

# CATEDRA DE ANALISIS QUIMICO, BROMATOLOGIA Y TOXICOLOGIA

Prof. Dr. Rafael García-Villanova

## “VALORACION DE GRASA EN SEMILLAS DE CAÑAMO POR COMPLEXOMETRIA INDIRECTA CON Mg(II)”

por

R. GARCIA-VILLANOVA y M.<sup>a</sup> C. LOPEZ MARTINEZ

### INTRODUCCION

La titulación de grasas por complexometría indirecta ha sido realizada ya por nosotros y por nuestros colaboradores. Así F. Bosch y R. García-Villanova (1) determinan el aceite en orujo de aceituna con Ba (II), y R. García-Villanova y M.<sup>a</sup> T. Marín Aznar (2, 3 y 4), lo hacen en semillas de soja y cacahuete. La determinación de aceite de oliva, soja, cacahuete, girasol y algodón, así como el establecimiento de un índice denominado “complexométrico”, ha sido realizada por M.<sup>a</sup> C. López Martínez y R. García-Villanova (5 y 6).

El interés por encontrar un método de determinación de grasa en semillas de cáñamo más selectivo y rápido que el clásico de Soxhlet, ha hecho que ensayemos el método propuesto por considerar que presenta las ventajas indicadas.

### PARTE EXPERIMENTAL

*Fundamento del método.*—Los gliceridos que constituyen las grasas, son hidrolizados con disolución alcohólica de KOH y los aniones de los ácidos grasos son precipitados en condiciones adecuadas con Mg (II), originando las sales correspondientes poco solubles que son separadas por filtración. El exceso de Mg (II) se titula en el filtrado con disolución de EDTA, deduciendo finalmente el porcentaje de grasa de la muestra.

#### *Disoluciones empleadas:*

*Disolución de EDTA 0,05 M.*—18,61 g de EDTA desecado a 70.º C, se disuelven en agua destilada y se preparan las disoluciones de  $\text{CaCl}_2$  preparado, partiendo de  $\text{CO}_3\text{Ca}$  pura, en presencia de murexida como indicador.

*Disolución de sulfato magnésico 0,05 M.*—12,32 g de  $\text{SO}_4 \text{Mg} \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$  Merck (R. A.), se disuelven en agua destilada hasta 1.000 ml. Se comprueba la disolución frente a EDTA de igual molaridad, partiendo de 40 ml, añadiendo 6 ml. de disolución reguladora y 5 gotas de negro de Eriocromo T como indicador, hasta viraje al azul.

*Disolución indicadora.*—1 g de negro de Eriocromo T en 100 ml. de alcohol metílico.

*Disolución reguladora.*—67,5 g de cloruro amónico, se disuelven en 570 ml. de amoníaco ( $D=0,923$ ) y se completa con agua destilada hasta 1.000 ml.

*Disolución de KOH alcohólica al 8%.*—3,2 g de KOH sin carbonatar se disuelven en 3,2 ml. de agua destilada y se completa hasta 40 ml. con alcohol etílico de 99%.

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

La viabilidad del método ha sido comprobada por Marín-Aznar (7) con la propia sal magnésica y confirmada para aceites de cacahuete y soja por García-Villanova y Marín-Aznar (loc. cit.) por lo que prescindimos de reproducir aquí los resultados.

*Método.*—Se pesan 7,5 g de semillas de cáñamo trituradas que se colocan en un matraz redondo de 250 ml. se agregan 40 ml. de disolución alcohólica de KOH al 8%, saponificando a reflujo durante 30 minutos, al cabo de los cuales se enfría el conjunto, se filtra por filtro de pliegues recogiendo en un matraz aforado de 250 ml. y lavando el matraz y el filtro con 40 ml. de alcohol de 40°, y se completa finalmente con agua destilada hasta el enrase.

De esta disolución se ponen 50 ml. en un vaso de precipitados de 250 ml. y se realiza la precipitación de los aniones de los ácidos grasos añadiendo 10 ml. de disolución reguladora y agregando 25 ml. de disolución 0,05 M de sulfato magnésico en agitación constante.

Calentamos durante 3 a 5 minutos hasta la formación del precipitado, dejamos enfriar y filtramos por filtro de pliegues, lavando dos veces con 40 ml. de agua destilada cada vez.

Para la titulación del exceso de sal magnésica se le añade al filtrado 7 gotas de negro de Eriocromo T como indicador y se valora finalmente desde la bureta con EDTA 0,05 M hasta viraje al azul.

## Cálculos

Teniendo en cuenta la composición porcentual de ácidos grasos que componen los gliceridos del cáñamo, el peso molecular medio de los ácidos grasos es de 284,14 y el peso molecular medio de los trigliceridos es de 893,44. Por tanto, una molécula de triglicerido reaccionará una vez hidrolizada con 3/2 de molécula gramo de sulfato magnésico y 1 mol gramo de esta sal reaccionará con 595,63 g de aceite de semillas de cáñamo. La diferencia entre los ml. de Mg (II) añadidos y los ml. de EDTA 0,05 M gastados, multiplicados por el factor 0,02978, darán directamente los gramos de aceite de semilla de cáñamo encontrados en el ensayo, deduciéndose finalmente el porcentaje.

En la Tabla I se exponen los resultados encontrados operando como se indica con disoluciones 0,05 M de Mg (II) y EDTA, partiendo de 50 ml. de disolución de sales potásic  
disolución de Mg (II).

TABLA I

Muestra n.º	EDTA 0,05 M ml (media)	Grasa hallada	Desviación típica de las valora- ciones	Grasa Soxhlet %	Diferencia en el porcentaje
1	10,36	29,06	0,050	32,17	3,11
2	10,32	29,54	0,043	31,85	2,31
3	10,37	29,04	0,043	31,15	2,11
4	10,35	29,08	0,052	32,46	3,38

Los valores consignados corresponden a las determinaciones efectuadas con 4 muestras, habiéndose realizado en cada una de ellas 11 valoraciones volumétricas de su extracto alcohólico. Las desviaciones típicas de cada serie de 11 valoraciones insertas en la tabla I, indican la concordancia de las determinaciones individuales.

## CONCLUSIONES

1.<sup>a</sup> La determinación del aceite de semillas de cáñamo, es posible con el método que se propone, con un error mínimo, empleando disoluciones de EDTA y Mg(II) 0,05 M y para 0,5 g de grasa.

2.<sup>a</sup> Los valores obtenidos con el método que se propone son siempre inferiores a los del Soxhlet, lo que explica la selectividad del primero con el segundo.

3.<sup>a</sup> El método complexométrico propuesto permite determinar la grasa sin previa desecación y en un tiempo considerablemente menor que con cualquier otro método de extracción, empleando material y reactivos de uso habitual en todos los Laboratorios.

### RESUMEN

Proponemos un nuevo método de determinación de aceite de semillas de cáñamo, previa saponificación con disolución de KOH, precipitación con un exceso de disolución de Mg(II) y titulación en el filtrado del exceso de sal magnésica con disolución de EDTA de igual molaridad, en presencia de negro de Eriocromo T como indicador.

Los resultados obtenidos son perfectamente reproducibles, llegando a ser este método más selectivo que los basados en la extracción con disolventes orgánicos.

La determinación de la grasa es posible directamente en muestras húmedas y en un tiempo considerablemente menor que el empleado en otros métodos de extracción.

### SUMMARY

A new method is proposed for the determination of hemp seed oil in the seeds this plant, after its saponification with KOH solution, precipitating with a excess of standard solution of Mg(II) and titration in the filtrate with EDTA solution of identical molarity, using Eriochrome Black T as indicator.

The resultats obtained are perfectly reproducibile and the method becomes more selective than those based on the extraction with organic solvents

The determination of fat is directly possible in wet samples and in less time than other extraction methods.

### BIBLIOGRAFIA

- 1.—F. Bosch y R. García-Villanova.—Grasas y aceites.—19, 150 (1968).
- 2.—R. García-Villanova y M.<sup>a</sup> T. Marín Aznar.—Grasas y aceites.—20, 1 (1969).
- 3.—R. García-Villanova y M.<sup>a</sup> T. Marín Aznar.—Grasas y aceites.—20, 243 (1968).
- 4.—R. García-Villanova y M.<sup>a</sup> T. Marín Aznar.—Anales de Bromatología 20, 271 (1968).
- 5.—R. García-Villanova y M.<sup>a</sup> C. López Martínez.—Ars Pharm.—9, 425 (1968).
- 6.—R. García-Villanova y M.<sup>a</sup> C. López Martínez.—Ars Pharm.—10, 75 (1969).
- 7.—M.<sup>a</sup> T. Marín Aznar.—Tesis Doctoral.—Universidad de Granada (1967)