

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 2623.2—2003
代替 QB/T 3749—1999

肥皂试验方法 肥皂中总游离碱含量的测定

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

(ISO 684:1974, Analysis of soaps—Determination of total free alkali, 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》系列标准中的第二项标准。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 3749—1999《肥皂中总游离碱含量的测定》的修订。

本标准修改采用 ISO 684:1974《肥皂的分析 总游离碱的测定》(英文版)。

本标准根据 ISO 684:1974 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以下技术性修改：

- a) 测定中使用 0.3 mol/L 的硫酸标准滴定溶液准确加入 10.0 mL 代替 ISO 684:1974 中使用 1 N 硫酸溶液准确加入 3.0 mL，以保证加入硫酸的摩尔质量不变，并提高了试验精密度。
 - b) 试剂与材料中增加百里香酚蓝指示剂，并增加“对带色皂可采用百里香酚蓝指示剂进行滴定”的注；
 - c) 删除总游离碱以毫克当量数每克的表示方法；
 - d) 以重复性表示精密度代替 ISO 684:1974 中以再现性表示精密度。
- 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。

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 7456—1987，1999 年 4 月转化为轻工行业标准 QB/T 3749—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 3749—1999《肥皂中总游离碱含量的测定》。

肥皂试验方法 肥皂中总游离碱含量的测定

1 范围

本标准规定了测定肥皂中总游离碱含量的方法。

本标准适用于普通性质的香皂和洗衣皂，不适用于复合皂，也不适用于含有按规定程序会被硫酸分解的添加剂（碱性硅酸盐等）的肥皂。

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

QB/T 2623.1—2003 肥皂试验方法 肥皂中游离苛性碱含量的测定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

总游离碱 total free alkali

游离苛性碱和游离碳酸盐类碱的总和。其结果一般对钠皂用氢氧化钠（NaOH）的质量百分数表示，对钾皂用氢氧化钾（KOH）的质量百分数表示。

4 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。

4.1 原理

溶解肥皂于乙醇溶液中，用已知的过量酸溶液中和游离碱，然后用氢氧化钾乙醇溶液回滴过量的酸。

4.2 试剂与材料

- 95%乙醇（GB/T 679），新煮沸后冷却，以碱中和至对酚酞呈现淡粉色；
- 硫酸（GB/T 625）， $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 0.3 \text{ mol/L}$ 标准滴定溶液，按 GB/T 601—2002 中 4.3 配制和标定；
- 氢氧化钾（GB/T 2306）， $c(\text{KOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 乙醇标准滴定溶液，按 GB/T 601—2002 中 4.24 配制和标定；
- 酚酞（GB/T 10729），10 g/L 指示液，按 GB/T 603—2002 中 4.1.4.22 配制；
- 百里香酚蓝（GB/T 15353），1 g/L 指示液，按 GB/T 603—2002 中 4.1.4.12 配制。

4.3 仪器

普通实验室仪器和

4.3.1 锥形烧瓶，250 mL，具有锥形磨口。

4.3.2 回流冷凝器，水冷式，下部带有锥形磨砂接头。

4.3.3 微量滴定管，10 mL。

4.4 试样的制备和保存

按照 QB/T 2623.1—2003 中 3.4 制备和贮存样品。

4.5 程序

同一样品进行双样平行测定。

4.5.1 试验份

称取试样(4.4)约 5 g (精确至 0.001 g) 至锥形烧瓶(4.3.1)中。

4.5.2 测定

加乙醇(4.2.a) 100 mL 至试验份(4.5.1), 连接回流冷凝器(4.3.2)。徐徐加热至肥皂完全溶解, 然后精确加入硫酸标准滴定溶液(4.2.b) 10.0 mL (对有些总游离碱含量高的皂样, 硫酸标准滴定溶液体积可适当增加), 并煮沸至少 10 min, 稍冷后, 趁热加入酚酞指示剂(4.2.d) 2 滴, 用氢氧化钾乙醇标准滴定溶液(4.2.c) 滴定至呈现淡粉色为终点, 维持 30 s 不褪色。

注: 如带皂的颜色会干扰酚酞指示剂的终点, 可采用百里香酚蓝指示剂(4.2.e)。

4.6 结果计算

肥皂中总游离碱的质量百分含量对钠皂而言用氢氧化钠的质量百分数(NaOH, %)表示, 按式(1)计算:

$$\text{总游离碱(NaOH, \%)} = \frac{0.040 \times (V_0 \times c_0 - V_1 \times c_1)}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

肥皂中总游离碱的质量百分含量对钾皂而言用氢氧化钾的质量百分数(KOH, %)表示, 按式(2)计算:

$$\text{总游离碱(KOH, \%)} = \frac{0.056 \times (V_0 \times c_0 - V_1 \times c_1)}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V_0 ——在测定中加入的硫酸标准溶液的体积, mL;

c_0 ——所用硫酸标准溶液的摩尔浓度, mol/L;

V_1 ——耗用氢氧化钾乙醇标准滴定溶液的体积, mL;

c_1 ——所用氢氧化钾乙醇标准滴定溶液的摩尔浓度, mol/L;

0.040——试验中以克表示的氢氧化钠的毫摩尔质量, g/mmol;

0.056——试验中以克表示的氢氧化钾的毫摩尔质量, g/mmol;

m ——试验份质量, 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。

4.7 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 0.05%, 以大于 0.05% 的情况不超过 5% 为前提。

4.8 试验报告

试验报告应包括下列各项:

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