

Hintőporok bórsavtartalmának meghatározása

MIKLYA JÁNOS

Szeged Városi Minőségvizsgáló Intézet

Érkezett: 1963. március 20.

Hintőporok bórsavtartalmát az MSZ 20531 (1) 0,3–3,0%-ban írja elő. A szabványban közölt tartalmi meghatározásnál nehézkes a viszonylag alacsony töménységben jelen levő bórsavat forró vizes kioldás útján elkülöníteni a hidrofób tulajdonságú talkum, cinksztearát, stb. keveréktől. A kimosás hosszadalmas s azonkívül nem is tökéletes, a bórsav egy kis része az oldhatatlan résznél marad.

Módosított eljárásomnál a bórsav hosszadalmas és munkaigényes elkülönítési módját valamint az előbb említett negatív hibaforrást akként kerüljük el, hogy a forróvizes kioldás után a lehűlt oldatot az oldhatatlan résszel együtt mérőlombikba visszük és az ismert térfogatra feltöltött oldat szüredékének egy részében a bórsavat meghatározzuk. Így a meghatározás sorozat vizsgálatokra is alkalmasabbá válik. A törzsoldat mellett helyet foglal a hintőpor vízben oldhatatlan része is, ennél fogva a mérőlombik jeléig feltöltött folyadék térfogata nem egyenlő a mérőlombik térfogatával, hanem annál annyival kevesebb, mint amekora az oldhatatlan rész térfogata. Pontos meghatározásoknál az ebből eredő pozitív hibát (ún. térfogathibát) számításba vesszük. Az oldhatatlan rész térfogatának ill. a térfogathiba nagyságának meghatározását *Sarudi I.* titrimetriás módszerével végeztem.

Meghatározás

20–22 g hintőport (0,01 g pontossággal lemérve) 300 ml-es főzőpohárban 100 ml desztillált vízzel jól elkeverünk, hogy a minta tökéletesen átmedvedjék. A folyadékot ezután gyakori kevergetés közben 10 percig forraljuk. A lehűlt folyadékot az oldhatatlan résszel együtt 200 ml-es mérőlombikba öblítjük át és 20 ml 1/4 n-KBrO₃-oldat* hozzáadása után a jelégig töltjük fel. Az összerázott és rövid ideig állni hagyott törzsoldatot redős szűrőn szűrjük. (A lecsepegő folyadék első részét kiöntjük a további szüredéket használjuk fel. 30–40 perc alatt 120–130 ml szüredéket nyerünk.) A szüredék egy részében a bórsavat titráljuk meg; másik részét pedig a térfogathiba titrimetriás meghatározására használjuk fel.

A bórsav titrálása

25 ml szüredéket 100 ml-es Erlenmeyer-lombikban 3 g mannit feloldása vagy 8–9 ml invertcukorszörp hozzáadása után 10 C° alatti hőmérsékleten 0,02 nátronlúggal titrálunk (fenolftalein). A reakció végét mannit, vagy invertcukor újabb hozzáadása után ellenőrizzük.

$$\text{Bórsav (H}_3\text{BO}_3\text{) \%} = \frac{a \cdot 0,0012369 \cdot 8}{b} 100$$

a = ml 0,02 n NaOH

b = bemért hintőpor g

0,0012369 = 1 ml 0,02 n lúggal egyenértékű bórsav

8 = átszámítási tényező 25 ml-ről 200 ml térfogatra.

* A későbbiek folyamán eszközlendő térfogathiba meghatározása céljából adjuk hozzá a káliumbromátot.

Az így nyert eredményt a térfogathiba kiküszöbölése céljából javítótényezővel szorozzuk, amelyet Sarudi módszere (2) szerint az alábbi módon határozzunk meg és számítunk ki:

A fenti szüredék 25 ml-ében 200 ml-es Erlenmeyer-lombikban 0,6 g kálium-jodidot oldunk és 4–5 ml 4 n sósav hozzáadása után a bromát által szabaddá tett jódot 0,02 n tioszulfátoldattal titráljuk, utoljára keményítőoldat indikátor jelenlétében. Az erre elfogyott tioszulfát oldat: T ml.

Ha a térfogathiba nem volna, akkor a 20 ml 0,2 n bromátoldat a 200 ml-es mérőlombikban pontosan 10-szeresére hígulna fel s a szüredék 25 ml-e pontosan 25 ml 0,02 n tioszulfát oldatot fogyasztana. Az oldhatatlan rész térfogata miatt azonban a hozzáadott bromátoldat nem a tízszeresére hígul, hanem a felhígulás mértéke ennél kisebb. Így a törzsoldat bromát-titerét 0,02 n-nél nagyobbának találjuk. A bromát-titer esetünkben $\frac{T}{25}$ viszony szerint nő és ilyen arányban találjuk többnek a meghatározott bórsav mennyiségét is. Az eredmény helyesbítése céljából a fenti képlet szerint kiszámított értéket a $\frac{25}{T}$ viszonytal szorozzuk.

Példa:

A hintőpor megszűrt törzsoldatának 25 ml-ére fogyott 26,55 ml 0,02 n tioszulfát oldat.

$$\text{Térfogathiba javítótényezője} = \frac{25,00}{26,55} = 0,9416$$

a talált bórsavtartalom: 0,35%,

A térfogathiba kiküszöbölésével számított pontos bórsavtartalom: $0,35 \cdot 0,9416 = 0,33\%$.

A módszer pontosságának ellenőrzésére modellkísérletet végeztem. „A kozmetikai ipar zsebkönyvé”-ben (3) leírt összetételű hintőporhoz különböző mennyiségű bórsavat mértem be és azt a fent leírt módszerrel meghatároztam. (1. táblázat)

Ezek után a kereskedelemből származó hintőporminták bórsavtartalmát határoztam meg egyrészt a szabvány módszerrel, másrészt az általam módosított módszerrel.

1. táblázat

Sorszám	Bemért	Talált	Különbség	
	H ₃ BO ₃ mg/20 g hintőpor			Az eredeti anyag %-ában
1	20,0	17,7	-2,3	-0,01
2	40,0	32,3	-7,7	-0,04
3	60,0	55,1	-4,9	-0,02
4	100,0	95,8	-4,2	-0,02

Különböző hintőporoknál talált eredményeimet a 2. táblázat tartalmazza. Ebből kitűnik, hogy a szabványszerinti módszerrel talált bórsaveredmények következetesen alacsonyabbak a módosított módszerrel nyert eredményekhez képest, ennek az a magyarázata, hogy a hintőporokban levő bórsavat nem lehet

forró vizes kimosás útján az oldhatatlan alkotórészek mellől maradék nélkül kimosni. A módosított módszerrel nyert eredmények a térfogathiba figyelembevételével helyesbített értékek. Itt meg kell jegyezni, hogy a bromát jelenléte a bórsavmeghatározás eredményére befolyással nincsen.

E helyen is köszönetemet fejezem ki dr. Sarudi Imre intézetvezetőnek, hogy munkám során tanácsadásaival segítségemre volt.

2. táblázat

Sorszám	Megnevezés	Bórsavtartalom %		Eltérés a két módszer között %
		MSZ szerint	módosított eljárással	
1	Babahintópor	0,24	0,30	+0,06
2	Kék-fehér babahintópor	0,32	0,39	+0,07
3	Kék-fehér babahintópor	0,33	0,37	+0,04
4	Izzadáelleni hintópor	3,25	3,31	+0,06
5	Thiosept babahintópor	0,62	0,66	+0,04
6	Antiszeptikus babahintópor	0,21	0,24	+0,03
7	Izzadáelleni hintópor	3,32	3,30	-0,02
8	Kék-fehér babahintópor	0,24	0,29	+0,05
9	Antiszeptikus babahintópor	0,22	0,24	+0,02
10	Kék-fehér babahintópor	0,23	0,24	+0,01
11	Babahintópor	0,26	0,31	+0,05
12	Kék-fehér testpuder	0,31	0,38	+0,07
13	Kék-fehér babahintópor	0,30	0,35	+0,05
14	Babahintópor	0,27	0,28	+0,01
15	Kék-fehér babahintópor	0,23	0,24	+0,01
16	Babahintópor	0,30	0,33	+0,03

IRODALOM

- [1] MSz 20531 Babahintópor
 [2] Sarudi I.: Tejgazdaság 7. 173, 1949.
 [3] A kozmetikai ipar kézikönyve 298. old. Műszaki Könyvkiadó 1962.

BESTIMMUNG DES BORSÄURE GEHALTES VONPUDER

J. Miklya

Die Borsäure wird durch Auskochen des Unlöslichen (Talk, Zinkstearat u. s. w.) mit Wasser in Lösung gebracht. Dann wird die Flüssigkeit samt Unlöslichem in ein Masskölbchen überspült; zur Marke aufgefüllt und filtriert. In einem aliquoten Teil des Filtrates wird die Borsäure in üblicher Weise bei Gegenwart von Mannit oder Invertzucker mit Natronlauge titriert. Durch diese Art der Herstellung der Stammlösung werden Verluste an Borsäure vermieden; die sich bemerkbar machen, wenn man die Borsäure-nach dem Arbeitsgang des einschlägigen Normenblatts – durch Auskochen des Unlöslichen und darauffolgendes Auswaschen in Lösung bringen will. Ein geringer Teil der Borsäure bleibt beim Unlöslichen unauswaschbar zurück. Durch vergleichende Untersuchungen konnte gezeigt werden, dass die durch das Normblatt-Verfahren erhaltenen Ergebnisse durchaus um 0,01 – 0,07 % niedriger ausfallen als die Resultate des abgeänderten Verfahrens.