

ICS 71.100  
分类号: Y43  
备案号: 13173-2004

**QB**

# 中华人民共和国轻工行业标准

**QB/T 2623.7—2003**  
代替 QB/T 3754—1999

---

## 肥皂试验方法 肥皂中不皂化物和未皂化物的测定

**Test methods of soaps—Determination of unsaponifiable, unsaponified  
and unsaponified saponifiable matter in soaps**

(ISO 1067:1974, Analysis of soaps—Determination of unsaponifiable,  
unsaponified and unsaponified saponifiable matter, 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》系列标准中的第七项标准。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 3754—1999《肥皂中不皂化物和未皂化物的测定》的修订。

本标准修改采用 ISO 1067:1974《肥皂的分析 不皂化物和未皂化物的测定》(英文版)。

本标准根据 ISO 1067:1974 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修改。这些技术性差异用垂直单线标识在它们所涉及的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。

本标准由国家洗涤剂质量监督检验中心(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 7461—1987,1999 年 4 月转化为轻工行业标准 QB/T 3754—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 3754—1999《肥皂中不皂化物和未皂化物的测定》。

## 肥皂试验方法 肥皂中不皂化物和未皂化物的测定

### 1 范围

本标准规定了肥皂中不皂化物和未皂化物的测定方法。

本标准适用于测定肥皂中除游离脂肪酸外可溶解于石油醚（或正己烷）不皂化物和未皂化物和可以皂化而未皂化物质的含量。

本标准不适用于甾醇或长链醇含量较多的肥皂，也不适用于含有香料的肥皂和复合皂。

### 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 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

萃取石油醚可溶物，然后用氢氧化钾溶液滴定萃取出的游离脂肪酸，将中和过的石油醚溶解物皂化，再用石油醚萃取不皂化物。

#### 3.2 试剂与材料

a) 95%乙醇（GB/T 679），新煮沸后稍冷，以氢氧化钾乙醇标准滴定溶液（3.2.d）中和至对酚酞呈现淡粉色；

b) 碳酸氢钠（GB/T 640），10g/L 溶液；

c) 石油醚（GB/T 15894），馏程 30℃~60℃，无残余物，或正己烷（工业级）；

d) 氢氧化钾（GB/T 2306）， $c(\text{KOH})=0.01\text{ mol/L}$  乙醇标准滴定溶液

按 GB/T 601—2002 中 4.24 配制和标定，临用前，精确移取标定好的氢氧化钾乙醇溶液，稀释至 10 倍，必要时需重新标定；

e) 氢氧化钾（GB/T 2306），2mol/L 乙醇溶液；

f) 酚酞（GB/T 10729），10g/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 烧杯，250mL。

3.3.2 分液漏斗，125mL，500mL。

3.3.3 磨口锥形瓶，100mL，250mL，带有回流冷凝器可与 250mL 锥形瓶适配。

3.3.4 微量具塞滴定管，5mL。

3.3.5 量筒，10mL，50mL。

3.3.6 移液管，10mL。

3.3.7 烘箱,可控制温度在 $(103\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 。

### 3.4 试样的制备和保存

按照 QB/T 2613.1—2003 中 3.4 制备和贮存样品。

### 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 10g 于 250 mL 烧杯 (3.3.1) 中,称准至 0.001 g。

#### 3.5.2 测定

- a) 加入中性乙醇 (3.2.a) 80 mL 和碳酸氢钠溶液 (3.2.b) 70 mL 至试验份 (3.5.1), 加热, 使肥皂溶解, 温度不高于  $70^{\circ}\text{C}$ 。
- b) 待肥皂完全溶解后, 冷却溶液, 将溶液定量地转移到 500 mL 分液漏斗 (3.3.2) 中, 用等体积中性乙醇 (3.2.a) 和碳酸氢钠溶液 (3.2.b) 的混合液冲洗烧杯数次, 洗液并入分液漏斗中, 每次加石油醚或正己烷 (3.2.c) 70 mL 剧烈振荡, 萃取三次。合并萃取液, 必要时过滤, 再用等体积中性乙醇 (3.2.a) 和水的混和液洗涤萃取液, 直至对酚酞 (3.2.f) 呈中性, 每次用 50 mL, 一般洗涤三次。将萃取液定量转移到 250 mL 锥形瓶 (3.3.3) 中, 该锥形瓶已预先在  $(103\pm 2)^{\circ}\text{C}$  烘箱 (3.3.7) 中干燥, 在干燥器中冷却, 称量。重复操作, 直至两次相继称量间的质量差不大于 0.002 g。

注: 皂样溶液中若有  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  析出, 其萃取液混浊, 在合并前应予以过滤。

- c) 在  $70^{\circ}\text{C}\sim 80^{\circ}\text{C}$  热水浴中蒸去溶剂, 将烧瓶和残余物放在  $(103\pm 2)^{\circ}\text{C}$  烘箱 (3.3.7) 中烘 1 h 后放在干燥器中冷却, 称量 (称准至 0.0002 g), 再放入  $(103\pm 2)^{\circ}\text{C}$  烘箱中干燥 10 min, 冷却、称量重复操作, 直至相继两次称量之差小于 0.002 g, 记录为  $m_1$ 。
- d) 用移液管 (3.3.6) 移取中性乙醇 (3.2.a) 10 mL 至锥形瓶中, 微热溶解残余物, 以酚酞溶液 (3.2.f) 作指示剂, 立即用微量滴定管 (3.3.4), 以氢氧化钾乙醇标准滴定溶液 (3.2.d) 滴定游离酸至溶液早现淡粉红色为终点, 记录耗用标准滴定溶液体积。
- e) 用量筒 (3.3.5) 加入氢氧化钾乙醇溶液 (3.2.e) 10 mL, 装上回流冷凝器 (3.3.3), 将溶液加热, 回流 30 min, 然后加入与溶液等体积的水, 将溶液定量转移至 125 mL 分液漏斗 (3.3.2) 中, 用几毫升中性乙醇 (3.2.a) 和水的混合液 (1:1) 冲洗锥形瓶, 洗涤液并入分液漏斗。每次用石油醚或正己烷 (3.2.c) 10 mL 萃取三次, 合并萃取液, 每次用中性乙醇和水的混合液 (1:1) 10 mL 洗涤萃取液直至对酚酞呈中性, 一般洗涤三次即可。将此溶液定量地转移到已在  $(103\pm 2)^{\circ}\text{C}$  烘箱中烘干, 并在干燥器中冷却后称量 (称准至 0.0002 g) 的 100 mL 锥形瓶中, 在  $70^{\circ}\text{C}\sim 80^{\circ}\text{C}$  水浴上, 蒸去溶剂。

如前, 在  $(103\pm 2)^{\circ}\text{C}$  烘箱中干燥锥形瓶和残余物, 在干燥器中冷却, 称量、重复操作, 直至相继两次称量之差小于 0.002 g, 记录为  $m_2$ 。

### 3.6 结果计算

- a) 肥皂中不皂化物和未皂化物的含量  $X_1$ , 以质量百分数表示, 按式 (1) 计算:

$$X_1(\%) = \left( m_1 - \frac{c \times V \times M}{1000} \right) \times \frac{100}{m_0} \quad \dots\dots\dots (1)$$

- b) 肥皂中不皂化物的含量  $X_2$ , 以质量百分数表示, 按式 (2) 计算:

$$X_2(\%) = m_2 \times \frac{100}{m_0} \quad \dots\dots\dots (2)$$

c) 肥皂中未皂化物的含量  $X_3$ ，以质量百分数表示，按式(3)计算：

$$X_3(\%) = \left( m_1 - \frac{c \times V \times M}{1000} - m_2 \right) \times \frac{100}{m_0} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$c$ ——滴定第一次萃取物所用的氢氧化钾乙醇标准滴定溶液摩尔浓度，mol/L；

$V$ ——滴定第一次萃取物所用的氢氧化钾乙醇标准滴定溶液体积，mL；

$M$ ——肥皂中脂肪酸的平均相对分子质量；

$m_1$ ——第一次萃取物质量，g；

$m_2$ ——第二次萃取物质量，g；

$m_0$ ——试验份的质量，g。

注：肥皂中脂肪酸平均相对分子质量  $M$ ，一般用油酸分子量代替，即 282；特殊需要可通过将除去不皂化物及未皂化物后的皂液，用无机酸酸化，再用标准碱溶液滴定离析出的脂肪酸来测得。两次测定结果之差，应不大于 0.05%。

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 0.05%，以大于 0.05% 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  
(资料性附录)

本标准与 ISO 1067:1974 的技术性差异及其原因

表 A.1 给出了本标准与 ISO 1067:1974 的技术性差异及其原因一览表。

表 A.1 本标准与 ISO 1067:1974 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 1067:1974	原 因
3.2.d	0.01 mol/L 氢氧化钾乙醇标准滴定溶液	4.4	0.1 N 氢氧化钾标准乙醇溶液	可以减小试验偏差
3.2.e	2 mol/L 氢氧化钾乙醇溶液	4.5	2 N 氢氧化钾标准乙醇溶液	加热回流时不必用标准溶液
3.3.2	125 mL 和 500 mL 分液漏斗	5.2	50 mL 和 250 mL 分液漏斗	称样量增大一倍, 试剂量增加, 所用仪器亦相应增大容积
3.3.3	100 mL 和 250 mL 磨口锥形瓶	5.3	100 mL 和 250 mL 圆底烧瓶	效果相同, 操作适用。
3.3.4	5 mL 微量具塞滴定管	5.4	2 mL 微量滴定管	
3.5.1	试验份, 称取 10 g	7.1	试验份称取 5 g	我国肥皂中不皂化度低, 故称样量增大一倍。
3.5.2	溶解试样用中性乙醇 80 mL 和碳酸氢钠溶液 70 mL	7.2	溶解试样用中性乙醇 50 mL 和碳酸氢钠 50 mL	因称样量改变, 所用试剂相应改变。
3.5.2	每次加石油醚或正己烷 70 mL 剧烈振摇, 萃取三次	7.2	每次用正己烷或石油醚 50 mL 萃取三次	
3.5.2	增加“皂样溶液中若有 Na <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub> 析出, 其萃取液混浊, 在合并前应予以过滤。”的注。	—	无	试验中有必要
3.5.2	在 70℃~80℃热水浴中蒸去溶剂	7.2	在沸水浴上蒸去大部分溶剂	石油醚馏程 30℃~60℃在 70℃~80℃水浴足以蒸去溶剂, 不必用沸水浴。
3.5.2	将烧瓶和残余物放在 (103±2)℃烘箱中烘 1 h 后, 冷却称量, 再放入同温下干燥 10 min, 再冷却称量直至恒重。	7.2	……烘 5 min, 冷却称量, 重复烘干, 冷却称量直至恒重。	可缩短达到恒重的时间
3.5.2	移取中性乙醇 10 mL 微热溶解锥形瓶中残余物……立即……滴定	7.2	用几毫升中性乙醇溶解残余物	经试验验证, 如此操作可减小偏差
3.7	规定精密度	—	未规定精密度要求	工作中有必要