

TRABAJOS ORIGINALES DE LA FACULTAD

ARS PHARMACEUTICA

REVISTA DE LA FACULTAD DE FARMACIA

UNIVERSIDAD DE GRANADA

Tomo IX - Núm. 5-6

Mayo - Junio, 1968

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: GRAFICAS DEL SUR, S. A.

Dep. Legal GR. núm. 17-1960

Sumario

PAG.

TRABAJOS ORIGINALES DE LA FACULTAD

- Determinación por complexometría indirecta de los principales ácidos componentes de las grasas con Ba(II). II.—Valoración de mezclas de ácidos grasos, por F. Bosch y R. García Villanova 173
- Contenido en yodo de la sal común contenida en Granada, por F. Corral Díaz 183
- Contribución al ensayo galénico de supositorios. 2.—Supositorios medicamentosos de elaboración propia, por M.^a J. Ruiz y J. M.^a Suñé 189
- Un nuevo serotipo de *Pseudomonas Savastanoi*, por P. Romero y V. Callao 199

TRABAJOS DE REVISION

- Revisión iconográfica de la flora meridional Ibérica (continuación), por F. Esteve Chueca y J. Varó Alcalá 205
- Determinación del pH: II. Aplicación concreta a productos semisólidos, cosméticos y Farmacéuticos, por S. Ibáñez y J. M.^a Suñé 215

TRABAJOS ORIGINALES DE LA FACULTAD

DEPARTAMENTO DE BIOQUIMICA

CATEDRA DE ANALISIS QUIMICO, BROMATOLOGIA Y TOXICOLOGIA

PROF. DR. D. RAFAEL GARCIA-VILLANOVA

DETERMINACION POR COMPLEXOMETRIA INDIRECTA DE LOS PRINCIPALES ACIDOS COMPONENTES DE LAS GRASAS CON Ba(II).

II.—VALORACION DE MEZCLAS DE ACIDOS GRASOS (*)

por

F. BOSCH y R. GARCIA-VILLANOVA

Ars Pharm. IX, 173, (1968)

Para comprobar si el comportamiento individual de los respectivos ácidos grasos es exactamente el mismo cuando se pretende valorar mezclas de ellos más o menos complejas, como se describía en el trabajo anterior (24), se preparan soluciones cuya composición porcentual responde a la que pudiera obtenerse una vez hidrolizadas con KOH algunas grasas comunes.

PARTE EXPERIMENTAL

MATERIAL

El mismo empleado en el trabajo anterior (Loc. cit.)

REACTIVOS

Acidos grasos puros
Bario cloruro Merck R. A.
Hidróxido potásico
Alcohol absoluto Doesder
Amonio cloruro R. A. Probus
Amoniaco Probus R. A.
Ftaleincomplexona o púrpura de ftaleína Merck R. A.
Murexida Merck R. A.
Carbonato cálcico Merck R. A.
Acido clorhídrico Probus.
Disolución de EDTA 0,05 M
" de EDTA 0,02 M
" de Cloruro bórico 0,05 M
" de Cloruro bórico 0,02 M
" de Hidróxido potásico 1 N
" de tampón de pH 10
" de púrpura de ftaleína

En la tabla siguiente se indican los porcentajes de ácidos grasos correspondientes a la grasa de cerdo, aceite de coco y aceite de oliyas.

(*) La primera parte de este trabajo se publicó en ARS PHARM. IX, 101 (1968)

<u>ACIDO GRASO</u>	<u>CERDO</u>	<u>COCO</u>	<u>OLIVAS</u>
Butírico	—	—	—
Capróico	—	0,6	—
Caprílico	—	8	—
Cáprico	—	7	—
Láurico	—	48	—
Mirístico	1	17	—
Palmitico	28	9	9
Esteárico	13	2	3
Araquídico	—	—	—
Behénico	—	—	—
Lignocérico	—	—	—
Palmitoléico	3	0,4	—
Oléico	46	6	82
Linoléico	6	2	6
Linoléico	0,8	—	—
Araquidónico	2	—	—

METODO.—Se pesan las cantidades correspondientes a la composición porcentual de cada uno de los ácidos grasos integrantes de la grasa, se colocan en un vaso de precipitados y se añaden 30 ó 70 ml. de KOH 1 N. según se trate de una disolución de molaridad total en sales potásicas 0,02 ó 0,05 M., respectivamente. Se calienta hasta que se consiga la disolución total de la mezcla de ácidos grasos.

Se enfría rápidamente y se transvasa a un matraz aforado de 1.000 ml., en el que previamente se han colocado 400 ml. de alcohol de 95-96° alcalinizados con 1 ó 2 ml. de Hidróxido potásico 1 N. Si en la mezcla de ácidos grasos existiese elevada proporción de ácidos palmítico y esteárico, o cantidad apreciable de otros ácidos grasos saturados de peso molecular más elevado, deberán colocarse 500 ó 600 ml. de alcohol para alcanzar una concentración alcohólica suficiente que evite la precipitación a causa de una intensa hidrólisis.

Finalmente se completa con agua y se homogeneiza. En un vaso de precipitados de 250 ml. se coloca una parte alícuota de la disolución (50, 25 ó 10 ml.), se añaden 3, 2 ó 1 ml. respectivamente de la disolución reguladora de pH 10 y a continuación se añade gota a gota y agitando 50, 25 ó 10 ml. de cloruro bórico (es decir, igual volumen que de disolución de la mezcla de sales potásicas) y de molaridad igual que la de la mezcla de ácidos grasos.

Se filtra a través de un filtro de pliegues y se recoge directamente el filtrado en un matraz de erlenmeyer de 500 ml. Se lava con 150 ml. de agua destilada, recientemente hervida y enfriada a la temperatura ambiente. Al filtrado se añaden unos 8 ml. de amoníaco concentrado, de 1 a 1,2 ml. de disolución de púrpura de ftaleína, 50 ml. de alcohol y un volumen en exceso de EDTA (30 ml. P.e.) de la misma molaridad que el cloruro bórico. Se agita y se espera dos o tres minutos.

Finalmente se valora por retroceso con la misma disolución de cloruro bórico empleada en la precipitación, hasta aparición del primer tinte azulado.

En las tablas siguientes se exponen los resultados al operar con disoluciones 0,05 y 0,02 M. de ácidos grasos en proporción similar a como se encuentran en el aceite de olivas, aceite de coco y grasa de cerdo.

TABLA XIIIa

Solución de mezcla de sales potásicas en proporción similar a la de un aceite de oliva hidrolizado de molaridad 0,05

ml. de sol. K	ml. de Cl ₂ Ba 0,05M	ml. de EDTA 0,05M teóricos	ml. de EDTA 0,05M gastados	Dif. ml.	Error %
50	50	25	24,1	0,9	3,60 %
—	—	—	24,15	0,85	3,40 %
—	—	—	24,05	0,95	3,80 %
—	—	—	24,0	1,0	4,00 %
—	—	—	24,1	0,9	3,60 %
—	—	—	24,1	0,9	3,60 %
—	—	—	24,0	1,0	4,00 %
—	—	—	24,05	0,95	3,80 %
25	25	12,5	12,20	0,30	2,40 %
—	—	—	12,25	0,25	2,00 %
—	—	—	12,35	0,15	1,20 %
—	—	—	12,30	0,20	1,60 %
—	—	—	12,20	0,30	2,40 %
—	—	—	12,35	0,15	1,20 %
—	—	—	12,25	0,25	2,00 %
—	—	—	12,20	0,30	2,40 %
10	10	5	5,05	—0,05	—1,00 %
—	—	—	5,10	—0,10	—2,00 %
—	—	—	5,05	—0,05	—1,00 %
—	—	—	5,10	—0,10	—2,00 %
—	—	—	5,0	—	—
—	—	—	5,05	—0,05	—1,00 %
—	—	—	5,10	—0,10	—2,00 %
—	—	—	5,10	—0,10	—2,00 %

TABLA XIIIb

Solución mezcla de sales potásicas en proporción similar a la de un aceite de oliva hidrolizado de molaridad 0,02

ml. de sol. K	ml. de Cl_2Ba 0,02M	ml. de EDTA 0,02M teóricos	ml. de EDTA 0,02M gastados	Dif. ml.	Error %
50	50	25	24,8	0,20	0,80 %
—	—	—	24,85	0,15	0,60 %
—	—	—	24,9	0,10	0,40 %
—	—	—	24,95	0,05	0,20 %
—	—	—	24,9	0,10	0,40 %
—	—	—	24,8	0,20	0,80 %
—	—	—	24,85	0,15	0,60 %
—	—	—	24,8	0,20	0,80 %
25	25	12,5	12,6	-0,10	-0,40 %
—	—	—	12,5	—	—
—	—	—	12,55	-0,05	-0,39 %
—	—	—	12,6	-0,10	-0,79 %
—	—	—	12,55	-0,05	-0,39 %
—	—	—	12,6	-0,10	-0,79 %
—	—	—	12,5	—	—
—	—	—	12,55	-0,05	-0,39 %
10	10	5	5,2	-0,20	-4,00 %
—	—	—	5,15	-0,15	-3,00 %
—	—	—	5,1	-0,10	-2,00 %
—	—	—	5,15	-0,15	-3,00 %
—	—	—	5,20	-0,20	-4,00 %
—	—	—	5,10	-0,10	-2,00 %
—	—	—	5,15	-0,15	-3,00 %
—	—	—	5,10	-0,10	-2,00 %

TABLA XIVa

Solución mezcla de sales potásicas en proporción similar a la de un aceite de coco hidrolizado de molaridad 0,05

ml. de sol. K	ml. de Cl ₂ Ba 0,05M	ml. de EDTA 0,05M teóricos	ml. de EDTA 0,05M gastados	Dif. ml.	Error %
50	50	25	26,8	1,80	7,20 %
—	—	—	26,5	1,5	6,00 %
—	—	—	26,6	1,6	6,40 %
—	—	—	26,4	1,4	5,60 %
—	—	—	26,4	1,4	5,60 %
—	—	—	26,45	1,45	5,80 %
—	—	—	26,60	1,60	6,40 %
—	—	—	26,35	1,35	5,40 %
25	25	12,5	13,4	0,9	7,20 %
—	—	—	13,3	0,8	6,40 %
—	—	—	13,6	1,1	8,80 %
—	—	—	13,55	1,05	8,40 %
—	—	—	13,5	1	8,00 %
—	—	—	13,4	0,9	7,20 %
—	—	—	13,4	0,9	7,20 %
—	—	—	13,5	1	8,00 %
10	10	5	5,8	0,8	16,00 %
—	—	—	5,85	0,85	17,00 %
—	—	—	5,4	0,4	8,00 %
—	—	—	5,75	0,75	3,08 %
—	—	—	5,8	0,80	16,00 %
—	—	—	5,8	0,80	16,00 %
—	—	—	5,8	0,80	16,00 %
—	—	—	5,9	0,90	3,60 %

TABLA XIVb

Solución mezcla de sales potásicas en proporción similar a la de un aceite de coco hidrolizado de molaridad 0,02

ml. de sol. K	ml. de Cl_2Ba 0,02M	ml. de EDTA 0,02M teóricos	ml. de EDTA 0,02M gastados	Dif. ml.	Error %
50	50	25	27,3	2,3	9,20 %
—	—	—	27,1	2,1	8,40 %
—	—	—	26,9	1,9	7,60 %
—	—	—	26,9	1,9	7,60 %
—	—	—	26,9	1,9	7,60 %
—	—	—	27,0	2,0	8,00 %
—	—	—	27,2	2,2	8,80 %
—	—	—	27,3	2,3	9,20 %
25	25	12,5	13,5	1,0	8,00 %
—	—	—	13,75	1,25	10,00 %
—	—	—	14,3	1,8	14,40 %
—	—	—	13,35	0,85	6,80 %
—	—	—	13,7	1,2	9,60 %
—	—	—	13,7	1,2	9,60 %
—	—	—	13,7	1,2	9,60 %
—	—	—	13,75	1,25	10,00 %
10	10	5	6,5	1,5	30,00 %
—	—	—	6,4	1,4	28,00 %
—	—	—	6,3	1,3	26,00 %
—	—	—	6,4	1,4	28,00 %
—	—	—	6,45	1,45	29,00 %
—	—	—	6,45	1,45	29,00 %
—	—	—	6,3	1,30	26,00 %
—	—	—	6,5	1,5	30,00 %

TABLA XVa

Disolución mezcla de sales potásicas en proporción similar a la de una manteca de cerdo hidrolizada de molaridad 0,05

ml. de sol. K	ml. de Cl ₂ Ba 0,05M	ml. de EDTA 0,05M teóricos	ml. de EDTA 0,02M gastados	Dif. ml.	Error %
50	50	25	24,55	0,45	1,80 %
—	—	—	24,50	0,50	2,00 %
—	—	—	24,55	0,45	1,80 %
—	—	—	24,6	0,40	1,60 %
—	—	—	24,6	0,40	1,60 %
—	—	—	24,45	0,55	2,20 %
—	—	—	24,60	0,40	1,60 %
—	—	—	24,5	0,50	2,00 %
25	25	12,5	12,5	—	—
—	—	—	12,45	0,05	0,40 %
—	—	—	12,55	0,05	—0,40 %
—	—	—	12,4	0,10	0,80 %
—	—	—	12,45	0,05	0,40 %
—	—	—	12,4	0,10	0,80 %
—	—	—	12,5	—	—
—	—	—	12,45	0,05	0,40 %
10	10	5	5,1	0,10	—2,00 %
—	—	—	5,15	0,15	—3,00 %
—	—	—	5,05	0,05	—1,00 %
—	—	—	5	—	—
—	—	—	5,1	0,10	—2,00 %
—	—	—	5,1	0,10	—2,00 %
—	—	—	5,05	0,05	—1,00 %
—	—	—	5,05	0,05	—1,00 %

TABLA XVb

Disolución mezcla de sales potásicas en proporción similar a la de una manteca de cerdo hidrolizada de molaridad 0,02

ml. de sol. K	ml. de Cl_2Ba 0,02M	ml. de EDTA 0,02M teóricos	ml. de EDTA 0,02M gastados	Dif. ml.	Error %
50	50	25	24,6	0,40	1,60 %
—	—	—	24,7	0,3	1,20 %
—	—	—	24,65	0,35	1,40 %
—	—	—	24,7	0,30	1,20 %
—	—	—	24,6	0,40	1,60 %
—	—	—	24,75	0,25	1,00 %
—	—	—	24,6	0,40	1,60 %
—	—	—	24,6	0,40	1,60 %
25	25	12,5	12,55	0,05	—0,40 %
—	—	—	12,60	0,10	—0,80 %
—	—	—	12,5	—	—
—	—	—	12,60	0,10	—0,80 %
—	—	—	12,45	0,05	0,40 %
—	—	—	12,60	0,10	—0,80 %
—	—	—	12,5	—	—
—	—	—	12,55	0,05	—0,40 %
10	10	5	5,15	0,15	—3,00 %
—	—	—	5,15	0,15	—3,00 %
—	—	—	5,10	0,10	—2,00 %
—	—	—	5,05	0,05	—1,00 %
—	—	—	5,10	0,10	—2,00 %
—	—	—	5,10	0,10	—2,00 %
—	—	—	5,05	0,05	—1,00 %
—	—	—	5,10	0,10	—2,00 %

CONCLUSIONES

- 1.^a—La valoración de mezclas de sales potásicas cuando la composición es similar tanto "cuali" como cuantitativamente a la de un aceite de oliva, hace posible la valoración global de la mezcla, compensándose favorablemente los errores de titulación, que resultan comprendidos entre 0,39-0,8 % para concentraciones de molaridad 0,02.
- 2.^a—La presencia en las mezclas de sales potásicas de ácidos grasos de bajo peso molecular (caprónico, caprílico) aumentan el porcentaje de error paralelamente a la concentración de dichos ácidos en la mezcla. Los ensayos realizados con mezclas de composición similar a la de los aceites de coco confirman esta conclusión.
- 3.^a—Las mezclas de composición similar a la grasa de cerdo se valoran favorablemente hasta el punto de que los errores que se alcanzan al operar con las sales potásicas de los ácidos grasos aislados se compensan beneficiosamente cuando están en mezcla.

RESUMEN

Se propone un nuevo método de determinación de mezclas de ácidos grasos en proporción similar a los que constituyen los aceites de oliva, coco y grasa de cerdo, previa neutralización de los mismos con disolución de KOH, precipitación con un exceso de disolución titulada de Cl_2Ba y titulación del exceso de Ba(II) en el filtrado con AEDT de igual molaridad, empleando púrpura de fta-leína como indicador.

Los errores encontrados son pequeños para las mezclas de ácidos grasos en proporción similar al aceite de oliva y grasa de cerdo y algo mayores para los de aceite de coco como consecuencia de la mayor proporción de ácidos grasos de bajo peso molecular, tanto en concentraciones 0,05 M y 0,02 M.

SUMMARY

A new method is proposed for the determination of mixtures of fatty acids in similar proportions to those which compose olive oil, coconut oil and lard, after their neutralization with KOH solution, precipitating with a excess of standard solution of Cl_2Ba in the filtrate with AEDT solution of identical molarity, using o-cresolphthalein complexone as indicator.

The errors found are small for the mixtures of fatty acids in similar proportions to olive oil and lard, and somewhat greater for those of coconut oil as a consequence of the greater proportion of fatty acids of low molecular weight for concentrations of 0,05 M and 0,02 M.

BIBLIOGRAFIA

- (1) JOHN J. SINGER y FREDERICK BERSWOTH. Soap Sanit. Chemical 25, 45-7 (1950).
- (2) GIACOMO BIONDA. Atti Accad. Sci. Torino. Classe Sci, mat e nat. 88, 384-6 (1953-4).
- (3) WELSTER y ROBERTSON.—Analyst. 60, 616-19 (1955).
- (4) F. J. MAC DONALD.—Analyst. 84, 747-49 (1959).
- (5) IZHAK, MANZON e IZOTIBA.—Tavod Labor. 25, 1299-1300 (1959).
- (6) MAURIZIO ANTONACCI.—Chim. e ind. 42, 375-7 (1960).
- (7) R. SIJDERIUS.—Anal. Chim. Acta. 10, 517-519 (1954).

- (8) M. R. VERMA y V. M. BHUCHAR.—*Paint. Manuf.* 27, 384-5 (1957).
- (9) A. J. COHEN y L. GORDON.—*Analyst. Chemistry.* 28, 1445-7 (1956).
- (10) KOICHI EMI, KYOJITOLI y HARNO MIYATA.—*Ibid.* 78, 974-76 (1959).
- (11) J. DRAGUSIN.—*Rev. Chim.* 11, 110-12 (1960).
- (12) S. B. SAVVIN, YU. M. DEDKOV y V. P. MAKAROVA.—*Zhur. Anal. Khim.* 17, 43-47 (1962).
- (13) M. T. PARTAFNIKOVA e I. G. SHAFRAN.—*Tr. Vses. Nauchn.* 25, 274-282 (1963).
- (14) H. F. COMBS y E. L. CROVE.—*Analyst. Chemistry.* 400 (1964).
- (15) K. EMI. KIOJI TOLI y TSUGUYO WADA.—*Ibid.* 78, 977-979 (1958).
- (16) DRAHOMIRA TEZLJSKA, JIRI KORB y V. SVOBODA.—*Czech.* 88, 511 (1959).
- (17) G. ANDEREGG, H. FLASDIKA, R. SALLIMAN y G. SCHWARZENBACH.—*Helv. Chim. Acta.* 37, 113 (1954).
- (18) S. R. Mc. CALLUM.—*Can. J. Chem.* 34, 921 (1956).
- (19) K. BÖHLER, SCHWEIZ.—*Med. Wochs chr.* 86, 68 (1956).
- (20) B. M. TUCKER, J. AUSTRALIAN.—*Inst. Agr. Sci.* 21, 100 (1955).
- (21) A. EMR. JIRI KÖRBL y RUDOLF PRIBIL.—*Czech.* 89, 338 (1959).
- (22) ERIKA WOHMANN.—*Z. Angew. Geol.* 8, 263-67 (1962).
- (23) A. R. KVZNETSON y N. N. PAVLON.—*Nauchn. Tr. Mosk. Teknnd. Inst. Legkoi Prom.* 62-6 (1961).
- (24) F. BOSCH y R. GARCIA-VILLANOVA.—*Ars Pharmaceutica*, IX, 101-18 (1968).

SUMMARY

A new method is proposed for the determination of mixtures of fatty acids in smaller proportions to those which compose olive oil, coconut oil and tallow. Their esterification with KOH solution, followed by a excess of standard solution of CaCl_2 in the filtrate with AEDT solution of identical molar concentration as indicator.

Minor errors found are small for the mixtures of fatty acids in smaller proportions to olive oil and tallow and somewhat greater for those of coconut oil as a consequence of the greater proportion of fatty acids of low molecular weight for concentrations of 0.05 M and 0.02 M.

BIBLIOGRAPHIA

- (1) JOHN A. SINGER y FREDERICK BIRSWORTH—*Soap Sanit. Chemicals* 25, 45-7 (1956).
- (2) GIACOMO BIGNARDI—*Atti Accad. Sci. Torino. Classe Sci. nat. e mat.* 88, 384-8 (1954).
- (3) WALTER J. ROZINSKY—*Analyst.* 60, 616-18 (1955).
- (4) F. J. MAC DONALD—*Analyst.* 81, 737-38 (1956).
- (5) IRENE MANNON y IZOBEL—*Taylor Labor.* 25, 1298-1300 (1959).
- (6) MAURITIO ANTOSZAKI—*Chim. e Ind.* 43, 375-7 (1961).
- (7) R. STUBERUS—*Anal. Chim. Acta.* 70, 317-318 (1954).