

# Szappanok összes zsírsavtartalmának gyors meghatározása.

BÁTYAI JENŐ

technikai munkatárs: MIKLYA JÁNOS

Szeged Városi Minőségvizsgáló Intézet

Érkezett: 1963. február 25.

A szappanok összes zsírsavtartalmának meghatározására használt módszerek három csoportba oszthatók: gravimetriás, volumetriás és titrimetriás eljárások. A legtöbbet és a leggyakrabban használt módszerek a gravimetriás meghatározást írják elő.

Súlyszerinti mérést használ a német szappangyárosok egyezményez szappanvizsgálati módszere [1]. Hasonlóan súlyszerinti módszer az Országos Kémiai Intézet által az 1935 őszi állomásvezetői értekezlet 17. pontjához kiadott meghatározás is [2]. Az Orsz. Kémiai Intézet módszerénél felmerülő nehézségeket figyelembe véve Szakács Ö. a *Schmiedt – Bodzinsky – Rathoff*-féle oldalcsöves hengert használja [3]. Az összes zsírtartalom meghatározására hasonló módszert ír elő az idevonatkozó magyar szabvány is [4]. *W. Stüwe* [5] térfogatós módszert ajánl a szappan zsírsavtartalmának meghatározására. Hasonlóan térfogatós módszert alkalmaz Schütte is [6]. Térfogatós módszerek a *Büchner – Lühring* – *Rosam*- és *Vépy*-féle készülékkel elvégezhető módszerek [7]. Titrimetriás módszert ír le *Goldschmidt*, aki a zsírsav leválasztása és oldása után, 0,5 n. KOH-t használ mérőoldatul [6].

A felsorolt módszerek gondos áttanulmányozása után, mérlegelve ezek vegyszer és időigényét, jutottunk arra az elhatározásra, hogy a tejipari termékek zsírtartalom meghatározásánál használatos *Van Gulik* butirométerben végezzük el a kérdéses meghatározásokat. A szappan feloldása után a zsírsavak kicsapására, amelyet már a butirométerben végeztünk el, tömény ecetsavat használtunk. Az ecetsavval való zsírsav leválasztás nem mutatkozott elfogadható eljárásnak, mivel így 4–5%-os hiba jelentkezett. Ezért a zsírsav kicsapására tömény kénsavat használtunk, s a meghatározásokat a következőképpen rendeztük be. A szappanminták előkészítése után, amit az idevonatkozó magyar szabvány szerint végeztük el [4], azokból 1,00 grammot 50 ml-es főzőpohárba mértünk be két tizedes pontossággal, meleg vízben feloldottunk vízfürdőn való tartás és kevergetés segítségével. Az így nyert, közelítőleg egynemű szappanoldatot maradék nélkül a *Van Gulik* butirométerbe vittük, annak kisebb átmérőjű szárán keresztül. A szappanoldat maradéktalan átvitelére háromszori meleg vízzel való átöblítés elegendő. Néhány csepp metilnarancs indikátort adagolva a butirométerbe, a zsírsavak kicsapását tömény kénsavval végeztük el. Ehhez 2–3 ml kénsav szükséges, hogy a közeg savanyú legyen. Ezután a butirométert desztillált vízzel olyan megfelelő nivóra töltöttük fel, hogy a meghatározás végén a zsírsav leolvasását könnyen elvégezhetjük. Ezt úgy biztosítottuk, hogy a folyadék magasság a butirométercső 30–35-ös beosztásáig terjedt. A butirométereket ezután 65 °C-os vízfürdőbe helyeztük, majd a centrifugálást 1000–1200 ford/perc mellett hajtottuk végre. A centrifugálás után a butirométert öt percre újra az előbbi vízfürdőbe helyeztük, s a zsírsav oszlop magasságát leolvastuk. Az összes zsírsavtartalmat %-ban, a leolvasott %-nak 3-mal való szorzata adja.

Eredményeinket az 1. táblázatban foglaltuk össze. A módszert 20 féle szappanmintával próbáltuk ki s minden esetben elvégeztük ugyanazon minták összes zsírsavtartalmának meghatározását az Országos Kémiai Intézet módszerével [2], valamint egyes esetekben az idevonatkozó MSz módszerrel is. [4].

1. táblázat

Sor- szám	A szappan megnevezése	Leolvasott % középérték	Leolvasott	Korrigált	Orsz.	MSz mód-	$A_1$	$A_2$	$A'_1$	$A'_2$	
			értékből számított %	értékkel számított %	Chém. Int. módszerrel kapott %	szerrel kapott %					$a$
1.	Elida pipere ....	27,33	82,0	79,1	80,0	—	—	+2,0	—	-0,9	—
2.	Exotic.....	27,00	81,0	78,2	78,1	—	—	+2,9	—	+0,1	—
3.	Kék-vörös .....	27,00	81,0	78,2	77,7	—	—	+3,3	—	+0,5	—
4.	Káliszappan	14,00	42,0	40,6	40,5	—	—	+1,5	—	+0,1	—
5.	Mosószappan ...	24,00	72,0	69,5	70,6	—	—	+1,4	—	-1,1	—
6.	Flóra .....	27,50	82,5	79,6	80,4	—	—	+2,1	—	-0,8	—
7.	Fehérkátrány ...	27,50	82,5	79,6	79,4	79,1	—	+3,1	+3,4	+0,2	+0,5
8.	Timea .....	28,00	84,0	81,1	81,5	—	—	+2,5	—	-0,4	—
9.	Fehérkátrány ...	26,50	79,5	76,7	75,9	75,4	—	+3,6	+4,1	+0,8	+1,3
10.	Tünde .....	25,50	76,5	74,9	74,4	76,2	—	+2,1	+0,3	+0,5	-1,3
11.	Favorit .....	27,00	81,0	78,2	78,0	78,3	—	+3,0	+2,7	+0,2	-0,1
12.	Tavaszi .....	26,50	79,5	76,7	76,8	76,7	—	+2,7	+2,8	-0,1	0,0
13.	Orgona .....	27,00	81,0	78,2	78,6	77,8	—	+2,4	+3,2	-0,4	+0,4
14.	Babaszappan ...	27,50	82,5	79,6	79,0	78,4	—	+3,5	+4,1	+0,6	+1,2
15.	Rúd borotva- szappan .....	27,00	81,0	78,2	78,0	77,6	—	+3,0	+3,4	+0,2	+0,6
16.	Exotic.....	26,00	78,0	75,3	76,5	—	—	+1,5	—	-1,2	—
17.	Caola .....	26,50	79,5	76,7	76,3	—	—	+3,2	—	+0,4	—
18.	Babaszappan ...	26,00	78,0	75,3	75,7	—	—	+2,3	—	-0,4	—
19.	Töltött elida ...	19,50	58,5	56,5	55,5	—	—	+2,0	—	+1,0	—
20.	Gyöngy szappan.	25,50	76,5	74,9	74,2	—	—	+2,3	—	+0,7	—

A három módszer eredményeit összehasonlítva megállapíthatjuk, hogy a butirométeres módszerrel minden esetben magasabb értékeket kaptunk, mint a másik két meghatározási eljárással. Tehát a módszer pozitív hibával dolgozik. Feltételezésünk szerint ez onnan adódik, hogy bizonyos anyagok nem mentek teljesen oldatba. A meghatározásaink során megfigyeltük, hogy a zsírsav oszlopban fehér, vagy krémfehér, apró lemezcsekék lebegtek, amelyek liofób tulajdonságúak, leginkább a butirométer üveg fala mentén helyezkedtek el. Ezek a zsírsav oszlop magasságát megemelték, s így adódhat az összehasonlításra használt módszerektől való pozitív eltérés. Megfigyeléseink szerint ezen lemezcsekék a centrifugálás utáni vízfürdön való tartás után sem mentek oldatba. Ezek a lemezcsekék a szappangyártásnál felhasznált zsiranyagok minőségétől függenek. Úgy gondoltuk, hogy az említett lemezcsekék száma a szappan összes zsírsavtartalmával egyenesen arányos, s így az előálló hiba is hasonló összefüggést mutat.

Végeztünk összes zsírsavtartalom meghatározást a szappanokból kicsapott zsírsavval is. A szappanmintából az idevonatkozó MSz módszer [4] szerint leválasztottuk a zsírsavat, 60 C°-on súlyállandóságig szárítottuk, s az így nyert anyagot butirométerbe vite meghatároztuk annak összes zsírsavtartalmát. Eredményeinket a 2. táblázatban foglaltuk össze, amelyből kiderül, hogy minden esetben 100%-nál magasabb értékeket kaptunk. Az eredmények elbírálására a 60 C°-on súlyállandóságig szárított zsírsavak egy részét alkoholos káliumhidroxiddal semlegesítettük és a zsírsavakat beszárítás után káliumsók alakjában mértük [8].

2. táblázat

Sorszám	A szappan megnevezése	Leolvasott % középérték	Leolvasott értékből számított %	Korrigált értékkel számított %	Káliumsó alakban mért összes zsírsav %
1.	Tavasza .....	34,5	103,5	99,9	99,96
2.	Tünde .....	34,5	103,5	99,9	99,90
3.	Epe .....	34,3	102,9	99,3	99,98
4.	Orgona .....	34,5	103,5	99,9	99,90
5.	Babaszappan ...	34,5	103,5	99,9	99,83
6.	Caola .....	34,3	102,9	99,3	99,88

Ezzel azt kívántuk bizonyítani, hogy a módszer pozitív hibája csakis zsírsavaktól eredhet. A kivált lemezcsekéket jelen vizsgálataink során is megfigyeltük. A butirométer térfogata miatt már csak meghatározott mennyiségű amilalkohol a lemezcsekéket nem oldotta fel.

Mindezek után szükségessé vált bizonyos hibajavító értékek kiszámolása, amelyekkel a butirométer oszlopán leolvasott %-ot kisebbítve, végezzük el a 3-mal való szorzást, s eredményül megkapjuk a szappan összes zsírsavtartalmát. Így már az összehasonlító módszerekkel kapott értéktől  $\pm 0,0 - 1,3\%$ -kal tudjuk meghatározni az összes zsírsavtartalmat.

A butirométeren leolvasott % és a levonandó hibajavító értékeket a 3. táblázatban foglaltuk össze. Ezen értékeket grafikusán ábrázolva mindenkor megállapíthatjuk, hogy a kérdéses leolvasott %-ból mennyit kell levonnunk. A táblázatokban leolvasott % értéket 3 párhuzamos mérés középértékékként adtuk meg.

Sor- szám	A butirométeren leolvasott %	Korrektíós érték %
1.	10,0	-0,34
2.	15,0	-0,52
3.	20,0	-0,69
4.	24,0	-0,82
5.	26,0	-0,90
6.	27,0	-0,94
7.	28,0	-0,97
8.	30,0	-1,04
9.	34,0	-1,18
10.	34,5	-1,20

*Megjegyzés:* A korrektíós értékek negatív előjelűek, mivel azokat a leolvasott %-ból le kell vonni.

A módszer 1 grammnál nagyobb bemérés esetén a butirométer meghatározott térfogata, valamint egyéb elmondott zavaró jelenségek hatványozott fel lépte miatt sem használható. Az elmondottak figyelembe vételével a módszert csak gyors, ún. tájékoztató vizsgálat elvégzésére lehet felhasználni.

Különböző mosóporokkal végrehajtott meghatározásaink eredménytelenek voltak.

#### I R O D A L O M

- [1] Grün, A.: Analyse der Fette und Wachse I., 483. old. Berlin, J. Springer 1925.  
 [2] Orsz. Chemiai Intézet kiadványa Bpest, 1935.  
 [3] Szakács Ö.: Kísérletügyi Közlemények 40, 203, 1937.  
 [4] MSz 3666  
 [5] Stüwe, W.: Deutsche Apotheker Ztg. 74, 1545, 1935.  
 [6] Grün, A.: Analyse der Fette und Wachse I., 482. old. Berlin, J. Spreinger 1925.  
 [7] Bene - Hunyady - Lindner - Vépy: Szappanok és mosószeretek. Műszaki könyvkiadó, Bpest, 1957. 339. old.  
 [8] Lunge, G. és Berl, E.: Chemisch-technische Untersuchungsmethoden. 8. kiadás, IV. kötet, 460. old. Berlin, J. Spreinger. 1931 - 40.

### БЫСТРОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕГО СОДЕРЖАНИЯ ЖИРНЫХ КИСЛОТ В МЫЛАХ

Я. Батъаи.

Для быстрого определения общего содержания жирных кислот в мылах автор применил бутирометр. Установил коэффициент коррекции вычетом которой из установленного процента получается точный результат с отклонением  $\pm 0,0 - 1,3\%$  по сравнению с другими методами. Метод можно применить только при исследовании мыла, а при определении общего содержания жирных кислот в стиральных порошках получаются ошибочные результаты.

## SCHNELLBESTIMMUNG DES GESAMTFETTSÄUREGEHALTES VON SEIFEN

*J. Bátyai*

Verfasser verwendeten zur Schnellbestimmung des Gesamtfettsäuregehaltes von Seifen den Butyrometer. Zur Ausgleichung der entstehenden Fehler geben sie Korrektionswerte an, welche aus den abgelesenen Prozenten immer abzuziehen sind: so kann die Bestimmung – im Vergleich mit angewendeten Kontrollverfahren – mit einer Genauigkeit von  $\pm 0,0-1,3\%$  durchgeführt werden.

Die Methode war nur zur Prüfung von Seifen anwendbar und konnte zur Bestimmung des Gesamtfettsäuregehaltes von Waschpulvern nicht angewendet werden.

## RAPID DETERMINATION OF THE CONTENT OF TOTAL FATTY ACIDS IN SOAPS

*J. Bátyai*

The content of total fatty acids in soaps was determined by the authors with butyrometer. In order to compensate the errors adhering to this method, correction values are given which should be subtracted from the percentages read. In this way, the determination is correct within  $\pm 0.0-1.3\%$ , in comparison with the results yielded by other methods of determination which served here for control.

However, the method is suitable for use only in the case of soaps. It proved to be unsuited for the determination of content of total fatty acids in detergents