

中等职业学校规划教材

日化产品分析

- 胡 斌 主 编
- 刘志莹 靳东月 副主编
- 李祥新 主 审



化学工业出版社

中等职业学校规划教材

日化产品分析

RIHUA CHANPIN FENXI

● 胡 斌 主 编

● 刘志莹 靳东月 副主编

● 李祥新 主 审



化学工业出版社

· 北 京 ·

内 容 提 要

本教材参照国家标准,以六个日化产品分析项目作为引线,较完整地介绍了日化产品分析这门课程的知识点与技能。教材设有项目学习要求、项目引言、项目学习指导、项目任务、附表、作业及趣味阅读。特别是将每个项目内容分解成几个任务,这样让学生带着实验任务参与理论和实验学习,能发挥学生学习主动性。同时,教材中“看一看,想一想”用启发、设问、案例等方式使学生产生学习动机、兴趣,也遵循认知的渐进过程规律,最终为学好该课程和将来从事实际工作打下必要的和良好的基础。本书适用于中等职业学校精细化工及相关专业,也可作为相关技术人员自学和培训使用。

图书在版编目 (CIP) 数据

日化产品分析/胡斌主编. —北京:化学工业出版社,
2009.7

中等职业学校规划教材

ISBN 978-7-122-05573-6

I. 日… II. 胡… III. 日用化学品-化学分析-专业
学校-教材 IV. TQ072

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2009) 第 071513 号

责任编辑:旷英姿
责任校对:蒋 宇

装帧设计:史利平

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

印 装:北京市彩桥印刷有限责任公司

787mm×1092mm 1/16 印张9¼ 字数222千字 2009年8月北京第1版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:16.00 元

版权所有 违者必究

前 言

现在，我们的生活是璀璨多姿的，每天使用的日化产品也是丰富多彩必不可少的。因此日化产品质量关系到人们的身心健康。为了保证广大消费者的利益，减少社会危害，企业生产的日化产品一定要按照国家标准严格检验。

日化产品分析是一门实验性学科，该门课程的特点是实验多，技能操作多，学习这门课程适宜采取项目教学模式。这既符合该门课程的特点，又适用于培养实用性技术工人的需要。

我们在编写这本教材时注重技能的培养，采用项目教学模式的方式来编写。这样有利于学生掌握日化产品分析操作技能，培养出企业需要的技能型人才。

本教材参照国家标准，以六个日化产品分析项目作为引线，较完整地覆盖了日化产品分析这门课程的知识点与技能。教材设有项目学习要求、项目引言、项目学习指导、项目任务、附表、作业及趣味阅读。特别是将每个项目内容分解成几个任务，这样让学生带着实验任务参与理论和实验学习，能发挥学生学习主动性。同时，教材中“看一看，想一想”用启发、设问、案例等方式使学生产生学习动机、兴趣，也遵循认知的渐进过程规律，最终为学好该课程和将来从事实际工作打下必要的和良好的基础。教材中任务完成自查是学生实验完成后对该次实验结果的自查；附表可帮助学生提高获得信息的能力、对该次实验结果评判提供依据；教材中趣味阅读贴近日常生活，增加学生阅读教材的兴趣，增加教材的可读性。

本书是由广东省石油化学工业职业技术学校胡斌编写项目三中任务1至任务10、项目五；广州市信息工程职业学校刘志莹编写项目二、项目六；广东省石油化学工业职业技术学校靳东月编写绪论、项目一；广州市信息工程职业学校颜丽编写项目三中任务11至任务15、项目四。全书由胡斌统稿。本书可供中等职业学校精细化工及相关专业学生使用，也可作为相关技术人员自学和培训教材。

山东轻工工程学校李详新担任主审，他对本书提出许多宝贵意见，特此致谢。

由于编者水平有限，书中存在疏漏和不妥之处在所难免，恳请读者批评指正。

编者

2009年4月1日

目 录

绪论	1
一、日用化学工业及日用化学工业产品	1
二、日化产品分析的发展状况	1
三、日化产品分析的意义和任务	2
四、日化产品分析工作的基本程序	2
五、日化产品分析的学习方法	3
习题	3
项目一 油脂分析——油脂的理化指标检验	4
任务1 油脂试样的采集与制备	4
任务2 熔点和凝固点的测定	8
任务3 相对密度的测定	10
任务4 色泽的测定	12
任务5 水分和挥发分的测定	15
任务6 皂化值的测定	16
任务7 油脂酸值的测定	19
任务8 油脂碘值的测定	21
任务9 不皂化物含量的测定	23
任务10 总脂肪物含量的测定	25
附表1 油脂质量标准	27
习题	29
趣味阅读 油脂食物中的外来词	30
项目二 表面活性剂分析	31
任务1 pH值的测定	31
任务2 酸碱度的测定	32
任务3 在硬水中稳定性的测定	34
任务4 浊点的测定	36
任务5 发泡力的测定	39
任务6 表面活性剂的定性分析	41
任务7 阴离子表面活性剂的定量分析	43
任务8 阳离子表面活性剂的定量分析	45
任务9 非离子表面活性剂的定量分析	47
任务10 两性表面活性剂的定量分析	49
附表2 部分表面活性剂质量标准	51

习题	51
趣味阅读 含氟表面活性剂	52
项目三 化妆品的分析	53
任务 1 雪花膏感官指标检验	54
任务 2 润肤乳液 pH 的测定	56
任务 3 护发素黏度的测定	60
任务 4 润肤乳液相对密度的测定	62
任务 5 洗面奶的稳定性试验	64
任务 6 沐浴露活性物含量的测定	65
任务 7 洗发香波有效物含量的测定	67
任务 8 洗面奶中有害元素汞含量的测定	69
任务 9 洗发香波中有害元素砷含量的测定	71
任务 10 染发剂中有害元素铅含量的测定	74
任务 11 化妆品微生物检验供检样品的制备	75
任务 12 儿童护肤霜中菌落总数的测定	76
任务 13 润肤乳液中粪大肠菌群的测定	79
任务 14 润肤乳液中铜绿假单胞菌的测定	82
任务 15 洗发香波中金黄色葡萄球菌的测定	85
附表 3 常见化妆品质量标准	87
习题	89
趣味阅读 一、中国民族化妆品品牌	90
二、纳米技术与化妆品	91
项目四 肥皂的分析——肥皂的理化指标检验	92
任务 1 肥皂溶解度的测定	93
任务 2 肥皂中水分和挥发物含量的测定	95
任务 3 肥皂中游离苛性碱含量的测定	97
任务 4 肥皂中总游离碱含量的测定	99
任务 5 肥皂中总碱量和总脂肪物含量的测定	101
任务 6 肥皂中乙醇不溶物含量的测定	104
任务 7 肥皂中氯化物含量的测定	106
任务 8 肥皂中不皂化物和未皂化物含量的测定	108
任务 9 肥皂中磷酸盐的含量的测定	111
附表 4 肥皂质量标准	113
习题	113
趣味阅读 肥皂种类	115
项目五 合成洗涤剂的分析	116
任务 1 洗衣粉颗粒度的测定	117

任务 2	洗衣粉中水分及挥发物含量的测定	118
任务 3	洗洁精发泡力的测定	119
任务 4	洗衣粉去污力的测定	120
任务 5	洗衣液中总活性物含量的测定	122
任务 6	洗涤剂中总五氧化二磷含量的测定	124
任务 7	含磷洗衣粉中各种磷酸盐的分离测定	126
任务 8	加酶洗涤剂中碱性蛋白酶活力的测定	129
附表 5	合成洗涤剂质量标准	131
习题		131
趣味阅读	合成洗涤剂的发展状况	132
项目六	牙膏的分析	134
任务 1	牙膏的感官指标检验	134
任务 2	牙膏的理化指标检验	136
附表 6	牙膏质量标准 (GB)	138
习题		138
趣味阅读	一、牙膏在旅行中的奇效	139
	二、生产牙膏的主要原料	139
参考文献		140

绪 论



学习指导

本章在介绍日用化工及日用化学品的基础上,主要阐述了日化产品分析的意义、任务、日化产品分析工作的基本程序,简要介绍了日化产品分析的发展状况及学习方法。通过对本章的学习应达到如下要求:

1. 知道日用化学工业及日用化学工业产品的概念;
2. 知道日化产品分析的意义和任务;
3. 学会日化产品分析工作的基本程序;
4. 知道日化产品分析的发展状况;
5. 知道学习方法。



看一看,想一想

你能说出与人们的日常生活有密切关系的日化产品吗?

一、日用化学工业及日用化学工业产品

1. 日用化学工业

日用化学工业(简称日用化工),是指生产人们在日常生活中的所需要的化学产品的工业。

2. 日用化学工业产品

日用化学工业产品也称日用化学品。列入中国化学工业年鉴、单独统计产量(产值)的日用化学品主要有合成洗涤剂、肥皂、香精、香料、化妆品、牙膏、油墨、火柴、干电池、烷基苯、五钠、三胶(骨胶、明胶、皮胶)、甘油、硬脂酸、感光材料(感光胶片、感光纸)等。

3. 日用化学品生产特点

- ① 原材料和辅料要求严格;
- ② 生产设备要求经济、高效、安全、合理;
- ③ 生产工艺过程和操作条件控制要求严格;
- ④ 包装和装潢要求精美;
- ⑤ 厂房、车间的配置要求合理。

二、日化产品分析的发展状况

日用化学工业与人们的生活密切相关,其发展的动力是经济发展及人民生活水平的提高。随着社会的发展和人民生活水平的提高,日用化学工业中比重也逐渐上升。在发展中国家,日用化学品的消耗量与国民生产总值有一定的相关关系;在发达国家,日用化学品的消耗量与国民生产总值的关系不明显,日用化学品在其经济中所占的比重不高,他们注重的是使用性能,产品的生产过程与使用后对环境生态的影响、对人体健康的影响,即环境与性能是决定因素。如何关注日化产品的生产过程的安全与使用后的健康保障,这就需要日化产品分析。

日化产品分析涉及的分析领域较广,包括有机分析、无机分析、生化分析和物性分析

等。目前,中国企业主要采用经典的化学分析方法(如容量法、质量法、比色法),仪器较常规简单。近代和现代发展起来的原子发射光谱法(AES)、原子吸收光谱法(AAS)、原子荧光光谱法(AFS)、紫外-可见分光光度法(UV-Vis)、红外吸收光谱法(IR)、分子荧光光度法(MFS)、分子磷光光谱法(MPS)、化学发光法(Chemiluminescence analysis)、拉曼光谱法(Raman)、X射线荧光光谱法(XFS)、核磁共振(NMR)和顺磁共振波谱法(EPR)、电子能谱法(ESCA)等光谱分析法;电导(EC)、极谱(Polaraphy)等电化学分析法;气相色谱法(GC)、高相液相色谱法(HPLC)、毛细管电泳色谱法(CEC)、膜技术(Membrane)、微波技术(MAC)、超临界技术(SFC)在色谱法中应用等色谱分析法;质谱法(MS)、热分析法(TA)、电子探针(EP)和电镜分析(EMA)、新联用技术等其他分析法正得到重视、应用或普及。仪器分析具有更准确、更灵活、专一、快速、简便、智能化、信息化等特点,但仪器设备昂贵。因此,目前化学分析方法大量采用,特别是化学品的分析仍以化学分析法为主,仪器分析主要用于研究(如结构分析、产品剖析等)以及解决化学分析方法所不能处理的问题。



看一看,想一想

日化产品分析有什么作用呢?

三、日化产品分析的意义和任务

1. 任务

日化产品分析是工业分析的一个分支,它的主要对象是日化工业中所用的各种原材料、半成品及成品。其任务是利用化学分析、仪器分析、物理性能测试等检测手段,来测定日化产品的化学成分、含量、物理性能,以便确定其是否符合质量指标。

2. 意义

日化产品分析是日化工业的一个重要组成部分。其意义有:日化产品分析是产品质量的保证;是控制生产工艺过程的关键步骤;是提供制定合理操作条件的依据;是保证高产、低耗、优质、安全操作的必要条件。



看一看,想一想

如何进行日化产品分析呢?请复习分析化学分析步骤,再回答。

四、日化产品分析工作的基本程序

1. 试样的采集

所采集的样品必须具有代表性,代表物料的平均组成。所采集代表性的样品是保证分析结果准确度的前提,否则分析结果将失去意义,甚至导致错误的结论。同时所采集的样品体现随机抽样原则性及数量的保障性,还要体现成品样的原始性。

2. 方法的选择

对日化产品、原材料分析方法的选择,一般可采用企业标准(QB)、行业标准(HG、HG/T)、国家标准(GB)、国际标准(ISO)、其他国家标准如日本工业标准(JIS)、美国标准(ANSI)、英国标准(BSI)、法国标准(AFNOR)、德国标准(DIN)等。分析中先进

行定性分析、再对样品进行最优分离、最后拟定合理分析方案包括样品制备、干扰消除、测定方法等。

3. 样品的测定

依据选择的方法，按照操作规程进行分析测定。

4. 评价分析结果

按照选择的方法标准对日化产品、原材料的质量进行评价，严格按照制度办事，坚持原则，发现问题及时解决问题，充分发挥分析工作的职能和作用。

五、日化产品分析的学习方法

良好的学习方法是迈向成功的第一步，如何掌握良好的学习方法是学生们普遍关心的问题。根据本课程的特点，要做到“一看二动三提高”。“一看”就是首先了解项目内容、明确学习目标；“二动”就是在明确任务的前提下，以项目技能为主线，大胆实践，在实践中联系相关理论知识，感悟理论知识与应用的奥秘；“三提高”就是通过任务的完成，培养动手、分析问题、解决问题的能力。继而展示职业特色，提升创新思维、创新能力，培养综合素质，增强就业竞争能力。真正体现“乐学、好学、真才实学”。



习题

一、判断题

- () 1. 标准要求越严格，标准的技术水平越高。
() 2. 国家标准是国内最先进的标准。

二、选择题

- GB/T 6583—1992 中 6583 是指 ()。
A. 顺序号 B. 制订年号 C. 发布年号 D. 有效期
- 我国标准物分级可分为 () 级。
A. 一 B. 二 C. 三 D. 四
- 下列标准属于推荐性标准的代号是 ()。
A. GB/T B. QB/T C. GB D. HY
- 化工行业的标准代号是 ()。
A. MY B. HG C. YY D. DB/T
- 一切从事科研、生产、经营的单位和个人 () 执行国家标准中的强制性标准。
A. 必须 B. 一定 C. 选择性 D. 不必
- 中国标准与国际标准的一致性程度分为 ()。
A. 等同、修改和非等效 B. 修改和非等效 C. 等同和修改 D. 等同和非等效
- 下列哪些产品必须符合国家标准、行业标准，否则，即推定该产品有缺陷 ()。
A. 可能危及人体健康和人身、财产安全的工业产品
B. 对国计民生有重要影响的工业产品
C. 用于出口的产品
D. 国有大中型企业生产的产品

三、简答题

- 什么是日化产品？
- 日化产品分析工作的基本程序是什么？

项目一 油脂分析——油脂的理化指标检验



项目要求

1. 学会油脂试样的采集、制备;
2. 学会油脂试样的理化指标检验的方法;
3. 知道油脂的质量标准。



项目引言

一、油脂的定义与作用

1. 油脂的定义

油脂是不溶于水的疏水性物质,来源于植物、动物,主要成分是甘油三脂肪酸脂。习惯上称常温下为液态的油脂为软性油脂或油,而常温下为固态的油脂为固体油脂或脂。

2. 油脂的作用

油脂是肥皂、化妆品的原料,所以,油脂直接决定肥皂、化妆品的质量。油脂的质量与其来源、种类、加工条件及贮存方法等因素有关。

二、油脂的分类

油脂的种类繁多,来源各异,如动物油脂、海产动物油脂、植物油脂、乳脂等,制肥皂工业最重要的油脂原料有牛脂、猪油、椰子油、羊脂、木油、氢化油、棕榈油、棉籽油、花生油等。



项目学习指导

油脂的采集、制备是否具有代表性对分析非常重要。通常根据油脂的用途及评价需要选择分析项目。

下面我们将学习油脂的十项重要任务,通过油脂的正确采集、制备以及理化性能指标检验让同学们学会油脂的分析方法。

任务1 油脂试样的采集与制备

一、样品的采集

1. 样品处理的原则

根据所需采集的原始样品和样品基体的性质、所要获得的信息(分析测试的目的)、允许的分析时间和分析仪器对所分析的样品的要求等,决定样品的采集和制备方法以及程序。采样时应主要注意以下几个问题:

- ① 样品中可能存在的物质组成、它们的浓度水平;
- ② 样品中的主要组分;
- ③ 采集样品的地点和现场条件;

- ④ 应该采用非破坏性采样方法还是破坏性采样方法；
- ⑤ 采样完成后采用的测定方法；
- ⑥ 采集样品的最佳时机；
- ⑦ 采样位置和采样装置；
- ⑧ 采样过程所能保证的有效时间；
- ⑨ 采集样品的间隔时间。

总之，样品采集和处理必须遵循样品的代表性原则；采样方法必须与分析目的一致，并采集到所需样品；分析样品制备过程中尽可能防止和避免欲测定组分发生化学变化或者损失；样品处理过程中，如果欲将测定组分进行化学反应时，必须是已知和定量完成的；在分析样品制备过程中，要防止和避免对测定组分的玷污，尽可能减少无关化合物引入制备过程；样品的处理过程应当尽可能简单易行，所用样品处理装置尺寸应当与处理的样品量相适应。

2. 样品采集的分类

分析的样品按形态分为气体样品（包括蒸气）、液体样品（包括乳液）和固体样品（包括气体悬浮物、液体悬浮物）。

3. 样品的采集方法

样品的采集方法有：直接采集、富集采集、化学反应采集。下面重点介绍固体、液体油脂样品的采集。

二、液体油脂试样的采集与制备

1. 液体油脂试样的采集程序

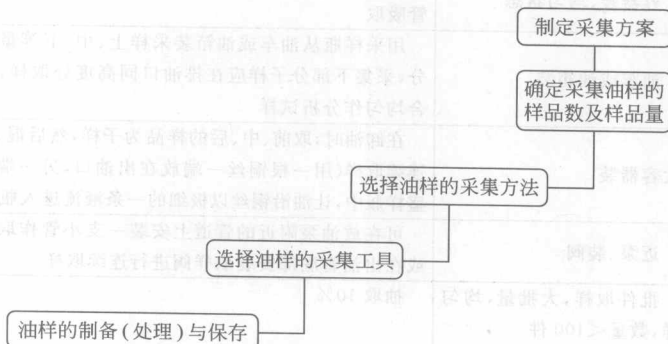
(1) 液体油脂试样的特点

液体油脂试样种类多，具有流动性、化学组成分布均匀、物理特性有差异等。

(2) 液体油脂试样的类型

液体油脂试样的类型有部位样品、表面样品、底部样品、上（中、下）部样品、全液位样品、平均样品、混合样品、批混合样品。

(3) 采集程序



看一看，想一想

- ① 你见过液体油样采集的工具吗？
- ② 你觉得应该如何操作？

(4) 液体油样采集液体、油样采集工具有取样器、勺、玻璃管、采样瓶、盛样瓶、输油管等。下面重点介绍以容器装产品使用取样器的采样。

2. 仪器(工具)及样品

仪器(工具)取样器(见图 1-1)。取样器是用直径 30mm 的双层套管制成,长约 1m,内外两管各开有相对隙缝,管底有相对的圆孔。

样品 液体油样

3. 采集步骤

- ① 确定采集液体油样数量及采样部位;
- ② 振荡容器至少 0.5min,尽量使杂质和油脂混匀;
- ③ 将取样器慢慢插入容器内,直到底部;
- ④ 转动内管,使内外两管的隙缝重合,让油样流入管内;
- ⑤ 转动内管,关闭隙缝,然后取出;
- ⑥ 转动内管放出油样,盖上瓶塞;
- ⑦ 贴上标签,注明油样名称、来源、采样人、采样日期等,即得一个子样。

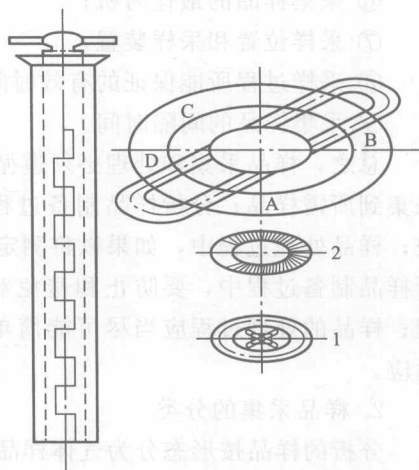


图 1-1 液体取样器

1—放空;2—关闭;A—装填;
B—关闭;C—装填;D—关闭



小提示

- ① 取样器适用于容器装、不均匀状态油样采样。
- ② 其他工具采集见表 1-1。

表 1-1 液体油样的采集

采集工具	特 点	操 作	采 集 量
勺	均匀状态,不均匀状态 具体情况具体分析	从开口的容器采集	采集所需数量
玻璃管($\phi < 20\text{mm}$)	容器装、均匀状态	先振荡容器 0.5min,使杂质和油脂混匀,再用玻璃管吸取	采集所需数量
采样瓶	油车或油箱装	用采样瓶从油车或油箱装采样上、中、下等量三部分,采集下部分子样应在排油口同高度处取样,再混合均匀作分析试样	采集所需数量
盛样瓶	大容器装	在卸油时,取前、中、后的样品为子样,然后混合;或连续取样(用一根铜丝一端放在出油口,另一端放入盛样瓶中,让油沿铜丝以极细的一条液流进入瓶内)	采集所需数量
输油管	近泵、装阀	可在放油泵附近的管道上安装一支小管作取样管或在出油管底部安装取样阀进行连续取样	采集所需数量
其他	批件取样,大批量,均匀样,数量 < 100 件	抽取 10%	5~10 件
	101~500 件	增加部分抽取 6%	29~34 件
	501~1000 件	增加部分抽取 4%	49~54 件
	1001~5000 件	增加部分抽取 2%	129~134 件
	5000 件以上	增加部分抽取 1%	不少于 135 件
	大批量,不均匀样品质量差、或包装不良	单独抽取采样	宜多

4. 液体油脂试样的制备

将采集的原始样品,按子样比例混合后,取出两份,分别装入具塞的广口瓶中,一份供检验,一份留作查考,贴上标签,置于低温暗处备用。必要时制三份,一份供分析,一份备查,一份封送给买方。



小提示

- ① 子样混合比例,若在卧式油槽或车上采集的上、中、下三份子样按1:8:1混合。
- ② 若从立式的平底油罐中采的上、中、下三份子样按1:3:1混合。



看一看,想一想

固体油样是如何采集的?你想知道吗?请继续学习以下内容吧。

三、固体和颗粒状油脂样的采集与制备

1. 固体和颗粒状油脂试样的采集程序

(1) 固体和颗粒状油脂试样的特点

化学组成和颗粒度较为均匀、杂质少、硬度等物理性质有差异等。

(2) 固体和颗粒状油脂试样采集程序

采集程序同液体油脂试样。

(3) 固体和颗粒状油样采集

采集工具有插样匙、手摇钻或电钻。下面重点介绍使用插样匙的采样。

2. 仪器(工具)及样品

(1) 仪器(工具)

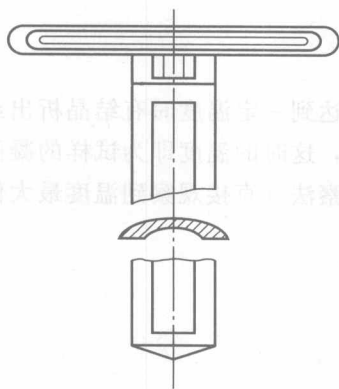


图 1-2 插样匙

插样匙(见图1-2),插样匙以半圆形铜管或不锈钢管制成,长15~100cm,小型的可用竹制。

(2) 样品

固体和颗粒状油样

3. 采集步骤

- ① 确定采集液体油样数量及采样部位;
- ② 将插样匙插进油脂深处;
- ③ 旋转180°,使油脂紧实地装入插样匙,抽出;
- ④ 刮下全部样品或刮下能代表全管的部分样品,盖上瓶塞;
- ⑤ 贴上标签,即得一个子样。

4. 固体和颗粒状油脂试样的制备

固体油脂样品各子样混合后,可用四分法缩分,也可将各子样混合熔化,搅匀,凝固后再分取。制备份数同上。

四、任务完成自查

通过该次实验对油脂的采集和制备操作和方法,你学会了吗?



小提示

- ① 插样匙适用于固体和颗粒状油脂样采集。
- ② 对坚实的固体油脂如硬化油等，可用手摇钻或电钻取样。
- ③ 对于品质可疑的油脂，应打开容器将有积水、污物的部分排除后再取样。

任务2 熔点和凝固点的测定

一、熔点和凝固点定义及意义

1. 熔点和凝固点定义

在一定的压力下，固体在加热过程中固态与液态处于平衡状态时的温度，就是物质的熔点。物质的凝固点是指液体在冷却过程中由液态转变为固态时的相变温度。熔点和凝固点是油脂的重要物理常数之一，纯净的油脂和脂肪酸有固定的熔点和凝固点，但天然的油脂纯度不高，没有明显的熔点和凝固点。纯净的油脂和脂肪酸的熔点和凝固点应相同，但通常熔点比凝固点略低 $1\sim 2^{\circ}\text{C}$ 。

2. 测定意义

在制皂工业中，常用凝固点作为检验指标，它是指油脂所含混合脂肪酸的凝固点，凝固点对肥皂的质量影响很大。测定凝固点主要用来了解油脂或脂肪酸的质量情况，确定产品等级，其数据可作为制定产品质量技术指标、制定生产工艺指标、指导配料比（配方）的依据。凝固点太高的油脂所生产的肥皂硬度大，肥皂易龟裂，泡沫少，去污力差。凝固点太低，影响肥皂的硬度，肥皂不耐用，造成浪费。油脂饱和度越高，凝固点越高，反之越低。饱和度相同时，相对分子质量越大，凝固点越高。制皂工业，一般选择凝固点在 $38\sim 42^{\circ}\text{C}$ 范围之间为宜。

二、测定方法

1. 原理

将液态物质在常压下降温，开始时液体温度逐渐下降，当达到一定温度时有结晶析出或凝固，此时试样温度保持一段时间或温度回升并保持一段时间，这时的温度即为试样的凝固点，然后温度继续下降。凝固点的确定方法有冷却曲线法和观察法（直接观察到温度最大值所保持的恒定阶段为试样的凝固点）。下面介绍观察法。

2. 仪器及试剂

(1) 仪器

烧杯，电炉，温度计，量筒，烘箱。

(2) 试剂

油脂样品，氢氧化钾甘油溶液，20%硫酸。



看一看，想一想

凝固点的测定装置应该如何安装？请识别凝固点的测定装置图 1-3，再想一想，试一试吧。

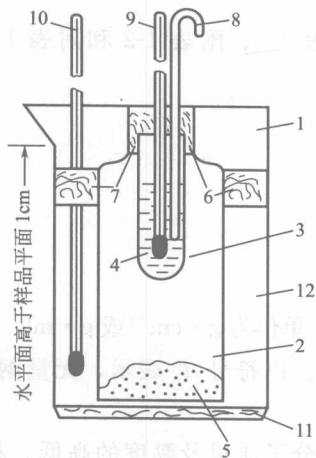


图 1-3 脂肪酸凝固点的测定

仪器装置图

- 1—烧杯；2—广口瓶；3—试管；
4—试样；5—重物；9,10—温度计；
8—搅拌棒；6,7,11—软木塞；
12—水浴

3. 测定步骤

(1) 脂肪酸的分离

利用油脂和氢氧化钾皂化，形成脂肪酸钾即肥皂，再将肥皂与酸起水解反应得脂肪酸。

在烧杯中加入约 100g 氢氧化钾甘油溶液。加热至 150℃，在不断搅拌下，加入 30~50g 已熔化的油脂样品。继续搅拌加热至 140~150℃，使油脂充分皂化至呈均匀状态为止。静置至冷，然后加入 200~300mL 热水，使肥皂溶解。加入 20% 硫酸酸化，继续加热至脂肪酸层透明为止，用虹吸法除去下层的酸水，再加入约 200mL 热水充分搅拌，静置分层。吸去下层洗涤水，如此反复洗 2~3 次。然后将分离的脂肪酸于 105℃ 烘箱中烘干（或电热板上加热干燥）备用。

(2) 凝固点的测定

将已干燥的脂肪酸装入试管中至刻度，插上温度计和搅拌棒，置试管于有软木塞的广口瓶中，调节水温，每分钟上下 40mm 等速搅拌 80~100 次，每隔 15s 读一次数。当温度计的水银柱停留在一点上约 30s 时，立即停止搅拌，仔细观察温度计的水银柱的骤然上升现象。上升的最高点即为该样品脂肪酸

的凝固点。平行测定两次。

(3) 结果记录

室温：

℃

油脂凝固点的测定

测定项目	1	2
每隔 15s 读一次数/℃		
第一次读数/℃		
第二次读数/℃		
第三次读数/℃		
凝固点/℃		
凝固点平均值/℃		
平行测定结果的极差/℃		



小提示

① 温度计插入脂肪酸之前，用滤纸包着水银球，以手温热，避免玻璃表面温度较低而结一层薄膜，影响观察读数。温度计的水银球应插入脂肪酸中部，其可视温度的读数至少在凝固点之上 10℃。搅拌棒可套在温度计上。

② 水浴温度（水平面应高于样品平面 1cm）应控制适宜。若脂肪酸的凝固点不低于 35℃，水温应保持 20℃；若凝固点在 35℃ 以下，水温应调节到凝固点下 15~20℃。

③ 平行测定允差为 0.3℃。

常见油脂的凝固点标准见本项目后附表 1——油脂质量标准。

三、任务完成自查

通过该次实验测得油脂的凝固点符合本项目后附表中的附表 1-1、附表 1-2 和附表 1-3 质量标准吗?

任务 3 相对密度的测定

一、相对密度的意义

1. 密度与相对密度

密度是指在一定温度下,单位体积物质的质量。通常以 ρ_t 表示,单位为 $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ 或 $\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。相对密度是指一定温度下,物质的质量与等体积纯水质量的比值。以符号 $d_{t_2}^{t_1}$ 表示,无量纲。

2. 测定相对密度的意义

相对密度也是油脂的物理常数,相对密度能反映油脂的相对分子质量及黏度的高低。相对密度大,则相对分子质量大,黏度也高。相对密度与其脂肪酸的组成和结构有关。油脂分子中低分子脂肪酸、不饱和脂肪酸和羧基含量越大,其相对密度越大。相对密度可作为肥皂工业选择油脂质量的指标之一,也可通过相对密度来计算反应器的投料量和罐中贮存的油脂量。通常液体油脂在 20°C ,固体油脂在 50°C 测定相对密度,相对密度在 $0.887 \sim 0.975$ 之间为宜。

3. 方法分类

相对密度的测定有密度瓶法、韦氏天平法、密度计法等。其中密度瓶法、韦氏天平法是较精密的方法,密度计法是简便的方法。下面重点介绍国标推荐的密度瓶法。

二、测定方法

1. 原理

密度和相对密度的关系:

$$d_{t_2}^{t_1} = \frac{t_1 \text{ 温度下物质的密度}}{t_2 \text{ 温度下水的密度}}$$

密度和相对密度都随温度改变而改变,使用时应标明温度。因为水在 4°C 时的密度为 1.000 g/cm^3 ,所以物质在某温度下的密度 ρ_t 和物质在同一温度下对 4°C 水的相对密度 d_4^t 在数值上相等,两者在数值上通用。故在工业上为了方便起见,常用 d_4^{20} ,即物质在 20°C 时的质量与同体积 4°C 水的质量比来表示物质的相对密度,其数值与物质在 20°C 时的密度 ρ_{20} 相等。

通常文献中所记录的相对密度多为 d_4^{20} 或 d_4^{25} 。不同温度下测定的相对密度与 d_4^{20} 或 d_4^{25} 的关系如下:

$$d_4^{20} = d_{20}^{20} \rho_{20}$$

$$d_4^{25} = d_{25}^{25} \rho_{25}$$

ρ_{20} 、 ρ_{25} 为 20°C 和 25°C 水的密度可从手册中查得。不同温度下水的密度见表 1-2。

同理,若将 $d_{t_2}^{t_1}$ 换算为 $d_4^{t_1}$,可按下式进行:

$$d_4^{t_1} = d_{t_2}^{t_1} \rho_{t_2}$$

液体油脂的测定结果按下式计算,再换算成 d_4^{20} 。

$$d_{20}^{20} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0}$$