

肥皂和甘油生产分析

李秋良 编

轻工业出版社



82.166

272

肥皂和甘油生产分析

李秋良 編

36247/24

轻工出版社

内 容 简 介

本书是一本肥皂和甘油生产的实用分析书籍,较为全面、详细、通俗地介绍了肥皂、甘油成品的分析,半制品和废弃物的分析,原材料的分析。并结合生产技术,对每个分析项目与质量和生产技术的有机联系作了概述。为分析人员掌握质量与生产技术的关系,懂得生产技术的一般知识,提供了参考资料。

本书不仅可供肥皂、甘油生产厂的分析工作者阅读,也可供肥皂、甘油工业生产的工程技术人员,质量检验人员,生产管理人员和技术工人参考。

肥皂和甘油生产分析

李秋良 编

轻工业出版社出版

(北京阜成路8号)

轻工业出版社印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行

各地新华书店经售

787×1092毫米 1/32; 印张: 9²⁴/₃₂; 字数: 208千字

1985年8月 第一版第一次印刷

印数: 1-6,000 定价: 2.00元

统一书号: 15042·1938

前 言

解放后，我国肥皂工业发展较快，无论在产量、质量、品种和生产技术等方面，都有很大的增长和提高。随着生产的发展，质量检验和生产分析方面也有较大的进展。在实现四个现代化进程中，生产技术和质量将会更快提高，促使质量检验和生产分析也要提高到新的水平。为了对广大检验和分析工作者有所帮助而编写这本《肥皂和甘油生产分析》，供本专业工作者阅读参考。

为了使分析工作者了解生产知识，掌握生产技术与产品质量、控制指标的联系，在每一章节、每一分析项目中，都扼要地介绍了有关内容。例如：在一、二两章中概述了肥皂、甘油的性质、生产方法、工艺过程、分析项目与成品质量的关系；第三章中概述了各项半成品和废弃物的一般控制指标和达到指标宜采取的措施；第四章中概述了原材料的要求、分析的意义等。同时，对每一分析项目尽量编写进几种方法、阐述测定原理，力求测定方法通俗易懂，使读者开阔眼界，提高理论水平，初学者也能按此操作。因此，本书不仅适合肥皂工业分析工作者阅读，也可供肥皂工业的工程技术人员、生产管理干部、质量检验人员、技术工人参考。

近年来，研究部门已应用气相色谱法、液相色谱法、红外光谱法、x射线衍射法、质谱法等仪器分析测定油脂和肥皂脂肪酸的组成、肥皂的晶相组成、甘油的杂质含量、肥皂内填充物和助洗剂的含量等。仪器分析具有灵敏度和精确度高、分析速度快等优点。可以展望，在肥皂、甘油生产分析

领域内将会逐步应用，由于篇幅关系，本书没有编入。

本书所述的测定方法中，除注明者外，所使用的水应为蒸馏水，药品至少为三级试剂；凡是精确称量者均应在分析天平上称取；恒重的概念是前后两次差重在 ± 0.0010 克；常用指示剂按附表九和十配制；标准溶液参考定量分析书籍作标定，这点务必请读者注意。

本书编写过程中曾得到无锡轻工业学院夏纪鼎副教授的指教，南京肥皂厂检验科张锦花等同志的帮助，以及定稿过程中给予指正的同志，在此深表感谢。

书中错误和不妥之处，请读者批评指正。

编者

目 录

第一章 肥皂分析	1
第一节 概述.....	1
第二节 分析样品的采取.....	6
第三节 化学分析.....	7
一、水分和挥发物的测定.....	7
二、总脂肪物的测定.....	12
三、未皂化物和不皂化物总量的测定.....	19
四、未皂化物的测定.....	23
五、不皂化物的测定.....	28
六、游离氢氧化物的测定.....	28
七、游离碳酸钠的测定.....	33
八、总游离碱的测定.....	35
九、总碱量的测定.....	37
十、结合碱的测定.....	39
十一、硅酸钠的测定.....	39
十二、磷酸盐的测定.....	43
十三、硼酸盐的测定.....	47
十四、硫酸盐的测定.....	49
十五、氯化物的测定.....	51
十六、酒精不溶物的测定.....	54
十七、水不溶物的测定.....	55
十八、甘油的测定.....	55
十九、松脂酸的测定.....	56

二十	脂肪酸凝固点的测定	60
二十一	脂肪酸碘值的测定	64
二十二	脂肪酸中和值的测定	64
二十三	石炭酸的测定	65
二十四	固体脂肪酸和液体脂肪酸的测定	68
第四节 物理检验		71
一	溶解度的测定	71
二	硬度的测定	76
三	泡沫的测定	81
四	耐磨度的测定	88
五	去污力的测定	91
六	香皂开裂的测定	97
七	香皂腐烂的测定	100
八	香皂气泡、白芯的测定	102
第五节 感官检验		103
一	形状	103
二	外观	104
三	色泽	104
四	气味和香气	105
第二章 甘油分析		106
第一节 概述		106
第二节 分析样品的采取		112
第三节 物理检验		113
一	色泽	113
二	透明度	116
三	气味	117
四	比重的测定	117

五、石蕊试纸反应.....	121
第四节 化学分析.....	121
一、甘油含量的测定.....	121
二、灰分的测定.....	134
三、脂肪酸与酯类的测定.....	135
四、丙烯醛、葡萄糖与铵盐的测定.....	137
五、砷的测定.....	138
六、重金属的测定.....	142
七、铁的测定.....	144
八、硫化物的测定.....	145
九、氯化物的测定.....	146
十、硫酸化合物的测定.....	147
十一、草酸化合物的测定.....	147
十二、钙、镁的测定.....	147
第五节 甘油的定性试验.....	148
第三章 半制品、废弃物分析.....	149
第一节 皂基与盐析皂胶的分析.....	149
一、分析样品的采取.....	150
二、总脂肪物的测定.....	151
三、脂肪酸凝固点的测定.....	152
四、游离碱的测定.....	153
五、氯化物的测定.....	154
六、甘油的测定.....	155
七、未皂化物的测定.....	156
八、盐析皂胶皂化率的测定.....	157
第二节 盐析水的分析.....	157
一、分析样品的采取.....	158

二、游离碱的测定	158
三、总碱量的测定	159
四、总脂肪物的测定	160
五、氧化性脂肪物的测定	161
六、氯化物的测定	162
七、甘油的测定	163
第三节 回收盐的分析	164
第四节 粗甘油的分析	165
一、甘油的测定	166
二、游离碱或游离酸的测定	166
三、灰分的测定	167
四、总碱量的测定	168
五、碳酸碱的测定	169
六、结合碱的测定	170
七、总残渣的测定	170
八、有机残渣的测定	174
九、氯化物的测定	174
第五节 压滤残渣的分析	175
第六节 蒸馏残渣的分析	175
第七节 脱色后活性炭中甘油含量的测定	176
第八节 黑脂肪酸中甘油的测定	177
第四章 原材料分析	178
第一节 油脂的分析	178
一、分析样品的采取	179
二、物理性能鉴定与定性试验	182
三、水分和挥发物的测定	184
四、不溶性杂质的测定	186

五、熔点的测定	187
六、凝固点的测定	189
七、色泽的测定	190
八、比重的测定	197
九、皂化值的测定	201
十、酸值（或游离脂肪酸含量）的测定	204
十一、碘值的测定	207
十二、不皂化物的测定	218
十三、乙酰值和羟值的测定	220
十四、总脂肪物的测定	229
十五、氧化脂肪酸的测定	232
十六、油脂的特种试验	234
第二节 松香的分析	236
一、分析样品的采取	237
二、颜色的测定	238
三、酸值的测定	238
四、不皂化物的测定	239
第三节 碱类的分析	241
一、分析样品的采取	242
二、苛性碱的分析	243
三、纯碱的分析	251
四、水玻璃的分析	257
第四节 三氯化铁的分析	263
一、三氯化铁含量的测定	264
二、二氯化铁含量的测定	266
第五节 酸类的分析	267
一、盐酸纯度的测定	268

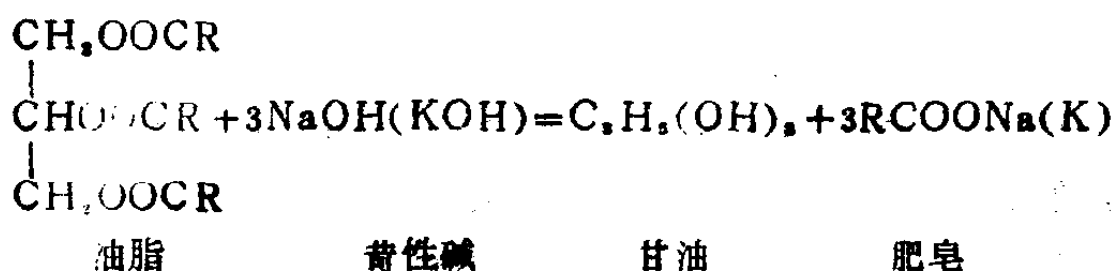
二、硫酸纯度的测定·····	268
第六节 次氯酸钠有效氯的测定·····	269
第七节 活性炭的分析·····	273
一、脱色力的测定·····	273
二、氯化物的测定·····	277
三、钙、镁的测定·····	278
四、总铁量的测定·····	279
附表	
一、轻工业部部标准——全油脂洗衣皂理化指标(QB 383-81) ·····	281
二、轻工业部部标准——合脂洗衣皂理化指标 (QB 595-81, 试行) ·····	282
三、轻工业部部标准——香皂理化指标(QB384-81) ·····	283
四、轻工业部部标准——甘油理化指标(QB167-62) ·····	284
五、林业部部标准——松香理化指标 (LY 204-63) ·····	285
六、烧碱质量指标 (国家标准GB209-63) ·····	286
七、纯碱质量指标 (国家标准GB210-80) ·····	288
八、硅酸钠质量指标 (石化部部标准HG1-871-76) ·····	289
九、常用指示剂的变色范围和溶液浓度·····	290
十、常用混合指示剂·····	291
十一、常用油脂的理化常数及其脂肪酸组成表·····	插页
十二、常用酸、碱的百分浓度和比重 (γ_{40}^t) 表	

.....	293
十三、酒精溶液的比重表.....	295
十四、常用化学元素国际原子量表 (1975)	297

第一章 肥皂分析

第一节 概 述

一般所谓肥皂，是脂肪酸的钠盐或钾盐。由油脂与苛性碱经过皂化反应制成，其反应式为：



制造肥皂的油脂是动、植物油脂，常用的有棉籽油、大豆油、米糠油、椰子油、棕榈油、柏油（又称皮油）、梓油、漆油、蓖麻油、花生油、牛羊油、猪油、骨油、蚕蛹油、氢化鱼油，以及多种野生动植物油脂等。这些油脂，都是高级脂肪酸的甘油酯，且是多种脂肪酸甘油酯的混和物；脂肪酸碳链有较长的、有较短的，有饱和的，也有不饱和的。所以，肥皂也是多种高级脂肪酸盐的混和物。低级脂肪酸（分子中具有八个碳原子以下的）的盐，没有肥皂性能。因此，低级脂肪酸或含有较多低级脂肪酸的油脂（如乳脂），不能用于制皂。而适合于制皂的脂肪酸，分子中应具有8~22个碳原子，最合适的是在12~18个碳原子之间。

除此之外，松香（又称松脂酸），动植物油脚分解制得的脂肪酸，氧化石蜡制得的合成脂肪酸，都是油脂的代用品。

肥皂的去垢理论，至今还没有得到完整的解释，但许多

科学家认为：肥皂的去垢能力与肥皂的表面活性及胶体性能有关，而这又与肥皂在水中的水解和乳化作用、润湿性和渗透能力、降低溶液的表面张力等有很大关系。

肥皂的制造方法很多，有冷制法、半热煮法、沸煮法、直接钙皂分解法、中和法，以及近年来出现的多种连续制皂方法等。目前，我国普遍采用的是沸煮法。

冷制法制皂是将油脂（通常用牛羊油和椰子油或棕榈仁油）加热熔融后，放在皂框中，加入计算数量的浓碱液，搅拌均匀后放置数日，靠皂化作用生成的反应热完成皂化反应。此法操作简单，产品质量较差，有时会有过量的碱，同时还存在多量的未皂化油脂。此外，甘油也得不到回收利用，油脂和烧碱中带来的色素和各种杂质混在肥皂之中。解放前，我国有许多小肥皂厂商用此法制得质量低劣的肥皂，可见旧中国制皂工业技术的落后。

沸煮法又称盐析法，是制皂工业中广泛采用的方法。此法在大中型工厂中都用蒸汽煮制；小型工厂中有用直接火煮制的（我国在六十年代已淘汰），其操作步骤大体相同。一般都通过皂化、盐析、碱析、整理及静置等工序制得皂基，然后按要制取的产品要求进行加工成条或块。如洗衣皂需经调和混入填充剂、冷凝成片、裁切成条或块、打印成型等工序；香皂要先制成薄片、烘干，再经混入香精及填充物、研磨、压条、打印、包装等工序。沸煮法的主要优点在于制得的产品质量好、成本低，以及充分地回收甘油。

中和法是以脂肪酸为原料，用碱中和而制成皂基，配入填充物，再加工成条或块。此法的操作较沸煮法简便，可以省除盐析、碱析等工序；油脂先水解得脂肪酸，制皂可改进为连续化，甘油可更充分回收。

半热煮法近乎冷制法，只是采取热法碱化，用间接蒸汽或直接火保持温度，使其完成皂化反应。因不盐析而未能回收甘油。直接钙皂分解法是将油脂与石灰浆(氢氧化钙溶液)作用，生成钙皂，洗出甘油，然后用碳酸钠置换成钠皂，分离去碳酸钙，即得肥皂。两法都因制得的肥皂质量差而被淘汰。

连续制皂具有生产时间短、劳动强度低、设备容积小、生产能力大、肥皂质量高、煤水电耗低等优点。目前国外应用和设想的连续制皂的方法有：常压法、溶剂法、离心法、高压法，以及油脂经分解成脂肪酸，再连续制成肥皂等法。

常压法是用一种高速搅拌混和器（俗称胶体磨）进行皂化，再经洗涤塔连续盐析、碱析和整理，沉淀后得皂基，加入填充料，热至一定温度，连续压入真空冷却室，借喷嘴的作用将皂胶喷成细粉，而后送入螺旋压条机连续压出皂条、打印成型。本法虽已连续，但设备仍较庞大，操作较为复杂。

离心法是藉离心力的作用，使皂化后的皂胶的水相和肥皂相分离，同样也藉离心力的作用洗涤皂胶，制取合乎要求的皂基。这样，只要将油脂和苛性碱分别加热，由比例泵送入混和器进行初步皂化，再通过几只连接起来的高速离心机，初步皂化的皂胶在离心机内继续皂化并连续洗涤，迅速地分离出洗涤液、皂脚，得皂基。然后加入填充料，经真空冷却，压条成型，连续地制得块状肥皂。该法的优点是制皂时间短，全部时间不到两小时，国外采用较多。

以脂肪酸为原料的连续制皂法，是采取连续化程度较高的油脂高温水解，从油脂中分解出脂肪酸，以连续的方法进行皂化和制成块状肥皂。这个方法的特点是只要准确计算和

控制碱量，就能得到良好的皂基，且可用碳酸钠代替氢氧化钠，降低肥皂成本。但由于增加了油脂水解，全部生产过程仍显繁复。若用碳酸钠中和脂肪酸，还需有排除二氧化碳的设备。

高压法与溶剂法比其他方法有更多的优点：具有生产过程简单，连续化程度高，能连续回收甘油，大大节约燃料动力，节省劳动力和减轻劳动强度。两法也各有缺点，如高压法因其操作压力高，需要较高要求的设备和管理技术；溶剂法有大量溶剂帮助皂化，需要增加回收溶剂的设备，生产能力也就受到限制，且溶剂易着火，生产不太安全。因此，未能达到工业上大规模生产的要求。

高压法是短时间高温法，油脂和苛性碱液（35%）由比例泵按比例送入预热器，加热到 180°C ，注入混和器，使油碱充分混和，用高压泵压入反应管，油脂和碱在反应管里急速加热并迅速皂化，加热的温度控制在第一套反应管为 200°C ，第二套反应管为 290°C ，管内的压力为35大气压，皂化时间约5分钟，从反应管出来的肥皂直接喷入减压室内，甘油与几乎所有的水分同时急速蒸出，在冷凝系统回收出甘油和水。热的脱水肥皂（熔融状态），通过一只用水冷却的螺旋运送器，送入另一设备中，以蒸汽水化，使肥皂吸水至所要求的水分，同时按成品的要求混入填充剂。然后送入压条机，挤压成皂条，经压型机打印成块。

溶剂法是在高沸温度的石油醚或其他惰性溶剂中，使油脂和碱完全皂化，制得的肥皂基本上是无水的。溶剂和甘油同时急速蒸发出来得到回收。这一方法的生产工序大致与高压法相仿，所不同的在反应管内的压力可以降到7个大气压。

为了确保这两种方法所制取的肥皂，不因油碱中混有的

杂质使肥皂染色和堵塞喷嘴，油脂与碱都必须精炼过。

肥皂的品种很多，根据其用途可分为：洗衣皂、香皂、洗发皂、药皂、工业用皂（如印染工业用的丝光皂），以及适合不同用途的专用肥皂，如剃须皂，机械工人洗手砂皂，洗瓷器、洗地板皂和治疗皮肤病药皂等。由于品种的不同对其质量的要求也各不相同：同品种肥皂类型的不同，配方的不同，加工方法的不同，生产条件和技术水平的不同，质量优劣的差异往往很大。因此，必须通过分析检验来鉴别产品是否合乎要求，通过分析检验来控制和提高产品质量。

成品肥皂的质量分析检验项目很多，有总脂肪物、脂肪酸凝固点、脂肪酸碘值、水分及挥发物、游离氢氧化物、游离碳酸钠、总碱量、不皂化物、未皂化物、硅酸钠、氯化物、甘油、水不溶物、酒精不溶物等化学分析指标；有泡沫、硬度、溶解度、耐用度、去垢力、开裂、糊烂、气泡白芯等物理检验指标；有色泽、外形、外观、气味等表观指标。这些指标都不同程度地关系到肥皂的质量。如肥皂含水量高，总脂肪物即低；不皂化物和未皂化物含量多的肥皂，肥皂的使用效率则差；游离碱含量高的肥皂对皮肤有刺激作用，对织物有损伤作用，还会使香皂组织粗松，有时会使香味变质；氯化钠含量过高，容易使肥皂发松和引起出汗、还潮，会使香皂开裂度增大；脂肪酸凝固点偏高，会引起肥皂硬而发脆，可塑性差，增大开裂度，在水中的溶解度变小；硬度低，则溶解度增大，耐用度降低，表现出肥皂不耐用；去垢力差直接关系到洗涤效率；色泽差，外形外观不好，肥皂不美观，不受消费者欢迎。所以，轻工业部对洗衣皂和香皂制订了部颁标准，分别规定了七项主要指标要求（见附表一、二、三）。