

GB/T13173-2021《表面活性剂 洗涤剂试验方法》国家标准

第 1 号修改单

（征求意见稿）

修改第 21 章“洗涤剂中干钠皂含量的测定”的部分条款。

1. 21.1 原理修改

原文：“将试样水溶液用硫酸使其中的脂肪酸钠分解成脂肪酸，用石油醚萃取，蒸出萃取液中的石油醚后，将残余物溶于乙醇中，用氢氧化钾乙醇标准滴定溶液中和脂肪酸。蒸出乙醇，称量生成的脂肪酸钾，再换算成脂肪酸钠（以干钠皂计）含量。”

修改为：“将试样水溶液用硫酸使其中的脂肪酸钠分解成脂肪酸，用石油醚萃取，蒸出萃取液中的石油醚后，恒重，计算总脂肪物。将总脂肪物溶于乙醇中，用氢氧化钠标准滴定溶液中和脂肪酸，计算所形成的脂肪酸钠（以干钠皂计）含量。”

2. 21.2.6 修改

原文：“21.2.6 氢氧化钾， $c(\text{KOH})=0.2\text{ mol/L}$ 氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液，按 QB/T2739—2005 中 4.2 配制和标定。”

修改为“21.2.6 氢氧化钠： $c(\text{NaOH})=0.5\text{ mol/L}$ 标准滴定溶液，按 QB/T 2739 配制和标定。”

3. 21.4 c)、21.4d) 合并修改

原文：c)（第二段起）“在水浴锅（21.3.4）上使用索氏提取器（21.3.6）回收石油醚。将底瓶中残余物溶解在 10 mL 乙醇（21.2.3）中，加酚酞指示液（21.2.8）2 滴，用氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液（21.2.6）滴定至稳定的淡粉红色为终点，记下所耗用滴定溶液的体积为 V 。”

d) 在水浴上蒸出乙醇，当乙醇快蒸干时，转动烧瓶使家皂在瓶壁上形成一薄层。转动烧瓶，加入丙酮（21.2.1）约 5 mL，在水浴上缓缓转动蒸出丙酮，再重复操作数次，直至烧瓶口处无明显湿痕出现为止。然后至 $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$ 烘箱（21.3.5）中干燥至恒重。第一次加热 4 h，以后每次 1 h，于干燥器中冷却后称

量，直至连续两次称量差不大于 0.003 g。”

修改为：c)（第二段起）“在水浴锅（21.3.4）上使用索氏提取器（21.3.6）回收石油醚。将烧瓶中残余物加入丙酮（21.2.1）约 5 mL，在水浴上缓缓转动蒸出丙酮，再重复操作数次，直至烧瓶口处无明显湿痕出现为止。将残余物置（103 ± 2）℃烘箱（21.3.5）中干燥至恒重，第一次加热 4 h，以后每次 1 h，于干燥器内冷却后称量，直至连续两次称量差不大于 0.003 g。恒重后烧瓶中加 10 mL 乙醇（21.2.3）溶解，加酚酞指示液（21.2.8）2 滴，用氢氧化钠标准滴定溶液（21.2.6）滴定至稳定的淡粉红色为终点，记下所耗用滴定溶液的体积 V 。”

4. 修改 21.5 中计算式（26），及相应的字母符号的含义：

$$\text{原文：} X = \frac{m_1 - (V \times c \times 0.016)}{m_0} \times 100\%$$

$$\text{修改为：} X = \frac{m_1 + (V \times c \times 0.022)}{m_0} \times 100\%$$

式中：

m_1 ——脂肪物的质量，单位为克（g）；

V ——中和时耗用氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c ——所用氢氧化钠标准滴定溶液的摩尔浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

0.022 ——试验中以克表示的钠、氢原子的毫摩尔质量之差（即 0.023 - 0.001），单位为克每毫摩尔（g/mmol）；

m_0 ——试验份质量，单位为克（g）。

以两次平行测定结果的算术平均值表示至整数位作为测定结果。

GB/T 13173-2021《表面活性剂 洗涤剂试验方法》国家标准

第 1 号修改单编制说明

（征求意见稿）

对 2021 版标准第 21 章“干钠皂含量的测定”过程进行调整，由现在的“脂肪酸盐转化为脂肪酸再转化为脂肪酸盐恒重”测试步骤变更为“脂肪酸盐转化为脂肪酸恒重再转化为脂肪酸盐”，新方法以便于获得稳定的试验结果。具体修改内容见修改单正文。

调整后的方法与调整前方法对9个实际样品的干钠皂对比测试结果见表1、表2和表3。

表 1 不同样品先滴定再恒重二次平行测试的干钠皂含量（现方法）

样品编号	称样量/g	恒重/g	空瓶/g	干燥质量/g	滴定毫升/mL	干钠皂含量/%	平均含量/%
1-1	10.0116	99.2241	99.2104	0.0137	0.08	0.13	0.12
1-2	10.0087	90.7666	90.7537	0.0129	0.06	0.12	
2-1	10.048	131.8243	131.7749	0.0494	0.08	0.48	0.48
2-2	10.0215	94.5126	94.4639	0.0487	0.07	0.48	
3-1	10.0162	99.1442	98.8802	0.2640	0.75	2.55	2.61
3-2	10.0237	93.0286	92.7531	0.2755	0.7	2.67	
4-1	9.9839	91.8562	91.5244	0.3318	0.85	3.22	3.26
4-2	10.0025	99.0137	98.6724	0.3413	1	3.29	
5-1	10.0179	86.4725	85.8319	0.6406	2.65	6.08	6.14
5-2	10.0237	92.0087	91.3566	0.6521	2.6	6.20	
6-1	10.0285	93.2192	92.446	0.7732	2.65	7.40	7.48
6-2	10.0182	99.3587	98.5714	0.7873	2.6	7.55	
7-1	10.0133	121.0503	120.8628	0.1875	0.6	1.80	1.69
7-2	10.0238	102.4795	102.3128	0.1667	0.65	1.59	
8-1	10.0412	75.3412	74.4263	0.9149	3.85	8.66	8.77
8-2	10.0247	86.3063	85.3721	0.9342	3.8	8.87	
9-1	10.0231	86.6758	85.8278	0.8480	2.6	8.16	8.18
9-2	10.0263	91.2846	90.4327	0.8519	2.55	8.20	

表 2 不同样品先恒重再滴定二次平行干钠皂含量（新方法）

样品编号	称样量/g	恒重/g	空瓶/g	干燥质量/g	滴定毫升/mL	干钠皂含量/%	平均含量/%
1-1	10.0106	99.2212	99.2099	0.0113	0.15	0.13	0.13
1-2	10.0069	90.7648	90.7534	0.0114	0.10	0.13	

样品编号	称样量/g	恒重/g	空瓶/g	干燥质量/g	滴定毫升/mL	干钠皂含量/%	平均含量/%
2-1	10.057	131.8214	131.7746	0.0468	0.15	0.48	0.49
2-2	10.0223	94.5119	94.4636	0.0483	0.10	0.49	
3-1	10.0157	99.1296	98.8798	0.2498	0.95	2.61	2.61
3-2	10.0235	93.0035	92.7527	0.2508	0.90	2.61	
4-1	9.9864	91.8343	91.5241	0.3102	0.95	3.22	3.23
4-2	10.0036	98.9832	98.6722	0.3110	1.15	3.25	
5-1	10.0156	86.3931	85.8312	0.5619	3.2	5.99	6.02
5-2	10.0215	91.9247	91.3559	0.5688	3.10	6.05	
6-1	10.0273	93.137	92.4451	0.6919	2.75	7.23	7.34
6-2	10.0172	99.2832	98.5711	0.7121	2.80	7.44	
7-1	10.0143	121.0182	120.8603	0.1579	0.8	1.67	1.70
7-2	10.0229	102.4729	102.3115	0.1614	0.95	1.72	
8-1	10.0418	75.2299	74.4219	0.8080	4.15	8.54	8.65
8-2	10.0252	86.1972	85.3701	0.8271	4.2	8.75	
9-1	10.0248	86.5955	85.8037	0.7918	3.05	8.26	8.20
9-2	10.0252	91.2033	90.4236	0.7797	2.95	8.13	

表 3 9 批样品两种方法干钠皂含量测试结果对比

样品编号	旧方法测定结果/%	新方法测定结果/%	差值（d）
1	0.12	0.13	-0.01
2	0.48	0.49	-0.01
3	2.61	2.61	0.00
4	3.26	3.23	0.03
5	6.14	6.02	0.12
6	7.48	7.34	0.14
7	1.69	1.70	-0.01
8	8.77	8.65	0.12
9	8.18	8.20	-0.02

依据表3数据，对新旧两种方法测试结果的统计分析如下：

9 个样品两个方法测试结果的差值平均值(\bar{d})为 0. 04，差值标准差(SD)为 0. 0667，样本数量(n)为 9。

据此，零假设 (H_0): 两种方法的平均差值为 0 (即无显著性差异)。备择假设 (H_1): 两种方法的平均差值不为 0 (即存在显著性差异)。

进行 t 检验:

$$t = \frac{\bar{d}}{SD/\sqrt{n}} = \frac{0.04}{0.0667/\sqrt{9}} = 1.80$$

查双侧检验表: 自由度= $n-1=8$, 显著性水平(α)设定为 0.05 (95%置信度) 时的 $t_{\text{临界值}}=2.306$ 。
结论: 在 95% 的置信水平下, 两个方法在统计学上无显著性差异。

九个样品新旧方法测试结果无显著性差异, 因此将之前标准中“脂肪酸盐转化为脂肪酸再转化为脂肪酸盐恒重”变为“脂肪酸盐转化为脂肪酸恒重再转化为脂肪酸盐”, 这样操作原因: 一是使操作步骤简化 (不用在烧瓶中铺展残余物, 残余物的铺展不易均匀, 容易包裹也不利于恒重), 二是恒重时间缩短 (一般两次五个小时就可以达到恒重要求, 之前六小时以上)。