



Application Note AN-T-112

Indice d'acidité et acides gras libres dans les huiles alimentaires

Détermination entièrement automatisée conformément aux normes EN ISO, Ph. Eur et USP en vigueur

L'indice d'acide (ou indice d'acidité), ainsi que l'indice d'acide gras libre, sont des paramètres importants utilisés pour la caractérisation et l'évaluation de la qualité des graisses et des huiles comestibles. Ces paramètres sont également utilisés pour contrôler le processus de production des graisses et des huiles.

Par définition, l'indice d'acidité des huiles et des graisses correspond au poids en milligrammes de la quantité d'hydroxyde de potassium (KOH) ou d'hydroxyde de sodium (NaOH) nécessaire pour

neutraliser un gramme de cet échantillon. L'indice d'acidité et la détermination des acides gras libres par titrage sont parmi les méthodes d'analyse les plus connues.

Cette note d'application décrit à la fois le titrage de l'indice d'acidité et le titrage des acides gras libres dans différentes huiles alimentaires. La méthode est basée sur les normes EN ISO 660, USP<401>, et Ph.Eur. 2.5.1.

Plus d'informations dans la vidéo :

INTRODUCTION

Les acides gras libres (AGL) sont des acides gras sans triglycérides. Ils ne se trouvent qu'en très petites quantités dans les huiles végétales vierges (natives). Plus l'huile est raffinée ou transformée, plus la teneur en acides gras libres est élevée. L'indice d'acidité et l'indice d'acide gras libre ne peuvent être présents que jusqu'à un certain niveau dans les huiles comestibles ; par conséquent, les deux valeurs sont utilisées à des fins de classification de la qualité. En général, l'indice d'acidité augmente avec l'âge de l'huile, car les triglycérides se décomposent en acides gras plus petits et en glycérol sous l'effet du temps. En bref, les AGL sont le résultat de l'hydrolyse des huiles à longue chaîne en chaînes d'acides gras plus courtes. Plus l'indice d'acidité et la teneur en AGL sont

élevés, plus la qualité et la stabilité de l'huile contre l'oxydation sont faibles.

L'analyse des AGL est utilisée pour tester la pureté. Dans certains cas, elle permet de tirer des conclusions sur les réactions de prétraitement ou de décomposition en cours, notamment pour les acides gras saturés et les acides gras insaturés dans les échantillons de graisse ou d'huile.

La méthode de titrage de l'indice d'acidité ou la méthode de titrage des acides gras libres par indication potentiométrique permet d'obtenir des résultats très précis pour une large gamme d'huiles alimentaires, de graisses animales ou de cires, jusqu'aux produits à forte saponification.

ÉCHANTILLON ET PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON

L'analyse est démontrée sur l'huile de canola (huile de colza), l'huile de palme, l'huile de tournesol et l'huile

d'olive. Aucune préparation d'échantillon n'est nécessaire.

EXPÉRIMENTAL

Cette analyse est effectuée sur un système automatisé composé d'un titrateur avancé OMNIS et d'un Sample Robot S avec Dis-Cover équipé d'une dSolvotrode. (Figure 1).

Un mélange de solvants composé d'éthanol et d'éther diéthylique est automatiquement ajouté à une quantité raisonnable d'échantillon et la solution est agitée pendant une minute pour dissoudre l'échantillon. Ensuite, l'échantillon est titré avec de l'hydroxyde de potassium éthanolique normalisé (KOH) jusqu'à ce que le point d'équivalence soit atteint.



Figure 1. OMNIS Sample Robot S avec fonction Dis-Cover, module de dosage, et OMNIS Advanced Titrator équipé d'une dSolvotrode pour la détermination de l'indice d'acidité et des acides gras libres.

RÉSULTATS

Cette méthode donne des résultats acceptables et des courbes de titrage bien définies pour l'indice d'acidité et les acides gras libres présentés dans le **tableau 1** et la **figure 2**. Le SD(rel) est apparemment élevé avec des valeurs max. 5,3 %, mais cela correspond à une SD(abs) d'environ 8,5 µg KOH/g d'huile de tournesol ou 4,4 µg KOH/g d'huile de colza, respectivement.



Figure 2. Courbe de titrage de la détermination de l'indice d'acidité de l'huile de palme.

Tableau 1. Résultats de l'indice d'acidité (AA) et des acides gras libres (AGL) exprimés en acide oléique (huile de canola, huile d'olive, huile de tournesol) ou en acide palmitique (huile de palme) pour différentes huiles comestibles.

Échantillon (n = 5)	Indice d'acidité en mg KOH/g	Acides gras libres en %	SD(rel) en %
Huile de colza	0.11	0.05	4.0
Huile d'olive	0.41	0.21	2.0
Huile de palme	11.6	5.3	0.2
Huile de tournesol	0.16	0.08	5.3

CONCLUSION

Le titrage des acides et des acides gras libres avec NaOH ou KOH est une méthode précise et fiable pour déterminer ces valeurs dans diverses huiles comestibles conformément à plusieurs normes internationales.

L'utilisation d'un robot d'échantillonnage OMNIS doté de la fonctionnalité Dis-Cover permet la détermination entièrement automatisée d'un

maximum de quatre échantillons en parallèle, libérant ainsi le temps précieux de l'opérateur et augmentant ainsi la productivité du laboratoire. Le système OMNIS offre la possibilité de personnaliser le système en fonction de vos besoins et de l'étendre à d'autres applications de titrage requises sur les huiles comestibles, telles que l'indice de peroxyde ou l'indice d'iode.

Internal reference: AW TI CH1-1278-062019

CONTACT

Metrohm Suisse SA
Industriestrasse 13
4800 Zofingen

info@metrohm.ch

CONFIGURATION



OMNIS Sample Robot S Pick and Place

OMNIS Sample Robot S avec un module de pompe « péristaltique » (2 canaux) et un module Pick&Place et de nombreux accessoires pour un accès direct au titrage entièrement automatisé. Le système offre, dans ses deux racks d'échantillons, de la place pour 32 béchers d'échantillon de 120 mL. Ce système modulaire est livré entièrement monté et peut donc être mis en service dans un temps record.

Sur demande, il est encore possible d'ajouter au système deux pompes péristaltiques et un autre module Pick&Place, ce qui permet de doubler le débit. Si d'autres stations de travail sont nécessaires, ce Sample Robot peut évoluer jusqu'à la taille L de l'OMNIS Sample Robot. Les échantillons de sept racks peuvent ainsi être traités en parallèle sur quatre modules Pick&Place maximum, ce qui multiplie par quatre le débit d'échantillons.



OMNIS Dosing Module sans agitateur

Module de dosage à connecter à un OMNIS Titrator pour ajout d'une burette supplémentaire pour titrage/dosage. Peut être utilisé avec un agitateur magnétique et/ou un agitateur à hélice pour une utilisation en tant que poste de titrage séparé. Unité de cylindre au choix de 5, 10, 20 ou 50 mL.



OMNIS Advanced Titrator sans agitateur

OMNIS Titrator, innovant, modulaire, potentiométrique pour le titrage à point final et à point d'équivalence (monotone/dynamique). Grâce à la technologie 3S de l'adaptateur Liquid Adapter, la manipulation des produits chimiques est plus sûre que jamais. Avec des modules de mesure et des unités de cylindre, le titreur peut être librement configuré et il est possible au besoin d'y ajouter un agitateur. Au besoin, l'OMNIS Advanced Titrator peut être amélioré pour le titrage en parallèle avec la licence fonctionnelle correspondante.

- Commande via un PC ou un réseau local
- Possibilité de connecter jusqu'à quatre autres modules de titrage ou de dosage pour d'autres applications ou solutions auxiliaires
- Possibilité d'y ajouter un agitateur magnétique et/ou un agitateur à tige
- Différentes tailles de cylindre disponibles : 5, 10, 20 ou 50 mL
- Liquid Adapter avec la technologie 3S : manipulation de produits chimiques plus sûre, transfert automatique des données originales des réactifs provenant des fabricants

Modes de mesure et options logicielles :

- Titrage à point final : licence fonctionnelle « Basic »
- Titrage à point final et à point d'équivalence (monotone/dynamique) : licence fonctionnelle « Advanced »
- Titrage à point final et à point d'équivalence (monotone/dynamique) avec titrage en parallèle : licence fonctionnelle « Professional »



dSolvotrode

Électrode pH combinée numérique pour OMNIS pour tous les titrages acide-base en milieu non aqueux. La membrane de verre est optimisée pour les solutions peu conductrices et, grâce au diaphragme rodé flexible, cette électrode est également adaptée à des échantillons contaminés.

Cette électrode peut être utilisée avec des électrolytes de référence non aqueux (chlorure de lithium ou bromure de tétraéthylammonium).

Conservation dans l'électrolyte de référence correspondant.

Les dTrodes peuvent être utilisées sur les OMNIS Titrator.