la même température.

8 Mode opératoire

8.1 Laver les flacons d'aération (5.1.8), les cellules de mesure (5.1.9) et leurs tubes d'arrivée et de sortie avec de l'éther de pétrole (4.3), de façon à éliminer autant que possible les résidus organiques. Rincer à l'eau chaude.

Chauffer les flacons d'aération et leurs tubes d'arrivée et de sortie (5.1.8) pendant 3 h dans la solution de nettoyage A (4.4.1) à 90 °C environ.

Laisser tremper les cellules de mesure (5.1.9) pendant 24 h dans la solution de nettoyage B (4.4.2). Rincer soigneusement les flacons nettoyés ainsi que leurs tubes d'arrivée et de sortie à l'eau du robinet puis à l'eau déminéralisée ou distillée.

Les sécher à l'étuve (5.4).

NOTE 6 Si l'on dispose d'une étuve (5.5) réglable à 500 °C, la procédure de nettoyage suivante peut être utilisée: rincer trois fois à l'acétone puis laisser une nuit à l'étuve réglée à 500 °C.

8.2 Monter l'appareillage suivant la figure 1. Si l'appareillage est disponible dans le commerce, suivre les instructions du fabricant.

8.3 Fixer la pompe à membrane (5.1.2) et régler le débit à exactement 20 l/h à l'aide de la vanne à aiguille (5.1.3) et des débitmètres (5.1.7). Puis fermer la pompe.

8.4 Amener le bloc chauffant (5.1.13) à la température voulue (généralement 100 °C, mais voir note 2), à l'aide du thyristor et du thermomètre de contact (5.1.12). La température doit être maintenue constante à $\pm 0,2$ °C pendant la période d'essai.

Verser du glycérol (4.5) dans les trous du bloc chauffant de façon à améliorer le transfert de chaleur.

Remplir le flacon d'aération (5.1.8) avec 10 g d'un corps gras thermiquement stable et placer le flacon non bouché dans l'un des trous du bloc. Placer le thermomètre (5.2) dans l'huile et vérifier que le bloc est bien à la température souhaitée.

Il est préférable que le mesurage de la température soit poursuivi de cette façon tout au long de l'essai, même si cela conduit à ne mesurer que cinq échantillons en même temps.

Si un bain chauffant est utilisé (voir 5.1.13), le porter à la température souhaitée et vérifier celle-ci.

8.5 Remplir les cellules de mesure (5.1.9) avec 50 ml d'eau à l'aide d'une pipette (5.3). Mettre les flacons dans le bain de refroidissement (5.6) si la stabilité de l'échantillon à l'oxydation dépasse 10 h.

NOTE 7 Au-dessus de 20 °C, les acides carboxyliques volatils peuvent s'évaporer de l'eau présente dans la cellule de mesure. Ceci peut conduire à une diminution de la conductivité de la solution aqueuse. La partie fortement ascendante de la courbe représentant la conductivité reproduira donc une forme déviante et il sera donc impossible de déterminer la tangente sur cette partie de la courbe (voir référence [2]).

8.6 Vérifier les électrodes et régler leurs signaux à l'aide du potentiomètre d'étalonnage de façon à ce qu'elles soient sur l'axe zéro du papier de l'enregistreur.

Régler la vitesse de déroulement du papier à 10 mm/h et la fréquence du mesurage à un mesurage toutes les 20 s. Régler la valeur de mesurage de 300 μ S/cm au résultat maximal de 100 %.

Si la vitesse de déroulement du papier ne peut pas être réglée à 10 mm/h, mais à 20 mm/h, il convient de le noter sur le papier d'enregistrement.

8.7 À l'aide d'une pipette (5.3), peser, à 0,01 g près, 2,5 g de l'échantillon conditionné (voir article 7) dans le flacon d'aération (5.1.8). Veiller à ce que l'échantillon n'entre pas en contact avec les parois du flacon d'aération.

Si la stabilité à l'oxydation doit être déterminée, peser les échantillons les uns après les autres et stocker les flacons d'aération contenant les échantillons pondérés dans des conditions prévenant autant que possible l'oxydation (par exemple à des températures inférieures à -10 °C) jusqu'à ce qu'ils puissent être traités simultanément.

8.8 Mettre le flacon d'aération muni de son bouchon hermétique (5.1.8) dans le trou percé à cet effet dans le bloc chauffant ou dans le bain chauffant (5.1.13), qui doivent être à la température requise.

Fermer le tube de sortie du gaz de la cellule de mesure (5.1.9), puis celui d'arrivée du gaz du débitmètre (5.1.7). Laisser pendant 10 min le contenu des flacons atteindre la température voulue.

8.9 Mettre en marche la pompe à membrane (5.1.2) et régler à nouveau le débit à exactement 20 l/h à l'aide de la vanne à aiguille et du débitmètre.

Noter sur le papier d'enregistrement l'heure à laquelle les mesurages ont commencé.

8.10 Arrêter les mesurages au moment où le signal atteint 100 % de l'échelle de l'enregistreur.

8.11 Pendant la détermination, prendre les précautions suivantes:

- vérifier la consigne du débitmètre et le régler, si nécessaire, pour assurer un débit constant;
- vérifier la couleur du tamis moléculaire (4.1) du filtre à air et le remplacer chaque fois que nécessaire pendant les mesurages dès que sa couleur commence à virer au rouge; interrompre le débit d'air pendant une courte période;