

POSIBILIDADES PARA LA DETERMINACION DE ACIDOS DE LAS  
GRASAS Y ACEITES VEGETALES POR COMPLEXOMETRIA INDI-  
RECTA CON Pb(II) Y ESTABLECIMIENTO DE UN NUEVO INDICE  
EN LOS MISMOS DENOMINADO "COMPLEXOMETRICO".

I.—DETERMINACION DE ACIDOS GRASOS

por

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

Ars Pharm. IX, 327 (1968)

INTRODUCCION

La determinación de las grasas se realiza generalmente por procedimientos de extracción de las mismas en sustancias que las contienen, empleando para ello disolventes orgánicos como el éter de petróleo, el éter etílico, sulfuro de carbono, exano, tricloroetileno, etc., siendo el clásico aparato de Soxhlet y sus modificaciones los frecuentemente empleados.

Los inconvenientes de estos métodos estriban en que el disolvente orgánico no disuelve sólo y específicamente la grasa, sino que al lado de la misma se encuentran vitaminas, pigmentos, esteroides, etc., que son solubles en esos disolventes.

Estas circunstancias han dado lugar a que se pensase en buscar un método más selectivo a ser posible de mayor rapidez que el citado de Soxhlet y que sabemos presenta los inconvenientes antes señalados. Así, GARCIA-VILLANOVA (1) propone un micrométodo basado en los principios anteriores con algunas ventajas.

Recientemente, F. BOSCH (2) estudia la determinación complexométrica de aceite de oliva en orujo por complexometría indirecta con Bario (II) y MARIN-AZNAR (3) propone métodos para determinación de aceite de soja y cacahuete por técnica similar a la anterior pero empleando el Mg (II) como catión precipitante.

A la vista de estos trabajos y después de una detenida revisión bibliográfica del tema propuesto, no hemos encontrado en la bibliografía científica ningún método que emplee el Pb (II) como precipitante y la titulación del mismo por retorno con EDTA.

COMPLEXOMETRIA

A partir de los trabajos de WERNER en 1893 se abrió un amplio cauce en el conocimiento de la Química de los complejos. Unos han servido para la determinación espectrofotométrica de complejos coloreados, incluso incoloros, pero

con determinada absorción en la zona ultravioleta. Muchos complejos poco solubles han servido para la determinación gravimétrica de cationes y aniones.

La aplicación de las propiedades analíticas de las complexonas por SCHWARZENBACH (4) en 1945, empleando el ácido nitrilo-triacético (5) y el ácido etilendiamino tetracético y su sal disódica (6) y (7), el ácido uramil-diacético (8) y finalmente una serie de compuestos poliamino-policarboxílicos que presentan por lo menos dos restos de ácido acético unidos a un solo átomo de nitrógeno, han abierto un amplio cauce a las valoraciones por formación de complejos hasta el punto de que llenan hoy un capítulo interesante y cada vez más prometedor en el Análisis Químico.

El empleo de Indicadores de metales propuestos para las titulaciones complexométricas han permitido obviar los inconvenientes de los métodos electro-métricos, nunca al alcance de todos, ni tampoco fácilmente manejables por personal poco competente.

El negro de Eriocromo T propuesto por BROWN y HAYES (9), YOUNG, ISWEETT (10), HARVEY, KOMARMY y WYATT (11) y SCHWARZENBACH (12), así como el Azul negro de Eriocromo empleado por SCHWARZENBACH y BIEDERMANN (13).

El Azul de Eriocromo S. E. empleado por BARNRD Jr., BROAD y FLASCHKA, H. (14) y el Negro de Eriocromo A usado por ABD y col. (15), así como por SCHWARZENBACH y BIEDERMANN (loc. cit.) (1948). Los azules ácidos al cromo empleados por STYUNKEL y col. (16) y el azul verde al cromo omega propuesto por ABD y col. (17). El negro omega cromo PPV ha sido propuesto por ABD y AZIZ (18). El Negro de solocromo P. V. empleado por KHALIFA y KHATER (19) y también el ácido (1-hidroxi-4-metil-2-fenilazo)-2-naftol-4-sulfónico, propuesto por LINDSTROM y DIEHL (20).

La aplicación de la volumetría complexométrica a las determinaciones del Pb (II) ha sido realizada con éxito por numerosos investigadores. Así, PRIBIL y ROTAL (21) determinan el plomo y el manganeso frente a Negro T de Eriocromo empleando dimetilmercaptopropanol que libera EDTA correspondiente al plomo que se titula por retorno con sulfato magnésico.

El plomo en minerales de sulfuro de plomo y concentrados ha sido valorado por GOTTC y DELBRECHT (22).

El contenido en plomo en aditivos y aceites minerales ha sido posible su titulación gracias a BIONDA (23) y este catión presente en concentrados de plomo y con contenido de Bario menor del 2 por ciento, puede ser titulado según ZAT-CHIKOVA y col. (24). Igualmente SEM SARME (25) emplea disoluciones de EDTA, NTA y DGA para la titulación de Cobalto, Calcio, Plomo y Torio.

Titulaciones sin indicadores de metales empleando EDTA han sido realizadas para el plomo, níquel y vanadio por BUDDUADEVSEN (26).

Otro método propuesto por MAHR y OTTERBEIN (27) determina el plomo del complejo con tiurea y el EDTA liberado lo titula por retorno con sal magnésica.

Determinaciones directas de plomo frente a rojo de pirogalol han sido propuestas por SUK y col. (28) y en escorias y aleaciones a base de plomo previa destrucción de la materia orgánica han sido realizadas por PINKSTON y WENNER (29), aún cuando interfieran el calcio y el bario.

En aleaciones para embalajes es posible determinar el plomo según JACK y col. (30). El plomo y cadmio en aleaciones se determina rápidamente según KUZNETSORA y cols. (31) e igualmente en otras conteniendo cobre, hierro, plomo y cinc en las que existe un gran contenido de cobre, según KIUNUNEN y WENNER-TRAND (32) proponen la determinación del plomo en productos metalúrgicos.

KIUNUNEN y MERIKAUTO determinan en bloque el plomo, manganeso y aluminio en bronce y latones (33).

La microdeterminación del plomo directamente ha sido realizada por FLASCHKA (34) y PLOCEK propone un método para titular el plomo en materiales para plado cerámico (35).

Empleando V. B. como indicador y disolución de urotropina se puede determinar directamente el plomo como indica URESTAL y HARIZ (36) y la determinación de este catión, cobre y cinc en iones polimetálicos la han realizado FAINBERG y col. (37).

En productos farmacéuticos ha sido determinado el contenido en plomo por STREULI y STESSEL JABI y utilizando la ditizona como indicador de extracción pequeñas cantidades de plomo han sido determinadas por MINAMI y GEN SATO (39).

El plomo tetraetilo en carburantes ha podido ser titulado por RUSS y REEDER (40) y también por BRAUM (41) e igualmente un método rápido para la valoración del plomo en gasolina ha sido propuesto por GRUNWALD (42).

En disoluciones de fluoborato, BERMEJO y PAZ determinan el plomo por retorno con disolución 0,1 M. de Zn (II) (43).

Métodos espectrofotométricos de desplazamiento de complejos metálicos por el EDTA tanto en el visible como en el ultravioleta han sido realizados por PLUMB y col. (44), para el cromo, cobre, níquel, plomo, cobalto y cinc.

Titulaciones en bloque del plomo y otros metales han sido propuestas por FLASCHKA y HUDITZ (45), pudiendo ser determinado el plomo en presencia de los cationes cobre, cadmio, cinc, níquel, cobalto y mercurio adicionando cianuro potásico.

El EDTA empleado para evitar la interferencia del plomo en la precipitación de sulfuros, ha sido publicado por KIUNUNEN y WENNESTRAND (46).

La preparación del complejo plomo-EDTA es descrita por LASTOVSKII y col. (47).

Determinaciones de óxidos superiores de plomo y manganeso han sido también realizadas empleando EDTA por PRIBIL y CIHALIK (48), previa reducción iodométrica de los mismos.

Técnicas polarográficas han sido empleadas para la determinación del complejo plomo-EDTA por TANAK y col. (49) y TAKETATSU (50) separa por cambio iónico cerio y torio con el complejo plomo-EDTA.

El uso de la sal disódica del EDTA en la industria de la grasa y de los jabones se remonta al parecer al año 1950 en que SINGER y BERSWOTH (51) describen el uso de esta sal para estabilizar los jabones a la oxidación.

Más tarde BIONDA (52) determina probablemente por primera vez algunos estearatos por un método indirecto, valorando el calcio y cinc iónicos complejométricamente.

Dos años más tarde WELSTER y ROBERTSON (53) determinan el contenido total de ácidos grasos en los jabones exentos de productos extraños precipitando con  $\text{Cl}_2\text{Ca}$ . En 1959 Mac-DONALD (54) prepara un reactivo para la determinación rutinaria de grasa en leche incluyendo en él EDTA disódico para disminuir interferencias. Ese mismo año IZHAK y col. (55) publican un método complexométrico para dosificación de materias grasas en jabones empleando  $\text{Cl}_2\text{Ca}$  y titulan por retorno con Trilón B.

Empleando Ca (II) como precipitante y valorando por igual procedimiento ANTONACCI (56) titula ácido oléico libre con EDTA y murexida en los baños empleados para la limpieza y brillo de fibras textiles.

La determinación de ácidos grasos por complexometría indirecta empleando Mg (II) como precipitante de las sales potásicas ha sido desarrollada por MARIN-AZNAZ y GARCIA-VILLANOVA (57) y la aplicación de esta técnica para la determi-

nación de aceite de soja y cacahuete en las semillas correspondientes ha sido propuesto por estos autores (58).

Recientemente, BOSCH y GARCÍA-VILLANOVA (59) determinan los ácidos grasos con Ba (II) como precipitante titulando por retorno con EDTA y timolftaleína-complexona.

Del mismo modo, este mismo año publican estos últimos autores (60) un método basado en igual principio que el anterior para la determinación de aceite de oliva en orujo.

## PARTE EXPERIMENTAL

### DISOLUCIONES EMPLEADAS

*Disolución de EDTA 0,05 M. y 0,02 M.*—18,61 ó 7,44 g. respectivamente de EDTA disódico puro y desecado a 80°C se disuelven en agua y se completan hasta 1.000 ml. en matraz aforado.

*Disolución de nitrato de plomo 0,05 M. y 0,02 M.*—16,56 ó 6,62 g. respectivamente de  $(\text{NO}_3)_2\text{Pb}$  puro y desecado a 100°C se disuelven en agua y completan a 1.000 ml. en matraz aforado.

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

*Disolución reguladora de pH 10.*—94 g. de nitrato amónico y 794 de hidróxido amónico ( $D = 0,923$ ) se disuelven en agua destilada hasta 1.000 ml.

*Disolución de fenolftaleína.*—1 g. de la misma en 100 ml. de etanol de 96°.

*Disolución de Negro de Eriocromo T.*—1 g. de dicha sustancia en 100 ml. de metanol.

*Disolución de Hidróxido potásico 1 N.*—56 g. del producto sin indicios de carbonatación se disuelven en agua destilada completando hasta 1.000 ml.

*METODO.*—Se pesan exactamente 0,05 M. o 0,02 M. del ácido graso en un vaso de precipitado de 250 ml. según se indica:

	0,05 M	0,02 M
Acido caprónico	5,80 g.	2,323 g.
” caprílico	7,210 g.	2,884
” cáprico	8,612	3,444
” láurico	10,014	4,006
” mirístico	11,420	4,566
” palmítico	12,820	5,128
” esteárico	14,222	5,688
” oléico	14,120	5,648
” linólico	14,020	5,608
” linoléico	13,920	5,568

Se añaden 70 ml. ó 30 ml. respectivamente de KOH 1 N y 1.000 ml. de alcohol. Se calienta hasta comienzo de ebullición, agitando de vez en cuando, consiguiendo así la disolución rápida del ácido graso.

Se enfría rápidamente y se trasvasa a un matraz aforado de 1.000 ml. en el que previamente hay colocados 400 ml. de alcohol, alcalinizados ligeramente con 1 ó 2 ml. de KOH 1 N. Finalmente se completa hasta el enrase con agua

destilada y se homogeniza. Esta concentración alcohólica, aproximadamente del 50 por ciento v/v, es suficiente para los ácidos no saturados y los saturados de peso molecular medio, pero los ácidos palmítico y esteárico requieren concentraciones alcohólicas superiores. El primero de ellos se ha preparado en alcohol de 60 por ciento y el esteárico en solución de una riqueza alcohólica del 70 por ciento v/v.

En presencia de 9 ml. de disolución reguladora y de igual cantidad de ácido tartárico se precipita un volumen conocido de disolución de sales potásicas de los ácidos grasos, en agitación continua y dejando caer dicha disolución desde la bureta gota a gota. Se obtiene así un precipitado que se deja en reposo 10 minutos, filtramos por filtro de pliegues, pues resulta la forma más adecuada de filtración. Se lava con 150 ml. de agua destilada, se añaden 7 gotas de indicador Negro de Eriocromo T y se procede a la valoración del filtrado con disolución de EDTA de igual molaridad que las empleadas en la precipitación. La valoración se da por terminada cuando se consigue un azul puro.

TABLA I

Acido Láurico ml.	Acido Láurico g.	Pb (II) ml.	EDTA ml (media)	Acido encont. g. (media)	Diferencia (media)	Error % (media)
<sup>1</sup> 50	0,5007	50	24,91	0,5023	0,0058	0,63
25	0,2503	25	12,48	0,2512	0,0020	0,32
10	0,1000	10	5,06	0,0988	0,0036	3,60

Varianza:  $V = 0,0544$

Desviación típica:  $\sigma = 0,0023$

Desviación media:  $\sigma m = 5,21$

<sup>2</sup> 50	0,2002	50	25,03	0,1999	0,0011	0,56
25	0,1001	25	12,80	0,0976	0,0024	2,42
10	0,0400	10	5,21	0,0383	0,0444	4,44

Varianza:  $V = 0,0052$

Desviación típica:  $\sigma = 0,0007$

Desviación media:  $\sigma m = 1,61$

- (1) Disoluciones de Pb (II) y EDTA 0,05 M.  
 (2) " " " " 0,02 M.

TABLA II

Acido Mirístico ml.	Acido Mirístico g.	Pb (II) ml.	EDTA ml. (media)	Acido encont. g. (media)	Diferencia (media)	Error % (media)
<sup>1</sup> 50	0,5705	50	24,73	0,5769	0,0645	1,02
25	0,2852	25	12,38	0,2880	0,0071	2,48
10	0,1141	10	5,09	0,1120	0,0050	4,30
Varianza: $V = 0,1811$ Desviación típica: $\sigma = 0,0042$ Desviación media: $\sigma m = 9,50$						
<sup>2</sup> 50	0,2282	50	24,97	0,2284	0,0013	0,60
25	0,1141	25	12,55	0,1137	0,0010	0,85
10	0,0456	10	4,75	0,0480	0,0030	6,59
Varianza: $V = 0,0034$ Desviación típica: $\sigma = 0,0005$ Desviación media: $\sigma m = 1,30$						
(1) Disoluciones de Pb (II) y EDTA 0,05 M.						
(2) " " " " 0,02 M.						

TABLA III

Acido Palmítico ml.	Acido Palmítico g.	Pb (II) ml.	EDTA ml. (media)	Acido encont. g. (media)	Diferencia (media)	Error % (media)
<sup>1</sup> 50	0,6410	50	24,91	0,6426	0,0027	0,43
25	0,3205	25	12,5	0,3205	—	—
10	0,1282	10	5,02	0,1276	0,0026	2,00
Varianza: $V = 0$ Desviación típica: $\sigma = 0$ Desviación media: $\sigma m = 0$						
<sup>2</sup> 50	0,2564	50	24,89	0,2562	0,0018	0,73
25	0,1282	25	12,34	0,1276	0,0021	1,63
10	0,0512	10	4,94	0,0518	0,0074	2,40
Varianza: $V = 0,0324$ Desviación típica: $\sigma = 0,0018$ Desviación media: $\sigma m = 4,03$						
(1) Disoluciones de Pb (II) y EDTA 0,05 M.						
(2) " " " " 0,02 M.						

TABLA IV

Acido Esteárico ml.	Acido Esteárico g.	Pb (II) ml.	EDTA ml. (media)	Acido encont. g. (media)	Diferencia (media)	Error % (media)
<sup>1</sup> 50	0,7111	50	24,98	0,7116	0,0029	0,40
25	0,3555	25	12,5	0,3555	—	—
10	0,1422	10	4,93	0,1441	0,0051	3,51

Varianza:  $V = 0$

Desviación típica:  $\sigma = 0$

Desviación media:  $\sigma m = 0$

<sup>2</sup> 50	0,2844	50	25,24	0,2816	0,0039	1,39
25	0,1422	25	12,40	0,1435	0,0023	1,61
10	0,0568	10	5,06	0,0561	0,0017	2,99

Varianza:  $V = 0,0002$

Desviación típica:  $\sigma = 0,0001$

Desviación media:  $\sigma m = 0,36$

(1) Disoluciones de Pb (II) y EDTA 0,05 M.

(2) " " " " 0,02 M.

TABLA V

Acido Oleico ml.	Acido Oleico g.	Pb (II) ml.	EDTA ml. (media)	Acido encont. g. (media)	Diferencia (media)	Error % (media)
<sup>1</sup> 50	0,7055	50	24,96	0,7065	0,0040	0,56
25	0,3527	25	12,51	0,3524	0,0027	0,80
10	0,1411	10	5,02	0,1405	0,0028	1,91

Varianza:  $V = 0,0069$

Desviación típica:  $\sigma = 0,0008$

Desviación media:  $\sigma m = 1,85$

<sup>2</sup> 50	0,2820	50	24,70	0,2853	0,0056	1,98
25	0,1411	25	12,39	0,1422	0,0012	0,87
10	0,0564	10	5,17	0,0544	0,0027	4,90

Varianza:  $V = 0,0034$

Desviación típica:  $\sigma = 0,0005$

Desviación media:  $\sigma m = 1,30$

(1) Disoluciones de Pb (II) y EDTA 0,05 M.

(2) " " " " 0,02 M.

T A B L A VI

Acido Linólico ml.	Acido Linólico g.	Pb (II) ml.	EDTA ml. (media)	Acido encont. g. (media)	Diferencia (media)	Error % (media)
<sup>1</sup> 50	0,2804	50	27,27	0,2544	0,0258	9,08
25	0,1402	25	13,96	0,1236	0,0166	11,68
10	0,0560	10	5,82	0,0467	0,0092	16,40

Acido Linolé-nico ml.	Acido Linolé-nico g.	Pb (II) ml.	EDTA ml. (media)	Acido encont. g. (media)	Diferencia (media)	Error % (media)
<sup>1</sup> 50	0,2780	50	25,12	0,2763	0,0017	0,66
25	0,1240	25	13,21	0,1313	0,0729	5,84
10	0,0556	10	6,15	0,0428	0,0127	23,72

Varianza:  $V = 0,0170$

Desviación típica:  $\psi = 0,0013$

Desviación media:  $\sigma m = 2,91$

(1) Disoluciones de Pb (II) y EDTA 0,02 M.

T A B L A VII

Acido Araquídico G.	Pb (II) ml.	EDTA ml. (media)	Acido encont. g. (media)	Diferencia (media)	Error % (media)
<sup>1</sup> 0,100	10	17,86	0,0890	0,0107	10,78

Acido Behénico G.	Pb (II) ml.	EDTA ml. (media)	Acido encont. g. (media)	Diferencia (media)	Error % (media)
<sup>1</sup> 0,100	10	17,74	0,1080	0,0080	8,00

(1) Disoluciones de Pb (II) y EDTA 0,05 M.

## CONCLUSIONES

- 1.<sup>a</sup>—El ácido láurico puede ser determinado a temperatura ambiente a concentraciones 0,05 M. y 0,02 M. con un minimum de error para 0,25 g. y 0,2 g. respectivamente. Varianza 0,0544; Desviación típica 0,0023; Desviación media 5,21 y Varianza 0,0052,  $\sigma$  0,0007 y  $\sigma_m$  1,61.
- 2.<sup>a</sup>—La determinación del ácido mirístico es posible para ambas concentraciones y de 0,28 a 0,57 g. para la 0,05 M. y de 0,11 a 0,22 g. para la 0,02 M. con un error despreciable para esta última. Varianza 0,1811,  $\sigma$  0,0042  $\sigma_m$  9,5 y Varianza 0,0034,  $\sigma$  0,0005 y  $\sigma_m$  1,30.
- 3.<sup>a</sup>—El ácido palmítico se puede determinar sin error o con un minimum del mismo a la concentración 0,05 M. desde 0,12 g. a 0,64 g. y los errores obtenidos al titular con disolución 0,02 M. permiten la valoración del mismo desde 0,12 g. a 0,25 g. Varianza 0,0324,  $\sigma$  0,0018 y  $\sigma_m$  4,03 para la disolución 0,02 M.
- 4.<sup>a</sup>—La titulación de ácido esteárico se realiza virtualmente sin error a la concentración 0,05 M. y entre 0,35 g. y 0,71 g. y con error despreciable a concentración 0,02 M. y un margen de 0,14 a 0,28 g., incluso a concentración 0,01 M. para alrededor de 0,14 g. Varianza 0,0002,  $\psi$  0,0001 y  $\psi_m$  0,36 para la disolución  $2 \times 10^{-2}$ M.
- 5.<sup>a</sup>—Es posible determinar el ácido oléico a concentraciones  $5 \times 10^{-2}$  M.,  $2 \times 10^{-2}$  M. y  $10^{-2}$  M. y un margen de cantidades de 0,14 a 0,70 g., 0,14 a 0,28 g. y 0,02 a 0,14 g., respectivamente. Varianza 0,0069,  $\sigma$  0,0008 y  $\sigma_m$  1,85 y Varianza 0,0034,  $\sigma$  0,0005 y  $\sigma_m$  1,30 para las dos primeras concentraciones.
- 6.<sup>a</sup>—El ácido linólico, como consecuencia del doble enlace aumenta considerablemente el error de titulación, habiéndose encontrado que el menor error aparece cuando se trabaja entre 0,14 y 0,28 g. y concentración  $2 \times 10^{-2}$  M.
- 7.<sup>a</sup>—El ácido araquídico, dada la dificultad de obtener una perfecta dilución de la sal potásica como consecuencia de la hidrólisis, no es posible determinarlo más que con errores considerables a la concentración 0,05 M. y 0,1 g. aproximadamente.

## BIBLIOGRAFIA

- 1.—GARCIA-VILLANOVA, R.—Laboratorio, 42, 101 (1966).
- 2.—BOSCH, F.—Tesis Doctoral.—Universidad de Granada (1967).
- 3.—MARIN-AZNAR, M.<sup>a</sup> T.—Tesis doctoral.—Universidad de Granada (1967).
- 4.—SCHWARZENBACH, G., KAMPTSCHKE and STEINER, R.—Helv. Chim. Acta, 28, 828 (1945).
- 5.—SCHWARZENBACH, G. and BIEDERMANN, W.—Helv. Chim. Acta, 31, 459 (1948).
- 8.—SCHWARZENBACH, G., and ACKERMANN, W.—Helv. Chim. Acta, 30, 1.798 (1947).
- 7.—SCHWARZENBACH, G. and BIEDERMANN, W.—Helv. Chim. Acta, 31, 1.798 (1948).
- 8.—SCHEWARZENBACH, G., KAMPITSCH, E. and STEINER, R.—Helv. Chim. Acta, 29, 364 (1946).
- 9.—BROW, E. G. and HAYES, T. J.—Anal. Chim. Acta, 9, 1 (1953).
- 10.—YOUNG, A. and SWEET, T. R.—Anal. Chem. 27, 418 (1955)
- 11.—HARVEY, A. E., KOMARMY, J. M. and WYATT, G. M.—Anal. Chem. 25, 498 (1953).

- 12.—SCHWARZENBACH, G.—Analyst. 80, 713 (1955).
- 13.—SCHWARZENBACH, G. and BIEDERMANN, W.—Helv. Chim. Acta, 31, 678 (1948).
- 14.—BARNARD, A. J., BROAD, W. C. and FLASCHKA, H.—Chemist. Analyst. 45, 86 (1956).
- 15.—ABD, A. A., RAHEEN and ABDEL AZIZ AMIN.—Anal. Chim. Acta, 19, 327 (1958).
- 16.—STYUNKEL, T. B., YAKIMATS, E. M. and SAVINOSKII, D. A.—Zhur. Anal. Khim., 8, 163 (1953).
- 17.—ABD, A. A., EL RAHEEN and MOUSTAFA, A. S.—Nnal. Chim. Acta, 21, 379 (1959).
- 18.—ABD, A. A., EL RAHEEN and Abdel AZIZ M. AMIN.—Z. Anal. Chom. 165, 416 (1959).
19. KHALIFA, H. and KHATER, M. M.—Anal. Chem. 183, 241 (1961).
- 20.—FRE ERICCK LINDSTROM and HARVEY DIEHL.—Anal. Chem. 32, 1.123 (1960).
- 21.—PRIBIL, R. and ROTAL, Z.—Chem. Listy. 48, 818 (1954).
- 22.—GOETZ, C. A. and DELBRECHT, F. J.—Anal. Chem. 27, 1.972 (1955).
- 23.—GIACOMO BIONDA.—Atti. Accad. Sci. Torino. Classe Sci., Mat. e Nat. 88, 195-8 (1953-54).
- 24.—ZAICHIKOVA, L. B., LUTENKO, N. N. and IOFFE, V. P.—Zavodskaya Lab. 23, 910 (1957).
- 25.—SEN SAR-ME, R. N.—Science and Culture. 20, 448-9 (1955); Cf. TOMULA, C. A. 25, 1.181; POWELL, C. A. 11, 1.801.
- 26.—BOUDHADEV SEN.—Anal. Chim. Acta, 19, 551-4 (1958).
- 27.—MAHR, C. and OTTERBEIN,—Z. and Chem. 144, 28-30 (1955).
- 28.—SUK, V., MALAT, M. and JENICKOVA, A.—Chem. Listy. 49, 1.798 (1955-56).
- 29.—PINKSTON, J. L. and KENNER, C. T.—Anal. Chem. 27, 446 (1955).
- 30.—PINKSTON, J. L. and KENNER, C. T.—Anal. Chem. 27, 446-7 (1955).
- 31.—KUZNETSORA, E. T., TALAIEVA, O. D. and TIKONOV, A. S.—Sb. Trud. Voroney hst otd. Uss. Khim.obslices in D. I. Mendeleev, 151 (1951).
- 32.—KIUNUNNEN, J. and WENNESTRAND, W.—Chemist. Analist. 44, 65-7 (1954).
- 33.—KIUNUNEN, J. and MERIKAUTO, B.—Chemist. Analist. 44, 75 (1955).
- 34.—FLASCHKA, H.—Microchemie ver. Mikrochim. Acta, 39, 315-16 (1952); Cf. CA. 46, 4953 g.
- 35.—PLOCEK, L.—Sklaí a Keramik. 8, 182 (1958).
- 36.—URESTAL, J. and HARIZ, J.—Chem. Justy. 50, 1851 (1956).
- 37.—FAINBERG, S. YN., BLYAKHMAN, A. A. and FILETOVA, L. N.—Zavodskaya Lab. 24, 18 (1958).
- 38.—STRUELI, H. and STESSEL, M.—Mit Gelietbe Lebensmittelunters. Hyg. 43, 417 (1952).
- 39.—MINAMI, E. and GENSATO.—Japan Analyst. 4, 579-81 (1955).
- 40.—RUSS, J. J. and REEDER, W.—Anal Chem 29, 1331 (1957).
- 41.—BRAUM, K. H.—Chem. Tech. 10, 159 (1958).
- 42.—GRUNWALD, A.—Erdöl u. Kohle, 6, 550-1 (1953).
- 43.—BERMEJO, F. y PAZ, M.—Comunicación a la IX reunión bienal de la Real Soc. Esp. Fis. Qim. Ganada (1959).

- 44.—PLUMB, R. C., MARTELL, A. E., and BERSWORTH, F. C. *Phys. E. Colloid. Chem.* 54, 1208-15 (1950).
- 45.—FLASCHKA, H. and HUDITZ, F.—*Z. Anal. Chem.* 137, 172-8 (1952).
- 46.—KIUNUNEM, J. and WENNESTRAND, B.—*Chemist. Analyst*, 43, 65 (1954).
- 47.—LASTOUSKII, R. P., TEMKINE, U. Ya., and SELIVERSTOVA, I. A.—*Tr. Uses. Nauchu. Issled. Ins. Khim. Reaktivok No 25*, 100-3 (1963).
- 48.—PRIBIL, R. and CIHALIK, J.—*Chem. Listy* 49, 51-4 (1955); *Cf C A* 48, 13529 a.
- 49.—NOBOYUKI TANAKA, MINON KAMADA and GEN SATO.—*Bull. Chem. Soc. Japan* 34, 541-5 (1961).
- 50.—TOMITSUGU TAKETATSU.—*Bull Chem. Soc. Japan* 32, 291-3 (1959) *Cf. Vickery; C.A.* 47, 3170 h.
- 51.—SINGER, J. J. y BERSWORTH, F.—*Soap Sanit. Chemical* 29, 45-47 (1950).
- 52.—BIONDA, G. *Atti Accad. Sci. Torino. Classe Sci, mat e nat.* 88, 834-6 (1953-4).
- 53.—WELSTER y ROBERTSON.—*Analyst.* 60, 616-19 (1955).
- 54.—MAC DONALD, F. J.—*Analyst.* 84, 747-49 (1959).
- 55.—IZHAK, MANZON e IZOTOVA.—*Tavod Labor.* 25, 1299-1300 (1959).
- 56.—MAURIZIO ANTONACCI.—*Chim. e ind.* 42, 375-7 (1960).
- 57.—MARIN-AZNAR, M.<sup>a</sup> T. y GARCIA-VILLANOVA, R.—*Anal. de Bromatología* (1968). (en prensa).
- 58.—MARIN-AZNAR, M.<sup>a</sup> T. y GARCIA-VILLANOVA, R.—*Anal. de Bromatología* (1968). (en prensa).
- 59.—BOSCH, F. y GARCIA-VILLANOVA, R.—*Ars Pharmaceutica.* 9, 111, (1968).
- 60.—BOSCH, F. y GARCIA-VILLANOVA, R.—*Grasas y aceites. Inst. de la Grasa y sus derivados* (Sevilla), (en prensa).

## RESUMEN

Se propone un nuevo método de determinación de los principales ácidos que constituyen las grasas, previa neutralización de los mismos con disolución de KOH, precipitación con un exceso de disolución titulada de Pb(II) y titulación en el filtrado del exceso de Pb(II) con EDTA de igual molaridad, empleando negro de eriocomo T como indicador.

Los errores encontrados son pequeños para los ácidos laurico, mirístico, palmítico, estearico y oleico, tanto en concentraciones 0,05 M y 0,02 M.

## SUMMARY

A new method is proposed for the determination of the main fatty acids that compose fats, after their neutralization with KOH solution, precipitating with a excesses of standard solution of Pb(II) and titration of the excess of Pb(II) in the filtrate with EDTA solution of identical molarity, using Eriochrome Black T as indicator.

The errors found are small for lauric, myristic palmitic, stearic and oleic acids for concentration of 0.05 M and 0.02 M.