

Micrométodo para la determinación
del índice de acidez butírica en las
grasas.

por HERMANN SCHMIDT-HEBBEL
Químico - Farmacéutico

En los análisis bromatológicos de diferentes productos alimenticios, como chocolates y bizcochos de leche, mazapanes, pasteles y galletas a base de mantequilla, etc. se tropieza a menudo con la dificultad de reconocer, si en la preparación de aquellos alimentos ha entrado a formar parte la leche o la grasa contenida en ella (mantequilla), o bien si han sido éstos substituídos por otra grasa de calidad inferior. En el curso de la práctica que actualmente realizo en el Laboratorio Bromatológico del Estado Prusiano en Berlín (el más grande de esta naturaleza en Alemania) he tenido ocasión de estudiar y practicar un método muy apropiado para reconocer tales fraudes. Como sabemos, la grasa de leche se compone principalmente de un éster, la butirina, formada por la unión del ácido butírico con la glicerina. La valoración de esta grasa se basa principalmente en la determinación de la cantidad de ácido butírico que ella contiene, lo que queda expresado por el llamado índice de acidez butírica". Se conoce con este nombre "la cantidad de ácidos grasos volátiles, contenidos en 5 grs. de materia grasa, y que expresados en centímetros cúbicos de ácido decinormal, se disuelven según el siguiente método en agua acidulada con ácido sulfúrico saturada con sulfato de potasio y solución jabonosa de aceite de coco".

La determinación, en la cual he tenido la suerte de recibir enseñanza del propio autor, el Dr. J. Grossfeld, uno de los bro-

matólogos más conocidos de Alemania y a la vez uno de los dirigentes del mencionado laboratorio, se efectúa de la manera siguiente:

5 grs. de la grasa fundida y filtrada, contenida en un matraz de 300 cc. se tratan con 2 cc. de lejía de potasa (que contiene 750 grs. KOH por litro), y 10 cc. de glicerina, y se calienta a fuego directo, agitando de vez en cuando para producir la saponificación. Una vez que la solución está bien clara (por transparencia), se le adiciona aún caliente, 150 cc. de solución acuosa saturada de K^2SO^4 y se agita. Cuando el líquido se ha enfriado hasta unos 20° , se le agrega para provocar la precipitación de los ácidos grasos, 5 cc. de H^2SO^4 diluido (1 x 3), en seguida 10 cc. de solución jabonosa de aceite de coco y finalmente un poco de tierra de infusorios. El líquido se filtra por un filtro con pliegues y del filtrado que debe ser completamente claro, se miden 125 cc. en un matraz de 500 cc., se diluye con 50 cc. de agua y después de agregar un poco de piedra pómez, se destila, recibiendo 110 cc. del destilado, cuya acidez se titula con NaOH 1/10 en presencia de fenoltaleína.

Al mismo tiempo se hace una experiencia en blanco en otro matraz, en el cual se colocan sucesivamente los mismos ingredientes con excepción de la grasa y sin necesidad de calentar, pero naturalmente con la filtración y la destilación.

La diferencia obtenida al restar los cc. gastados en el experimento en blanco de aquellos obtenidos con la materia grasa, multiplicada por el factor 1,4 da directamente el índice de acidez butírica.

Este "macrométodo" se practica ya desde hace unos tres años para el reconocimiento de la mantequilla y en general en todo alimento a base de ella, siempre que se disponga de la cantidad necesaria de grasa para poder realizarlo. Pero, como hemos visto, el método anterior tiene el inconveniente de exigir siempre una cantidad bastante grande de grasa para el análisis (5 grs.), sucediendo precisamente que en los alimentos mencionados en el comienzo de estas líneas no se dispone de tanta cantidad ya que se obtiene por simple extracción con éter y previa desecación.

Para estos casos el propio autor del método, tuvo la idea de practicar el método de la misma manera, pero tomando la décima parte de todos los materiales y reactivos y empleando también apa-

ratos de tamaño más pequeño. Este "micrométodo" se efectúa del siguiente modo:

Aproximadamente 0,5 grs. (entre 0,45 y 0,55, pesados con balanza de análisis) de la grasa contenidos en un matraz Erlenmeyer de 50 cc. se tratan con 0,2 cc. de lejía de potasa al 50 % y 1 cc. de glicerina y se calientan a fuego directo, agitando el líquido hasta que esté bien claro. El líquido aun caliente se diluye con 15 cc. de solución acuosa saturada de K^2SO^4 , agitando nuevamente. Una vez que el líquido se ha enfriado hasta unos 20°, se agrega sucesivamente, y agitando el líquido, 0,5 cc. de ácido sulfúrico diluido, 1 cc. de solución jabonosa de aceite de coco y un poco de tierra de infusorios purificada. Después de un corto reposo, se filtra el líquido por un filtro liso de unos 7 cms. de diámetro, recogiendo el filtrado en un tubo de ensayos y comprimiendo con una pequeña varilla de vidrio el precipitado de ácidos grasos insolubles que queda sobre el filtro, para obtener mayor cantidad del filtrado que debe aparecer bien claro. Se colocan 12,5 de éste (medidos con pipeta) en un Erlenmeyer de 100 cc., se diluyen con 5 cc. de agua y se destila, recibiendo 11 cc. del destilado, el cual se titula en seguida con NaOH 0,01 Normal (obtenida al diluir la lejía 1/10 Normal, con diez veces su volumen de agua). En la misma forma que en el macrómetro se resta el número de cc. gastados de los que se obtienen con un microexperimento en blanco, efectuado del mismo modo sin calentar y esta diferencia multiplicada por el factor 1,4 da el índice de acidez butírica.

Observaciones.— La gran utilidad que ofrece el índice de acidez butírica para la diferenciación de la manteca, de otras grasas alimenticias se basa en que el valor de este índice es alrededor de 20 en el caso de la manteca pura, 0,9 en el aceite de coco y alrededor de 0 en los demás aceites alimenticios. La adición del K^2SO^4 tiene por objeto disolver el ácido butírico y a la vez precipitar la mayor parte de los ácidos grasos superiores, sobre todo el ácido caprílico, que lo acompaña en la manteca. La solución jabonosa de aceite de coco, tiene por objeto completar la precipitación del ácido caprílico y se prepara de la manera siguiente: 100 grs. de aceite de coco (Palmina), 100 cc. de glicerina y 40 cc. de la lejía de potasa de 750 grs. por litro, se calientan con precaución en un matraz de un litro, agitando a la vez el líquido, hasta que se haya producido una solución jabonosa clara y límpida. Después de un

corto reposo se diluye la solución con agua hasta enterar un litro.

He practicado este método tres veces con varias series de muestras de grasas provenientes de mazapanes y tortas a base de mantequilla, y he obtenido buenos resultados. Para la destilación es aconsejable lavar el corto refrigerante después de cada análisis, y si se repite muchas veces la determinación, es muy conveniente destinar un aparato especial de destilación (por ej. para 4 análisis a la vez) exclusivamente para la determinación de este índice. En caso que se pase en la destilación en 1 cc. (e. d. 111 cc. en vez de 110) he encontrado que el error es prácticamente despreciable.

El conocimiento de este índice permite determinar también la cantidad en % de grasa de leche contenida en una mezcla de grasas. En este caso se hace necesaria una determinación previa del índice de saponificación de Kœttstorfer según el clásico método oficial francés. Para esto se pesan exactamente entre 2,00 y 2,05 grs. de grasa en un matraz de 150 cc., se agregan 25 cc. de una solución alcohólica aproximadamente semi normal de potasa, dejando escurrir el líquido en la pipeta exactamente durante 1 minuto. La mezcla se calienta con refrigerante ascendente hasta que el líquido esté bien claro y ya no muestre gotas de grasa. La solución aún caliente se titula, con HCl semi normal en presencia de fenoltaleína o de azul alcalino 6 B de la Fábrica de colorantes de Hœchst, lo que es ventajoso en grasas de color muy oscuro. Restando los cc. gastados en un experimento en blanco (para determinar la relación entre el HCl $\frac{1}{2}$ N y la potasa) de los que se gastan al operar con la solución jabonosa de la grasa; la diferencia, indica la cantidad de álcali expresada en cc. de KOH semi normal que se ha gastado para la saponificación, y la cual multiplicada por 28,10 y dividida por la cantidad tomada de grasa, representa el índice de saponificación.

Conociendo de esta manera tanto el índice de acidez butírica como el de saponificación, una simple lectura de la tabla adjunta, ideada por el Dr. Grossfeld, permite determinar el tanto % de mantequilla, contenida en la cantidad total de grasa, que se puede determinar fácilmente por extracción con éter.

Ejemplo del cálculo: En la determinación del índice de acidez butírica de una muestra he gastado 3,9 cc. de NaOH 0,01 Normal, habiendo pesado 0,5019 grs. de la grasa. A 0,5000 corresponde entonces un gasto de 3,86 cc. Restando de este valor el gasto corres-

pondiente al experimento en blanco que me resultó de 1,03 cc. la diferencia de 2,83 cc., multiplicada por el factor da el índice de acidez butírica: 4,0.

Tabla para calcular el contenido en o/o de grasa de leche, a partir de los índices de saponificación y acidez butírica: *

Indices de saponificación	200 y menos	205	210	215	220	225	230	235	240	245	250	255	260 y más
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0.1	0.5	0.1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0.2	1.0	0.6	0.2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0.3	1.5	1.1	0.7	0.3	0	0	0	0	0	0	0	0	0
0.4	2.1	1.7	1.3	0.9	0.4	0	0	0	0	0	0	0	0
0.5	2.6	2.2	1.8	1.4	0.9	0.5	0	0	0	0	0	0	0
0.6	3.1	2.7	2.3	1.9	1.4	1.0	0.5	0.1	0	0	0	0	0
0.7	3.6	3.2	2.8	2.4	1.9	1.5	1.0	0.6	0.2	0	0	0	0
0.8	4.1	3.7	3.3	2.9	2.4	2.0	1.5	1.1	0.7	0.3	0	0	0
0.9	4.6	4.2	3.8	3.4	2.9	2.5	2.0	1.6	1.3	0.9	0.3	0	0
1	5.1	4.7	4.3	3.9	3.4	3.0	2.5	2.1	1.7	1.3	0.8	0.4	0
2	10.2	9.8	9.4	9.0	8.5	8.0	7.6	7.2	6.8	6.4	5.9	5.5	5.1
3	15.3	14.9	14.5	14.1	13.6	13.2	12.7	12.3	11.9	11.5	11.0	10.6	10.2
4	20.5	20.1	19.7	19.3	18.8	18.4	17.9	17.5	17.1	16.7	16.2	15.8	15.4
5	25.6	25.2	24.8	24.2	23.9	23.5	23.0	22.6	22.2	21.8	21.3	20.9	20.5
6	30.7	30.3	29.9	29.5	29.0	28.6	28.1	27.7	27.3	26.9	26.4	26.0	25.6
7	35.8	35.4	35.0	34.6	34.1	33.7	33.2	32.8	32.4	32.0	31.5	31.1	30.7
8	40.9	40.5	40.1	39.7	39.2	38.8	38.3	37.9	37.5	37.1	36.6	36.2	35.8
9	46.0	45.6	45.2	44.8	44.5	43.9	43.4	43.0	42.6	42.2	41.7	41.3	40.9
10	51.1	50.7	50.3	49.9	49.4	49.0	48.5	48.1	47.7	47.3	46.8	46.4	46.0
11	56.2	55.8	55.4	55.0	54.5	54.0	53.6	53.2	52.8	52.4	51.9	51.5	51.1
12	61.3	60.9	60.5	60.1	59.6	59.2	58.7	58.3	57.9	57.5	57.5	56.6	56.2
13	66.4	66.0	65.6	65.2	64.7	64.3	63.8	63.4	63.0	62.6	62.1	61.7	61.3
14	71.6	71.2	70.8	70.4	69.9	69.5	69.0	68.6	68.2	67.8	67.3	66.9	66.5
15	76.7	76.3	75.9	75.5	75.0	74.6	74.1	73.7	73.3	72.9	72.4	72.0	71.6
16	81.8	81.4	81.0	80.6	80.1	79.7	79.2	78.8	78.4	78.0	77.5	77.1	76.7
17	86.9	86.5	86.1	85.7	85.2	84.8	84.3	83.9	83.5	83.1	82.6	82.2	81.8
18	92.0	91.6	91.2	90.8	90.3	89.9	89.4	89.0	88.6	88.2	87.7	87.3	86.9
19	97.1	96.7	96.3	95.9	95.4	95.0	94.5	94.1	93.7	93.3	92.8	92.4	92.0
20	100	100	100	100	100	100	99.7	99.3	98.9	98.5	98.0	97.6	97.2
más de													
20	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100

* De J. Grossbeld: "Anleitung zur Untersuchung der Lebensmittel".

Valores intermedios de los índices de acidez butírica entre 1 y 20

Indice de acidez butírica	0,05	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
% de grasa de leche	0,3	0,5	1,0	1,5	2,1	2,6	3,1	3,6	4,1	4,6

En el índice de saponificación he gastado en una muestra 10,02 cc., habiendo tomado 2,0140 grs. de grasa. Restando el gasto en el experimento en blanco 25,28 cc. de 10,02 cc. la diferencia = 15,26 que multiplicada por el factor 28,10 y dividida por la cantidad tomada de grasa = 2,0140 da el índice de saponifica-

$$\text{ción: } 213,0 \left(= \frac{15,26 \cdot 28,10}{2,0140} \right)$$

En la tabla adjunta, la cifra que aparece en el cruce de los valores de 4,0 y 213,0 corresponde a 19,7 o sea 19,4 más exactamente. Por lo tanto, la mezcla de grasas contenía 19,45 % grasa de leche (mantequilla).

Habiendo calculado que la cantidad total de materia grasa, contenida en el alimento era 25 grs. % y sabiendo por otra parte que 100 grs. de esta grasa contienen según la determinación anterior 19,45 grs. de mantequilla, se deduce que los 25 grs. de grasa contendrán la cuarta parte, o sea 4,8625 grs. de mantequilla. Por lo tanto, sólo el $4,8625 = 4,9$ % de la grasa contenida en el producto alimenticio analizado estaba constituida por mantequilla pura.

Berlín, 3 de abril de 1931.