

ICS 71.100
分类号: Y43
备案号: 13169-2004



中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 2623.3—2003
代替 QB/T 3750—1999

肥皂试验方法 肥皂中总碱量和总脂肪物含量的测定

Test methods of soaps

Determination of total alkali content and total fatty matter content in soaps

(ISO 685:1975, Analysis of soaps—Determination of total alkali content
and total fatty matter content, 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》系列标准中的第三项标准。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 3750—1999《肥皂中总碱量和总脂肪物含量的测定》的修订。

本标准修改采用 ISO 685:1975《肥皂的分析 总碱量和总脂肪物含量的测定》(英文版)。

本标准根据 ISO 685:1975 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 A 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。

本标准的附录 A 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 7457—1987，1999 年 4 月转化为轻工行业标准 QB/T 3750—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 3750—1999《肥皂中总碱量和总脂肪物含量的测定》。

肥皂试验方法 肥皂中总碱量和总脂肪物含量的测定

1 范围

本标准规定了一种同时测定肥皂中的总碱量和总脂肪物含量的方法。

本标准适用于以脂肪酸盐为活性物成分的皂，不适用于带色皂和复合皂。

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

总碱量 total alkali

指在规定条件下，可滴定出的所有存在于肥皂中的各种硅酸盐、碱金属的碳酸盐和氢氧化物，以及与脂肪酸和树脂酸相结合成皂的碱量的总和。

所得结果可根据是钠皂还是钾皂分别用氢氧化钠或氢氧化钾的质量百分数表示。

3.2

总脂肪物 total fatty matter

指在规定条件下，用无机酸分解肥皂所得水不溶脂肪物。总脂肪物除脂肪酸外，还包括肥皂中不皂化物、甘油酯和一些树脂酸。

3.3

干钠皂 dried sodium soap

指总脂肪物的钠盐表示形式。

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

用已知体积的标准无机酸分解肥皂，用石油醚萃取分离析出的脂肪物，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定水溶液中的过量酸，测定总碱含量。蒸出萃取液中的石油醚后，将残余物溶于乙醇中，再用氢氧化钾标准滴定溶液中和脂肪酸。蒸出乙醇，称量所形成的皂来测定总脂肪物含量。

4.2 试剂和材料

- a) 丙酮(GB/T 686)；
- b) 石油醚(HG/T 3—1003)，沸程 30℃～60℃，无残余物；
- c) 95%乙醇(GB/T 679)，新煮沸后冷却，以碱中和至对酚酞呈中性；

- d) 硫酸(GB/T 625)或盐酸(GB/T 622), $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4)$ 或 $c(\text{HCl})=1 \text{ mol/L}$ 标准滴定溶液, 按 GB/T 601—2002 中 4.3 或 4.2 配制和标定;
- e) 氢氧化钠(GB/T 629), $c(\text{NaOH})=1 \text{ mol/L}$ 标准滴定溶液, 按 GB/T 601—2002 中 4.1.1 配制, 甲基橙溶液(4.2.g)作指示剂, 用硫酸或盐酸(4.2.d)标定;
- f) 氢氧化钾(GB/T 2306), $c(\text{KOH})=0.7 \text{ mol/L}$ 乙醇标准滴定溶液, 参照 GB/T 601—2002 中 4.24 配制和标定;
- g) 甲基橙, 1 g/L 溶液, 按 GB/T 603—2002 中 4.1.4.8 配制;
- h) 酚酞(GB/T 10729), 10 g/L 指示液, 按 GB/T 603—2002 中 4.1.4.22 配制;
- i) 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 烧杯, 高型, 100 mL。
- 4.3.2 分液漏斗, 500 mL 或 250 mL。
- 4.3.3 萃取量筒, 配有磨口玻璃塞, $\phi 39 \text{ mm}$, 高 350 mm, 250 mL。
- 4.3.4 水浴, 可控制温度。
- 4.3.5 烘箱, 可控制在 $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。
- 4.3.6 索氏抽提器。

4.4 试样的制备和保存

按 QB/T 2623.1—2003 中 3.4 的规定制备和贮存。

4.5 程序

同一样品进行双样平行测定。

4.5.1 试验份

称取皂样(精确至 0.001 g), 参考如下:

- 洗衣皂: 5 g;
- (半)透明皂: 4.5 g;
- 香皂: 4.2 g。

4.5.2 测定

溶解试验份(4.5.1)于 80 mL 热水中。用玻璃棒搅拌使试验份完全溶解后, 趁热移入分液漏斗(4.3.2)或萃取量筒(4.3.3)中, 用少量热水洗涤烧杯, 洗涤水加到分液漏斗或萃取量筒中。加入几滴甲基橙溶液(4.2.g), 然后一边摇动分液漏斗或萃取量筒, 一边从滴定管准确加入一定体积的硫酸或盐酸标准滴定溶液(4.2.d), 使过量约 5 mL。冷却分液漏斗或萃取量筒中物料至约 $30^\circ\text{C} \sim 40^\circ\text{C}$, 加入石油醚(4.2.b) 50 mL, 盖好塞子, 握紧塞子缓慢地倒转分液漏斗或萃取量筒, 逐渐打开分液漏斗的旋塞或萃取量筒的塞子以泄放压力, 然后关上, 轻轻地摇动, 再泄压。重复摇动直到水层透明, 静置分层。

在使用分液漏斗时:

将下面水层放入第二只分液漏斗(4.3.2)中, 用石油醚(4.2.b) 30 mL 萃取。重复上述操作, 将水层收集在锥形瓶中, 将三次石油醚萃取液合并在第一只分液漏斗中。

在使用萃取量筒时:

利用虹吸作用将石油醚层尽可能完全地抽至分液漏斗(4.3.2)中。用石油醚(4.2.b) 50 mL 重复萃取两次, 将三次石油醚萃取液合并于分液漏斗中。将水层尽可能完全地转移到锥形瓶中, 用少量水洗涤萃取量筒, 洗涤水加到锥形瓶中。

加 25 mL 水摇动洗涤石油醚萃取液多次, 直至洗涤液对甲基橙溶液(4.2.g)呈中性, 一般洗涤三次即可。

注: 每次洗涤后至少静置 5 min, 等两液层间有清晰的分界面才能放出水层。最后一次洗涤水放出后, 将分液漏斗急剧转动, 但不倒转, 使内容物发生旋动, 以除去附在器壁上的水滴。

将石油醚萃取液的洗涤液定量地收集入已盛有水层液的锥形烧瓶中。

4.5.3 总碱量的测定

用甲基橙溶液(4.2.g)作指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液(4.2.e)滴定酸水层和洗涤水的混合液。

4.5.4 总脂肪物含量的测定

将水洗过的石油醚溶液(4.5.2)仔细地转入已称量的平底烧瓶中,必要时经干滤纸过滤,用少量石油醚洗涤分液漏斗2次~3次,将洗涤液过滤到烧瓶中,注意防止过滤操作时石油醚的挥发,用石油醚彻底洗净滤纸。将洗涤液收集到烧瓶中。

在水浴(4.3.4)上使用索氏抽提器(4.3.6)几乎抽提掉全部石油醚。将残余物溶解在乙醇(4.2.c)10mL中,加酚酞溶液(4.2.h)2滴,用氢氧化钾乙醇标准滴定溶液(4.2.f)滴定到稳定的淡粉红色为终点,记下所耗用的体积。

注:如带色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.i)。

在水浴上蒸出乙醇,当乙醇快蒸干时,转动烧瓶使钾皂在瓶壁上形成一薄层。

转动烧瓶,加入丙酮(4.2.a)约5mL,在水浴上缓缓转动蒸出丙酮,再重复操作1次~2次,直至烧瓶口处已无明显的湿痕出现为止,使钾皂预干燥。然后在(103±2)℃烘箱中加热至恒重,即第一次加热4h,以后每次1h,于干燥器内冷却后,称量,直至连续两次称量差不大于0.003g。

4.6 结果计算

4.6.1 总碱量

4.6.1.1 计算方法和公式

a) 肥皂中总碱量对钠皂而言以氢氧化钠的质量百分数(NaOH,%)表示,按式(1)计算:

总碱量(NaOH,%) = $\frac{0.040 \times (V_0 \times c_0 - V_1 \times c_1)}{m} \times 100$ (1)

b) 肥皂中总碱量对钾皂而言以氢氧化钾的质量百分数(KOH,%)表示,按式(2)计算:

总碱量(KOH,%) = $\frac{0.056 \times (V_0 \times c_0 - V_1 \times c_1)}{m} \times 100$ (2)

式中:

- V_0 ——在测定中加入的酸标准溶液的体积, mL;
- c_0 ——所用酸标准溶液的摩尔浓度, mol/L;
- V_1 ——耗用氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;
- c_1 ——所用氢氧化钠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一位作为测定结果。

总碱量也可用每克中的毫摩尔数(mmol/g)表示,如式(3):

总碱量 = $\frac{V_0 \times c_0 - V_1 \times c_1}{m}$ (3)

4.6.1.2 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 0.2%, 以大于 0.2%的情况不超过5%为前提。

4.6.2 总脂肪物含量

4.6.2.1 计算方法和公式

肥皂中总脂肪物含量以质量百分数表示,按式(4)计算:

总脂肪物(%) = $\left[m_1 - (V \times c \times 0.038) \right] \times \frac{100}{m_0}$ (4)

肥皂中干钠皂含量以质量百分数表示，按式(5)计算：

干钠皂(%) = $\left[m_1 - (V \times c \times 0.016) \right] \times \frac{100}{m_0}$ (5)

式中：

m_1 ——干钠皂的质量，g；

V ——中和时耗用氢氧化钾乙醇标准滴定溶液的体积，mL；

c ——所用氢氧化钾乙醇标准滴定溶液的摩尔浓度，mol/L；

0.038 ——试验中以克表示的钾、氢原子的毫摩尔质量之差（即 0.039－0.001），g/mmol；

0.016 ——试验中以克表示的钾、钠原子的毫摩尔质量之差（即 0.039－0.023），g/mmol；

m_0 ——试验份质量，g。

以两次平行测定结果的算术平均值表示至整数个位作为测定结果。

4.6.2.2 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 0.2%，以大于 0.2%的情况不超过 5%为前提。

4.7 试验报告

试验报告应包括下列各项：

- a) 所使用方法的参考；
- b) 分析结果和表示方法；
- c) 在测定时观察到的任何异常现象；
- d) 本标准中未包括的或任选的任何操作；
- e) 试验日期。

附 录 A
(资料性附录)

本标准与 ISO 685:1975 的技术性差异及其原因

表 A.1 给出了本标准与 ISO 685:1975 的技术性差异及其原因一览表

表 A.1 本标准与 ISO 685:1975 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 685:1975	原 因
4.2.f	氢氧化钾乙醇标准滴定溶液浓度为 0.7 mol/L	5.6	氢氧化钾约 1 N 乙醇标准溶液	减小试验误差
4.2.i	增加百里香酚蓝指示剂	—	无	测定带色皂需用
4.5.1	列出称取三种皂样参考量	8.1	称取实验室样品 5 g	控制消耗的氢氧化钠-乙醇标准溶液不至于太多或太少
4.5.2	溶解试验份于 80 mL 热水中	8.2	溶解试验份于 100 mL 热水中	80 mL 水可满足试验要求
4.5.2	冷却分液漏斗或萃取量筒中物料至约 30℃~40℃	8.2	冷却至约 25℃	防止酸化出的脂肪酸结块
4.5.2	加入石油醚 50 mL	8.2	加入石油醚 100 mL	石油醚量太多, 不利于后期操作
4.5.2	使用分液漏斗时: ……用石油醚 30 mL 萃取	8.2	使用分液漏斗时……用石油醚 50 mL 萃取	石油醚量太多, 不利于后期操作
4.5.4	在水浴上用索氏抽提器几乎抽提掉全部石油醚	8.2.2	在水浴上几乎蒸发掉全部石油醚, 并在缓慢的冷的氮气流或空气流下进行	挥发的石油醚污染环境
4.5.4	将残余物溶解在乙醇 10 mL 中	8.2.2	将残余物溶解在乙醇 20 mL 中	乙醇 10 mL 已满足试验
4.5.4	增加“对带色皂可采用百里香酚蓝指示剂进行滴定”的注	—	无	试验中有必要
4.5.4	加入丙酮约 5 mL, 在水浴上缓缓蒸出丙酮, 再重复操作 1 次~2 次	8.2.2	加入丙酮未计量	不利于操作统一
4.5.4	在 (103±2)℃ 烘箱中加热烘干, 第一次 4 h, 以后每次 1 h, ……直至恒重。	8.2.2	在 (103±2)℃ 中加热恒重, 每次加热 15 min, ……直至恒重	未规定恒重时间, 不利于操作统一
4.6.1.2	规定了重复性	9.1.2	规定再现性	工作经常需要
4.6.2	增加总脂肪物以干钠皂计算的式(5)	9.2.1	仅有一种表示方法: 总脂肪物以脂肪酸计	工作经常需要
4.6.2.2	规定了重复性	9.2.2	规定再现性	工作经常需要

中 华 人 民 共 和 国
轻 工 行 业 标 准
肥皂试验方法
肥皂中总碱量和总脂肪物含量的测定
QB/T 2623.3—2003

*

中国轻工业出版社出版
轻工业标准化编辑出版委员会编辑
地址：北京朝阳区光华路12号
(中国制浆造纸研究院内1号楼3层)
邮政编码：100020
电话：(010)65811585

*

版权专有 侵权必究
书号：155019·2606
印数：1—200册