

ICS 71.100
分类号: Y43
备案号: 13174-2004

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 2623.8—2003

肥皂试验方法 肥皂中磷酸盐含量的测定

Test methods of soaps
Determination of phosphate content in soaps

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》系列标准中的第八项标准。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：姚晨之、王爱英。

本标准首次发布。

引 言

随着环保意识的提高,我国部分地区为减少污水中磷的含量,采取措施禁止含磷洗涤剂的使用,同时政府部门在洗涤剂产品中推出绿色标识。但要检验洗涤剂中是否含磷,必须要有科学、正确的检验方法,其中国家标准 GB/T 13171—1997《洗衣粉》中附录 B 即是一个应用较广的方法。但是家用洗涤剂品种繁多,多种原材料的使用,有些原料会对检测产生干扰,使得标准检验方法结果误差很大,无法适用,其中肥皂就是一个特例。为此本标准结合肥皂产品的特点,提出了对此类传统洗涤用品中磷酸盐含量的测试方法。

肥皂试验方法 肥皂中磷酸盐含量的测定

1 范围

本标准规定了测定肥皂中磷酸盐含量的方法。

本标准适用于肥皂、香皂、透明皂、洗衣皂，以及含有大量脂肪酸的洗涤用品中磷酸盐含量的测定。

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。

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 原理

将肥皂酸化后，用石油醚萃取不溶于水的脂肪酸，取一定体积萃取溶液加入钼酸铵-硫酸溶液和抗坏血酸溶液，在沸水浴中加热 45 min，聚磷酸盐水解成正磷酸盐并生成磷钼蓝，用分光光度计在波长 650 nm 下测定吸光度 A ，由标准曲线上求出相应吸光度的五氧化二磷(P_2O_5)量，计算相对样品的含量。

4 试剂和材料

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 盐酸(GB/T 622)，约 1 mol/L 溶液。

4.2 石油醚(GB/T 15894)。

4.3 钼酸铵-硫酸溶液，7.2 g/L 溶液

溶解四水合钼酸铵 $[(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O]$ (GB/T 657) 7.2 g 于水中，加入浓度为 $c(\frac{1}{2} H_2SO_4) = 10 \text{ mol/L}$ 的硫酸(GB/T 625) 400 mL，用水稀释至 1000 mL。此溶液中硫酸浓度为 $c(\frac{1}{2} H_2SO_4) = 4 \text{ mol/L}$ ，每升中含三氧化钼(MoO_3)约 6 g。

4.4 抗坏血酸，25 g/L 溶液，每隔 2 天~3 天重配。

4.5 五氧化二磷标准溶液(每 1 mL 含 P_2O_5 1.00 mg)

将磷酸二氢钾(KH_2PO_4)(GB/T 1274)在 $(110 \pm 2)^\circ\text{C}$ 烘 2 h，在干燥器中冷却后称取 1.917 g(精确至 0.000 5 g)，加水溶解，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

4.6 五氧化二磷标准使用溶液(每 1 mL 含 P_2O_5 10 μg)

准确吸取五氧化二磷标准溶液(4.5) 10.0 mL 于 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5 仪器

普通实验室仪器和

5.1 烧杯，150 mL。

5.2 单刻度容量瓶，100 mL，250 mL，1000 mL。

5.3 分液漏斗，250 mL。

5.4 水浴锅，可控于微沸。

5.5 硬质玻璃试管， $\phi 25 \text{ mm} \times 200 \text{ mm}$ 。

5.6 分光光度计, 波长范围 350 nm~800 nm。

6 程序

同一样品进行双样平行测定。

6.1 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。

6.2 试验份

称取试样约 1 g 于烧杯(5.1)中, 称准至 0.001 g。

6.3 测定

6.3.1 萃取分离脂肪酸

试样加 100 mL 水后, 加热使其溶解, 搅拌下滴加盐酸溶液(4.1)调节水相的 pH 在 2 以下(可用 pH 试纸检验)。待物料冷却到 30℃~40℃后加入石油醚(4.2) 50 mL, 将此混合溶液转移至 250 mL 的分液漏斗(5.3)中, 并用水约 50 mL 冲洗烧杯, 合并洗涤液于分液漏斗中, 充分振荡后, 静置分层。

下层水相放入另一分液漏斗中, 用石油醚(4.2)约 50 mL 重复洗涤水相 1 次~2 次。将萃取后的水相放入 250 mL 容量瓶(5.2)中, 合并石油醚相于同一分液漏斗中, 再用 30 mL 水洗涤合并后的石油醚相一次, 待两相分离后, 将水相合并至上述同一容量瓶中, 并用水定容至刻度, 进行磷酸盐的测定, 石油醚相弃去。

6.3.2 标准曲线的制作

分别移取五氧化二磷标准使用溶液(4.6) 0 mL, 2.0 mL, 4.0 mL, 6.0 mL, 8.0 mL, 10.0 mL, 15.0 mL, 20.0 mL 至试管(5.5)中, 加水至 25 mL, 依次加入钼酸铵-硫酸溶液(4.3) 10 mL 和抗坏血酸溶液(4.4) 2 mL, 置于沸水浴(5.4)中加热 45 min, 冷却。分别转移至 100 mL 容量瓶(5.2)中, 用水稀释至刻度, 混匀。用分光光度计以 20 mm 比色池, 水作参比, 于 650 nm 波长测定此系列溶液的吸光度。含五氧化二磷标准使用溶液的试验液吸光度减去 0 mL 五氧化二磷标准使用溶液的试验液吸光度得各净吸光度。以净吸光度为纵坐标, 五氧化二磷的量(μg)为横坐标, 绘制标准曲线。

6.3.3 测定磷酸盐

移取按 6.3.1 处理好的水溶液 25.0 mL 于试管(5.5)中, 按 6.3.2 程序测定溶液的吸光度, 同时作一空白试验(不加试验溶液)。由净吸光度从标准曲线上查得相应的五氧化二磷量 m (μg)。

肥皂中总五氧化二磷含量 X , 以质量百分数表示, 按式(1)计算:

$$X(\%) = \frac{m \times 250}{m_0 \times 25} \times 10^{-4} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m —— 试验溶液净吸光度相当的五氧化二磷质量, μg;

m_0 —— 试验份的质量, g。

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 0.1%, 以大于 0.1% 的情况不超过 5% 为前提。

8 试验报告

试验报告应包括下列各项:

- a) 完全鉴定样品所需的所有资料;
- b) 所用方法的参考(指本标准的参考);

- 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, 以及会影响结果的任何情况;
 - f) 试验日期。
-