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

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

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 6886:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/71ddb6d8-3f6d-4fd0-ae61-c5ccab5d4023/iso-6886-2016>



iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 6886:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/71ddb6d8-3f6d-4fd0-ae61-c5ccab5d4023/iso-6886-2016>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2016, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Réactifs et matériaux	2
6 Appareillage	2
7 Échantillonnage	3
8 Préparation de l'échantillon pour essai et de l'appareillage	5
8.1 Préparation de l'échantillon pour essai	5
8.2 Préparation de l'appareillage	5
8.2.1 Opération de nettoyage	5
8.2.2 Détermination de la correction de température	6
9 Mode opératoire	7
10 Calculs	8
10.1 Calcul manuel	8
10.2 Calcul automatique	8
11 Fidélité	8
11.1 Résultat d'un essai interlaboratoires	8
11.2 Répétabilité	8
11.3 Reproductibilité	8
12 Rapport d'essai	9
Annexe A (informative) Résumé de la méthode, exemples de courbes de conductivité et détermination de la période d'induction	10
Annexe B (informative) Résultats d'un essai interlaboratoires	12
Bibliographie	14

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [Avant-propos — Informations supplémentaires](#).

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 11, *Corps gras d'origines animale et végétale*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 6886:2006), dont elle constitue une révision mineure.

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

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la stabilité à l'oxydation des corps gras dans des conditions extrêmes qui entraînent une oxydation rapide, à savoir température et débit d'air élevés. Cette méthode ne permet pas de déterminer la stabilité des corps gras à température ambiante mais elle permet de comparer l'efficacité des antioxydants ajoutés aux corps gras.

Elle est applicable aux corps gras d'origines animale et végétale vierges et raffinés. Le lait et les produits laitiers (ou les corps gras provenant du lait et des produits laitiers) sont exclus du domaine d'application de la présente Norme internationale.

NOTE La présence d'acides gras volatils et de produits d'oxydation acides volatils empêche de procéder à des mesurages précis.

2 Références normatives

Les documents suivants, en tout ou partie, sont référencés de façon normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 661, *Corps gras d'origines animale et végétale — Préparation de l'échantillon pour essai*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

période d'induction

temps écoulé entre le début du mesurage et le moment où la formation de produits d'oxydation commence à augmenter rapidement

3.2

stabilité à l'oxydation

période d'induction, exprimée en heures et déterminée suivant le mode opératoire spécifié dans la présente Norme internationale

Note 1 à l'article: La détermination de la stabilité à l'oxydation se fait en général à une température comprise entre 100 °C et 120 °C. La détermination peut se faire à d'autres températures en fonction de la stabilité à l'oxydation de l'échantillon soumis à essai ou pour extrapoler la régression. La période d'induction optimale se situe entre 6 h et 24 h. Une augmentation ou une diminution de 10 °C de la température provoque une diminution ou une augmentation de la période d'induction d'un facteur de 2 environ.

3.3

conductivité

aptitude d'un matériau à conduire le courant électrique

4 Principe

Passage d'un courant d'air purifié à travers l'échantillon porté à une température spécifiée. Les gaz dégagés au cours du processus d'oxydation sont entraînés par l'air dans une fiole contenant de l'eau

déminéralisée ou distillée dans laquelle est immergée une électrode de mesure de la conductivité. L'électrode est connectée à un dispositif de mesure et d'enregistrement. La fin de la période d'induction est indiquée lorsque la conductivité se met à augmenter rapidement. Cette augmentation accélérée est provoquée par l'accumulation d'acides gras volatils produits au cours de l'oxydation.

5 Réactifs et matériaux

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

5.1 Tamis moléculaire, avec indicateur d'humidité, billes de 1 mm de diamètre environ, taille des pores de 0,3 nm.

Il convient de sécher le tamis moléculaire dans une étuve portée à 150 °C, puis de le refroidir à température ambiante dans un dessiccateur.

5.2 Acétone.

5.3 Solution alcaline de nettoyage, pour la verrerie de laboratoire.

5.4 Glycérol.

5.5 Huile thermiquement stable.

6 Appareillage

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

6.1 Appareil de détermination de la stabilité à l'oxydation

Voir les représentations schématiques aux [Figures 1](#) et [2](#).

NOTE Un appareil de détermination de la stabilité à l'oxydation peut être obtenu dans le commerce sous la marque Rancimat chez Metrohm AG, Herisau (Suisse) ou OSI chez Omnion Inc. (États-Unis)¹.

6.1.1 Filtre à air, se composant d'un tube équipé d'un papier-filtre aux extrémités dans lequel est placé un tamis moléculaire ([5.1](#)), relié à l'extrémité d'une pompe côté aspiration.

6.1.2 Pompe à membrane pour gaz, ayant un débit réglable de 10 l/h, associée à un appareil de régulation manuelle ou automatique du débit, l'écart maximum étant de $\pm 1,0$ l/h par rapport à la valeur fixée.

NOTE Pour l'instrument OSI, une pression de 5,5 psi équivaut à un débit d'environ 10 l/h.

6.1.3 Flacons d'oxydation à l'air en verre borosilicaté (en général huit), fermés par un bouchon hermétique.

Le bouchon hermétique doit être équipé d'un tube d'arrivée et de sortie de gaz. La partie cylindrique du flacon doit, de préférence, être plus étroite de quelques centimètres en dessous du sommet, de façon à empêcher la formation de mousse. Un anneau antimousse artificiel (un anneau de verre, par exemple) peut également être utilisé à cet effet.

1) Rancimat (www.metrohm.com) et OSI (Omnion) (<http://world.std.com/~omnion/>) sont des exemples de matériel approprié disponible dans le commerce. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du matériel ainsi désigné.

6.1.4 Cellules de mesure fermées (en général huit), d'une capacité de 150 ml environ, équipées d'un tube d'arrivée de gaz allant jusqu'au fond du flacon.

Au sommet, la cellule doit comporter des trous de ventilation.

6.1.5 Électrodes (en général huit), pour mesurer la conductivité sur une étendue de mesure comprise entre 0 $\mu\text{S}/\text{cm}$ et 300 $\mu\text{S}/\text{cm}$, de dimensions alignées sur celles de la cellule de mesure (6.1.4).

6.1.6 Appareil de mesure et d'enregistrement, se composant d'un amplificateur et d'un enregistreur du signal de mesure de chaque électrode (6.1.5).

NOTE Une unité centrale commandée par ordinateur est utilisée avec Rancimat et OSI (Omnion).

6.1.7 Thermomètre à contact étalonné et certifié, gradué tous les 0,1 °C, ou **sonde Pt 100 (thermosonde à résistance de platine)**, pour le mesurage de la température du bloc, munis de fixations pour assurer la connexion relais de contrôle et d'un élément chauffant réglable; échelle de température de 0 °C à 150 °C.

6.1.8 Bloc chauffant, en aluminium moulé, réglable jusqu'à une température de 150 °C \pm 0,1 °C.

Le bloc doit être percé de trous (en général huit) pour les flacons d'oxydation à l'air (6.1.3) et d'une ouverture pour le thermomètre à contact (6.1.7).

Il est également possible d'utiliser un **bain chauffant** rempli d'huile adapté à des températures allant jusqu'à 150 °C et réglable à 0,1 °C près.

6.2 Thermomètre étalonné et certifié ou **sonde Pt 100**, avec une échelle de température jusqu'à 150 °C et gradués tous les 0,1 °C.

6.3 Pipettes de mesure, d'une capacité de 50 ml et 5 ml.

6.4 Étuve, réglable à une température de 150 °C \pm 3 °C.

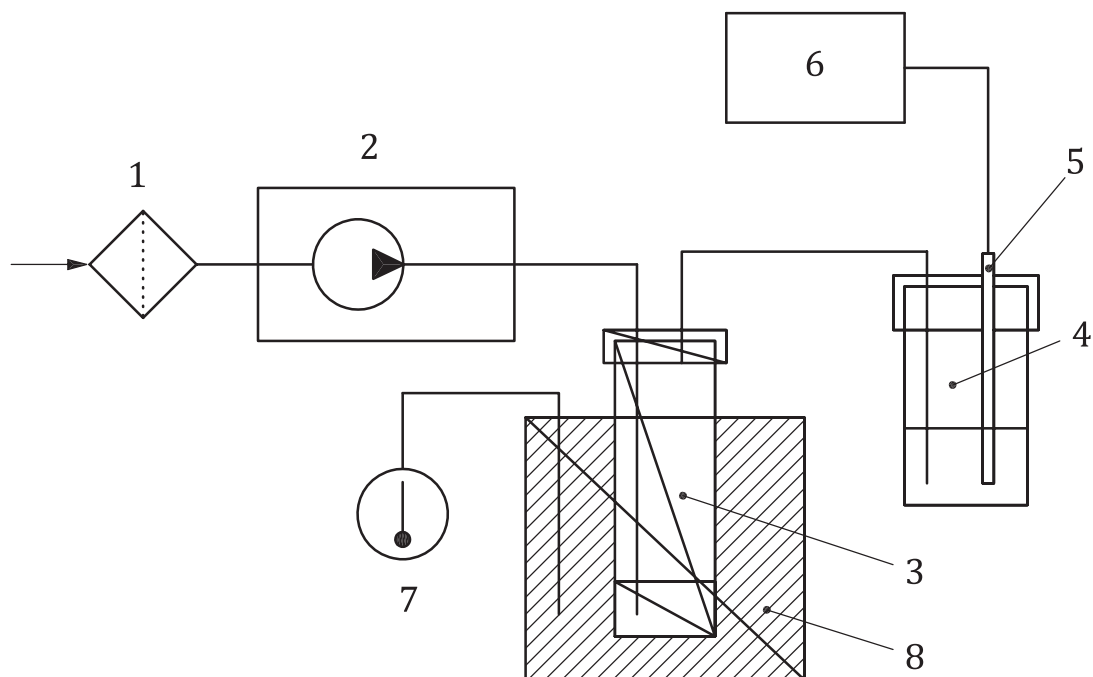
6.5 Tubes de raccordement, souples, en matériau inerte [polytétrafluoroéthylène (PTFE) ou silicone].

7 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 spécifiée dans la présente Norme internationale. Il est recommandé de suivre la méthode d'échantillonnage indiquée dans l'ISO 5555^[1].

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

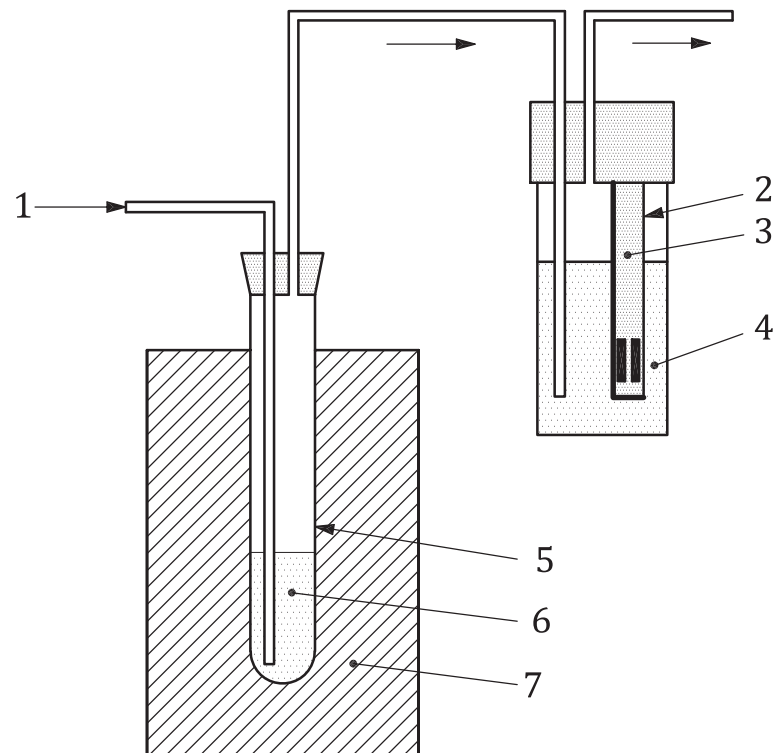


Légende

- 1 filtre à air ([6.1.1](#))
- 2 pompe à membrane pour gaz avec régulation du débit ([6.1.2](#))
- 3 flacon d'oxydation à l'air ([6.1.3](#))
- 4 cellule de mesure ([6.1.4](#))
- 5 électrode ([6.1.5](#))
- 6 appareil de mesure et d'enregistrement ([6.1.6](#))
- 7 thyristor et thermomètre à contact ([6.1.7](#))
- 8 bloc chauffant ([6.1.8](#))

ISO 6886:2016
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/71ddb6d8-3fd0-4fd0-ae61-c5ccab5d4023/iso-6886-2016>

Figure 1 — Représentation schématique de l'appareillage



Légende

- | | | | |
|---|--------------------|---|----------------------------|
| 1 | air | 5 | flacon d'oxydation à l'air |
| 2 | cellule de mesure | 6 | échantillon |
| 3 | électrode | 7 | bloc chauffant |
| 4 | solution de mesure | | |

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

8 Préparation de l'échantillon pour essai et de l'appareillage

8.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Préparer l'échantillon pour essai conformément à l'ISO 661.

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

Les échantillons semi-solides et solides sont portés à une température légèrement supérieure à leur point de fusion et soigneusement homogénéisés. Il convient d'éviter toute surchauffe. La pipette doit être à la même température que l'échantillon.

8.2 Préparation de l'appareillage

8.2.1 Opération de nettoyage

Laver au moins trois fois les flacons d'oxydation à l'air, les cellules de mesure et leurs tubes d'arrivée et de sortie avec de l'acétone de façon à éliminer autant que possible les résidus organiques. Rincer à l'eau du robinet.

La propreté des flacons d'oxydation à l'air est primordiale pour obtenir des périodes d'induction correctes. Il faut éliminer toutes les traces d'huiles oxydées provenant de cycles précédents.

Remplir entièrement les flacons de la solution aqueuse alcaline de nettoyage de la verrerie de laboratoire et placer les tubes d'arrivée. Conserver les flacons pendant au moins 2 h à 70 °C.

Rincer soigneusement les flacons purifiés ainsi que leurs tubes d'arrivée et de sortie à l'eau du robinet et enfin à l'eau déminéralisée ou distillée. Les sécher dans une étuve (6.4) pendant au moins 1 h à 110 °C.

NOTE En cas d'utilisation de flacons d'oxydation à l'air jetables, l'opération de nettoyage décrite ci-dessus n'est pas nécessaire.

8.2.2 Détermination de la correction de température

La différence entre la température effective de l'échantillon et la température du bloc chauffant est appelée correction de température, ΔT . Un capteur de température extérieur étalonné doit être utilisé pour déterminer ΔT .

Pour le Rancimat, il est possible de se procurer le matériel d'étalonnage en température chez Metrohm. Mais, en tout état de cause, un thermomètre de précision doit être utilisé pour la correction de température.

La température correcte dans les flacons d'oxydation à l'air est extrêmement importante pour obtenir des résultats répétables et reproductibles. Du fait des bulles d'air froid qui traversent l'échantillon, il est nécessaire de fixer une température légèrement supérieure pour le bloc chauffant. En général, le réglage de la température doit être de 1 °C à 2 °C supérieur pour le bloc chauffant, afin d'obtenir la température voulue de 100 °C, 110 °C ou 120 °C dans l'huile.

Le bloc chauffant doit être mis en route et la température cible doit être atteinte avant de démarrer la détermination de ΔT .

Remplir un flacon réacteur de 5 g d'une huile thermiquement stable. Insérer le capteur de température dans le flacon réacteur à travers le bouchon. Utiliser des colliers d'écartement pour maintenir le capteur à l'écart de l'arrivée d'air.

ATTENTION — Le capteur doit être complètement immergé dans l'échantillon d'huile et ne doit pas toucher le fond du réacteur.

Insérer la totalité du flacon réacteur dans le bloc chauffant et le raccorder à l'arrivée d'air.

Si la valeur de la température mesurée est constante, calculer la correction de température, ΔT :

$$\Delta T = T_{\text{bloc}} - T_{\text{capteur}} \quad (1)$$

où

T_{bloc} est la température du bloc chauffant;

T_{capteur} est la température mesurée dans le flacon réacteur.

La température corrigée du bloc, T'_{bloc} , est alors donnée par l'équation:

$$T'_{\text{bloc}} = T_{\text{cible}} + \Delta T \quad (2)$$

où T_{cible} est la température cible.

À l'issue de cette correction de température, il convient que la température dans le flacon réacteur soit égale à la température cible.