

ICS 71.100
分类号: Y43
备案号: 13167-2004

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 2623.1—2003
代替 QB/T 3748—1999

肥皂试验方法 肥皂中游离苛性碱含量的测定

Test methods of soaps
Determination of free caustic alkali content in soaps

(ISO 456:1973, Surface active agents—Analysis of soaps—Determination of
free caustic alkali—Method A, MOD)

2003-12-11 发布

2004-05-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准是 QB/T 2623《肥皂试验方法》系列标准中的第一项标准。该系列标准由八项标准组成，各标准名称如下：

- QB/T 2623.1 肥皂试验方法 肥皂中游离苛性碱含量的测定
- QB/T 2623.2 肥皂试验方法 肥皂中总游离碱含量的测定
- QB/T 2623.3 肥皂试验方法 肥皂中总碱量和总脂肪物含量的测定
- QB/T 2623.4 肥皂试验方法 肥皂中水分和挥发物含量的测定 烘箱法
- QB/T 2623.5 肥皂试验方法 肥皂中乙醇不溶物含量的测定
- QB/T 2623.6 肥皂试验方法 肥皂中氯化物含量的测定 滴定法
- QB/T 2623.7 肥皂试验方法 肥皂中不皂化物和未皂化物的测定
- QB/T 2623.8 肥皂试验方法 肥皂中磷酸盐含量的测定

本标准是对 QB/T 3748—1999《肥皂试验方法 肥皂中游离苛性碱含量的测定》的修订。

本标准修改采用 ISO 456:1973《表面活性剂 肥皂的分析 游离苛性碱的测定》(英文版)中的 A 法,即无水乙醇法。

本标准根据 ISO 456:1973 重新起草。

根据我国国情和实验室验证,本标准在采用国际标准时进行了修改。这些技术性差异用垂直单线标识在它们所涉及条款的页边右空白处,在附录 B 中给出了技术性差异及其原因的一览表以供参考。

为便于使用,本标准还做了下列编辑性修改:

- a) “本国际标准”一词改为“本标准”;
- b) 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;
- c) 删除国际标准的前言;
- d) 增加了规范性附录 A 以指导使用。

本标准的附录 A 为规范性附录,附录 B 为资料性附录。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国表面活性剂洗涤用品标准化中心归口。

本标准由国家洗涤用品质量监督检验中心(太原)负责起草。

本标准主要起草人:梁红艳、严 方。

本标准于 1987 年 3 月首次发布为国家标准 GB/T 7455—1987,1999 年 4 月转化为轻工行业标准 QB/T 3748—1999,本次为第一次修订。

本标准自实施之日起,代替原国家轻工业局发布的轻工行业标准 QB/T 3748—1999《肥皂中游离苛性碱含量的测定》。

肥皂试验方法 肥皂中游离苛性碱含量的测定

1 范围

本标准规定了肥皂中用无水乙醇法测定游离苛性碱含量的方法。

本标准适用于普通性质的脂肪酸钠皂(以 NaOH 计),不适用于钾皂,也不适用于复合皂。

一般游离苛性碱对钠皂而言是指氢氧化钠(NaOH),对钾皂而言是指氢氧化钾(KOH)。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

3 试验方法

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 原理

将肥皂溶解于中性乙醇中,然后用盐酸乙醇标准滴定溶液滴定游离苛性碱。

3.2 试剂与材料

- a) 无水乙醇(GB/T 678);
- b) 氢氧化钾(GB/T 2306), 0.1 mol/L 乙醇溶液,按 GB/T 601—2002 中 4.24.1 配制;
- c) 盐酸(GB/T 622), $c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$ 乙醇标准滴定溶液,按附录 A 配制和标定;
- d) 酚酞(GB/T 10729), 10 g/L 指示液,按 GB/T 603—2002 中 4.1.4.22 配制。

3.3 仪器

普通实验室仪器和

3.3.1 锥形烧瓶,配回流冷凝器,250 mL。

3.3.2 回流冷凝器,6 个球。

3.3.3 封闭电炉,配有温度调节器。

3.4 试样的制备和保存

将供试验用肥皂样品,通过每块的中间互相垂直切三刀分成八份,取斜对角的两份切成薄片、捣碎,充分混合,装入洁净、干燥、密封的容器内备用。

3.5 程序

同一样品进行双样平行测定。

3.5.1 试验份

称取试样(3.4)约 5 g(精确至 0.001 g)于锥形烧瓶(3.3.1)中。

3.5.2 测定

在一空锥形烧瓶(3.3.1)中加入无水乙醇(3.2.a) 150 mL,连接回流冷凝器(3.3.2)。加热至微沸,并保持 5 min,驱赶二氧化碳。移去冷凝器。使其冷却至约 70℃。加入酚酞指示剂(3.2.d) 2 滴,用氢氧化钾乙醇溶液(3.2.b)中和至溶液呈淡粉色。

将上述处理好的乙醇倾入盛试验份(3.5.1)的锥形烧瓶中,连接锥形烧瓶与回流冷凝器(3.3.2)。缓缓煮沸至肥皂完全溶解,使其冷却至约 70℃。以盐酸乙醇标准滴定溶液(3.2.c)滴定至如同中和乙醇时呈现的淡粉色为终点,维持 30 s 不褪色。

3.6 结果计算

肥皂中游离苛性碱的质量百分含量,用氢氧化钠的质量百分数(NaOH,%)表示,按式(1)计算:

$$\text{游离苛性碱(NaOH, \%)} = \frac{0.040 \times V \times c}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——耗用盐酸乙醇标准滴定溶液的体积, mL;

c ——盐酸乙醇标准滴定溶液的浓度, mol/L;

0.040——试验中以克表示的氢氧化钠的毫摩尔质量, g/mmol;

m ——试验份(3.5.1)的质量, g。

以两次平行测定结果的算术平均值表示至小数点后两位作为测定结果。

3.7 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.04%, 以大于 0.04% 的情况不超过 5% 为前提。

3.8 试验报告

试验报告应包括下列各项:

- a) 完全鉴别样品所需的所有资料;
- b) 所用方法的参考(有关本标准的);
- c) 所得结果和表示方法;
- d) 试验条件;
- e) 本标准未规定或任选的任何操作, 以及会影响结果的情况;
- f) 试验日期。

附录 A
(规范性附录)

盐酸乙醇标准滴定溶液 [$c(\text{HCl})=0.1\text{ mol/L}$] 的配制及标定

A.1 试剂

- a) 无水碳酸钠 (GB/T 1255), 基准试剂;
- b) 盐酸 (GB/T 622);
- c) 95%乙醇 (GB/T 679);
- d) 溴甲酚绿-甲基红混合指示液, 按 GB/T 603—2002 中 4.1.4.29 配制。

A.2 配制

量取盐酸 (A.1.b) 9 mL, 注入 95%乙醇 (A.1.c) 1000 mL 中, 摇匀。

A.3 标定

称取于 270℃~300℃灼烧至恒重的无水碳酸钠 (A.1.a) 0.2 g (精确至 0.0001 g), 溶于 50 mL 水中, 加溴甲酚绿-甲基红混合指示液 (A.1.d) 10 滴, 用配制好的盐酸溶液 (A.2) 滴定至溶液由绿色变为酒红色, 煮沸 2 min, 冷却后继续滴定至溶液再呈酒红色为终点。同时作空白试验。

A.4 计算

盐酸乙醇标准滴定溶液浓度 $c(\text{HCl})$, 单位为摩尔每升 (mol/L), 按式 (A.1) 计算:

$$c(\text{HCl}) = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 0.05299} \quad \text{..... (A.1)}$$

式中:

$c(\text{HCl})$ —— 盐酸乙醇标准滴定溶液之物质的量浓度, mol/L;

V_1 —— 盐酸乙醇标准滴定溶液用量, mL;

V_2 —— 空白试验盐酸乙醇标准滴定溶液用量, mL;

0.05299 —— 与 1.00 mL 盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl})=1.000\text{ mol/L}$] 相当的以克表示的无水碳酸钠的质量;

m —— 无水碳酸钠质量, g。

A.5 精密度

平行试验不得少于八次, 两人各作四平行, 每人四平行测定结果的极差与平均值之比不得大于 0.1%。两人测定结果平均值之差不得大于 0.1%, 结果取平均值。浓度值取四位有效数字。

附 录 B
(资料性附录)

本标准与 ISO 456:1973 的技术性差异及其原因

表 B.1 给出了本标准与 ISO 456:1973 的技术性差异及其一览表。

表 B.1 本标准与 ISO 456:1973 技术性差异及其原因

本标准 章条编号	本 标 准	ISO 章条编号	ISO 456:1973	原 因
3.3.1	锥形烧瓶 250 mL	4.3.1	烧瓶 500 mL	可以满足测试
3.4	试样的制备和保存	—	无	试验中有必要
3.5.2	加乙醇 150 mL	4.4.2	加乙醇 200 mL	可以满足测试
3.5.2	加入酚酞 2 滴	4.4.2	加入酚酞 4 滴	可以满足测试
3.7	精密度	4.5.2	再现性	试验中有必要