



Application Note AN-T-112

Säurezahl und freie Fettsäuren in Speiseölen

Vollautomatische Bestimmung nach aktueller EN ISO, Ph. EUR- und USP-Standards

Die Säurezahl (oder der Säurewert) ist zusammen mit der freien Fettsäure ein wichtiger Parameter für die Charakterisierung und Qualitätsbewertung von Speisefetten und -ölen. Diese Parameter werden auch zur Überwachung des Produktionsprozesses von Fetten und Ölen verwendet.

Definitionsgemäß bezieht sich die Säurezahl in Ölen und Fetten auf die Masse an Kaliumhydroxid (KOH) oder Natriumhydroxid (NaOH) in Milligramm, die erforderlich ist, um ein Gramm einer Probe zu

neutralisieren. Zu den bekanntesten Analysemethoden gehören die Bestimmung der Säurezahl und der freien Fettsäuren durch Titration. Diese Application Note beschreibt sowohl die Titration der Säurezahl als auch die der freien Fettsäuren in verschiedenen Speiseölen. Die Methode basiert auf den Normen EN ISO 660, USP<401>, und Ph.Eur. 2.5.1.

Weitere Informationen finden Sie in diesem Video:

EINFÜHRUNG

Freie Fettsäuren (FFAs) sind triglyceridfrei (d.h. unverestert). Sie kommen nur in sehr geringen Mengen in nativen Pflanzenölen vor. Je raffinierter oder verarbeiteter das Öl ist, desto höher ist der Gehalt an freien Fettsäuren. Die Säurezahl und die freie Fettsäurezahl dürfen in Speiseölen nur bis zu einem bestimmten Grad vorhanden sein; daher werden beide Werte zur Qualitätsklassifizierung herangezogen. Im Allgemeinen nimmt die Säurezahl mit dem Alter eines Öls zu, da langkettige Triglyceride im Laufe der Zeit in kurzkettige Fettsäuren und Glycerin zerfallen.

Kurz gesagt, FFAs werden durch die Hydrolyse langkettiger Triglyceride und anschließende Oxidation unter Bildung kürzerer Fettsäureketten verursacht. Je

höher die Säurezahl und der FFA-Gehalt, desto geringer ist die Qualität und die Stabilität des Öls gegenüber Oxidation.

Die FFA-Analyse wird zur Reinheitsprüfung verwendet. In bestimmten Fällen erlaubt sie Rückschlüsse auf die Vorbehandlung oder laufende Abbaureaktionen - insbesondere für gesättigte Fettsäuren und ungesättigte Fettsäuren in Fett- oder Ölproben.

Mit der Titrierungsmethode zur Ermittlung der Säurezahl bzw. der freien Fettsäure mittels potentiometrischer Indikation lassen sich sehr genaue Ergebnisse für eine breite Palette von Speiseölen, tierischen Fetten oder Wachsen bis hin zu stark verseiften Produkten erzielen.

PROBE UND PROBENVORBEREITUNG

Die Analyse wird an Rapsöl, Palmöl, Sonnenblumenöl und Olivenöl demonstriert. Eine Probenvorbereitung

ist nicht erforderlich.

DURCHFÜHRUNG

Diese Analyse wird mit einem automatischen System durchgeführt, das aus einem OMNIS Advanced Titrator und einem OMNIS Sample Robot S mit Dis-Cover (abnehmbare Probenabdeckung) besteht, der mit einer dSolvotrode ausgestattet ist (**Abbildung 1**). Einer angemessenen Menge der Probe wird automatisch ein Lösungsmittelgemisch aus Ethanol und Diethylether zugesetzt, und die Lösung wird eine Minute lang gerührt, um die Probe zu lösen. Anschließend wird die Probe mit standardisiertem ethanolischem Kaliumhydroxid (KOH) titriert, bis der Äquivalenzpunkt erreicht ist.



Abbildung 1. OMNIS Sample Robot S mit Dis-Cover-Funktionalität, Dosiermodul und OMNIS Advanced Titrator mit dSolvotrode für die Bestimmung der Säurezahl und der freien Fettsäuren.

ERGEBNISSE

Diese Methode zeigt akzeptable Ergebnisse und gut definierte Titrationskurven für die Säurezahl und die freien Fettsäuren, die in **Tabelle 1** und **Abbildung 2** dargestellt sind. Die SD(rel) ist offensichtlich hoch mit max. 5,3 %, dies entspricht jedoch einer SD(abs) von ca. 8,5 µg KOH/g Sonnenblumenöl bzw. 4,4 µg KOH/g Rapsöl.



Abbildung 2. Titrationskurve zur Bestimmung der Säurezahl von Palmöl.

Tabelle 1. Ergebnisse für Säurewert (AV) und freie Fettsäuren (FFA), ausgedrückt als Ölsäure (Rapsöl, Olivenöl, Sonnenblumenöl) oder Palmitinsäure (Palmöl) für verschiedene Speiseöle.

Stichprobe (n = 5)	Säurezahl in mg KOH/g	Freie Fettsäuren in %	SD(rel) in %
Rapsöl	0,11	0,05	4,0
Olivenöl	0,41	0,21	2,0
Palmöl	11,6	5,3	0,2
Sonnenblumenöl	0,16	0,08	5,3

FAZIT

Die Titration von Säuren und freien Fettsäuren mit NaOH oder KOH ist eine präzise und zuverlässige Methode zur Bestimmung dieser Werte in verschiedenen Speiseölen gemäß mehreren internationalen Normen.

Der Einsatz eines OMNIS Probenroboters mit Discover-Funktionalität ermöglicht die vollautomatische Bestimmung von bis zu vier Proben parallel, wodurch

wertvolle Zeit des Bedieners eingespart und somit die Produktivität im Labor erhöht wird. Das OMNIS-System bietet die Möglichkeit, das System an Ihre Bedürfnisse anzupassen und es für andere erforderliche Titrationsanwendungen bei Speiseölen, wie z. B. die Peroxidzahl oder die Jodzahl, zu erweitern.

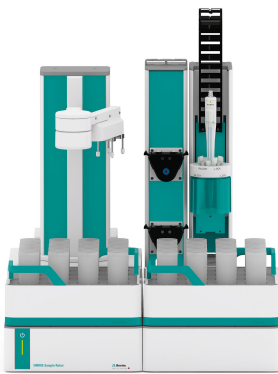
Interne Referenz: AW TI CH1-1278-062019

CONTACT

Metrohm Inula
Shuttleworthstraße 25
1210 Wien

office@metrohm.at

KONFIGURATION



OMNIS Sample Robot S Pick and Place

OMNIS Sample Robot S mit einem Pumpenmodul "Peristaltik" (2-Kanal) und einem Pick&Place-Modul sowie umfangreichem Zubehör für den direkten Einstieg in die voll automatisierte Titration. Das System bietet in zwei Probenracks Platz für 32 Probenbecher à 120 mL. Dieses modulare System wird komplett montiert geliefert und kann somit in kürzester Zeit in Betrieb genommen werden.

Auf Wunsch kann das System mit noch zwei Peristaltikpumpen sowie einem weiteren Pick&Place-Modul ausgebaut werden und somit den Durchsatz verdoppeln. Sollten weitere Arbeitsstationen benötigt werden kann bereits dieser Sample Robot bis zu einem OMNIS Sample Robot der Größe L ausgebaut werden, so dass Proben von sieben Racks an bis zu vier Pick&Place-Modulen parallel bearbeitet werden können und den Probendurchsatz vervierfachen.



OMNIS Dosing Module ohne Rührer

Dosiermodul zum Anschluss an einen OMNIS Titrator zur Erweiterung um eine zusätzliche Bürette für Titration/Dosierung. Erweiterbar mit einem Magnet- oder Stabrührer zur Verwendung als separater Titrierstand. Frei wählbare Zylindereinheit mit 5, 10, 20 oder 50 mL.



OMNIS Advanced Titrator ohne Rührer

Innovativer, modularer potentiometrischer OMNIS Titrator für die Endpunkt- und Äquivalenzpunkttitration (monoton/dynamisch). Dank 3S-Liquid-Adapter-Technologie ist der Umgang mit Chemikalien so sicher wie nie. Der Titrator kann mit Messmodulen und Zylindereinheiten frei konfiguriert werden und bei Bedarf um einen Rührer erweitert werden. Bei Bedarf kann der OMNIS Advanced Titrator über eine entsprechende Software-Funktionslizenz für parallele Titration aufgerüstet werden.

- Ansteuerung via PC oder lokales Netzwerk
- Anschlussmöglichkeit für bis zu vier weitere Titrier- oder Dosiermodule für weitere Applikationen oder Hilfslösungen
- Erweiterbar mit Magnet- und/oder Stabrührer
- Verschiedene Zylindergrößen verfügbar: 5, 10, 20 oder 50 mL
- Liquid Adapter mit 3S-Technologie: Sicherer Umgang mit Chemikalien, automatischer Transfer der originalen Reagenzdaten des Herstellers

Messmodi und Software-Optionen:

- Endpunkttitration: Funktionslizenz „Basic“
- Endpunkt- und Äquivalenzpunkttitration (monoton/dynamisch): Funktionslizenz „Advanced“
- Endpunkt- und Äquivalenzpunkttitration (monoton/dynamisch) mit paralleler Titration: Funktionslizenz „Professional“



dSolvotrode

Digitale, kombinierte pH-Elektrode für OMNIS für alle nichtwässrigen Säure/Base-Titrationsen. Die Glasmembran ist für schlecht leitende Lösungen optimiert, und dank des flexiblen Schliffdiaphragmas eignet sich diese Elektrode auch für schmutzige Proben.

Die Elektrode kann mit nichtwässrigen Referenzelektrolyten (Lithiumchlorid oder Tetraethylammoniumbromid) verwendet werden.

Aufbewahrung im entsprechenden Referenzelektrolyt.

dTrodes können an OMNIS Titratoren verwendet werden.