

54. RICERCA E DOSAGGIO DELLA TERGINA NEL SAPONE.

Di recente è stato consentito di sostituire nella fabbricazione dei saponi, parte degli acidi grassi con una sostanza detta « tergina ».

La tergina è un sottoprodotto della industria agrumaria che si ottiene sottoponendo il pastazzo derivante dalla estrazione dei prodotti pregiati degli agrumi ad un blando processo di idrolisi. Essa si presenta come una pasta granulosa e molto fluida, di colore giallo paglierino, con odore di limone, la cui composizione è discretamente costante.

L'analisi di diversi campioni prelevati da varie partite porta ad assumere i seguenti valori medi, dato che le oscillazioni delle singole determinazioni si sono contenute entro limiti ristretti:

Acqua	85-87,5 %
Sostanze azotate	9-12 »
Cellulosa	2-2,2 »
Ceneri	0,85-1,0 »

Durante la fabbricazione del sapone, la tergina si aggiunge alla massa già saponificata, tenuta ad una temperatura intorno agli 80° sotto forte agitazione. La massa saponosa non deve avere una alcalinità troppo forte la quale può nuocere perchè causa l'idrolisi della tergina.

Non esistono finora metodi analitici per la ricerca sia qualitativa che quantitativa della tergina nei saponi. Abbiamo pertanto ritenuto opportuno mettere a punto un metodo che permetta tali ricerche, in modo da scoprire eventuali frodi.

Il costituente della tergina che meglio si presta ad essere caratterizzato e dosato è la cellulosa. Pertanto, basandosi sulla notevole costanza del tenore in cellulosa riscontrata nella tergina, ci siamo orientati nelle nostre ricerche su un procedimento che permettesse la ricerca ed il dosaggio della cellulosa nel sapone. In tal modo si può risalire, dalla quantità di cellulosa trovata, al tenore in tergina del sapone.

Per la ricerca qualitativa abbiamo trovato rispondente allo scopo il metodo appresso descritto, che abbiamo sperimentato su varii saponi del tipo unico con un contenuto del 22 % di tergina. I saponi sperimentati erano di varia provenienza, sia acquistati direttamente dal commercio, sia fatti confezionare espressamente presso ditte di fiducia, sotto il nostro controllo.

PARTE SPERIMENTALE.

RICERCA DELLA TERGINA NEL SAPONE.

G. 10 di sapone si sciolgono entro bicchiere da cm^3 200 in cm^3 80-100 di acqua distillata e bollente. La soluzione si filtra alla pompa in un crogiolo di vetro a fondo filtrante di porosità 1, avendo cura di mantenerla sempre alla temperatura di ebollizione. In mancanza del crogiolo di vetro se ne può usare uno di alundum del tipo Norton n. 5204 R.A. 98. Il residuo si lava quindi nel crogiolo con acqua bollente sino a scomparsa, nelle acque di lavaggio, della reazione alcalina, ciò per asportare completamente la soluzione di sapone. Il residuo lavato, si lascia a contatto, entro il crogiolo, per 10 minuti con cm^3 15-20 di liquido di Schweitzer (*) e si filtra quindi alla pompa in una piccola bevuta sino a che tutto il liquido è passato. Il filtrato viene acidificato con acido solforico diluito 1:9; in presenza di cellulosa, si forma un precipitato bianco fioccoso il quale viene raccolto per centrifugazione. Si lava il precipitato, sempre per centrifugazione, allo scopo di asportare il rame e si tratta quindi, previa acidificazione con due gocce di acido solforico diluito, con cm^3 1 di soluzione all' 1 % di azorubino. Dopo un riposo di 10 minuti, si osserva al microscopio una parte del precipitato. Se è presente cellulosa, si osservano nel campo masse irregolari colorate in rosa (fig. 1).

Avendo applicato il procedimento descritto a varii saponi confezionati senza aggiunta di tergina, allo scopo di controllare il metodo sui

(*) Il liquido di Schweitzer si prepara come segue: si precipita una soluzione di solfato di rame con ammoniaca diluita, il precipitato si raccoglie in un crogiolo di vetro a fondo filtrante, si lava alla pompa accuratamente con acqua distillata; quindi ancora umido si discioglie nella minor quantità possibile di ammoniaca concentrata. Si ottiene così un liquido colorato intensamente in azzurro, il quale deve essere conservato al riparo dalla luce in boccia ben chiusa.

diversi tipi di sapone di cui è permessa la fabbricazione, abbiamo notato che nel trattare i saponi silicatati, si otteneva nell'acidificazione del liquido di Schweitzer, un leggero precipitato bianco gelatinoso che in qualche caso poteva simulare quello originato dalla cellulosa. Ciò è dovuto al fatto che il liquido di Schweitzer, per la sua forte alcalinità, può sciogliere parte dei silicati presenti nel sapone. I silicati disciolti danno luogo con l'acidificazione, alla formazione di un precipitato di silice idrata.

Abbiamo quindi ritenuto necessario confermare la presenza della cellulosa nel precipitato, approfittando della proprietà che essa ha di fissare l'azorubino in ambiente acido (¹).

La silice idrata invece non si colora con l'azorubino, nemmeno rimanendo in contatto col colorante per diversi giorni, e pertanto osservando al microscopio il precipitato, si vedono delle masse irregolari non colorate che hanno perciò un'apparenza del tutto differente da quelle ottenute con la cellulosa (fig. 2).

Le figure allegate mostrano chiaramente le differenze che si osservano al microscopio con il precipitato di cellulosa e con quello di silice idrata, sottoposti all'azione dell'azorubino.

DOSAGGIO DELLA TERGINA NEL SAPONE.

Per la determinazione della tergina nel sapone ci siamo, come si è detto, basati sul dosaggio della cellulosa, in modo da poter risalire, dalla quantità di cellulosa trovata, alla percentuale di tergina. Occorre tener presente che poichè la percentuale di tergina nel sapone deve essere calcolata sul peso del sapone al momento del taglio, bisogna, prima di procedere alla determinazione, pesare il pezzo di sapone intero per poter calcolare, dalla perdita di peso subita dal momento della messa in commercio a quello dell'analisi, la quantità di sapone corrispondente a 10 grammi di sapone fresco. Esempio:

Peso del campione al taglio	g.	400
» » » all'analisi	»	380

$$x : 380 = 10 : 400$$

x = 9,5 peso di sapone da adoperare per l'analisi.

Il procedimento adottato è il seguente:

Si scioglie in cm^3 80-100 di acqua distillata bollente una quantità di sapone corrispondente a g. 10 riferiti al peso del sapone al momento del taglio; si filtra la soluzione saponosa attraverso un crogiolo di vetro a fondo filtrante di porosità 1, lavando con acqua bollente fino a totale asportazione del sapone e adoperando le stesse precauzioni descritte nella ricerca qualitativa. Si secca quindi in stufa il residuo (costituito dalla tergina ed eventualmente dai silicati) e su questo residuo, si esegue la determinazione della cellulosa secondo il metodo seguente (²):

In un palloncino a fondo rotondo della capacità di circa cm^3 100, a cui si adatta a smeriglio un tubo di vetro lungo un metro e del diametro di cm. 0,5 che funziona da refrigerante, si introducono cm^3 15 di una miscela preparata con cm^3 45 di acido acetico all'80 % in peso e cm^3 5 di acido nitrico concentrato (densità = 1,4) e, per mezzo di un imbuto a coda corta si introduce quantitativamente il residuo nel palloncino e quindi ancora cm^3 35 della miscela acida con la quale si lava l'imbuto. Applicato il tubo refrigerante si scalda il palloncino su reticella a piccola fiamma; dopo qualche minuto di riscaldamento, quando il liquido comincia a bollire si diminuisce la fiamma e si mantiene per 25 minuti il liquido a una ebollizione moderata, in modo da non avere fuoruscita di vapori dal tubo refrigerante. Durante il riscaldamento di tanto in tanto si agita leggermente il palloncino per portare nel liquido le particelle aderenti alle pareti.

Il liquido ancora caldo si filtra alla pompa in un crogiolo di alundum del tipo Norton, n. 5204 R.A. 98, o di porcellana a fondo poroso del tipo Berlin D 2, e allo scopo di evitare che il liquido acido attacchi la gomma, si pone una striscia di carta da filtro fra il crogiolo e l'anello di gomma, avendo comunque cura, durante la filtrazione di versare il liquido a piccole porzioni in modo da mantenere il livello al disotto dell'anello. Il palloncino si lava con circa cm^3 10 della miscela acida e indi con altrettanta acqua bollente. I liquidi di lavaggio vengono filtrati attraverso il crogiolo dopo di che si lava accuratamente il residuo con alcool e poi con etere allo scopo di asportare completamente gli acidi grassi eventualmente rimasti. Dopo il passaggio dell'etere si lava ancora con acqua bollente fino a scomparsa della reazione acida dalle pareti del crogiolo. In genere è sufficiente mezzo litro di acqua. Terminato il lavaggio,

il crogiolo viene seccato per circa 8 ore in stufa a 110° poichè il residuo, che è alle volte assai voluminoso, non perde facilmente l'acqua; indi dopo raffreddamento in essiccatore a cloruro di calcio, viene pesato entro pesafiltro. Si riscalda quindi il crogiolo a piccola fiamma finchè tutta la cellulosa è bruciata, si calcina e si ripesa. Dalla differenza fra le due pesate si calcola la percentuale di cellulosa.

Il metodo è stato controllato determinando la cellulosa in saponi confezionati con aggiunta di tergina, sia su varii campioni ottenuti dal commercio, che su serie di saponi, fatti approntare appositamente per le nostre ricerche, contenenti quantità di tergina crescenti dal 20 fino al 50 %, caricati con silicato sodico. Nella tabella che segue si riportano i risultati ottenuti.

DOSAGGIO DELLA TERGINA NEI SAPONI.

Contenuto in tergina %	Cellulosa su 10 grammi di sapone		Tergina trovata %
	Calcolata g.	Trovata g.	
20	0,0400	0,0407	20,35
22	0,0440	0,0436	21,80
22,5	0,0450	0,0447	22,35
30	0,0600	0,0610	30,50
40	0,0800	0,0788	39,40
50	0,1000	0,1034	51,70

Osservando i valori trovati si può notare che valutando al 2 % il contenuto medio di cellulosa nella tergina, si può facilmente risalire, dalla quantità di cellulosa trovata, al tenore in tergina dei saponi. Il valore del 2 % di cellulosa nella tergina che si assume per il calcolo del tenore di essa nei saponi, è leggermente inferiore a quello riscontrato nell'analisi dei campioni di tergina. Ciò deriva probabilmente dal fatto che una piccola parte della cellulosa viene idrolizzata nel processo fortemente alcalino della fabbricazione del sapone.

Da quanto abbiamo esposto si può concludere che è possibile ricercare sia qualitativamente che quantitativamente la tergina nei saponi, approfittando della presenza in essa di una percentuale di cellulosa che si mantiene notevolmente costante nei vari campioni di tergina analizzati.

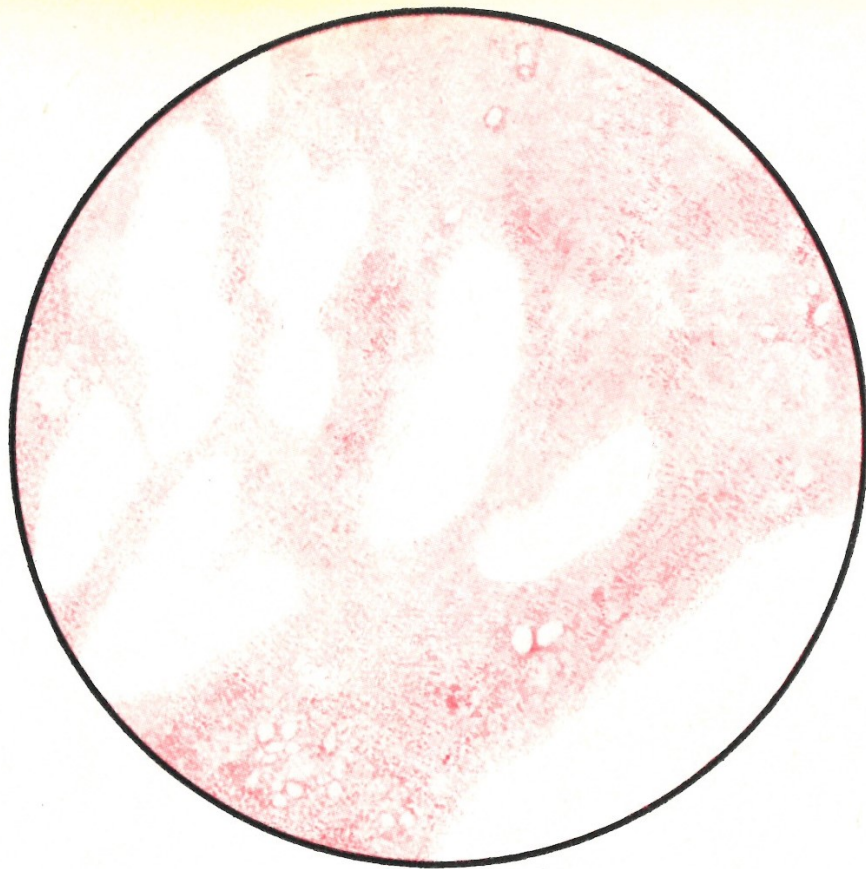


Fig. 1.
Idrocellulosa trattata con azorubino.



Fig. 2.
Silice idrata trattata con azorubino.

Il metodo ha dato buoni risultati su saponi contenenti tergina sia nella quantità prescritta che in quantità notevolmente diverse da questa.

Ringraziamo i saponifici Mira-Lanza e Aniene per i campioni gentilmente fornitici.

RIASSUNTO

Si descrive un metodo di ricerca qualitativa e quantitativa della tergina nei saponi basato sulla ricerca e sulla determinazione della cellulosa che si trova in quantità abbastanza costante nella tergina.

SUMMARIUM

Ut plane perspiciamus sitne in saponibus tergina quantaque sit, methodus quaedam proponitur quae constat exquisitione ad determinatione cellulosa, cuius in tergina satis certa est constansque proportio.

Roma. — Istituto di Sanità Pubblica - Laboratorio di Chimica.

BIBLIOGRAFIA

- (¹) LANGERON, « Précis de microscopie », Paris, Masson 1925, p. 983.
(²) KÜRSCHNER e HANAK, Z. Unters. Lebensm., 59, 484 (1930); L. BELLUCCI, Ann. chim. appl., 22, 25 (1932).

