

国 际



标 准

表面活性剂 国际标准——1982

轻工业部日用化学工业科学研究所国际标准组编译

• 轻工业出版社 •

表面活性剂国际标准—1982

轻工业部日用化学工业科学研究所国际标准组编译

轻工业出版社

内 容 简 介

本书由轻工业部日用化学工业科学研究所将截止到1982年底收到的57份TC91的最新英文版本的表面活性剂正式国际标准翻译汇集而成的。主要内容包括一般试验方法；肥皂试验方法；表面活性剂试验方法；洗涤剂试验方法；消费者感兴趣的有关洗涤剂的性能；表面活性剂的词汇和分类。

主要面向科研、教学、生产、管理技术人员，也可供制定国内标准参考。

表面活性剂国际标准—1982

轻工业部日用化学工业科学研究所 国际标准组编译

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 1/16 印张，17³/₁₆ 插页，1 字数：393千字

1984年10月 第一版第一次印刷

印数：1—5,050

定价：3.85元

统一书号：16042·1864

表面活性剂国际标准—1982出版说明

积极采用国际标准或国外先进标准是国家当前的一项重要技术经济政策。在采用时，要密切结合我国国情，必须符合国家的有关法规和政策，做到技术先进、经济合理、安全可靠、切实可行。

ISO（国际标准化组织）是各国标准化机构（ISO的成员团体）的世界性联合组织。国际标准的开发工作是由ISO的各技术委员会作出的。对已授权技术委员会的课题感兴趣的每个成员团体有权在该委员会有代表。和ISO有联络的政府或非政府的国际组织也参与此工作。

由技术委员会采纳的国际标准草案，在ISO理事会批准定为国际标准前先分发各成员团体通过。

国际标准化组织表面活性剂技术委员会（ISO/TC 91），1981年底登记的P-成员有：西德、奥地利、比利时、中国、西班牙、法国、匈牙利、意大利、日本、荷兰、伊朗、波兰、葡萄牙、罗马尼亚、英国、瑞士、苏联、美国。O-成员有：南非、沙特阿拉伯、澳大利亚、保加利亚、加拿大、智利、哥伦比亚、南朝鲜、朝鲜民主主义人民共和国、丹麦、埃及、埃塞俄比亚、芬兰、加纳、希腊、印度、爱尔兰、以色列、肯尼亚、墨西哥、挪威、巴基斯坦、秘鲁、多米尼加、捷克斯洛伐克、土耳其、南斯拉夫、毛里求斯。

由国际标准化组织表面活性剂技术委员会（ISO/TC 91）制订的国际标准，大多为有关表面活性剂的基础标准。大致可分成如下六类：

1. 一般试验方法；
2. 肥皂试验方法；
3. 表面活性剂试验方法；
4. 洗涤剂试验方法；
5. 消费者感兴趣的有关洗涤剂的性能；
6. 表面活性剂的词汇和分类。

我们将截止到1982年底收到的57份TC91的最新英文版本的正式国际标准，全部译成中文，汇编出版。本汇编不包括现正处于不同起草阶段的国际标准草案（DIS）、草案建议书（DP）和技术报告（TR）等。

参加本汇编翻译工作的主要有：郑还珠、朱震和、马洁薇等同志，全文均由肖安民同志校对和审定。朱传家同志协助作了文字上的核对工作。限于水平，错误之处请读者指正。对本汇编的意见，不论是国际标准本身或翻译中的问题，请寄给技术归口单位轻工业部日用化学工业科学研究所国际标准组。

轻工业部日用化学工业科学研究所国际标准组

1982年9月1日

目 录

ISO 304	表面活性剂——用拉起液膜法测定表面张力·····	1
ISO 456	表面活性剂——肥皂的分析——游离苛性碱的测定·····	8
ISO 457	肥皂——氯化物含量的测定——滴定法·····	12
ISO 607	表面活性剂和洗涤剂——样品分样方法·····	14
ISO 672	肥皂——水分和挥发物含量的测定——烘箱法·····	19
ISO 673	肥皂——乙醇不溶物含量的测定·····	21
ISO 684	肥皂的分析——总游离碱的测定·····	23
ISO 685	肥皂的分析——总碱量和总脂肪物含量的测定·····	26
ISO 696	表面活性剂——泡沫力的测量——改进罗氏 (Ross-Miles) 法·····	30
ISO 697	表面活性剂——洗衣粉——表观密度的测定——给定体积称重法·····	35
ISO 893	表面活性剂——工业烷基磺酸钠——分析方法·····	39
ISO 894	表面活性剂——工业伯烷基硫酸钠——分析方法·····	45
ISO 895	表面活性剂——工业仲烷基硫酸钠——分析方法·····	54
ISO 1063	表面活性剂——在硬水中稳定性的测定·····	61
ISO 1064	表面活性剂——浆状物在灌装时表观密度的测定·····	65
ISO 1065	环氧乙烷制得的非离子表面活性剂——变浊温度 (浊点) 的测定·····	68
ISO 1066	肥皂的分析——甘油含量的测定——滴定法·····	73
ISO 1067	肥皂的分析——不皂化度、不皂化物和未皂化物的测定·····	77
ISO 1104	表面活性剂——工业烷基芳基磺酸钠 (不包括苯衍生物) ——分析 方法·····	80
ISO 2131	表面活性剂——简化分类法·····	90
ISO 2174	表面活性剂——已知钙硬度水的配制·····	94
ISO 2267	表面活性剂——某些洗涤效应的评价——未染污棉对照布的制备和 使用方法·····	98
ISO 2268	表面活性剂 (非离子)——聚乙二醇和非离子活性物 (加合物) 的测定——Wei- bull 法·····	106
ISO 2270	表面活性剂——环氧乙烷加合物——测定氧乙烯基团的碘量 法·····	112
ISO 2271	表面活性剂——洗涤剂——阴离子活性物的测定 (直接两相 滴定法)·····	117
ISO 2272	表面活性剂——肥皂的分析——低含量游离甘油的测定——分光 光度法·····	122
ISO 2868	表面活性剂——洗涤剂——对酸解稳定的阴离子活性物——痕量的 测定·····	125
ISO 2869	表面活性剂——洗涤剂——在碱性条件下可水解的阴离子活性物——可水解和 不可水解阴离子活性物的测定·····	128

ISO 2870	表面活性剂——洗涤剂——在酸性条件下可水解的阴离子活性物——可水解和不可水解的阴离子活性物的测定	131
ISO 2871	表面活性剂——洗涤剂——阳离子活性物的测定——直接两相滴定法	134
SIO 3206	表面活性剂——工业烷烃磺酸盐的分析——烷烃单磺酸盐含量的测定	137
ISO 4311	阴离子和非离子表面活性剂——临界胶束浓度的测定——用平板、U形环或圆环测量表面张力的方法	141
ISO 4312	表面活性剂——某些洗涤效应的评价——未染污棉对照布的分析 and 试验方法	145
ISO 4313	洗衣粉——总氧化磷(V)含量的测定——磷钼酸喹啉重量法	173
ISO 4314	表面活性剂——游离碱度或游离酸度的测定——滴定法	176
ISO 4315	表面活性剂——碱度的测定——滴定法	178
ISO 4316	表面活性剂——水溶液的pH值的测定——电位法	180
ISO 4317	表面活性剂——含水量的测定——卡尔费休 (Karl Fischer) 法	182
ISO 4318	表面活性剂和肥皂——含水量的测定——共沸蒸馏法	185
ISO 4319	表面活性剂——洗织物用洗涤剂——性能对比试验总则	188
ISO 4320	非离子表面活性剂——浊点指数的测定——容量法	200
ISO 4321	洗衣粉——活性氧含量的测定——滴定法	203
ISO 4322	非离子表面活性剂——硫酸盐灰分的测定——重量法	206
ISO 4323	肥皂——氯化物含量的测定——电位滴定法	208
ISO 4324	表面活性剂——粉体和颗粒——休止角的测量	213
ISO 4325	肥皂和洗涤剂——EDTA (螯合剂) 含量的测定——滴定法	216
ISO 4326	非离子表面活性剂——聚乙氧基衍生物——羟价的测定——酯酐法	218
ISO 4327	非离子表面活性剂——聚烷氧基衍生物——羟价的测定——邻苯二甲酸酐法	222
ISO 6121	表面活性剂——工业烷基磺酸盐——烷基单磺酸盐含量的测定 (直接两相滴定法)	231
ISO 6122	表面活性剂——工业烷烃磺酸盐——总烷烃磺酸盐含量的测定	235
ISO 6384	表面活性剂——工业乙氧基脂肪胺——分析方法	238
ISO 6835	表面活性剂——洗衣粉——总磷含量的测定——滴定法	247
ISO 6837	表面活性剂——在干洗溶剂中的水分散力	251
ISO 6839	阴离子表面活性剂——水中溶解度的测定	256
ISO 6840	阳离子表面活性剂的氢氯化物和氢溴化物——临界胶束浓度的测定——反离子活度测量法	259
ISO 6845	表面活性剂——工业烷烃磺酸盐——烷烃单磺酸盐平均相对分子量的测定	262
ISO 6889	表面活性剂——用拉起液膜法测定界面张力	266

表面活性剂——用拉起液膜法测定表面张力

Surface active agents—Determination of surface tension
by drawing up liquid films

第一版——1978-11-01

0 引言

表面张力通常是液体的基本性质，尤其是表面活性剂水溶液的基本性质。

然而，这个特性的测量不能对表面活性剂的去污、润湿、起泡、乳化力等作任何推测。的确，在表面活性剂的功能性质和它们溶液的表面张力之间不可能建立联系。

1 范围和应用领域

本国际标准规定拉起液膜法作为测定表面活性剂的水溶液或有机溶液，以及含有一种或多种表面活性剂混合物溶液表面张力的试验方法。

此外它也适用于测定纯液体或溶液的表面张力。

拉起液膜法有着明显的优点，它操作手续简单，且能购到高度自动化装置。

2 参考

ISO/R 862，表面活性剂——词汇。

ISO 2456，表面活性剂——作为试验溶剂用的水^①。

3 定义

3.1 自由表面能：见ISO/R 862。

3.2 表面张力：见ISO/R 862。

注：表面张力的SI单位是每米牛顿(N/m)，实际上用每米毫牛顿(mN/m)*。

4 原理

测量垂直作用于U形环或圆环的一种力，即环与放在一只测量杯中待测的液体表面相接

注：已经建立起许多测定表面张力的方法。例如，

- a) 用平板、U形环或圆环拉起液膜法；
- b) 测量液体在毛细管中上升的方法；
- c) 最大气泡(ball)压力法；
- d) 滴重法；
- e) 液滴或无柄液滴(sessile ball)法；
- f) 悬滴法；
- g) 基于测量流动特性的动态法；
- h) 研究产生于毛细管喷射口波的方法。

① 目前在起草阶段。

* 1mN/m = 1达因/厘米(dyn/cm)。

UDC 661.185:532.61.08

参考号 ISO 304—1978

关键词：表面活性剂，试验，物理试验，表面张力。

触, 为使环与此表面分离所必须的最大力; 或测量作用于—块平板的一种力, 即板的边缘与此表面接触, 为拉起已形成的膜所需的最大力。

5 仪器

5.1 表面张力计, 能装平板、U形环和圆环, 并应包括:

- a) 水平平台, 用微调螺丝可以垂直向下或向上移动;
- b) 测力计能连续测量力, 所用测量单元具有至少0.1mN/m的精密性;
- c) 仪表, 用于指示或记录测力计的测量值。

5.2 测量单元, 它包括下面所列a), b)和c)项中至少—项, 以及d)项。

a) 长方形的薄铂板, 0.1mm厚, 大约30mm长, 20mm宽。用砂纸垂直摩擦铂板待浸没的边, 使之粗糙。将板固定在一悬杆上, 最好焊接上, 也可用其它方式固定。悬杆处于平板的对称轴上(见图1)。

b) 直径不超过0.1mm的铂-铱丝的U形环, 水平臂的长度是20~40mm, 两根直立分支的长度是10mm。分支的端点是两个平衡用的小铂球(见图2)。

c) 直径为0.3mm的铂-铱丝圆环, 圆环的周长通常在40和60mm之间, 用一个铂丝U形环固定在悬杆上(见图3)。

d) 测量杯, 包括一个能盛足够液体量的小玻璃皿而不用表玻璃。盛待测液体的试验份。

在测定表面活性剂溶液表面张力的情况下, 可以用一只直径至少8cm的圆筒形皿。

对于纯液体的测定, 理想的测量杯是一只形状为长方形的平行六面体的小皿, 边长至少8cm, 这种形状有利于液体表面完全被擦净。

注: 通常在表面活性剂稀溶液的情况下, 倘表面活性剂的浓度接近于胶束形成的临界浓度(CMC)时, 表面只能被擦净。

6 程序

6.1 表面活性剂溶液的配制

6.1.1 测定用的溶液必须十分小心地配制, 用于配制它们的水应是重蒸馏水(见ISO 2456的5.2节), 其纯度要用测定它的表面张力的方法来检验。软木塞, 特别是橡皮塞决不能用于蒸馏装置中或者用来塞保存蒸馏水的容器。

6.1.2 溶液的温度应保持在0.5℃之内。

注: 在临界溶度点附近进行的测定, 例如Krafft温度、环氧乙烷缩合物的变浊温度等, 常由于误差大而失败。最好在高于特殊点的温度或在低于环氧乙烷缩合物的变浊温度时进行测量。

6.1.3 当溶液表面张力随时间变化时, 给出一个溶液的标准时效周期是困难的, 因为表面活性剂的性质和纯度, 它的浓度和它的吸附的倾向, 在这些变化中都起着特殊的作用, 所以需要在一段时间内进行几次测量。作出表面张力对时间的曲线并求出其水平部分的位置, 这将给出溶液达到它平衡状态的时效。自动化的仪器是非常适合于进行测量的, 它将记录出作为时间函数的数值。

6.1.4 溶液的表面对于大气灰尘或附近环境溶剂的蒸汽污染非常敏感。所以不要在 进行测定的房间里处理挥发性物品。全部仪器要用保护天平的钟罩保护起来。这种预防措施也可减少温度的变化。

6.1.5 建议用移液管从大量液体的中心吸取待测液体的试验份,因为表面可能易受不溶性粒子或灰尘的污染。

6.2 清洗仪器

6.2.1 清洗测量杯

倘存在如硅酮类污垢,它不能被硫酸铬酸混合液、磷酸或在硝酸中的过硫酸钾溶液除去,则用专门制品(例如甲苯、全氯乙烯或甲醇氢氧化钾)预洗测量杯。

倘不存在这些污垢,或已用这些制品清洗过,则再小心地用热的硫酸铬酸混合液洗涤测量杯,然后用浓的磷酸〔83~92% (m/m)〕洗涤。

最后用重蒸馏水冲洗至中性。

重蒸馏水是按ISO 2456的5.2节制备的新蒸馏的水。

测量之前,测量杯用待测液体冲洗几次。

6.2.2 清洗测量单元

如有需要,用6.2.1节中叙述的专门制品清洗铂板、U形环或圆环(5.2节)。倘不需要或已用这类制品清洗过,则用热的浓硫酸($\rho_{20} 1.839 \text{ g/ml}$)洗涤铂测量单元,然后用重蒸馏水冲洗至中性。

平板决不可用火焰干燥。

避免触摸测量单元以及用手指触摸测量杯的内表面。

6.3 校正仪器

6.3.1 原理

用调整方法校准仪器使仪表〔5.1 e)〕的指示和记录直接显示每米毫牛顿(mN/m)。

6.3.1.1 用平板作测量单元

在测定中,粗糙的铂板,当浸在液体中待测时,会被完全润湿;液体与由平板及包着它的润湿膜所组成的理论板之间发生切向接触。

在清洗之后以及浸入待测液体之前避免使平板完全干燥。

由于有平板连接到测量仪器上,适当地沥干是容易的。当板从液体中移出时,由于对称性方面不可避免的不足,它的底端离开液面,却往往留下一只角仍浸在液体中。如果拉出是非常慢地连续进行,则可获得所要求的沥干条件而不使平板带出任何液滴。

为了将仪器调至零点,必须将平板完全拉出,如上所述平板是沥干的。于是对润湿的校正已包括在校准中而不影响测定。

6.3.1.2 用U形环作为测量单元

为了避免由于浸入的丝和两个铂球的体积造成浮力的校正,首先调仪器至零点,用U形环浸入与测量液体密度相同的液体中,直至它的水平臂与液体表面呈水平。

6.3.1.3 用圆环作为测量单元

当用圆环时,不需要进行浮力校正。

6.3.2 校准程序

用两种方法进行校准。

a) 用已知重量的游码,放在平板、U形环或圆环上。操作是费时的,但是非常精密。仪器读出值为表面张力 γ ,每米毫牛顿,用下式计算:

$$\frac{m \times g}{b}$$

式中： m ——质量，游码的质量，(克)；

b ——平板、U形环或圆环的周长，(米)；

g ——重力加速度，(米/秒²)。

b) 用精确的已知表面张力的纯物质，这个方法较为快速。

调好张力计，倘有需要，用在6.3节中叙述的操作，直至观察到读数与校准液体的已知值相符。

注：对于要求不是非常精密的测定，装上测量单元（平板、U形环、圆环）的张力计可以用纯物质校准，因为它的表面张力已精确地知道。它的密度与待测液体的密度相同。在这些条件中，表面张力与所用测力计的力之间的关系可按线性关系来处理。

一些纯有机液体的表面张力值已给出，在附录A中。

6.4 测量程序

6.4.1 使仪器水平

放一水准仪在平台上，调节装在仪器底部的螺丝，直至平台呈水平。

6.4.2 用平板作为测量单元

当平板被润湿而仪器用润湿膜校准时，检查平板的短边使呈水平。

将盛有待测液的测量杯放在平台上，并把它放在平板的下面。升起平台直至突然浸入液体，然后慢慢地向下移动平台，保持测力计平衡，直至平板的底端在液体自由表面的高度(见图4)。这个操作消除了由于浮力带来的任何偏差。

当浸入液体的平板扰乱了表面层的排列时，等几分钟后再次测定测力计经受的力。在同样的条件下进行几次连续测量。

如果测量仪器是能够记录位移/力的曲线，那么通过缓慢降低平台，绘制这条曲线，最初平板浸入液体约15mm。用这种方法，得到的曲线有一个稍斜的线性部分，其斜度是由于浮力所致。这条曲线可以提供表面张力的微小变化。

6.4.3 用U形环作为测量单元

按6.3.1.2节校准仪器，调节U形环的臂使呈水平。将盛有待测液体的测量杯放在平台上，并放在U形环的下面。升高平台直至U形环的水平臂突然浸入液体。

继续升高平台，直至测力计再一次处于平衡。

慢慢降低平台，直至测力计慢慢地失去平衡。然后，调节施加于测力计的力，以及平台的位置，使处于液体自由表面上的U形环的水平臂与测力计恢复平衡。这操作的目的是保证U形环臂的完全润湿。

注：为了同时保持平台的平衡位置，商店里有能使U形环垂直移动的装置可以购买。

当U形环的铂与液体表面接触时，扰乱了表面层的排列，故在开始测定前需等几分钟。

用微调的螺丝降低平台，保持测力计的平衡，或直至U形环的水平臂和液体连接的“膜”破裂，或直至“膜”的较低的弯月面从U形环的水平臂离开，小心地注意施加在破裂瞬间的力。

6.4.4 用圆环作为测量单元

检查圆环的周边是否呈水平。用液体表面作镜子。观察几乎与液体表面接触的圆环的象。

注：倘液体的表面不能给出一个足够清晰的象，那么用一面镜子放在平台上，可借助水准仪使镜子呈水平。

随后进行如在6.4.3节中对U形环叙述的同样操作。

7 结果的表示

7.1 计算方法

7.1.1 用平板作为测量单元

表面张力， γ ，以每米毫牛顿表示，由下式给出：

$$\frac{F}{b}$$

式中： F ——力，当平板的底端与液体自由表面相平行时，施加于测力计的力，（毫牛顿）；
 b ——平板的周长，（米）。

7.1.2 用U形环作为测量单元

表面张力， γ ，以每米毫牛顿表示，由下式给出：

$$\frac{F'}{b'}$$

式中： F' ——力，施加于测力计的力，当U形环的臂与液体表面连接的“膜”破裂瞬间，或“膜”的较低的弯月面离开的瞬间的力，（毫牛顿）；

b' ——U形环水平臂的周长，（米）。

7.1.3 用圆环作为测量单元

表面张力， γ ，以每米毫牛顿表示，由下式给出：

$$\frac{f \times F''}{4\pi r}$$

式中： F'' ——力，施加于测力计的力，当连接圆环与液体表面的“膜”的破裂瞬间，或“膜”较低的弯月面离开的瞬间的力，（毫牛顿）；

r ——环的半径，（米）；

f ——校正因子，考虑到在“膜”破裂前的瞬间，或“膜”的弯月面底部分离开前的瞬间，作用在圆环上表面力的方向，因为圆环的内部和外部弯月面之间不是完全对称的（见图5）。

注： f 值取决于环的半径、铂丝的粗细、待测液体的密度，以及上述“膜”破裂瞬间或“膜”的较低的弯月面离开的瞬间自由表面升高的液体的体积。关于这个课题的参考书目列于附录B。

7.2 精密度

测定表面张力的精确性有很大变化，它取决于待测液体的性质和液体对铂的润湿力。

在能完全润湿铂的物理纯的液体的情况下，精密度是0.1mN/m。从本国际标准的意图来看，物理纯的液体是一种表面没有任何可能影响表面性质的杂质的液体。

8 试验报告

试验报告应包括下列内容：

a) 完全鉴定待测产品所必须的所有情况，以及它的取样方法。对表面活性剂的溶液来说：临界溶度温度，如Krafft温度，环氧乙烷缩合物的变浊温度等；

b) 所用方法的参考(本国际标准的参考)，包括所用测量单元：平板、U形环或圆环；测量杯的直径；

c) 所用水的性质，或者所用溶剂的性质和溶液的浓度；

d) 测定温度；

e) 测定时溶液的时效，即溶液配制与测定时的间隔时间；

f) 表面张力随时间的变化，直至达到平衡；

g) 结果和用来表示的方法；

h) 本国际标准未规定的或任选的任何操作细节，以及会影响结果的任何情况。

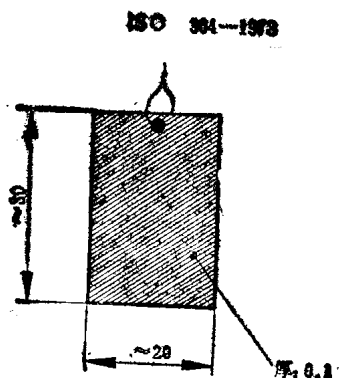


图 304-1 平板

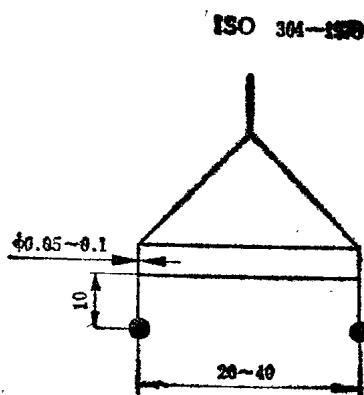


图 304-2 U形环

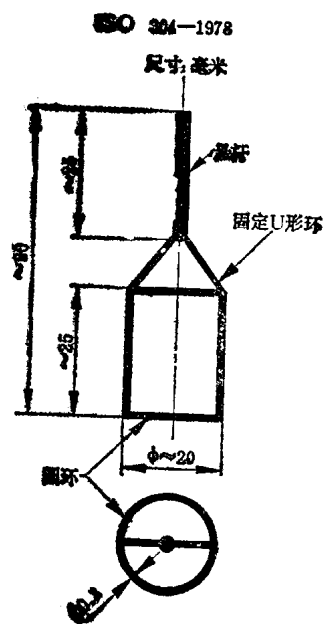


图 304-3 圆环

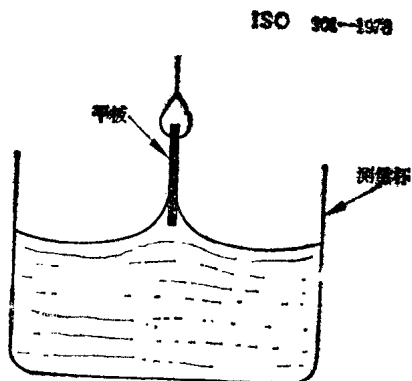


图 304-4 用平板测定

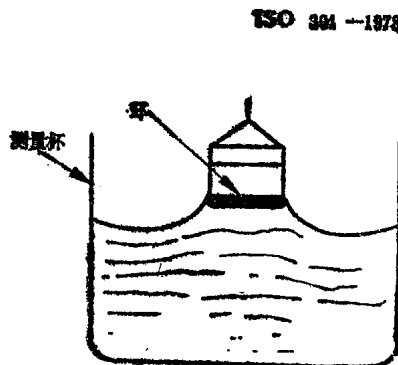


图 304-5 用圆环测定

附 录 A

纯有机液体对空气的表面张力值20℃

液 体	表面张力 (mN/m)	密度 20℃ (g/ml)	沸点 (℃)
甘 油	63.4	1.260	290
二碘甲烷	59.76	3.325	30
噻 啉	45.0	1.095	237
苯 甲 醛	40.04	1.050	179
溴 代 苯	36.5	1.499	155
乙酸酯酸乙酯	32.50	1.025	180
邻二甲苯	30.10	0.880	144
正 辛 醇	27.53	0.825	195
正 丁 醇	24.6	0.810	117
异 丙 醇	21.7	0.785	82.3

附 录 B

书 目 表

用圆环(见7.1.3节)时表面张力计计算公式中校正因子 f 可参考:

〔1〕Harkins, W.D., and Jordan, H.F., "A method for the determination of surface and interfacial tension from the maximum pull on a ring", J. Am. Chem. Soc. 52(1930), pp. 1751~1772.

〔2〕Fox, H.W., and Chrisman, C.H., Jr., "The ring method of measuring surface tension for liquids of high density and low surface tension", J. Phys. Chem. 56(1952), p. 284.

用平板仪器:

〔3〕Dognon, A., and Abribat, M., Compt. Rend. Acad. Sc. Paris 208 (1939), P. 1881.

〔4〕Schwuger, M.J., and Rostek H.M., Chemie-Ing. Techn. 43(1971), P. 1075.

(朱震和译 肖安民校)

表面活性剂——肥皂的分析——游离苛性碱的测定

Surface active agents—Analysis of soaps—Determination of free caustic alkali

第一版——1973-03-01

0 引言

还没有一种较完善的方法来测定肥皂中的游离苛性碱含量，因为肥皂一般含有少量未皂化的中性脂肪，在溶解肥皂样品时，中性脂肪就要或多或少地被所存在的游离苛性碱所皂化。

因此本国际标准中所介绍的两种方法均属常规性质。

一般游离苛性碱对钠皂而言是指氢氧化钠(NaOH)，对钾皂而言是指氢氧化钾(KOH)。

1 范围

本国际标准规定了两种测定商品皂中游离苛性碱含量的方法，不适用其它混合制品。

方法A，乙醇法

方法B，氯化钡法

2 应用领域

2.1 方法A（乙醇法）只适用于普通性质的钠皂，当存在某些添加剂时将引起一定误差。本方法由于碳酸钾在乙醇中的溶解度问题故不适用钾皂。

2.2 方法B（氯化钡法）可适用于所有的软钾皂或混合钠、钾皂。本方法用于普通性质的钠皂时往往不能全部测出其中游离碱的含量，因此认为是不适用的。

3 定义

软皂中的游离苛性碱：由氢氧化钾(KOH)所提供的氢氧离子(OH⁻)在所述操作条件下与氯化钡定量地从溶液中生成沉淀。

4 方法A（乙醇法）

4.1 原理

肥皂溶解于中性乙醇中，然后用盐酸乙醇溶液滴定游离苛性碱。

4.2 试剂

所用水应是蒸馏水或至少纯度与蒸馏水相当的水。

所用试剂应具有下列性质：

4.2.1 无水乙醇， $\rho_{20} = 0.792 \text{ g/ml}$ 。

4.2.2 0.1N氢氧化钾乙醇溶液。

4.2.3 0.1N标准盐酸乙醇溶液。

4.2.4 酚酞溶液，1g溶解于100ml 95% (V/V) 乙醇中。

4.3 仪器

普通实验室仪器，主要有：

4.3.1 装有回流冷凝器的容积约为500ml的烧瓶。

4.3.2 回流冷凝器。

4.3.3 分析天平。

4.4 程序

4.4.1 试验份

称取约5g肥皂，准至0.01g。

4.4.2 测定

在烧瓶中倾入200ml乙醇(4.2.1)连接好回流冷凝器，加热至微沸，并保持5分钟以驱除二氧化碳，移去冷凝器，使其冷却至70℃左右，加入4滴酚酞指示剂(4.2.4)，用氢氧化钾乙醇溶液(4.2.2)中和至指示剂刚变粉红色。

将试验份放入装有中性乙醇的烧瓶中，将烧瓶和回流冷凝器连接，缓缓煮沸至肥皂完全溶解，冷却至70℃左右，用盐酸乙醇溶液(4.2.3)滴定到乙醇中和时所出现的同样的粉红色为止。

4.5 结果表示

4.5.1 计算

肥皂中游离苛性碱(以NaOH表示)百分含量，为：

$$0.040 \times V \times T \times \frac{100}{m}$$

式中：m——试验份的质量，(克)；

V——耗用盐酸乙醇溶液(4.2.3)的体积，(毫升)；

T——所用盐酸乙醇溶液(4.2.3)的当量浓度。

游离苛性碱的含量还可用于每千克中的毫克当量数表示，由下式给出：

$$\frac{V \times T}{m} \times 1000$$

4.5.2 再现性

±0.02绝对值。

5 方法(B) (氯化钡法)

5.1 原理

肥皂和碳酸盐与氯化钡生成沉淀，然后测定溶液中的残留碱度，即代表游离残留氢氧化钾的碱度。

5.2 试剂

所用水应是蒸馏水，或至少纯度与它相当的水。

所用试剂应具有下列性质:

5.2.1 0.1*N*标准盐酸溶液。

5.2.2 60% (V/V) 乙醇溶液

将75ml除去二氧化碳的蒸馏水, 125ml除去二氧化碳的95%(V/V)乙醇(此乙醇需经氢氧化钾蒸馏处理而得)和1ml指示剂(5.2.4)混合, 用0.1*N*氢氧化钠或氢氧化钾溶液中和至紫色, 然后在回流条件下加热10分钟, 冷却至室温, 再用盐酸溶液(5.2.1)中和至紫色消失。

5.2.3 中性氯化钡溶液

将10g氯化钡二水物($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶解于90ml除去二氧化碳的蒸馏水中, 用0.1*N*氢氧化钠或氢氧化钾溶液在指示剂(5.2.4)存在下中和至出现紫色。

5.2.4 指示剂

将1g酚酞和0.5g麝香草酚蓝溶解于100ml热95%(V/V)乙醇溶液中, 过滤即得。

5.3 仪器

普通实验室仪器, 主要有以下:

5.3.1 500ml广口锥形烧瓶。

5.3.2 回流冷凝器。

5.3.3 分析天平。

5.4 程序

5.4.1 试验份

在烧瓶(5.3.1)中称取约4g软皂, 准至0.01g。

5.4.2 测定

加入200ml乙醇溶液(5.2.2), 在回流条件下煮沸10分钟, 在强烈搅拌下, 将15ml中性氯化钡溶液(5.2.3)慢慢加入到此沸腾溶液中去, 然后用流水冷却至室温。加入1ml指示剂(5.2.4)立刻用盐酸溶液(5.2.1)滴定至变绿色为止。

5.5 结果表示

5.5.1 计算

软皂中苛性碱百分含量以氢氧化钾(KOH)表示, 为:

$$0.056 \times V \times T \times \frac{100}{m}$$

式中: *m*——试验份的质量, (克);

V——耗用盐酸溶液(5.2.1)的体积, (毫升);

T——所用盐酸溶液(5.2.1)的当量浓度;

游离苛性碱含量也可用每千克中的毫克当量数表示, 由下式给出,

$$\frac{V \times T}{m} \times 1000^*$$

5.5.2 再现性

* 原文无“1000”——译注

± 0.05 绝对值。

6 试验报告

试验报告应包括如下各项：

- a) 所用方法的参考资料；
- b) 结果和所用表示方法；
- c) 在测定中任何异常特点；
- d) 本国际标准中未包括的任何操作，或任选的操作。

(罗舜钟译 肖安民校)