

肥皂、甘油及 常用原料分析汇编

· 莊玉九 · 金凤鸣 · 编 ·



· 中国轻工业出版社 ·

肥皂、甘油及常用原料 分析汇编

莊玉九 金凤鸣 编

中国轻工业出版社

(京) 新登字 034 号

内 容 提 要

本书较全面地汇编了洗衣皂、香皂、甘油和液体皂的分析方法, 还汇编了制皂行业常用的无机有机原料、油脂、香料、包装材料及废水的分析方法、有关标准溶液的配制和标定、常用试剂的配制方法及主要产品的质量标准。

本书力求采用国家标准和法定计量单位。

本书可供洗涤剂、肥皂行业的分析人员、工程技术人员和生产工人参考。

图书在版编目(CIP)数据

肥皂、甘油及常用原料分析汇编/嵇玉九, 金凤鸣编. 北京: 中国轻工业出版社, 1995

ISBN 7-5019-1697-7

I. 肥… II. ①嵇… ②金… III. ①肥皂-皂料-分析方法-汇编 ②甘油-油脂制备-原料-分析方法-汇编 IV. ①TQ 648.3 ②TQ 648.5

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (95) 第 00938 号

中国轻工业出版社出版
(北京市东长安街 6 号)
北京朝阳广益印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行
各地新华书店经售

*

850×1168 毫米 1/32 印张: 10.375 字数: 270 千字

1995 年 2 月 第 1 版第 1 次印刷

印数: 1—4000 定价: 25.00 元

ISBN 7-5019-1697-7/TS·1090

前 言

随着生产和技术的发展,我国的标准化工作已经日趋完善。近年来,肥皂、甘油、半透明洗衣皂等产品标准和分析方法均在等同或等效采用 ISO 标准或国际上较先进国家标准的基础上制订了我国的国家标准。国务院颁发的《关于在我国统一实行法定计量单位的命令》,要求原化学分析方法上沿用的当量浓度均应改为摩尔浓度。鉴于上述原因,为适合形势发展和需要特编写此书,以满足行业中广大读者和分析工作者的迫切需要。

在本书编写过程中,得到了上海制皂厂厂长张金钱高工的支持和指导,袁鹤吟、张金廷等高工的帮助,陈其良、杨柏敏、李素琴等做了部分具体工作,应伟文承担了繁重的抄稿工作,南京肥皂厂检验科科长张锦花工程师提供了部分资料,在此表示衷心的感谢。

本书力求符合生产实际。由于编者的业务水平有限,编写时间紧迫,错误和不妥之处,请读者批评指正。

编者

1994.3

目 录

第一章 无机、有机原料分析	1
1. 盐酸含量的测定 GB 320—93	1
2. 硫酸含量的测定 GB 11198.1—89	2
3. 硼酸含量的测定 GB/T 12684.1—90	2
4. 磷酸含量的测定 GB 2091—92	5
5. 氢氧化钠含量的测定 GB 4348.1—84	7
6. 氢氧化钠中碳酸钠含量的测定 GB 4348.1—84	8
7. 氯化钾含量的测定 GB 7118—86	9
8. 氯化钠含量的测定 QB 348—77	11
9. 工业无水硫酸钠含量的测定	12
方法一: GB 6009—85	12
方法二: 络合滴定法	13
10. 碳酸钠中总碱量的测定 GB 210—92	14
11. 硅酸钠(泡化碱)含量的测定 GB 4209—84	15
12. 三氯化铁含量的测定 GB 1621—79	18
13. 钛白粉中二氧化钛含量的测定	19
14. 木质活性炭质量分析	20
脱色力的测定	20
方法一: 焦糖脱色力 GB/T 12496.1—90	20
方法二: 亚甲基蓝脱色力 GB/T 12496.2—90	22
氯含量的测定 GB/T 12496.9—90	23
pH 值的测定 GB/T 12496.20—90	24
15. 活性漂土脱色力的测定	25
16. 皂用增白剂色泽的测定	26

17. 锌粉含量的测定	26
18. 颜料质量分析	28
19. 酒精含量的测定 GB 394—81	28
20. 芦荟汁浓缩液中多糖含量的测定	28
21. 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)含量的测定 GB 1401—85	30
22. 羟基乙叉二磷酸(H 501)含量的测定	31
23. 液体十二烷基硫酸钠(K 12)质量分析	31
24. 柠檬酸含量的测定 GB 1987—86	33
25. 阴离子表面活性剂活性物含量的测定——直接两相 滴定法	34
方法一: 次甲基蓝法	34
方法二: 混合指示剂法	35
26. 脂肪酰二乙醇胺活性物含量的测定	37
27. 壬基酚聚氧乙烯醚(TX-10)浊点的测定	39
28. 两性表面活性剂活性物含量的测定	40
第二章 包装材料检测	43
(一) 印刷包装纸的渗透、耐碱性试验	43
(二) 瓦楞纸板测定方法	43
1. 瓦楞纸板耐破强度的测定方法 GB 6545—86	43
2. 瓦楞纸板边压强度的测定方法 GB 6546—86	44
3. 瓦楞纸板厚度的测定方法 GB 6547—86	46
4. 瓦楞纸板粘合强度的测定方法 GB 6548—86	46
5. 瓦楞纸板含水率的测定方法 GB 462—79	48
(三) 瓦楞纸箱的测定方法 GB 4857.4—84	49
瓦楞纸箱空箱承压强度的测定	49
(四) 吹塑瓶的检验方法	51
第三章 油脂与类油脂原料分析	53
1. 油脂脂肪酸凝固点的测定 参照	

GB 9104.5—88	53
2. 油脂水分的测定	54
方法一：共沸蒸馏法 参照 GB 260—77	54
方法二：热板法	58
方法三：烘箱法	58
方法四：卡尔费休法	59
3. 油脂皂化值的测定 参照 GB 9104.2—88	61
4. 油脂酸值的测定 参照 GB 9104.3—88	62
5. 油脂碘值的测定	62
方法一：参照 GB 9104.1—88	62
方法二：徐伯法	64
6. 油脂中理论含甘油的计算	65
7. 油脂中理论含脂肪酸的计算	65
8. 油脂色泽的测定	66
方法一：参照 GB 9104.4—88	66
方法二：罗维朋比色法	68
方法三：FAC 比色法	68
9. 油脂灰分的测定 参照 GB 9104.8—88	69
10. 油脂中不皂化物的测定	69
11. 油脂中杂质含量的测定	70
12. 油脂熔点的测定	71
13. 油脂脂肪酸组成的测定 参照 GB 9104.9—88	72
14. 油脂皂色的测定	76
15. 精炼油中肥皂含量的测定	77
16. 油脂酸败试验及过氧化值测定法 GB 5538—85	78
17. 脂肪酸中和值的测定	80
18. 炼油皂脚——总脂肪物的测定(萃取法)	80
19. 棉油脚中总脂肪物、石油醚不溶物(总脂肪物基) 含量的测定	81

20. 棉油脚中酸性油含量、酸性油酸值、脂肪物含量的测定	83
21. 粗棉油中总脂肪物及石油醚不溶物含量的测定	84
22. 棉油酸各技术指标的分析方法	84
23. 松香分析	84
第四章 香料分析	90
1. 相对密度(比重)测定法	90
方法一: 比重瓶法	90
方法二: 韦氏相对密度(比重)法	90
2. 旋光度测定法	90
3. 折光指数测定法	91
4. 酸值测定法	92
5. 酯值测定法	94
方法一: 乙醇法	94
方法二: 乙二醇法	95
6. 醇的测定法	9
方法一: 乙酰化法(测定总醇)	97
方法二: 氯化乙酰-二甲基苯胺法	99
方法三: 醋酐吡啶法(测定游离醇)	101
7. 醛、酮的测定法	103
方法一: 羟胺法(总羰基)	103
方法二: 盐酸羟胺法(总羰基)	103
方法三: 中性亚硫酸钠法	105
方法四: 亚硫酸氢钠法	106
8. 酚的测定法	107
第五章 肥皂分析	109
1. 肥皂中游离苛性碱含量的测定	109
方法一: GB 7455—87	109
方法二: QB 385—81	110

2. 肥皂中游离脂肪酸含量的测定	111
3. 肥皂中总游离碱含量的测定 GB 7456—87	112
4. 肥皂中总碱量的测定	114
方法一: GB 7457—87	114
方法二: 酸解法	117
5. 肥皂中总脂肪物含量的测定	118
方法一: GB 7457—87	118
方法二: QB 385—81	119
方法三: 蜡饼法 Q/YQEC 20—92	120
方法四: 热板法	121
方法五: 离心法	122
方法六: 红外线烘干法——水分及挥发物的快速 测定	124
方法七: 用微波仪测定香皂总脂肪物含量	124
方法八: 直接测定的简易快速法(两相滴定法)	125
6. 干钠皂含量的测定	126
方法一: GB 7457—87	126
方法二: 平均分子量法	127
7. 肥皂中脂肪酸凝固点的测定	128
8. 肥皂中水分和挥发物含量的测定	129
方法一: 烘箱法 GB 7458—87	129
方法二: 快速方法	130
9. 肥皂中乙醇不溶物含量的测定 GB 7459—87	130
10. 肥皂中氯化物含量的测定	132
方法一: 硫氰酸法 GB 7460—87	132
方法二: 铬酸钾法 QB 385—81	133
方法三: 蜡饼法	134
方法四: 自动电位滴定法	135
11. 肥皂中甘油含量的测定	136

方法一：高碘酸法	136
方法二：分光光度法	137
12. 肥皂中不皂化物和未皂化物的测定	138
方法一：GB 7461—87	138
方法二：不皂化物的测定法	141
方法三：未皂化物的测定法 Q/QBH 233—88	142
13. 皂化率的计算	143
14. 肥皂中硅酸钠含量的测定	143
方法一：二氧化硅含量的测定 QB 385—81	143
方法二：硅酸钠含量的测定	144
15. 肥皂溶解度的测定	146
16. 肥皂泡沫的测定	147
方法一：改进 Ross-Miles 法 GB 7462—87	147
方法二：改进 Ross-Miles 法修订稿	154
方法三：QB 385—81	156
17. 钙皂分散力的测定	161
18. 肥皂抗硬水力的测定	163
19. 肥皂去污力分析	165
20. 肥皂硬度分析 QB 385—81	169
21. 香皂糊烂分析	171
方法一：QB 385—81	171
方法二：失重法	172
22. 香皂的气泡、白芯分析 QB 385—64	174
23. 香皂开裂分析	174
方法一：QB 385—81	174
方法二：分级法	193
24. 香皂粗糙度分析	193
25. 肥皂中痕量铁的测定	194
26. 肥皂中痕量铜的测定	196

27. 肥皂中痕量金属的分离	198
28. 松香酸含量的测定	199
29. 肥皂中水不溶物的测定	200
30. 半透明洗衣皂透明度的测定 QB/T—1913—93	201
31. 香皂留香试验	202
32. 肥皂中 EDTA(螯合剂)含量的测定	202
33. 药皂中甲酚含量的测定	204
第六章 甘油分析	206
(一) 皂化废液、滤渣、汽道水及回收盐中甘油 含量分析	206
(二) 粗甘油分析	207
1. 甘油含量的测定	207
2. 游离碱或游离酸的测定	208
3. 灰分的测定	209
4. 总碱量的测定	210
5. 碳酸碱的测定	210
6. 总残渣的测定	211
7. 有机残渣的测定	215
8. 氯化物的测定	215
(三) 精甘油分析	216
1. 桶装甘油取样方法 GB/T 13216.1—91	216
2. 甘油透明度的测定 GB/T 13216.2—91	218
3. 甘油气味的测定 GB/T 13216.3—91	219
4. 甘油色泽的测定	219
方法一: 铂-钴比色法 GB/T 13216.4—91	219
方法二: 三氯化铁-氯化亚钴法 QB 168—62	220
5. 甘油 20℃时密度的测定 GB/T 13216.5—91	221
6. 甘油相对密度(比重)的测定 QB 171—62	224

7. 甘油含量的测定	224
方法一: 密度法 GB/T 13216.6—91	225
方法二: 滴定法 GB/T 13216.6—91	226
方法三: 相对密度(比重)法	229
方法四: 重铬酸钾法	229
方法五: 折光率法 GB 614—88	233
8. 甘油中氯化物的限量测定	233
方法一: GB/T 13216.7—91	233
方法二: GB 687—77	234
9. 甘油中硫酸化灰分的测定(重量法)	
GB/T 13216.8—91	235
10. 甘油中灰分的测定	236
方法一: 灼烧法	236
方法二: QB 174—62	237
11. 甘油酸度和碱度的测定——滴定法	
GB/T 13216.9—91	237
12. 甘油石蕊试纸反应测定法 QB 173—62	238
13. 甘油皂化值的测定	239
14. 甘油皂化当量的测定 GB/T 13216.10—91	239
15. 不挥发残渣的测定	241
16. 甘油中砷的限量试验 GB/T 13216.11—91	241
17. 甘油中重金属的限量试验	
GB/T 13216.12—91	244
18. 甘油中还原性物质的测定	
GB/T 13216.13—91	245
19. 甘油中丙烯醛含量的测定	245
20. 甘油中丙烯醛及其他还原物的测定	247
21. 甘油中铵盐的测定 GB 687—77	248
22. 甘油中蔗糖和葡萄糖的测定 GB 687—77	249

23. 甘油中铁的测定	249
方法一: QB 179—62	249
方法二: 硫代乙醇酸法	249
24. 甘油中脂肪酸及酯类的测定 QB 176—62	251
25. 甘油的水溶液反应 GB 687—77	252
26. 甘油中易炭化物的测定	252
27. 硫酸试验 GB 687—77	252
第七章 液体皂分析	253
1. 总固体物含量的测定 沪 Q/QBH 268—86	253
2. 粘度的测定 沪 Q/QBH 268—86	253
3. 泡沫的测定 沪 Q/QBH 268—86	254
4. pH 值的测定	254
方法一: pH 试纸法 沪 Q/QBH 241—85	254
方法二: 酸度计法 沪 Q/QBH 268—87	254
5. 冻熔性的测定 沪 Q/QBH 268—86	255
第八章 制皂废水分析	256
1. pH 值的测定	256
2. 总残渣的测定	256
3. 过滤性残渣的测定	257
4. 非过滤性残渣(悬浮物)的测定	257
5. 油含量的测定	258
6. 化学耗氧量的测定	259
7. 氨氮的测定	262
8. 阴离子表面活性剂含量的测定	264
9. 废水中甘油含量的测定	267
10. 阴离子表面活性剂生物降解度试验方法 QB 938—84	267
11. 非离子表面活性剂生物降解度试验方法 QB 939—84	270

12. 五日生化需氧量(BOD ₅)的测定	271
第九章 标准溶液、常用试剂溶液及产品标准指标	275
(一) 标准溶液的配制和标定	275
1. 酸	277
2. 0.1、0.5、1、1.613 mol/L 氢氧化钠标准溶液	280
3. 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液	281
4. 滴定度 T 为 0.002 gCl ⁻ /mL 硝酸银标准溶液	282
5. 0.1、0.05、0.02 mol/L 乙二醇四乙酸二钠 标准溶液	284
6. 0.05 mol/L 氯化锌标准溶液	285
7. 0.1 mol/L 硫氰酸铵标准溶液	286
8. 标准氯化钠溶液的制备	287
9. 标准硫酸钾溶液的制备	287
10. 标准铁溶液的制备	287
11. 标准铅溶液的制备	287
12. 比色用重铬酸钾溶液	287
13. 常用标准溶液的温度修正系数及复查周期	288
(二) 常用试剂溶液的制备	290
1. 0.1 mol/L 高碘酸钾溶液	290
2. 0.5 mol/L 氢氧化钾乙醇溶液	290
3. 溴甲醇溶液	290
4. 费林溶液	290
5. 百分浓度的配制	291
6. 指示剂溶液的配制	291
7. 缓冲溶液的制备	292
(三) 标准	292
1. 香皂国家标准 GB 8113—87	292
2. 香皂产品质量分等规定(试行)	293
3. 洗衣皂国家标准 GB 8112—87	300

4. 甘油国家标准 GB 13206—91	303
5. 中国药典甘油(1990)	306
6. 半透明洗衣皂标准 QB/T 1913—93	307
7. 松香标准	308
(四) 油脂的组成及理化指标	309
主要参考资料	313

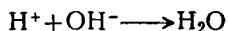
第一章 无机、有机原料分析

1. 盐酸含量的测定

GB 320—93

(1) 原理

试料溶液以溴甲酚绿为指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为蓝色为终点。反应式如下：



(2) 试剂和材料

① 氢氧化钠标准溶液 $c(\text{NaOH}) = 1.000 \text{ mol/L}$;

② 溴甲酚绿(HG 3—1220) 1 g/L 乙醇溶液。

(3) 仪器

一般实验室仪器和

锥形瓶 100 mL (具磨口塞)。

(4) 测定步骤

吸取约 3 mL 盐酸(试料)，置于内装 15 mL 水并已称重(精确至 0.0002 g)的锥形瓶中，混匀并称量，精确至 0.0002 g(试料溶液)。向试料溶液中加 2~3 滴溴甲酚绿，用氢氧化钠标准溶液滴定至溶液由黄色变为蓝色为终点。

(5) 计算

盐酸的总酸度(以 HCl 计)百分含量(x)按下式计算：

$$x = \frac{c \cdot V \times 0.03646}{m} \times 100 = \frac{c \cdot V}{m} \times 3.646$$

式中 V ——氢氧化钠标准滴定溶液的体积，mL，

c ——氢氧化钠标准滴定溶液之物质的量浓度，mol/L，

m ——试料质量；

0.03646——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) =$

1.000 mol/L]相当的以克表示的氯化氢的质量。

两次平行测定结果之差不大于 0.2%，取其算术平均值为报告结果。

2. 硫酸含量的测定

GB 11198.1—89

(1) 原理

以甲基红-次甲基蓝为指示剂，用氢氧化钠标准溶液中和滴定以测得硫酸含量。

(2) 试剂

① 甲基红-次甲基蓝混合指示剂 1 份 0.2% 甲基红乙醇溶液加 1 份 0.1% 次亚基蓝乙醇溶液；

② 氢氧化钠标准溶液 0.5 mol/L。

(3) 测定步骤

称取试样 0.7 g (精确至 0.0001 g)，置于预先已称重的带磨口盖的小称量瓶中，小心地移入盛有 50 mL 蒸馏水的 250 mL 锥形瓶中，冷却至室温，加 2~3 滴混合指示剂，用氢氧化钠标准溶液滴定至溶液呈灰绿色为终点。

(4) 计算

$$\text{H}_2\text{SO}_4\% = \frac{c \cdot V \times 0.04904}{m} \times 100$$

式中 c ——氢氧化钠标准溶液浓度，mol/L；

V ——滴定时耗用氢氧化钠标准溶液的体积，mL；

m ——称取试样的质量，g；

0.04904——与 1.00 mL 氢氧化钠标准溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000$ mol/L] 相当的以克表示的硫酸的质量。

3. 硼酸含量的测定

GB/T 12684.1—90

(1) 原理

硼酸为一弱酸，不能用标准碱溶液直接滴定，但硼酸可与一些多元醇如甘油、甘露醇及转化糖等络合生成较强的酸，这样就可以用碱标准溶液来滴定，以酚酞作指示剂。