

DIN EN ISO 6886



ICS 67.200.10

Einsprüche bis 2016-01-06
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 6886:2009-03

Entwurf

**Tierische und pflanzliche Fette und Öle –
Bestimmung der Oxidationsstabilität (beschleunigter Oxidationstest)
(ISO/FDIS 6886:2015);
Deutsche und Englische Fassung FprEN ISO 6886:2015**

Animal and vegetable fats and oils –

Determination of oxidative stability (accelerated oxidation test) (ISO/FDIS 6886:2015);
German and English version FprEN ISO 6886:2015

Corps gras d'origines animale et végétale –

Détermination de la stabilité à l'oxydation (essai d'oxydation accéléré) (ISO/FDIS 6886:2015);
Version allemande et anglaise FprEN ISO 6886:2015

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2015-11-06 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und
Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes
besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nal@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL), 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten
Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 37 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (FprEN ISO 6886:2015) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34 „Food products“ (Sekretariat: AFNOR, Frankreich) in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 307 „Ölsamen, tierische und pflanzliche Fette und Öle und deren Nebenprodukte — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR (Frankreich) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-05-05 AA „Gemeinschaftsausschuss für die Analytik von Fetten, Ölen, Fettprodukten, verwandten Stoffen und Rohstoffen“ (GA Fett) der Deutschen Gesellschaft für Fettwissenschaft (DGF) und des DIN-Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL).

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 661	siehe	DIN EN ISO 661
ISO 5555	siehe	DIN EN ISO 5555
ISO 5725-2	siehe	DIN ISO 5725-2

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung der FprEN ISO 6886 beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 6886:2009-03 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Milch und Milcherzeugnisse (oder Fett aus Milch und Milcherzeugnissen) wurden vom Anwendungsbereich dieser Norm ausgenommen;
- b) Norm redaktionell überarbeitet und den derzeit gültigen Gestaltungsregeln angepasst.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 661, *Tierische und pflanzliche Fette und Öle — Vorbereitung der Untersuchungsprobe*

DIN EN ISO 5555, *Tierische und pflanzliche Fette und Öle — Probenahme*

DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Meßverfahren und Meßergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

— Leerseite —

Tierische und pflanzliche Fette und Öle — Bestimmung der Oxidationsstabilität (beschleunigter Oxidationstest) (ISO/FDIS 6886:2015)

Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de la stabilité à l'oxydation (essai d'oxydation accéléré) (ISO/FDIS 6886:2015)

Animal and vegetable fats and oils — Determination of oxidative stability (accelerated oxidation test) (ISO/FDIS 6886:2015)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: parallele formelle Abstimmung vorgelegt
Dokumentsprache: D

STD Version 2.7g

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	5
5 Reagenzien und Materialien	6
6 Geräte	6
7 Probenahme	7
8 Vorbereitung der Untersuchungsprobe und des Prüfgerätes	9
8.1 Vorbereitung der Untersuchungsprobe	9
8.2 Vorbereitung des Prüfgerätes	10
8.2.1 Reinigungsverfahren	10
8.2.2 Bestimmung der Temperaturkorrektur	10
9 Durchführung	11
10 Berechnungen	12
10.1 Manuelle Berechnung	12
10.2 Automatische Berechnung	12
11 Präzision	12
11.1 Ergebnisse des Ringversuchs	12
11.2 Wiederholpräzision	13
11.3 Vergleichpräzision	13
12 Untersuchungsbericht	13
Anhang A (informativ) Zusammenfassung des Verfahrens und Beispiele für Leitfähigkeitskurven und die Bestimmung der Induktionsperiode	14
Anhang B (informativ) Ringversuchsergebnisse	16
Literaturhinweise	18

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (FprEN ISO 6886:2015) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34 „Lebensmittelerzeugnisse“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 307 „Ölsamen, tierische und pflanzliche Fette und Öle und deren Nebenprodukte — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom AFNOR gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen formellen Abstimmung vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 6886:2008 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/FDIS 6886:2015 wurde vom CEN als FprEN ISO 6886:2015 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung von Nationalen Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird normalerweise von ISO Technischen Komitees durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale Organisationen, staatlich und nicht-staatlich, in Liaison mit ISO, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Im Besonderen sollten die für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten notwendigen Annahmekriterien beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der empfangenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname wird als Information zum Nutzen der Anwender angegeben und stellt keine Anerkennung dar.

Eine Erläuterung der Bedeutung ISO-spezifischer Benennungen und Ausdrücke, die sich auf Konformitätsbewertung beziehen, sowie Informationen über die Beachtung der WTO-Grundsätze zu technischen Handelshemmnissen (TBT, en: Technical Barriers to Trade) durch ISO enthält der folgende Link: Foreword - Supplementary information.

Das für dieses Dokument verantwortliche Komitee ist ISO/TC 34, *Food products*, Unterkomitee SC 11, *Animal and vegetable fats and oils*.

Diese dritte Ausgabe ersetzt die zweite Ausgabe (ISO 6886:2006), die geringfügig geändert wurde.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung der Oxidationsstabilität von Fetten und Ölen unter extremen Bedingungen fest, die eine schnelle Oxidation bewirken: hohe Temperatur und starker Luftstrom. Das Verfahren ermöglicht nicht die Bestimmung der Stabilität von Fetten und Ölen bei Umgebungstemperaturen, es lässt jedoch einen Vergleich der Wirksamkeit von den Fetten und Ölen zugesetzten Antioxidantien zu.

Das Verfahren ist sowohl auf native als auch auf raffinierte tierische und pflanzliche Fette und Öle anwendbar. Milch und Milcherzeugnisse (oder Fett aus Milch und Milcherzeugnissen) sind vom Anwendungsbereich dieser Internationalen Norm ausgenommen.

ANMERKUNG Das Vorliegen von flüchtigen Fettsäuren und flüchtigen sauren Oxidationsprodukten verhindert eine genaue Messung.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 661, *Animal and vegetable fats and oils — Preparation of test sample*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Induktionsperiode

Zeitraum zwischen dem Beginn der Messung und dem Zeitpunkt, an dem die Bildung von Oxidationsprodukten schnell zuzunehmen beginnt

3.2

Oxidationsstabilität

Induktionsperiode, bestimmt nach dem in dieser Internationalen Norm festgelegten Verfahren, angegeben in Stunden

Anmerkung 1 zum Begriff: Zur Bestimmung der Oxidationsstabilität wird üblicherweise eine Temperatur von 100 °C bis 120 °C angewendet. In Abhängigkeit von der Oxidationsstabilität der zu untersuchenden Probe oder wenn eine Extrapolation der Regressionsgeraden erforderlich ist, darf die Bestimmung bei anderen Temperaturen durchgeführt werden. Die optimale Induktionsperiode beträgt zwischen 6 h und 24 h. Ein Temperaturanstieg oder ein Temperaturabfall von 10 °C verringert bzw. erhöht die Induktionsperiode etwa um den Faktor 2.

3.3

Leitfähigkeit

Fähigkeit eines Materials, elektrischen Strom zu leiten

4 Kurzbeschreibung

Durch die auf eine festgelegte Temperatur gebrachte Probe wird ein gereinigter Luftstrom geleitet. Die während des Oxidationsprozesses freigesetzten Gase werden zusammen mit der Luft in einen Kolben mit vollentsalztem oder destilliertem Wasser überführt, der eine Elektrode zur Messung der Leitfähigkeit enthält. Die Elektrode ist mit einer Mess- und Aufzeichnungsvorrichtung verbunden. Das Ende der

Induktionsperiode wird angezeigt, wenn die Leitfähigkeit schnell anzusteigen beginnt. Dieser beschleunigte Anstieg wird durch die Anreicherung flüchtiger Fettsäuren verursacht, die während des Oxidationsprozesses erzeugt werden.

5 Reagenzien und Materialien

Es sind nur Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit und destilliertes oder vollentsalztes Wasser zu verwenden.

5.1 Molekularsieb, Perlen mit einem Durchmesser von etwa 1 mm, Porenweite 0,3 nm, mit Feuchteindikator.

Das Molekularsieb sollte in einem auf 150 °C eingestellten Trockenschrank getrocknet und in einem Exsikkator auf Raumtemperatur abgekühlt werden.

5.2 Aceton.

5.3 Alkalische Reinigungslösung, für Laborglasgeräte.

5.4 Glycerin.

5.5 Thermostabiles Öl.

6 Geräte

Übliche Laborgeräte und im Besonderen die folgenden.

6.1 Gerät zur Bestimmung der Oxidationsstabilität

Zur schematischen Darstellung siehe Bilder 1 und 2.

ANMERKUNG Ein Gerät zur Bestimmung der Oxidationsstabilität ist im Handel unter der Produktbezeichnung Rancimat von der Firma Metrohm AG, Herisau, Schweiz oder als OSI-Gerät von der Firma Omnion Inc., USA erhältlich.¹⁾

6.1.1 Luftfilter, bestehend aus einem Rohr mit Filterpapier an den Enden und gefüllt mit einem Molekularsieb (5.1), verbunden mit dem Ansaugstutzen einer Pumpe.

6.1.2 Gasmembranpumpe, mit einer einstellbaren Durchflussmenge von 10 l/h in Verbindung mit einer Einrichtung zur manuellen oder automatischen Regelung der Durchflussmenge mit einer maximalen Abweichung von $\pm 1,0$ l/h vom eingestellten Wert.

ANMERKUNG Bei dem OSI-Gerät entspricht ein Druck von 5,5 psi etwa einem Durchsatz von 10 l/h.

6.1.3 Belüftungsgefäße aus Borosilikatglas (üblicherweise acht) mit einer Dichtkappe.

Die Dichtkappe muss mit einem Gaseinleitungs- und Gasableitungsröhrchen ausgestattet sein. Der zylinderförmige Teil des Gefäßes muss sich vorzugsweise einige Zentimeter unterhalb des oberen Endes verjüngen, um entstehenden Schaum zu brechen. Zu diesem Zweck darf auch eine künstliche Schaumsperr (z. B. ein Glasring) verwendet werden.

¹⁾ Rancimat (www.metrohm.com) und OSI (Omnion) (<http://world.std.com/~omnion/>) sind Beispiele für geeignete handelsübliche Produkte. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieser Internationalen Norm und bedeutet keine Anerkennung der genannten Produkte durch ISO.

6.1.4 Geschlossene Messzellen (üblicherweise acht), mit einem Fassungsvermögen von etwa 150 ml und mit einem Gaseinleitungsrohr, das bis zum Boden des Gefäßes reicht.

Die Zelle muss am oberen Ende mit Lüftungsöffnungen versehen sein.

6.1.5 Elektroden (üblicherweise acht), zur Messung der Leitfähigkeit mit einem Messbereich von 0 $\mu\text{S}/\text{cm}$ bis 300 $\mu\text{S}/\text{cm}$, passend zu den Maßen der Messzelle (6.1.4).

6.1.6 Mess- und Aufzeichnungsvorrichtung, bestehend aus einem Verstärker und einem Aufzeichnungsgerät zur Aufzeichnung des Messsignals jeder Elektrode (6.1.5).

ANMERKUNG Bei Rancimat und OSI (Omnion) wird eine rechnergesteuerte zentrale Verarbeitungseinheit eingesetzt.

6.1.7 Zertifiziertes und kalibriertes Kontaktthermometer, mit einer Skaleneinteilung von 0,1 °C oder ein **Pt-100-Element (Platin-Widerstandsthermometer)** zur Messung der Blocktemperatur mit Anschlüssen für ein Steuerrelais und ein regelbares Heizelement; Temperaturbereich von 0 °C bis 150 °C.

6.1.8 Heizblock aus Aluminiumguss, regelbar bis zu einer Temperatur von $(150 \pm 0,1)$ °C.

Der Block muss über Aufnahmeöffnungen (üblicherweise acht) für die Belüftungsgefäße (6.1.3) und eine Öffnung für das Kontaktthermometer (6.1.7) verfügen.

Alternativ darf ein **Heizbad** verwendet werden, mit einem für Temperaturen von bis zu 150 °C geeigneten Öl und auf $\pm 0,1$ °C regelbar.

6.2 Zertifiziertes und kalibriertes Thermometer oder **Pt-100-Element** mit einem Temperaturbereich bis 150 °C und einer Skaleneinteilung von 0,1 °C.

6.3 Messpipetten, mit einem Fassungsvermögen von 50 ml und 5 ml.

6.4 Trockenschrank, bei dem eine Temperatur von (150 ± 3) °C aufrechterhalten werden kann.

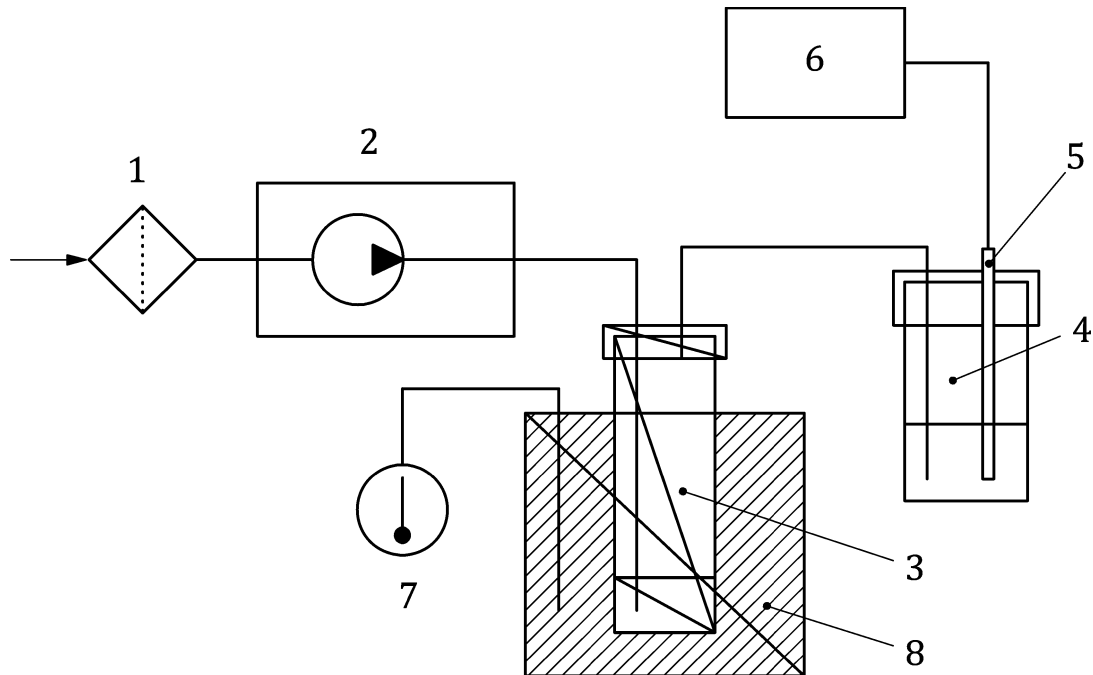
6.5 Verbindungsschläuche, flexibel und aus inertem Material [Polytetrafluorethylen (PTFE) oder Silikon] hergestellt.

7 Probenahme

Das Laboratorium sollte eine repräsentative Probe erhalten. Diese sollte während des Transports oder der Lagerung nicht beschädigt oder verändert worden sein.

Die Probenahme ist nicht Bestandteil des in dieser Internationalen Norm festgelegten Verfahrens. Ein empfohlenes Probenahmeverfahren ist in ISO 5555 [1] angegeben.

Die Probe ist im Dunkeln bei etwa 4 °C aufzubewahren.



Legende

- 1 Luftfilter (6.1.1)
- 2 Gasmembranpumpe mit Durchflussmengenregelung (6.1.2)
- 3 Belüftungsgefäß (6.1.3)
- 4 Messzelle (6.1.4)
- 5 Elektrode (6.1.5)
- 6 Mess- und Aufzeichnungsvorrichtung (6.1.6)
- 7 Thyristor und Kontaktthermometer (6.1.7)
- 8 Heizblock (6.1.8)

Bild 1 — Schematische Darstellung des Prüfgerätes