



Application Note AN-T-112

Acid value and free fatty acids in edible oils

Fully automated determination according to the current EN ISO, Ph. Eur, and USP standards

The acid value (or acid number), together with the free fatty acid value, are important parameters used for the characterization and quality assessment of edible fats and oils. These parameters are also used to monitor the production process of fats and oils. By definition, the acid value in oils and fats refers to the weight in milligrams of the amount of potassium hydroxide (KOH) or sodium hydroxide (NaOH)

required to neutralize one gram of this sample. Acid value and free fatty acid determination by titration are among the best-known analysis methods.

This Application Note describes both the acid value titration as well as the free fatty acid titration in different edible oils. The method is based on the standards EN ISO 660, USP<401>, and Ph.Eur. 2.5.1.

Find more information in the video:

INTRODUCTION

Free fatty acids (FFAs) are triglyceride-free fatty acids. They are only found in very small quantities in virgin (native) vegetable oils. The more refined or processed the oil is, the higher the free fatty acid content. The acid value and free fatty acid value may only be present up to a certain level in edible oils; therefore, both values are used for quality classification purposes. In general, the acid value increases with the age of an oil as triglycerides decompose into smaller fatty acids and glycerol as an effect of time.

In short, FFAs are caused by the hydrolysis of long chain oils into shorter fatty acid chains. The higher the

acid value and FFA content, the lower the quality and stability of the oil against oxidation.

FFA analysis is used for purity testing. In certain cases, it allows conclusions to be drawn about the pretreatment or ongoing decomposition reactions—in particular for saturated fatty acids and unsaturated fatty acids in fat or oil samples.

Using the acid value titration method or the free fatty acid titration method by potentiometric indication, very accurate results can be achieved for a wide range of edible oils, animal fats, or waxes, up to products with high saponification.

SAMPLE AND SAMPLE PREPARATION

The analysis is demonstrated on canola oil (rapeseed oil), palm oil, sunflower oil, and olive oil. No sample

preparation is required.

EXPERIMENTAL

This analysis is performed on an automated system consisting of an OMNIS Advanced Titrator and an OMNIS Sample Robot S with Dis-Cover equipped with a dSolvotrode (Figure 1).

To a reasonable amount of sample, a solvent mixture consisting of ethanol and diethyl ether is automatically added, and the solution is stirred for one minute to dissolve the sample. Afterwards, the sample is titrated with standardized ethanolic potassium hydroxide (KOH) until after the equivalence point is reached.

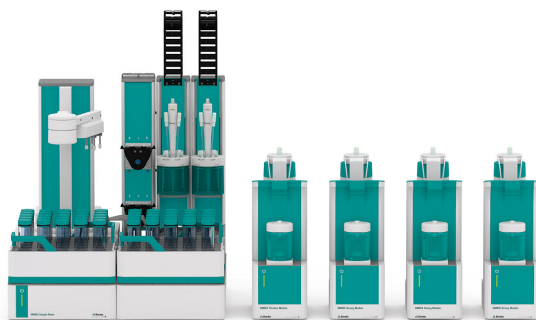


Figure 1. OMNIS Sample Robot S with Dis-Cover functionality, Dosing module, and OMNIS Advanced Titrator equipped with dSolvotrode for the determination of acid value and free fatty acids.

RESULTS

This method demonstrates acceptable results and well-defined titration curves for acid value and free fatty acids displayed in **Table 1** and **Figure 2**. The SD(rel) is apparently high with max. 5.3%, however, this corresponds to a SD(abs) of approx. 8.5 µg KOH/g sunflower oil or 4.4 µg KOH/g rapeseed oil, respectively.



Figure 2. Titration curve of the determination of the acid value of palm oil.

Table 1. Results for acid value (AV) and free fatty acids (FFA) expressed as oleic acid (canola oil, olive oil, sunflower oil) or palmitic acid (palm oil) for different edible oils.

Sample (n = 5)	Acid value in mg KOH/g	Free fatty acids in %	SD(rel) in %
Canola oil	0.11	0.05	4.0
Olive oil	0.41	0.21	2.0
Palm oil	11.6	5.3	0.2
Sunflower oil	0.16	0.08	5.3

CONCLUSION

Acid and free fatty acid titration with NaOH or KOH is a precise and reliable method to determine these values in various edible oils according to several international standards.

Using an OMNIS Sample Robot with Dis-Cover functionality allows the fully automated determination of up to four samples in parallel,

freeing up valuable time of the operator and thus increasing the productivity in the lab. The OMNIS system offers the opportunity to customize the system according to your needs and expand it for other required titration applications on edible oils, such as the peroxide value or iodine value.

Internal reference: AW TI CH1-1278-062019

CONTACT

Metrohm Italiana Srl
Via G. Di Vittorio, 5
21040 Origgio (VA)

info@metrohm.it

CONFIGURATION



OMNIS Sample Robot S Pick and Place

OMNIS Sample Robot S con un modulo pompa "peristaltico" (2 canali) e un modulo Pick&Place nonché numerosi accessori per accedere direttamente alla titolazione completamente automatizzata. Il sistema, in due rack dei campioni, offre spazio per 32 beaker per campioni da 120 mL. Questo sistema modulare viene fornito completamente montato e può pertanto essere messo in esercizio in tempi brevissimi.

Su richiesta il sistema può essere ampliato con ulteriori due pompe peristaltiche nonché con un'ulteriore modulo Pick&Place e raddoppiare così il passaggio. Se dovessero essere necessarie ulteriori stazioni di lavoro, questo Sample Robot può essere ampliato fino a un OMNIS Sample Robot della dimensione L, in modo che i campioni da sette rack su max. quattro moduli Pick&Place possano essere lavorati parallelamente quadruplicando il passaggio dei campioni.



OMNIS Dosing Module senza agitatore

Modulo di dosaggio per il collegamento a un titolatore OMNIS per l'ampliamento di un'ulteriore buretta per titolazione/dosaggio. Ampliabile con un agitatore magnetico o a elica per l'utilizzo come stand di titolazione separato. Unità cilindriche a scelta libera da 5, 10, 20 o 50 mL.



OMNIS Advanced Titrator senza agitatore

Titolatore OMNIS potenziometrico, innovativo e modulare per la titolazione a punto finale e la titolazione dinamica a punto di equivalenza (monotonica/dinamica). Grazie a Liquid-Adapter con tecnologia 3S, la gestione delle sostanze chimiche è più sicura che mai. Il titolatore è configurabile liberamente con moduli di misura e unità cilindriche e, in caso di necessità, può essere ampliato con un agitatore. All'occorrenza, è possibile dotare OMNIS Advanced Titrator della relativa licenza di funzionamento del software per la titolazione parallela.

- Comando tramite PC o rete locale
- Possibilità di collegare fino ad altri quattro moduli di dosaggio e titolazione per ulteriori applicazioni o soluzioni ausiliarie
- Ampliabile con agitatore magnetico e/o a elica
- Disponibili varie grandezze del cilindro: 5, 10, 20 o 50 mL
- Liquid Adapter con tecnologia 3S: gestione sicura delle sostanze chimiche, trasferimento automatico dei dati del reagente originale del produttore

Modalità di misura e opzioni del software:

- Titolazione a punto finale: licenza di funzionamento "Basic"
- Titolazione a punto finale e titolazione dinamica a punto di equivalenza (monotonica/dinamica): licenza di funzionamento "Advanced"
- Titolazione a punto finale e titolazione dinamica a punto di equivalenza (monotonica/dinamica) con titolazione parallela: licenza di funzionamento "Professional"



dSolvotrode

Elettrodo per pH combinato digitale per OMNIS per tutte le titolazioni acido/basiche non acquose. La membrana di vetro è ottimizzata per le soluzioni cattive conduttrici e, grazie al diaframma flessibile a smeriglio, l'elettrodo è adatto anche a campioni sporchi.

L'elettrodo può essere usato con elettroliti di riferimento non acquosi (cloruro di litio o bromuro di tetraetilammonio).

Conservazione nel relativo elettrolita di riferimento. Gli elettrodi dTrobe possono essere utilizzati con i titolatori OMNIS.