

ARS PHARMACEUTICA

REVISTA DE LA FACULTAD DE FARMACIA
UNIVERSIDAD DE GRANADA

Tomo XIII - Núm. 9-10-11-12

Sepbre-Octubre-Novbre-Dicbre, 1972

Director: PROF. DR. JESUS CABO TORRES

Subdirector: PROF. DR. JOSE M.^a SUÑÉ ARBUSSA

Jefe de Redacción: PROF. Adj. DR. JUAN OLIVER VERD

Redacción y Administración:

FACULTAD DE FARMACIA. GRANADA-ESPAÑA

Imprime: Gráficas del Sur, S. A. -Boquerón, 27-Granada 1972

1.000 ejemplares

Dep. Legal GR. núm. 17-1960

De conformidad con lo preceptuado en el artículo 21 de la vigente Ley de Prensa e Imprenta se hace pública la relación de los *Organos Rectores* de esta revista.

Sumario

PAG.

TRABAJOS ORIGINALES

- Valoración de la grasa en aceite de maíz, coco y orujo de aceituna por complexometría indirecta con Pb(II) y Mg(II) y establecimiento de los correspondientes índices complexométricos, por R. García Villanova y M.^a I. Alvarez Tinaut 161
- Contribución experimental al estudio de la determinación de la potencia de los emulgentes derivados del Sorbitan. IV. Estudio de la estabilidad de emulsiones agua-aceite, por J. A. Casterá y J. M.^a Suñé 167
- La experimentación de la vacuna en Navarra, por J. A. Pérez Romero 185
- Consideraciones sobre el análisis granulométrico aplicado a diferentes tipos de suelos, por J. L. G.^a-Chicano, C. Sierra y M. Delgado... .. 193
- Influencia de algunas bases xánticas sobre ingesta y digestibilidad en ratas alimentadas con distintos niveles ener
Matías Fajardo Martos 201

TRABAJOS DE REVISION

- Aspectos ecológicos de la lucha contra las plagas del campo, por Miguel Monteoliva Hernández 207

TRABAJOS ORIGINALES DE LA FACULTAD

DEPARTAMENTO DE BROMATOLOGIA, TOXICOLOGIA Y
ANALISIS QUIMICO APLICADO

Director: Prof. Dr. D. RAFAEL GARCIA VILLANOVA

VALORACION DE LA GRASA EN ACEITE DE MAIZ, COCO Y ORUJO DE ACEITUNA POR COMPLEXOMETRIA INDIRECTA CON Pb(II) y Mg(II) Y ESTABLECIMIENTO DE LOS CORRESPONDIENTES INDICES COMPLEXOMETRICOS

por

R. GARCIA VILLANOVA y M.^a I. ALVAREZ TINAUT

INTRODUCCION

La determinación de la grasa por técnicas complexométricas indirectas empleando cationes precipitantes como Ba(II), Pb(II), Mg(II) y Ca(II) viene siendo desarrollada por nosotros y nuestros colaboradores (1, 2, 3, 4, 5, 6 y 7).

En el presente trabajo se hace una aplicación del método orientado fundamentalmente al establecimiento del "índice complexométrico" propuesto por nosotros (8), al mismo tiempo que se aprovecha para conocer la riqueza grasa de los aceites estudiados y establecer el factor más adecuado para cada uno de estos aceites.

PARTE EXPERIMENTAL

Fundamento del método

Estando constituida la grasa por glicéridos de los ácidos grasos, éstos son liberados al estado de sales potásicas, al realizar la saponificación en medio hidroalcolólico con KOH, según el siguiente esquema:



Las aniones de los ácidos grasos (R-COO⁻) precipitarán con exceso de disolución titulada de Mg(II) o Pb(II), según la reacción:



sien M^{2+} el catión divalente Mg(II) o Pb(II)

El precipitado anterior será separado por filtración, valorándose en el filtrado el exceso de Mg(II) o Pb(II) con disolución de EDTA de igual molaridad, deduciéndose la riqueza en grasa y el "índice complexométrico" por la diferencia entre los ml de disolución de Mg(II) o Pb(II) agregados y los consumidos de disolución de EDTA, como se indicará en los cálculos.

Disoluciones empleadas

Disolución de EDTA 0,05 M.—18,61 g de EDTA desecado a 70° C se disuelven en agua destilada y se completa hasta 1.000 ml. Se titula frente a disoluciones de Cl_2Ca partiendo de CO_3Ca (R.A.) de igual molaridad en presencia de Murexida como indicador.

Disolución de nitrato de plomo 0,05 M.—16,56 g de nitrato de plomo Merck (R.A.) se disuelven en agua destilada hasta 1.000 ml. Se comprueba esta disolución frente a EDTA de igual molaridad, partiendo de 40 ml, añadiendo 5 ml de disolución reguladora, 5 ml de disolución de ácido tartárico y 5 gotas de disolución de negro de Eriocromo T hasta viraje al azul.

Disolución de sulfato magnésico 0,05 M.—12,32 g de SO_4Mg . 7 H_2O (R.A.) desecado a 60° C, se disuelven en agua destilada y se completan hasta 1.000 ml. La titulación se realiza con disolución de EDTA de igual molaridad, partiendo de 50 ml de disolución, añadiendo 50 ml de agua destilada, 2 ml de disolución reguladora de pH = 10 y 5 gotas de disolución de Negro T de Eriocromo y disolución de EDTA hasta aparición del color azul puro.

Disolución reguladora.—94 g de nitrato amónico en 794 ml de disolución de amoníaco (D = 0,923) completando hasta 1.000 ml con agua destilada.

Disolución reguladora.—67,5 g de cloruro amónico y 570 ml de disolución de hidróxido amónico (D = 0,923) se disuelven y completan con agua destilada hasta 1.000 ml

Disolución de nitrato amónico 1 M.—80 g de nitrato amónico (R.A.) se disuelven en agua destilada hasta 1.000 ml.

Disolución de ácido nítrico.—50 ml de ácido nítrico ($D = 1,38$) se disuelven en agua destilada hasta 500 ml.

Disolución de KOH alcohólica al 8%.—3,2 g de KOH sin carbonatar se disuelven en 3,2 ml de agua y se completa hasta 40 ml con alcohol etílico de 99%. Es conveniente su preparacinó en el momento de usarla.

Disolución de ácido tartárico 1 M.—150 g de ácido tartárico en agua destilada hasta 1.000 ml.

Disolución de fenolftaleína.—1 g de fenolftaleína en 100 ml de alcohol etílico.

Disolución del indicador.—1 g de Negro de T de Eriocromo se disuelve en 100 ml de metanol.

Etanol de 40°.—420 ml de alcohol etílico de 96° se completan hasta 1.000 ml con agua destilada.

Método

5 g de aceite pesados con exactitud se saponifican con 40 ml de disolución alcohólica de KOH al 8%, hirviendo a reflujo durante unos 20 minutos y el contenido del matraz se traslada cuantitativamente a otro aforado de 500 ml, lavando el primero con 40 ml de alcohol de 40° y enrasando finalmente con agua destilada.

Valoración con Pb(II).—A 50 ml de la disolución anterior que contiene 0,5 g de grasa, puestos en un vaso de precipitados se le agregan una gota de disolución de fenolftaleína y disolución de ácido nítrico al 10% gota a gota hasta conseguir un tono rosado muy tenue del indicador. Se agregan 3 ml de disolución de nitrato amónico, 25 ml de disolución de nitrato de Plomo, 0,05 M, se deja reposar unos 10 minutos, se filtra por filtro de pliegues y se lava con 80 ml de agua destilada en dos veces.

Al filtrado se le añaden 5 ml de disolución de ácido tartárico, 5 ml de disolución reguladora de nitrato amónico-amoniaco, 7 gotas de indicador negro T de Eriocromo y se valora con EDTA 0,05 M hasta viraje al azul.

Valoración con Mg(II).—A 50 ml de la disolución de sales potásicas de los ácidos grasos, puestos en un vaso de precipitado de 250 ml, se agregan 6 ml de disolución reguladora de cloruro amó-

nico-amoníaco y 25 ml de disolución de sulfato magnésico 0,05 M agitando continuamente. Se deja reposar el precipitado unos 10 minutos y se filtra a continuación por un filtro de pliegues lavando el matraz y el precipitado con 50 ml de agua destilada. El filtrado se recoge en un matraz erlenmeyer de 250 ml, se añaden 7 gotas de indicador Negro de Eriocromo T y se titula con EDTA 0,05 M hasta viraje al azul.

Cálculos

De acuerdo con los esquemas expuestos en el fundamento del método, la estequiometría de la reacción nos muestra que un mol de Mg(II) o Pb(II) reacciona con 2/3 del peso molecular del correspondiente triglicérido.

Del peso molecular medio de los ácidos grasos que constituyen los glicéridos de la grasa de germen de maíz, de la grasa de coco y la de orujo de aceituna (9) se deduce que un ml de catión divalente (Mg(II) o Pb(II) 0,05 M) se corresponde con 0,02893 g de aceite de germen de maíz, 0,02252 g de aceite de coco y 0,52925 g de aceite de orujo de aceituna.

De igual manera, conociendo el número de ml de EDTA 0,05 M gastados se deduce el "índice complexométrico" de las respectivas grasas (loc. cit.).

En la Tabla I se exponen los resultados operando como se indica en el método correspondiente empleando Pb(II). Las cifras consignadas representan la cifra media de 40 resultados concordantes para las grasas estudiadas, habiéndose calculado las desviaciones típicas con ese número de determinaciones.

La Tabla II se ha confeccionado con el mismo criterio que la anterior pero empleando Mg(II).

En ambas Tablas se hace constar el índice complexométrico (I.C.) de los aceites estudiados.

TABLA I

Grasa ensayada	EDTA 0,05 M ml	Grasa encont.	Diferencia	Error	EDTA mg/lg grasa (I.C.)	Desviación típica
Maíz	8,24	0,4848	0,0152	3,04	623,87	± 3,31
Coco	2,42	0,5082	0,0082	1,64	840,14	± 3,78
Orujo aceituna	8,30	0,4884	0,0116	-2,32	621,64	± 3,31

TABLA II

Grasa ensayada	EDTA 0,05 M ml	Grasa encont.	Diferencia	Error	EDTA mg/lg grasa (I.C.)	Desviación típica
Maíz	8,09	0,4892	0,0108	-2,16	629,41	± 3,05
Coco	6,68	0,4125	0,0875	-17,50	681,94	± 3,41
Orujo aceituna	8,09	0,4946	0,0054	-1,08	629,45	± 3,32

DISCUSION DE LOS RESULTADOS

Aceite de maiz.—Las experiencias realizadas con esta grasa al valorar con Pb(II) como precipitante, confirman que los errores de titulación obtenidos son ligeramente superiores a los alcanzados con Mg(II), como consecuencia de la deficiente precipitación de los ácidos lignocérico, araquérico y linoléico, con el catión Pb(II), y que ha sido confirmado por nosotros (loc. cit.), por lo que de titular esta grasa con dicho catión convendría utilizar un factor empírico igual a 0,03 que anula los aparentes errores de titulación (Tabla I).

En cuanto al Mg(II), los errores son ligeramente inferiores a los anteriores, pero se manifiesta una mayor constancia en los resultados, por lo que este catión puede servir en la determinación del índice complexométrico (Tabla II). La titulación puede hacerse muy exacta empleando el factor 0,0294 que hace prácticamente nulos los errores experimentales.

El índice complexométrico establecido para esta grasa resulta ser 623,87 ($v=10,98$, $\sigma=3,31$, $\sigma_m=2,86$).

Grasa de coco.—La titulación de la misma con Pb(II) involucra errores pequeños y permisibles en este tipo de titulación, lo que se explica por una precipitación prácticamente cuantitativa de los ácidos capríco, caprílico y cáprico con este catión, (loc. cit.) y, en cuanto al índice complexométrico debe hacerse siempre con este catión obteniéndose el valor del mismo para esta grasa 840,14 ($v=14,31$, $\sigma=3,78$, $\sigma_m=3,28$).

Aceite de orujo.—Cuando se emplea el Pb(II) los errores de titulación son ligeramente superiores a los obtenidos con Mg(II). El índice complexométrico determinado con Pb(II) debe ser elegido, estableciéndose en 621,64 ($v=9,65$, $\sigma=3,10$, $\sigma_m=2,30$).

RESUMEN

Se propone un nuevo método de determinación de grasa en aceites de germen de maíz, coco y orujo de aceituna y determinación del "índice complexométrico" en esos aceites, previa saponificación con disolución de KOH precipitación en un exceso de Mg(II) ó Pb(II) y titulación en el filtrado del exceso de sal magnésica o de sal de plomo con disolución de EDTA de igual molaridad, en presencia de negro de Ericromo T como indicador. Los resultados obtenidos son perfectamente reproducibles.

SUMMARY

A new method is proposed for the determination of fat in germ corn, coconut and olive cakes oils and determination of the "complexometrix number" in these oils after its saponification with KOH solution, precipitating with an excess of standard solution of Mg(II) and Pb(II) and titration in the filtrate with EDTA solution of identical molarity, using Eriochrome Black T as indicator. The results obtained are perfectly reproducible.

BIBLIOGRAFIA

- 1.—R. GARCIA-VILLANOVA y M.^a T. MARIN AZNAR. *Anal. Brom.*, 20, 271 (1968).
- 2.—F. BOSCH y R. GARCIA-VILLANOVA. *Grasas y Aceites*, 19, 150 (1968).
- 3.—M.^a C. LOPEZ MARTINEZ y R. GARCIA-VILLANOVA. *Ars Pharm.* 9, 425 (1968).
- 4.—R. GARCIA-VILLANOVA y M.^a C. LOPEZ MARTINEZ. *Ciencia e Industria Farmacéutica*, 2, 185 (1970).
- 5.—R. GARCIA-VILLANOVA y J. SEVILLANO. *Anal. Brom.*, 23, 285 (1971).
- 6.—A. SOLER HERNANDEZ y R. GARCIA-VILLANOVA. *Boll. Chim. Farm.* 110, 670 (1971).
- 7.—R. GARCIA-VILLANOVA y A. SOLER HERNANDEZ. *Anal. Brom.*, 24, 209 (1972).
- 8.—M.^a C. LOPEZ MARTINEZ y R. GARCIA-VILLANOVA. *Ars Pharm.*, 10, 75 (1969).
- 9.—H. O. TRIEBOLD and L. W. AURAND. *Food Composition and Analysis*. Van Nostrand. London (1963). Pág. 113.