
**Жиры и масла животные и
растительные. Определение
устойчивости к окислению (ускоренное
испытание на окисление)**

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

iTeh STANDARDS REVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6886:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5aa23061-f93e-41f7-874f-4e65de91805a/iso-6886-2006>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер
ISO 6886:2006(R)

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на интегрированные шрифты и они не будут установлены на компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe - торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованные для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6886:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5aa23061-f93e-41f7-874f-4e65de91805a/iso-6886-2006>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2006

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Стр.

1	Область применения	1
2	Нормативные ссылки	1
3	Термины и определения	1
4	Принцип	2
5	Реактивы и материалы.....	2
6	Аппаратура.....	2
7	Отбор проб.....	3
8	Подготовка пробы для испытания и аппарата.....	5
8.1	Подготовка пробы для испытания	5
8.2	Подготовка аппарата	5
8.2.1	Процедура очистки.....	5
8.2.2	Определение поправки на температуру	6
9	Методика	6
10	Расчеты	7
10.1	Ручной расчет	7
10.2	Автоматический расчет.....	8
11	Прецизионность.....	8
11.1	Результаты межлабораторного испытания	8
11.2	Повторяемость	8
11.3	Воспроизводимость	8
12	Протокол испытания.....	8
Приложение А (информативное) Краткое изложение метода, примеры кривых проводимости и методов определения индукционного периода		9
Приложение В (информативное) Результаты межлабораторного испытания		11
Библиография.....		13

Предисловие

ISO (Международная организация по стандартизации) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член ISO, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO непосредственно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам электротехнической стандартизации.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов состоит в подготовке международных стандартов. Проекты международных стандартов, одобренные техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75% комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. ISO не должен нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO 6886 разработан Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 11, *Животные и растительные жиры и масла*.

Настоящее второе издание отменяет и заменяет первое издание (ISO 6886:1996), которое было подвергнуто техническому пересмотру.

Жиры и масла животные и растительные. Определение устойчивости к окислению (ускоренное испытание на окисление)

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает метод определения устойчивости к окислению жиров и масел в предельных условиях, которые индуцируют быстрое окисление: высокая температура и быстрый воздушный поток. Этот метод нельзя использовать для определения устойчивости жиров и масел при температуре окружающей среды, но он позволяет проводить сравнение эффективности антиоксидантов, добавленных к жирам и маслам.

Метод применим как к неочищенным, так и рафинированным животным и растительным жирам и маслам.

ПРИМЕЧАНИЕ Присутствие летучих жирных кислот летучих кислых продуктов окисления мешает точному измерению.

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы являются обязательными при применении данного документа. Для жестких ссылок применяется только цитированное издание документа. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 661:2003, *Жиры и масла животные и растительные. Подготовка пробы для испытаний*

3 Термины и определения

Применительно к настоящему документу используют следующие термины и определения.

3.1

индукционный период

промежуток времени между началом измерения и моментом, когда начинает быстро возрастать образование продуктов окисления

3.2

устойчивость к окислению

индукционный период, выраженный в часах, определяемый в соответствии с методикой, установленной в настоящем международном стандарте

NOTE Определение устойчивости к окислению обычно выполняют при температуре 100 °C - 120 °C. В зависимости от устойчивости к окислению пробы, подлежащей испытанию, или необходимости экстраполяции регрессии определение может выполняться и при других температурах. Оптимальный индукционный период составляет от 6 ч до 24 ч. Повышение или снижение температуры на 10 °C уменьшает или увеличивает индукционный период приблизительно в 2 раза.

3.3

проводимость

способность материала проводить электрический ток

4 Принцип

Струю очищенного воздуха пропускают через пробу, которая была нагрета до заданной температуры. Образовавшиеся во время процесса окисления газы вместе с воздухом поступают в колбу, заполненную деминерализованной или дистиллированной водой, в которую вставлен электрод для измерения проводимости. Электрод соединен с измерительным и записывающим устройством. На окончание индукционного периода указывает быстрое возрастание проводимости. Это ускоренное возрастание проводимости является результатом накопления летучих жирных кислот, образующихся во время окисления.

5 Реактивы и материалы

Используют реактивы только признанной аналитической чистоты и дистиллированную или деминерализованную воду.

5.1 Молекулярное сито, с шариками диаметром приблизительно 1 мм, размером пор 0,3 нм и индикатором влажности.

Молекулярное сито следует высушить в сушильном шкафу, отрегулированном на температуру 150 °С, и затем охладить до комнатной температуры в эксикаторе.

5.2 Ацетон.

5.3 Щелочной очищающий раствор, для лабораторной стеклянной посуды.

5.4 Глицерин.

5.5 Термостойкое масло.

6 Аппаратура

Используют обычное лабораторное оборудование и, в частности, следующее.

6.1 Аппарат для определения устойчивости к окислению

Схематическое изображение аппарата см. на Рисунках 1 и 2.

ПРИМЕЧАНИЕ Аппарат для определения устойчивости к окислению можно приобрести под торговой маркой Rancimat в Methrom-Herisau AG, Switzerland, или OSI equipment в Omnion Inc., USA¹⁾.

6.1.1 Воздушный фильтр, представляющий собой трубку с фильтровальной бумагой на каждом из концов, заполненную молекулярным ситом (5.1), который подсоединен к всасывающему отверстию насоса.

1) Rancimat (www.metrohm.com) и OSI (Omnion) (<http://world.std.com/~omnion/>) являются примерами подходящего оборудования, имеющегося в продаже. Эта информация дается для удобства пользователей данного международного стандарта и не означает одобрения этого оборудования со стороны ISO.

6.1.2 Газовый диафрагменный насос, с регулируемой скоростью потока 10 л/ч, вместе с прибором для ручного или автоматического регулирования скорости потока, и максимальным отклонением $\pm 1,0$ л/ч от заданного значения.

NOTE Для аппарата OSI давление 5,5 фунтов на квадратный дюйм эквивалентно расходу приблизительно 10 л/ч.

6.1.3 Аэрационные сосуды из боросиликатного стекла (обычно восемь), соединенные с герметичной крышкой.

Герметичная крышка должна иметь вводную и выводную газовые трубки. Желательно, чтобы цилиндрическая часть сосуда в нескольких сантиметрах от верха была немного уже для устранения образующейся пены. Для этой цели также может использоваться устройство для защиты от пены (например, стеклянное кольцо).

6.1.4 Закрытые измерительные ячейки (обычно восемь), вместимостью приблизительно 150 мл, с вводной газовой трубкой, доходящей до дна внутри сосуда.

В верхней части ячейки должны быть вентиляционные отверстия.

6.1.5 Электроды (обычно восемь), для измерения электрической проводимости с диапазоном измерения от 0 мкСм/см до 300 мкСм/см, подогнанные к размерам измерительной ячейки (6.1.4).

6.1.6 Измерительное и записывающее устройство, включающее усилитель и записывающее устройство для регистрации измеряемого сигнала каждого электрода (6.1.5).

ПРИМЕЧАНИЕ С оборудованием Rancimat и OSI (Omniion) используется центральный блок обработки, управляемый ЭВМ.

6.1.7 Сертифицированный и калиброванный контактный термометр, с ценой деления 0,1 °С, или **Pt 100 термоэлемент (платиновый термометр сопротивления)** для измерения температуры блока, с приспособлением для соединения с реле управления и регулируемым нагревательным элементом; с диапазоном температур от 0 °С до 150 °С.

6.1.8 Нагревательный блок, изготовленный из литейного алюминия, поддерживающий температуру 150 °С $\pm 0,1$ °С.

Блок должен иметь отверстия (обычно восемь) для аэрационных сосудов (6.1.3) и отверстие для контактного термометра (6.1.7).

Альтернативно может использоваться **нагревательная баня**, заполненная маслом, пригодная для поддержания температур до 150 °С с точностью до 0,1 °С.

6.2 Сертифицированный и калиброванный термометр или **Pt100 термоэлемент**, с диапазоном температур до 150 °С и ценой деления 0,1 °С.

6.3 Измерительные пипетки, вместимостью 50 мл и 5 мл.

6.4 Термостат, обеспечивающий поддержание температуры до 150 °С ± 3 °С.

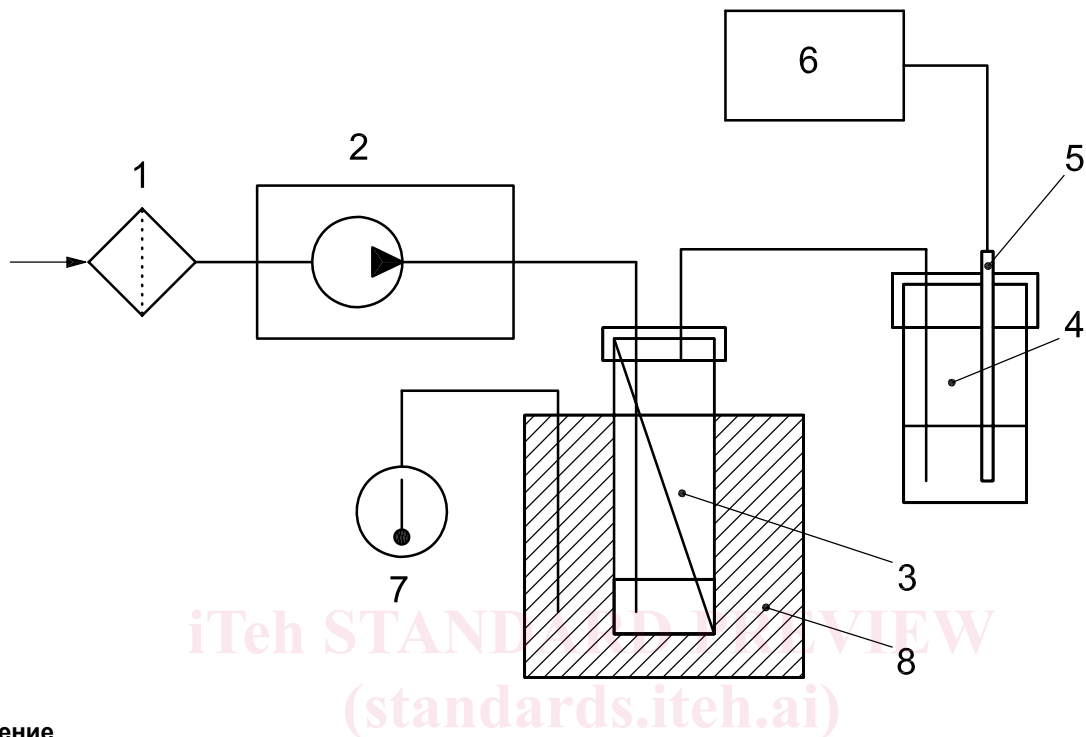
6.5 Соединительные шланги, гибкие из инертного материала [политетрафторэтилен (тефлон) или силикон].

7 Отбор проб

В лабораторию следует поставлять представительную пробу. Она не должна подвергаться порче или изменению во время транспортировки или хранения.

Отбор проб не включен в метод, установленный в этом международном стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приводится в ISO 5555^[1].

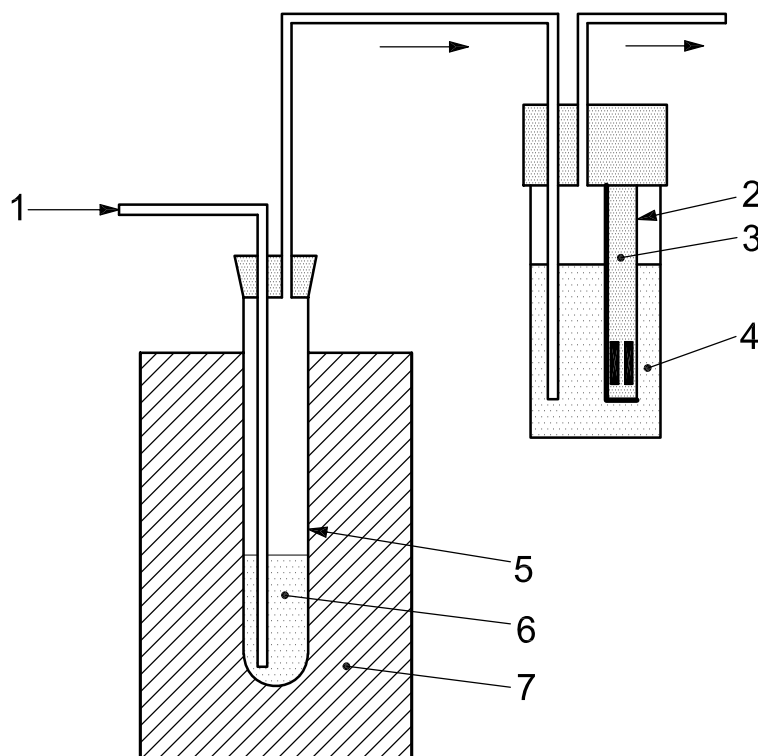
Хранят пробу в темноте при температуре приблизительно 4 °С.



Обозначение

- 1 воздушный фильтр (6.1.1)
- 2 газовый диафрагменный насос с регулированием скорости потока (6.1.2)
- 3 аэрационный сосуд (6.1.3)
- 4 измерительная ячейка (6.1.4)
- 5 электрод (6.1.5)
- 6 измерительное и записывающее устройство (6.1.6)
- 7 тиристор и контактный термометр (6.1.7)
- 8 нагревательный блок (6.1.8)

Рисунок 1 — Схема аппарата

**Обозначение**

- | | | | |
|---|-----------------------|---|---------------------|
| 1 | воздух | 5 | азрационный сосуд |
| 2 | измерительная ячейка | 6 | проба |
| 3 | электрод | 7 | нагревательный блок |
| 4 | измерительный раствор | | |

Рисунок 2 — Схема нагревательного блока, реакционного сосуда и измерительной ячейки

8 Подготовка пробы для испытания и аппарата

8.1 Подготовка пробы для испытания

Готовят пробу для испытания в соответствии с ISO 661.

С помощью пипетки отбирают требуемое количество из центра тщательно гомогенизированной пробы.

Нагревают полутвердые и твердые пробы до температуры, которая немного превышает их точки плавления, и тщательно перемешивают. Следует избегать перегрева. Пипетка должна иметь такую же температуру, что и проба.

8.2 Подготовка аппарата

8.2.1 Процедура очистки

Промывают азрационные сосуды, измерительные ячейки и их вводные и выводные трубки по меньшей мере три раза ацетоном для извлечения возможно большего количества органического остатка. Ополаскивают водопроводной водой.

Чистота азрационных сосудов имеет первостепенное значение для достижения правильных значений индукционного периода. Все следы окисленных масел от предыдущих испытаний должны быть удалены.

Полностью заполняют сосуды водным щелочным очищающим раствором для лабораторного стекла и надевают вводные трубки. Оставляют сосуды по меньшей мере на 2 ч при температуре 70 °С.

Тщательно промывают очищенные сосуды и их вводные и выводные трубки водопроводной водой и окончательно деминерализованной или дистиллированной водой. Сушат их в термостате (6.4) в течение по меньшей мере 1 ч при температуре 110 °С.

ПРИМЕЧАНИЕ Если используются аэрационные сосуды одноразового применения, то описанная выше процедура очистки не требуется.

8.2.2 Определение поправки на температуру

Разница между истинной температурой пробы и температурой нагревательного блока называется поправкой на температуру, ΔT . Для определения ΔT должен использоваться наружный калиброванный датчик температуры.

Для аппарата Rancimat оборудование для калибровки температуры может быть поставлено из Metrohm. Однако во всех случаях для определения поправки на температуру должен использоваться точный термометр.

Правильная температура в аэрационных сосудах имеет большое значение для достижения повторяемых и воспроизводимых результатов. Из-за холодного воздуха, который пузырьками поднимается в пробе, необходимо установить немного более высокую температуру для нагревательного блока. Обычно для достижения требуемой температуры масла 100 °C, 110 °C или 120 °C в нагревательном блоке должна быть установлена температура на 1 °C или 2 °C выше.

Перед началом определения ΔT нагревательный блок должен быть включен и должна быть достигнута заданная температура.

Заполняют один реакционный сосуд 5 г теплостойкого масла. Вставляют датчик температуры через крышку в реакционный сосуд. Используют зажимы, чтобы удерживать датчик в отдалении от ввода воздуха.

ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ — Датчик должен быть полностью погружен в пробу масла и не должен касаться дна сосуда.

Вставляют укомплектованный сосуд в нагревательный блок и подсоединяют подачу воздуха.

Если значение измеренной температуры постоянно, рассчитывают поправку на температуру, ΔT :

$$\Delta T = T_{\text{block}} - T_{\text{sensor}}$$

где

T_{block} температура нагревательного блока;

T_{sensor} измеренная температура в нагревательном блоке.

Затем исправленная температура блока, T'_{block} , задается следующим уравнением:

$$T'_{\text{block}} = T_{\text{target}} + \Delta T$$

где T_{target} — заданная температура.

После введения этой поправки на температуру температура в реакционном сосуде должна быть равна заданной температуре.

9 Методика

9.1 Собирают аппарат, как указано на Рисунке 1. В случае использования серийно выпускаемого аппарата следуют инструкциям изготовителя.

9.2 Присоединяют газовый диафрагменный насос (6.1.2) и устанавливают скорость потока точно 10 л/ч. Затем снова выключают насос. Может использоваться серийно выпускаемый аппарат для автоматического регулирования скорости потока.

ПРИМЕЧАНИЕ В случае использования аппарата OSI давление of 5,5 фунтов на квадратный дюйм эквивалентно скорости потока приблизительно 10 л/ч.

9.3 Нагревают нагревательный блок (6.1.8) до требуемой температуры (обычно 100 °C, но см. 8.2.2), используя тиристор и контактный термометр (6.1.7) или электронный регулятор. Температура должна поддерживаться в диапазоне of $\pm 0,1$ °C в течение всего испытания.

При необходимости для лучшего распространения тепла в отверстия нагревательного блока (6.1.8) наливают немного глицерина (5.4).