

DEPARTAMENTO DE BROMATOLOGIA, TOXICOLOGIA
Y ANALISIS QUIMICO APLICADO

Director: Prof. Dr. Rafael García-Villanova

“DETERMINACION VOLUMETRICA DE LA GRASA EN SEMILLAS
DE CHIRIMOYA, POR COMPLEXOMETRIA INDIRECTA CON Mg(II)”

por

R. GARCIA-VILLANOVA y M.^a C. LOPEZ MARTINEZ

INTRODUCCION

La aplicación de la complexometría indirecta en la valoración de las grasas, viene siendo realizada por nosotros y nuestros colaboradores, habiendo sido ya aplicada a diferentes sustancias que las contienen. F. Bosch y R. García-Villanova (1) determinan el aceite de oliva en orujo de aceituna con Ba(II) y R. García-Villanova y M.^a T. Marín Aznar (2, 3 y 4) lo hacen en semillas de soja y cacahuete. La determinación de aceites de oliva, soja, cacahuete, girasol y algodón, así como el establecimiento de un nuevo índice denominado “complexométrico” han sido realizados por R. García-Villanova y M.^a C. López Martínez (5 y 6). Estos últimos (7 y 8) han aplicado el método para la determinación de grasa en aceituna (9) y en semillas de ricino (10).

Estos métodos desarrollados por nosotros permiten la determinación de la grasa por técnicas distintas a las de extracción con disolventes, alcanzándose una precisión mayor que con éstos y una mayor rapidez.

PARTE EXPERIMENTAL

Fundamento del método.—La grasa, constituida fundamentalmente por glicéridos de ácidos grasos, es hidrolizada con disolución alcohólica de KOH. Los aniones de los ácidos grasos son precipitados en condiciones adecuadas con Mg(II) que originan sales poco solubles, que, previa separación por filtración, el exceso de Mg(II) es titulado en el filtrado con EDTA, deduciéndose el porcentaje de grasa indirectamente.

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 completan en matraz aforado hasta 1.000 ml. Se

titulan frente a disoluciones de Cl_2C molaridad en presencia de murexida como indicador.

Disolución de Sulfato magnésico 0,05 M 12,32 g de $\text{SO}_4\text{Mg} \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (R. A.) desecado a 60°C , se disuelven en agua destilada y se completan hasta 1.000 ml. La titulación se realiza con EDTA de igual molaridad, partiendo de 50 ml. de disolución, añadiendo 50 ml. de agua destilada, 6 ml. de disolución reguladora ($\text{pH}=10$) y 7 gotas de disolución de negro de Eriocromo T. Se añade disolución de EDTA hasta aparición de azul puro.

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

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

Disolución alcohólica de KOH al 8%.—40 g. de KOH en lentejas, exento de carbonato, se disuelven en 40 ml. de agua destilada y se agregan 460 ml. de etanol de 96° . Debe prepararse en el momento de su uso.

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

Etanol de 96°

Método

Las semillas de chirimoya reducidas a polvo en un aparato "Turmix" o similar se pesan en cantidad de 10 g. y puestas en un matraz redondo de 250 ml. con 40 ml. de disolución alcohólica de KOH al 8%, se saponifican a reflujó durante media hora. Se deja enfriar, filtrando el contenido del matraz por filtro de pliegues, recogiendo el filtrado en un matraz aforado de 250 ml. lavando el matraz y el filtro con 40 ml. de alcohol de 40° , completando con agua destilada hasta el enrase.

De la disolución así preparada tomamos porciones de 50 ml. y puestas en vasos de precipitados de 250 ml. se agregan 10 ml. de disolución reguladora de $\text{pH}=10$ y se precipitan con 25 ml. de disolución de Sulfato magnésico 0,05 M en continua agitación. Se deja en reposo el precipitado formado durante unos 10 minutos y se filtra a continuación por filtro de pliegues lavando el vaso y el filtrado con 80 ml. de agua destilada en dos veces, recogiendo los líquidos de la filtración en un matraz erlenmeyer de 250 ml. Se agregan 7 gotas de disolución del indicador y se titula el exceso de $\text{Mg}(\text{II})$ con EDTA 0,05 M.

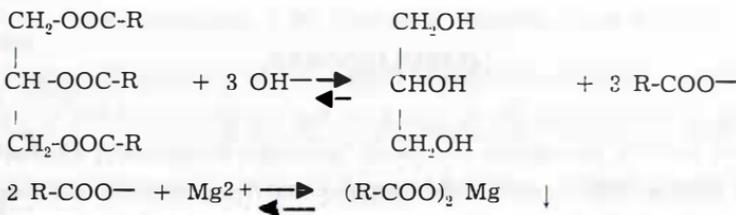
Cálculos

De acuerdo con la composición de los glicéridos que constituyen la grasa de la semilla de chirimoya (11), el porcentaje de ácidos grasos resulta:

Acido palmítico	12,0 %
" palmitoleico	0,5 %
" esteárico	8,0 %
" oléico	43,0 %
" linoléico	35,0 %
" linolénico	1,0 %
" aráquico	0,5 %

Por tanto, el peso molecular medio de los ácidos grasos resulta ser 275,96 y el peso molecular medio del triglicérido 868,89.

De acuerdo con la reacción de hidrólisis practicada:



siendo R-COO^- el anión del ácido graso de peso molecular medio calculado anteriormente.

1 mol de Mg(II) reacciona con $2/3$ del peso molecular de los correspondientes con 0,02896 g. de grasa de semilla de chirimoya.

Según el razonamiento anterior, la diferencia entre los ml. de Mg(II) 0,05 M agregados y los ml. de EDTA 0,05 M gastados, multiplicados por el factor 0,02896 dará la grasa correspondiente al ensayo individual. Con el dato obtenido se calcula el porcentaje.

En la *TABLA I* se exponen los resultados encontrados operando como se indica con disolución de Mg(II) 0,05 M y EDTA, partiendo de 50 ml. de disolución de sales potásicas de los ácidos grasos y precipitando con 25 ml. de disolución de Mg(II) .

Para comparar los resultados obtenidos por el método propuesto y los alcanzados con el método de extracción de Soxhlet se ha determinado la grasa en 5 g. de la misma muestra de semillas de chirimoya, tratada previamente con SO Na_2 anhidro y empleando como disolvente éter de petróleo.

Los resultados de cada una de las muestras representan la media de 11 determinaciones concordantes, como puede comprobarse por la desviación típica hallada para cada una de ellas.

T A B L A I

Muestra n.º	EDTA 0,05 M (media)	Grasa hallada % (media)	Desviación típica de las valor. volumétricas	Grasa Soxhlet %	Diferencia en el por- centaje.
1	8,0	24,84	0,141	25,6	0,76
2	7,7	25,28	0,180	25,6	0,32
3	7,8	25,13	0,164	25,9	0,77
4	8,1	24,69	0,100	25,6	0,91
5	8,0	24,84	0,149	25,9	1,06

CONCLUSIONES

1.^a—La determinación de la grasa en las muestras citadas es posible siguiendo el método propuesto con error pequeño empleando disoluciones de Mg(II) y EDTA 0,05 M, debiendo hacerse las determinaciones individuales en partes alícuotas del filtrado que contengan unos 0,5 g. de grasa.

2.^a—Los valores obtenidos con el método propuesto son siempre ligeramente inferiores a los alcanzados con el método de extracción de Soxhlet, lo que confirma la selectividad del primero sobre el segundo.

3.^a—El método complexométrico propuesto permite operar en muestras húmedas y en un tiempo considerablemente menor que con cualquier otro método de extracción.

R E S U M E N

Se propone un nuevo método de determinación de grasa en semillas de chirimoya, previa saponificación con disolución de KOH, precipitación con un exceso de disolución titulada de Mg(II) y titulación en el filtrado con disolución de EDTA de igual molaridad, empleando 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 determination of the fat in cherimoya seeds, after its saponification with KOH solution, precipitating with an excess of standart 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 reproducible and the method becomes more selective than those based on the extraction with organics 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.^a T. Marín Aznar.—Grasas y Aceites, 20, 1 (1969).
- 3) R. García-Villanova y M.^a T. Marín Aznar.—Grasas y Aceites.
- 4) R. García-Villanova y M.^a T. Marín Aznar.—Anales de Bromatología, 20, 271 (1968).
- 5) M.^a C. López Martínez y R. García-Villanova.—Ars Pharm, 9, 425 (1968).
- 6) M.^a C. López Martínez y R. García-Villanova.—Ars Pharm, 10, 75 (1969).
- 7) R. García-Villanova y M.^a C. López Martínez.—Grasas y Aceites, 20, 283 (1969).
- 8) R. García-Villanova y M.^a C. López Martínez.—Medicamenta, 35, 55 (1970).
- 9) R. García-Villanova y M.^a C. López Martínez.—Medicamenta, 38, 7 (1971).
- 10) R. García-Villanova y M.^a Carmen López Martínez.—Ciencia & Industria Farmacéutica, 2, 185 (1970).
- 11) J. Jiménez Martín.—Tesis Doctoral.—Universidad de Granada (1971).