

|                       |                     |
|-----------------------|---------------------|
| DGF-Einheitsmethoden  | Abteilung C – Fette |
| Ersetzt C-III 12 (97) | C-III 12 (24)       |

## **Gesamtflüchtige Bestandteile**

Bestimmung der Feuchtigkeit und flüchtiger Bestandteile

### **1 Zweck und Anwendungsbereich**

Diese DGF-Einheitsmethode beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung aller flüchtigen Bestandteile einschließlich Wasser in Ölen und Fetten.

Zur Durchführung stehen zwei verschiedene Verfahren zur Verfügung:

Verfahren A:

Dieses Verfahren, unter Verwendung eines Sandbades oder einer Heizplatte, ist anwendbar auf alle Öle und Fette.

Verfahren B:

Als einfachere Alternative, unter Verwendung eines Trockenschrankes, für nichttrocknende Öle mit einer Säurezahl unter vier kann dieses Verfahren angewendet werden. Dieses darf für laurische Fette nicht angewendet werden.

Das Verfahren entspricht sachlich der Methode ISO 662:2016 *Animal and vegetable fats and oils – Determination of moisture and volatile matter content*.

Da bei dieser Methode die Gehalte an Wasser und flüchtigen Bestandteilen gemeinsam bestimmt werden, stimmt das Ergebnis nicht mit der alleinigen Bestimmung des Wassergehaltes (C-III 13, 13a) überein.

|                     |                      |
|---------------------|----------------------|
| Abteilung C – Fette | DGF-Einheitsmethoden |
| C-III 12 (24)       | Seite 2/6            |

## 2 Definition

Der Gehalt an den gesamten flüchtigen Bestandteilen ist der Masseverlust des Öles oder Fettes, ausgedrückt als Massenanteil in g/100 g, bestimmt nach Verfahren A oder B bei einer Temperatur von  $(103 \pm 2)$  °C.

## 3 Prinzip der Methode

Die Probe wird solange auf eine Temperatur von  $(103 \pm 2)$  °C erhitzt, bis das Wasser und alle flüchtigen Bestandteile ausgetrieben sind.

## 4 Reagenzien

entfällt

## 5 Geräte

### 5.1 Für Verfahren A

- 5.1.1 Analysenwaage, Ablesbarkeit 0,0001 g, Wiegegenauigkeit 0,001 g;
- 5.1.2 Glas- oder Porzellanschale mit flachem Boden, Durchmesser 80 bis 90 mm, Höhe ca. 30 mm;
- 5.1.3 Thermometer; graduiert von etwa 80 °C bis mindestens 110 °C, etwa 100 mm lang mit verstärkter Messspitze und einem Ausdehnungsbereich am oberen Ende
- 5.1.4 Heizplatte oder Sandbad, regulierbar auf  $(103 \pm 2)$  °C;
- 5.1.5 Exsikkator mit Trockenmittel;

### 5.2 Für Verfahren B

- 5.2.1 Analysenwaage, Ablesbarkeit 0,0001 g, Wiegegenauigkeit 0,001 g;
- 5.2.2 Glasschale mit flachem Boden, Durchmesser ca. 50 mm Höhe ca. 30 mm;

|                     |                     |
|---------------------|---------------------|
| DGF-Einheitmethoden | Abteilung C – Fette |
| Seite 3/6           | C-III 12 (24)       |

- 5.2.3 Thermometer;
- 5.2.4 Trockenschrank, thermostatisch auf  $(103 \pm 2)$  °C regelbar;
- 5.2.5 Exsikkator mit Trockenmittel.

## 6 Probe

### 6.1 Probenahme

Die Probenahme ist nicht Bestandteil dieser Methode. Zur Untersuchung sind die nach C-I 1 bis 5 entnommenen und vorbereiteten Proben heranzuziehen.

## 7 Verfahren

### 7.1 Verfahren A

Die vorgetrockneten Schalen werden mit dem Thermometer auf 0,001 g genau gewogen. In die Schalen werden ca. 20 g der Probe auf 0,001 g genau eingewogen und die Schale auf der Heizplatte oder dem Sandbad unter ständigem Rühren auf 90 °C erwärmt. Die Aufheizrate sollte bei ca. 10 °C/Min liegen.

Anschließend die Aufheizrate reduzieren und die Temperatur langsam auf  $103 \pm 2$  °C steigern. Dabei bilden sich die ersten Gasblasen. Die Temperatur darf 105 °C keinesfalls übersteigen. Mit dem Thermometer auf dem Grund der Schale solange rühren, bis die Blasenbildung beendet ist.

Diese Prozedur einige Male wiederholen, wobei die Temperatur zwischen den Zyklen auf 95 °C zu senken ist.

Die Schale mit Probe und Thermometer im Exsikkator auf Raumtemperatur abkühlen lassen und zurückwiegen.

Trocknen und Wiegen gemäß der oben beschriebenen Prozedur bis zur Massenkonstanz wiederholen. Die Differenz darf nicht größer als 0,002 g sein.

*Anm.: Bei einer eventuell eintretenden Autoxidation des Öles oder Fettes nimmt die Masse  $m_2$  (Glasschale und Probe) zu. In diesem Falle muss der Berechnung das niedrigste Gewicht zugrunde gelegt werden.*

## 7.2 Verfahren B

Die Glasschale im Trockenschrank bei  $103 \pm 2$  °C trocknen und nach dem Abkühlen auf 0,001 g genau wiegen. Je nach zu erwartendem Gehalt an gesamtflüchtigen Bestandteilen etwa 5 g oder etwa 10 g in die vorgetrocknete Schale einwiegen. Anschließend wird die Schale für 1 Stunde bei  $103 \pm 2$  °C in einen Trockenschrank gestellt. Nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur im Exsikkator wird die Schale auf 0,001 g genau zurückgewogen. Die Probe wird danach erneut für 30 Minuten in den Trockenschrank gestellt und nach dem Abkühlen gewogen. Die Trocknung für 30 Minuten wird so oft wiederholt, bis die Massendifferenz zweier aufeinanderfolgender Wägungen bei 5 g Einwaage nicht größer als 0,002 g bzw. bei 10 g Einwaage nicht größer als 0,004 g ist.

*Anm.: Bei einer eventuell eintretenden Autoxidation des Öles oder Fettes nimmt die Masse  $m_2$  (Glasschale und Probe) zu. In diesem Falle muss der Berechnung das niedrigste Gewicht zugrunde gelegt werden.*

## 8 Ergebnis der Bestimmung

### 8.1 Berechnung

Der Gehalt an gesamtflüchtigen Bestandteilen  $w$  (Massenanteil) in % errechnet sich nach folgender Formel

$$w = \frac{m_1 - m_2}{m_0 - m_1} \cdot 100$$

$m_0$ : Masse der Schale mit Thermometer oder Glasschale in Gramm

|                     |                     |
|---------------------|---------------------|
| DGF-Einheitmethoden | Abteilung C – Fette |
| Seite 5/6           | C-III 12 (24)       |

$m_1$ : Masse der Schale mit Thermometer und Probe oder der Glasschale mit Probe in Gramm

$m_2$ : Masse der Schale mit Thermometer und Probe oder der Glasschale mit Probe nach der Erhitzung in Gramm

Als Ergebnis wird der Mittelwert zweier unter Wiederholbedingungen durchgeführter Bestimmungen auf zwei Stellen nach dem Komma angegeben.

## 8.2 Genauigkeit (Präzision) der Methode

Die Angaben zur Wiederholgrenze bei dieser Methode entsprechen den Werten der ISO 662: 2016.

## 8.3 Wiederholpräzision

Die absolute Differenz zwischen zwei unabhängigen einzelnen Prüfergebnissen, die mit demselben Verfahren an identischem Prüfmaterial im selben Laboratorium (derselbe Bearbeiter, dieselben Geräte, innerhalb kurzer Zeitabstände) erhalten wurden, wird in nicht mehr als 5 % der Fälle größer sein als 0,03 g Feuchte und flüchtige Bestandteile je 100 g Probe bei einem Feuchtegehalt und Gehalt an flüchtigen Bestandteilen von etwa 0,3 %.

## 8.4 Vergleichspräzision

Die absolute Differenz zwischen zwei unabhängigen einzelnen Prüfergebnissen, die mit demselben Verfahren an identischem Prüfmaterial in unterschiedlichen Laboratorien von unterschiedlichen Bearbeitern unter Verwendung unterschiedlicher Geräte erhalten wurden, wird in nicht mehr als 5 % der Fälle größer sein als 0,15 g Feuchte und flüchtige Bestandteile je 100 g Probe bei einem Feuchtegehalt und Gehalt an flüchtigen Bestandteilen von etwa 0,3 %.

|                     |                      |
|---------------------|----------------------|
| Abteilung C – Fette | DGF-Einheitsmethoden |
| C-III 12 (24)       | Seite 6/6            |

## 9 Analysenbericht

Das Ergebnis der Bestimmung ist unter Hinweis auf diese Methode und das benutzte Verfahren A oder B anzugeben. Ferner sind alle Angaben zur Identifizierung der Probe sowie gegebenenfalls alle Operationen, die nicht in der Methode erwähnt sind, im Protokoll anzuführen.

## 10 Literatur

ISO 662:2016 *Animal and vegetable fats and oils – Determination of moisture and volatile matter content.*

## 11 Änderungen

In der überarbeiteten Fassung wurde die Methode redaktionell überarbeitet.

|                        |                  |
|------------------------|------------------|
| DGF Standard Methods   | Section C – Fats |
| Replaces C-III 12 (97) | C-III 12 (24)    |

## **Total volatile matter**

Determination of moisture and volatile matter content

### **1 Scope and field of application**

This DGF standard method describes a procedure for determining all volatile components including water in oils and fats.

Two procedures are specified for the determination:

Procedure A:

This process, using a sand bath or a hot plate, is applicable to all oils and fats.

Procedure B:

This procedure can be used as a simpler alternative, using a drying oven, for non-drying oils with an acid number below four. This must not be used for lauric fats.

This method is technically identical with the international standard ISO 662:2016 *Animal and vegetable fats and oils – Determination of moisture and volatile matter content*.

Since this method determines the contents of water and volatile constituents together, the result is not consistent with the determination of the water content alone (C-III 13, 13a).

### **2 Definition**

The total volatile content is the loss of mass of the oil or fat, expressed as a fraction by mass in g/100 g, determined by procedure A or B at a temperature of  $(103 \pm 2)$  °C.

### 3 Principle of Method

The sample is heated to a temperature of  $(103 \pm 2)$  °C until the water and all volatile components have been expelled.

### 4 Reagents

not applicable

### 5 Devices

#### 5.1 For Procedure A

- 5.1.1 Analytical balance, readability 0,000 1 g, weighing precision 0,001 g;
- 5.1.2 Glass or porcelain bowl with flat bottom, diameter 80 to 90 mm, height approx. 30 mm;
- 5.1.3 Thermometer; graduated from about 80 °C to at least 110 °C, about 100 mm long with reinforced measuring tip and an expansion range at the end;
- 5.1.4 Adjustable heating plate or sand bath;
- 5.1.5 Desiccator with desiccant;

#### 5.2 For procedure B

- 5.2.1 Analytical balance, readability 0,000 1 g, weighing precision 0,001 g;
- 5.2.2 Glass bowl with flat bottom, diameter approx. 50 mm, height approx. 30 mm;
- 5.2.3 Thermometer; graduated from about 80 °C to at least 110 °C, about 100 mm long with reinforced measuring tip and an expansion range at the end;
- 5.2.4 Drying oven, thermostatically adjustable to  $(103 \pm 2)$  °C;
- 5.2.5 desiccator with desiccant.

|                      |                  |
|----------------------|------------------|
| DFG Standard Methods | Section C – Fats |
| Page 3/6             | C-III 12 (24)    |

## 6 Sample

### 6.1 Sampling

Sampling is not part of this method. A recommended sampling method is given in DGF standard methods C-I 1 to 5.

## 7 Procedures

### 7.1 Procedure A

The pre-dried shells are weighed with a thermometer to an accuracy of 0,001 g. Approx. 20 g of the sample is weighed into the bowls to an accuracy of 0,001 g and the bowl is heated to 90 °C on the heating plate or sand bath, stirring constantly. The heating rate should be about 10 °C/min.

Then reduce the heating rate and slowly increase the temperature to  $103 \pm 2$  °C. First gas bubbles form during this process. The temperature must not exceed 105 °C under any circumstances. Stir with the thermometer at the bottom of the bowl until the formation of bubbles has stopped.

Repeat this procedure a few times, lowering the temperature to 95 °C between cycles.

Allow the bowl with the sample and thermometer to cool to room temperature in the desiccator and weigh back.

Repeat drying and weighing according to the procedure described above until mass constancy. The difference must not be greater than 0.002 g.

*Note: In the event of autoxidation of the oil or grease, the mass  $m_2$  (glass bowl and sample) increases. In this case, the calculation must be based on the lowest weight.*

## 7.2 Procedure B

Dry the glass bowl in the drying oven at  $103 \pm 2$  °C and weigh to the nearest 0,001 g after cooling. Depending on the expected content of total volatile components, weigh about 5 g or about 10 g into the pre-dried bowl. The bowl is then placed in a drying oven for 1 hour at  $103 \pm 2$  °C. After cooling to room temperature in the desiccator, the shell is weighed back to the nearest 0,001 g. The sample is then placed in the drying oven again for 30 minutes and weighed after cooling. The drying process is repeated for 30 minutes until the mass difference of two consecutive weighings is not greater than 0,002 g for a 5 g weight or more than 0,004 g for a 10 g weight.

*Note: In the event of autoxidation of the oil or grease, the mass  $m_2$  (glass bowl and sample) increases. In this case, the calculation must be based on the lowest weight.*

## 8 Result of the determination

### 8.1 Calculation

The content of total volatile components  $w$  (mass fraction) in % is calculated according to the following formula

$$w = \frac{m_1 - m_2}{m_0 - m_1} \cdot 100$$

$m_0$ : Mass of the bowl with thermometer or glass bowl in grams

$m_1$ : Mass of the bowl with thermometer and sample or the glass bowl with sample in grams

$m_2$ : Mass of the bowl with thermometer and sample or the glass bowl with sample after heating in grams

The result is given as the mean value of two determinations performed under repetitive conditions and expressed to two decimal places.

|                      |                  |
|----------------------|------------------|
| DGF Standard Methods | Section C – Fats |
| Page 5/6             | C-III 12 (24)    |

## 8.2 Accuracy (precision) of the method

The repetition limit information for this method corresponds to the values of ISO 662:2016.

## 8.3 Repeatability

The absolute difference between two independent individual test results obtained using the same procedure of identical test material obtained in the same laboratory (the same operator, the same equipment, within short intervals) will in no more than 5 % of cases be greater than 0,03 g of moisture and volatiles per 100 g of sample, with a moisture and content of volatile constituents of about 0,3 %.

## 8.4 Comparative precision

The absolute difference between two independent individual test results obtained using the same procedure of identical test material obtained in different laboratories by different operators using different equipment will in no more than 5 % of cases be greater than 0,15 g of moisture and volatiles per 100 g of sample, with a moisture and volatile content of about 0,3 %.

## 9 Analysis Report

The result of the determination shall be indicated, with reference to this method and the method A or B used. In addition, all information identifying the sample and, where applicable, any operations not mentioned in the method shall be included in the protocol.

## 10 Literature

ISO 662:2016 *Animal and vegetable fats and oils – Determination of moisture and volatile matter content.*

|                  |                      |
|------------------|----------------------|
| Section C – Fats | DGF Standard Methods |
| C-III 12 (24)    | Page 6/6             |

**11 Changes**

In the revised version, the method has been editorially revised.