

# Bestimmung der freien Fettsäuren (FFA) in Ölen und Fetten

## Beschreibung

Freie Fettsäuren (FFA) in pflanzlichen Ölen und Fetten (z. B. Speiseölen und -fetten) beeinflussen die Qualität dieser Fette. Fette mit einem hohen Gehalt an freien Fettsäuren können einen schlechten Geruch und Geschmack haben, sie sind ranzig. Die freien Säuren entstehen bei der Alterung der Fette durch Spaltung der Fettsäureglycerinester durch Hydrolyse oder Oxidation.

Die Bestimmung der FFA in Ölen und Fetten nach DIN ISO 660 erfolgt durch potentiometrische Titration in Ethanol/Diethylether mit KOH in Isopropylalkohol.

Die Methode eignet sich für Speisefette und -öle wie Butter, Oliven-, Palm- oder Sonnenblumenöl. Die Säurezahl ist die Menge an Base, ausgedrückt in Milligramm Kaliumhydroxid, die erforderlich ist, um alle in 1 g Probe vorhandenen sauren Bestandteile zu neutralisieren. Die Berechnung von % FFA hängt von der Art der titrierten Probe und der Fettsäure ab, als die das Ergebnis berechnet werden soll. Das Ergebnis wird berechnet in mg  $(\text{KOH}) / \text{g}$  oder als %<sub>Fettsäure</sub> (meist als % Ölsäure mit  $M_{\text{Ölsäure}} = 282,47 \text{ g/mol}$ ).

## Geräte

|                |                      |
|----------------|----------------------|
| Titratoren     | TL 7000 oder höher   |
| Wechselaufsatz | WA 10                |
| Elektrode      | N 6480 eth           |
| Kabel          | L1A                  |
| Rührer         | Magnetrührer TM 235  |
| Titrierspitze  | TZ 1643              |
| Laborgeräte    | Becherglas 150 mL    |
|                | Magnetrührstab 30 mm |

## Reagenzien

|  |  |
|--|--|
| 1  | KOH 0,1 mol/L in Isopropanol (oder KOH in Methanol oder Ethanol)         |
| 2  | Ethanol, absolut (oder Isopropanol)                                      |
| 3  | Diethylether, peroxidfrei. alternativ: tert-Butylmethylether oder Toluol |
| 4  | Destilliertes Wasser   |
| 5  | Elektrolyt L 5034  |
| Alle Reagenzien sollten mindestens analysenrein sein |  |

## Durchführung der Titration

### Reagenzien

#### KOH 0.1 mol/L in Isopropanol

KOH 0,1 mol/L in Isopropanol (IPA) ist als gebrauchsfertige Lösung erhältlich. KOH in Methanol oder Ethanol kann ebenso verwendet werden.

Die Lösung muss mit einem CO<sub>2</sub>-Absorptionsmittel wie Natronkalk vor CO<sub>2</sub> geschützt werden. Die Titerbestimmung erfolgt wie in der Applikationsschrift " Titerbestimmung von KOH in Alkohol " beschrieben.

#### Lösemittelmischung

500mL Ethanol und 500mL Diethylether werden in einer Flasche gemischt.

Statt Ethanol kann auch Isopropanol verwendet werden. Statt Diethylether kann auch tert-Butylmethylether oder Toluol verwendet werden.

#### Reinigung und Aufbewahrung der Elektrode

Zur Reinigung und Konditionierung der Elektrode sind 3 Schritte erforderlich:

Zunächst wird die Elektrode mit dem Lösungsmittelgemisch gespült, um Rückstände der Probe zu entfernen.

Dann wird sie zur Konditionierung 1min. mit Wasser gespült.

Nach dem Konditionierungsschritt wird die Elektrode mit dem Lösungsmittelgemisch gespült, um das Wasser zu entfernen.

Die Elektrode wird in Elektrolyt L 5034 (1,5 mol/L LiCl in Ethanol, oder, falls ein anderer Elektrolyt verwendet wird, in dieser Elektrolytlösung) gelagert.

#### Blindwert

Für die Blindwertbestimmung werden 70mL Lösemittelgemisch in ein 150 mL Becherglas gegeben und mit 0,1 mol/L KOH in IPA auf einen EQ titriert. Der Blindwert sollte unter 0,3mL liegen.

#### Probenvorbereitung

Die Probe wird in ein 150-ml-Becherglas eingewogen und in 70 ml Lösungsmittelgemisch gelöst. Es kann notwendig sein, die Mischung zu erwärmen, um die Löslichkeit des Öls/Fetts zu erhöhen, insbesondere bei festen Fetten (z. B. Kokosfett). Nach vollständigem Auflösen wird die Probe mit 0,1 mol/L KOH titriert.

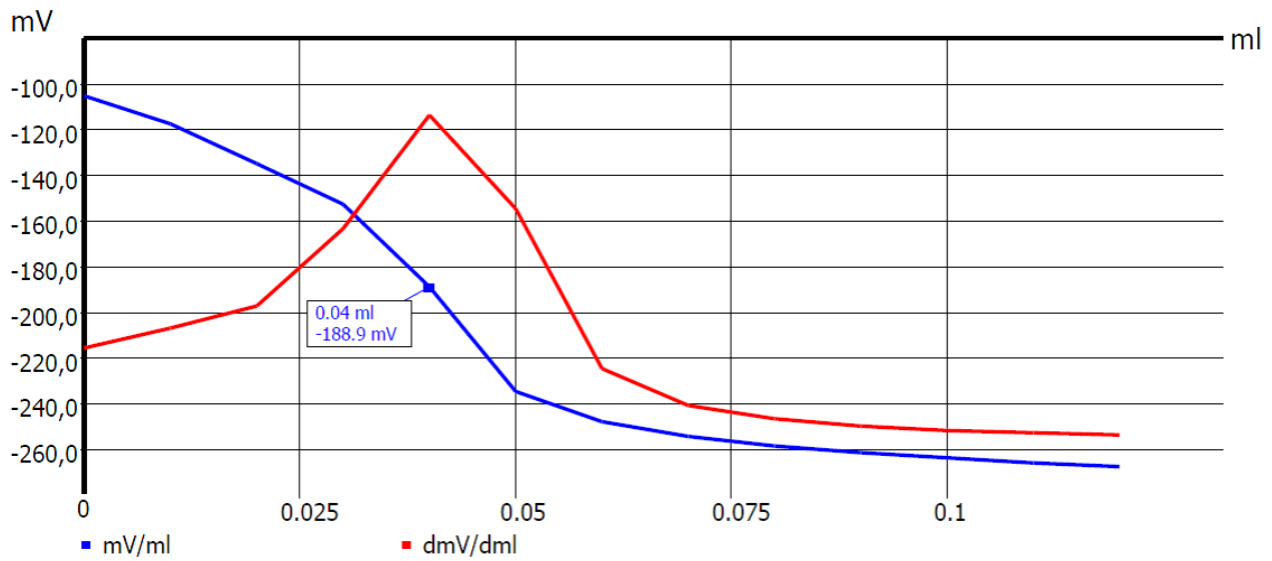
Die Einwaage sollte so gewählt werden, dass wegen der langen Titrationszeit nicht mehr als 4-5 ml KOH verbraucht werden.

Die erforderliche Probenmenge richtet sich nach der zu erwartenden Säurezahl (mg<sub>KOH</sub>/g).

| Erwarteter Säuregehalt (mg <sub>KOH</sub> /g) | Probenmenge [g] |
|---|-----------------|
| 0 - 1   | 10 - 20         |
| 1 - 4   | 2,5 - 10        |
| >15   | 0,5 – 2,5       |

## Titrationparameter

### Blindwert



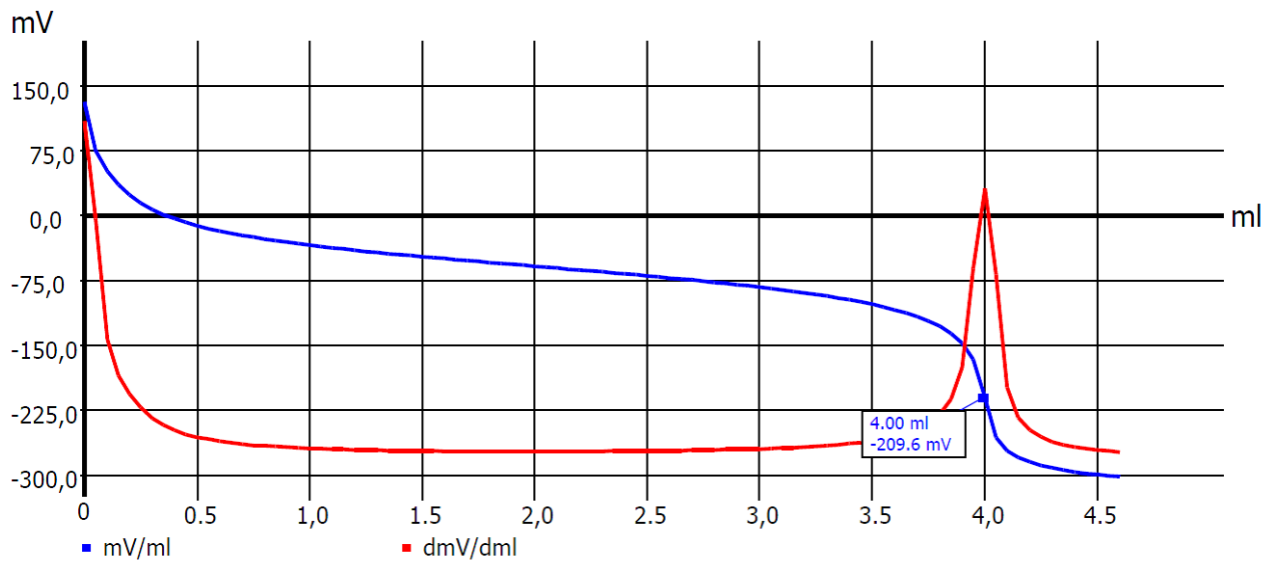
|                             |                        |                     |         |
|-----------------------------|------------------------|---------------------|---------|
| Standardmethode             | Blank TAN-TBN          |                     |         |
| Methodentyp                 | Automatische Titration |                     |         |
| Modus                       | Linear                 |                     |         |
| Messwert                    | mV                     |                     |         |
| Messgeschwindigkeit / Drift | Individuell            | Feste Wartezeit     | 12 s    |
| Startwartezeit              | 10 s                   |                     |         |
| Lineare Schrittweite        | 0,01 mL                |                     |         |
| Dämpfung                    | Stark                  | Titrationrichtung   | fallend |
| Vortitration                | Aus                    | Wartezeit           | 0 s     |
| Endwert                     | Aus                    |                     |         |
| EQ                          | An (1)                 | Steigungswert       | 60      |
| Max. Titrationsvolumen      | 0.3 mL                 |                     |         |
| Dosiergeschwindigkeit       | 100%                   | Füllgeschwindigkeit | 30 s    |

Berechnung:

$$ml = EQ1$$

Das Ergebnis wird in einem globalen Speicher, z. B. M01, gespeichert. Wir empfehlen, eine Dreifachbestimmung durchzuführen.

## Probentitration



|                             |                        |                     |           |
|-----------------------------|------------------------|---------------------|-----------|
| Standardmethode             | --                     |                     |           |
| Methodentyp                 | Automatische Titration |                     |           |
| Modus                       | Linear                 |                     |           |
| Messwert                    | mV                     |                     |           |
| Messgeschwindigkeit / Drift | Individuell            | Min. Wartezeit      | 7 s       |
|                             |                        | Max. Wartezeit      | 20 s      |
|                             |                        | Messzeit            | 4 s       |
|                             |                        | Drift               | 10 mV/min |
| Startwartezeit              | 10 s                   |                     |           |
| Lineare Schrittweite        | 0,05 mL                |                     |           |
| Dämpfung                    | Stark                  | Titrationrichtung   | fallend   |
| Vortitration                | Aus                    | Wartezeit           | 0 s       |
| Endwert                     | Aus                    |                     |           |
| EQ                          | An (1)                 | Steigungswert       | 120       |
| Max. Titrationsvolumen      | 6 mL                   |                     |           |
| Dosiergeschwindigkeit       | 100%                   | Füllgeschwindigkeit | 30 s      |

Berechnung:

$$\text{Säurezahl [mg(KOH)/g]} = \frac{(EQ1 - B) * T * M * F1}{W * F2}$$

|     |       |  |
|-----|-------|--|
| B   | M01   | Blindwert aus globalem Speicher M01          |
| EQ1 |       | Verbrauch des Titrationsmittels am ersten EQ |
| T   | WA    | Exakte Konzentration des Titrationsmittels   |
| M   | 56,11 | Molekulargewicht KOH                         |
| W   | man   | Einwaage [g]                                 |
| F1  | 1     | Umrechnungsfaktor 1                          |
| F2  | 1     | Umrechnungsfaktor 2                          |

$$FFA [\%] = \frac{(EQ1 - B) * T * M * F1}{W * F2}$$

|     |        |  |
|-----|--------|--|
| B   | M01    | Blindwert aus globalem Speicher M01          |
| EQ1 |        | Verbrauch des Titrationsmittels am ersten EQ |
| T   | WA     | Exakte Konzentration des Titrationsmittels   |
| M   | 282,47 | Molekulargewicht Ölsäure                     |
| W   | man    | Einwaage [g]                                 |
| F1  | 0.1    | Umrechnungsfaktor 1                          |
| F2  | 1      | Umrechnungsfaktor 2                          |

Wenn das Ergebnis als eine andere Fettsäure als Ölsäure ausgedrückt werden soll, muss für M das Molekulargewicht dieser Fettsäure verwendet werden.