

ICS 71.100.40
分类号: G73
备案号: 30246-2011



中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 4082—2010

脂肪酰胺丙基二甲基甜菜碱

Fatty alkylamidopropyldimethyl betaine

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国表面活性剂洗涤用品标准化中心归口。

本标准起草单位：飞翔化工（张家港）有限公司、中国日用化学工业研究院、广州市星业科技发展有限公司。

本标准主要起草人：连工宝、姚晨之、马林、叶建忠。

本标准首次发布。

脂肪酰胺丙基二甲基甜菜碱

1 范围

本标准规定了两性表面活性剂脂肪酰胺丙基二甲基甜菜碱的要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于脂肪酰胺丙基二甲基甜菜碱。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

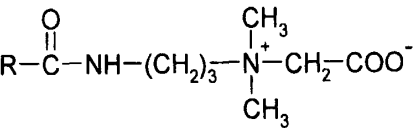
GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法（Hazen 单位——铂-钴色号）

GB/T 6368 表面活性剂 水溶液 pH 值的测定 电位法（idt ISO 4316:1977）

QB/T 2739—2005 洗涤用品常用试验方法 滴定分析（容量分析）用试验溶液的制备

QB/T 2950 醇（酚）醚羧酸（盐）

3 结构式



注：R——C7～C17 烷基。

4 要求

4.1 脂肪酰胺丙基二甲基甜菜碱的理化指标应符合表 1 的规定

表 1 脂肪酰胺丙基二甲基甜菜碱的理化指标

项 目	指 标
外观（25℃）	无色至淡黄色透明液体
活性物/%	28～32
游离胺/% ≤	0.5
氯化钠/% ≤	6
色泽/Hazen ≤	100
pH（5%水溶液，25℃）	4.0～7.0
羟基乙酸/% ≤	0.5
氯乙酸/（mg/kg） ≤	20

5 试验方法

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

5.1 外观

目测。

5.2 活性物

按附录 A 测定。

5.3 游离胺

5.3.1 试剂

- a) 乙醚-正丁醇，(2+1) 混合溶液；
- b) 氯化钠，20%水溶液；
- c) 酚酞，10g/L 乙醇液，按 QB/T 2739—2005 中 5.1 配制；
- d) 氢氧化钠， $c(\text{NaOH}) = 1\text{mol/L}$ 溶液；
- e) 盐酸， $c(\text{HCl}) = 0.05\text{mol/L}$ 标准滴定溶液，按 QB/T 2739—2005 中 4.3 配制和标定；
- f) 无水乙醇，(1+1) 水溶液。

5.3.2 仪器

- a) 烧杯，150mL、250mL；
- b) 量筒，50mL；
- c) 梨形分液漏斗，250mL；
- d) 容量瓶，100mL；
- e) 移液管，20mL；
- f) 水浴锅，能控温于 90℃；
- g) 酸度计，分度不大于 0.02pH，配有玻璃电极（如 231 型）和甘汞电极（如 232 型），并配有电位滴定；
- h) 电磁搅拌器，带包裹聚四氟乙烯的搅拌棒；
- j) 半微量滴定管，10mL。

5.3.3 程序

用减量法称取试样 10g~15g（称准至 0.001g）于烧杯中，加入 10mL 水、15mL 氯化钠溶液（5.3.1.b）和 2 滴酚酞指示液（5.3.1.c），摇匀后用氢氧化钠溶液（5.3.1.d）中和至粉红色，再过量 1mL。置水浴中加热至 35℃~40℃，搅拌均匀使其充分反应，转移到分液漏斗（5.3.2.c）中，并分别用 20mL 水、30mL 乙醚-正丁醇混合溶液（5.3.1.a）冲洗烧杯，冲洗液并入分液漏斗中。塞上塞子剧烈振荡至少 1min（注意泄压），充分静置分层后将下层水相放入第二个分液漏斗中，再加入 30mL 乙醚-正丁醇混合溶液，重复萃取两次，将三次萃取的上层液收集后放入同一个分液漏斗中，静置 30min 后弃去下层水相，并将上层萃取液倒入一个干燥的容量瓶（5.3.2.d）中（注意防止水珠进入容量瓶），同时用少量乙醚冲洗分液漏斗，冲洗液并入容量瓶中，用乙醚定容至刻度，摇匀备用。

用移液管移取 20.0mL 上述萃取液于 250mL 烧杯中，置于水浴上加热驱赶溶剂，并用氮气或压缩空气吹干，向残余物中加 5mL 无水乙醇，再次加热吹干。向烧杯中加入 (1+1) 乙醇水溶液（5.3.1.f）100mL，置电磁搅拌器上搅拌溶解后用盐酸标准滴定溶液（5.3.1.e）进行电位滴定，绘制滴定曲线，以 pH 在 6~7 之间出现的电位值的最大突跃点为滴定终点。记录所消耗盐酸标准滴定溶液的体积。

同时进行空白试验，记录所消耗盐酸标准滴定溶液的体积。

5.3.4 结果计算

游离胺含量 X_1 以质量分数计，数值以%表示，按公式（1）计算：

$$X_1 = \frac{5 \times c_1 \times (V_1 - V_0) \times M_1}{m_1 \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c_1 ——盐酸标准滴定溶液的摩尔浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);

V_1 ——滴定试样耗用盐酸标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

V_0 ——滴定空白耗用盐酸标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

M_1 ——脂肪酰胺丙基二甲基叔胺平均相对分子质量, 单位为克每摩尔 g/mol, 按 5.3.6 中规定进行;

m_1 ——试样的质量, 单位为克 (g)。

5.3.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于 0.2%, 以大于 0.2% 的情况不超过 5% 为前提。

5.3.6 游离胺 (即脂肪酰胺丙基二甲基叔胺) 平均相对分子质量的测定——气液色谱法

5.3.6.1 试剂

a) 参考样品: 可采用一已知组成的产品作为参考样品, 如已知链长的脂肪酰胺丙基二甲基叔胺, 用来检验色谱仪的性能。

b) 载气: 氮气;

c) 燃气: 氢气;

d) 助燃气: 空气。

5.3.6.2 仪器

a) 色谱仪, 具有火焰离子化检测器和程序升温;

b) 色谱柱: Rtx-1, 30m×0.25mm×0.25μm;

c) 色谱处理机或色谱工作站;

d) 微量进样器, 5μL 或 1μL。

5.3.6.3 色谱分析条件

a) 柱温: 恒温: 280℃ (30min);

b) 汽化温度: 300℃;

c) 检测器温度: 300℃;

d) 柱前压: 100kPa;

e) 载气流量: 2mL/min;

f) 燃气流量: 40mL/min;

g) 助燃气流量: 400mL/min;

h) 分流比 1:30。

5.3.6.4 色谱分析

将色谱参数设定好, 待仪器稳定后, 将足够量的事先萃取好游离胺的试样用进样器注入色谱仪中, 得到峰高适当的色谱图 (见图1)。

各组分与保留时间的对应关系见表2。

在同一操作条件下, 根据参考样品脂肪酰胺丙基二甲基叔胺色谱峰的保留时间对试样的色谱峰进行定性。

各碳链脂肪酰胺丙基二甲基叔胺色谱峰达到良好分离的情况下, 利用峰面积归一化法定量。

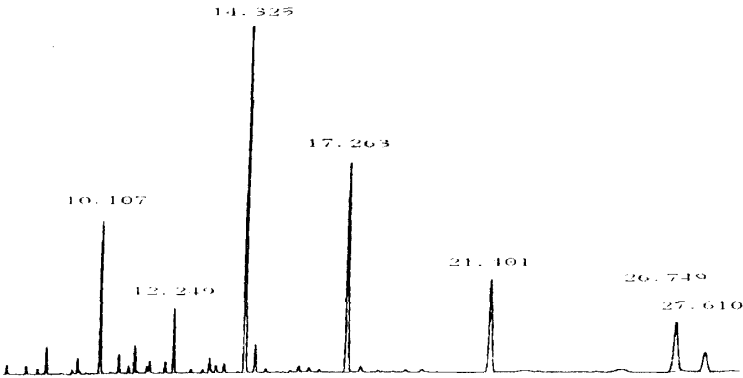


图1 脂肪酰胺丙基二甲基甜菜碱热解色谱图
表2 各组分与保留时间的对应关系

保留时间/min	对应谱峰
10.107	辛酰胺丙基二甲基叔胺
12.249	癸酰胺丙基二甲基叔胺
14.325	十二酰胺丙基二甲基叔胺
17.263	十四酰胺丙基二甲基叔胺
21.403	十六酰胺丙基二甲基叔胺
26.749	十八烯酰胺丙基二甲基叔胺
27.610	十八酰胺丙基二甲基叔胺

5.3.6.5 结果计算

各碳链脂肪酰胺丙基二甲基叔胺的质量分数 B_i ，数值以%表示，按公式（2）计算：

$$B_i = \frac{A_i}{A} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

A_i —— i 碳链脂肪酰胺丙基二甲基叔胺的峰面积；
 A ——各碳链脂肪酰胺丙基二甲基叔胺的峰面积之和。

脂肪酰胺丙基二甲基叔胺的平均相对分子质量 M 按公式（3）计算：

$$M = \frac{\sum B_i}{\sum \left(\frac{B_i}{M_i} \right)} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

M_i —— i 碳链脂肪酰胺丙基二甲基叔胺的理论相对分子质量，见表3。

表3 各脂肪酰胺丙基二甲基叔胺理论平均相对分子质量

各烷基酰胺基叔胺	C ₈	C ₁₀	C ₁₂	C ₁₄	C ₁₆	C ₁₈
M_i	228.4	256.4	284.5	312.6	340.6	368.7

5.3.6.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于 1.0%，以大于 1.0%的情况不超过 5%

为前提。

5.4 氯化钠

5.4.1 试剂

- a) 铬酸钾, 50g/L 水溶液;
- b) 硝酸银, $c(\text{AgNO}_3) = 0.1\text{mol/L}$ 标准滴定溶液, 按 QB/T 2739—2005 中 4.5 配制和标定。

5.4.2 仪器

- a) 具塞滴定管, 棕色, 25mL;
- b) 锥形瓶, 150mL;
- c) 量筒, 50mL。

5.4.3 程序

准确称取试样约 1g (称准至 0.0001g) 于锥形瓶中, 加入蒸馏水 50mL, 加入 1mL 铬酸钾溶液, 用 0.1mol/L 的硝酸银标准滴定溶液滴定至溶液呈稳定的橙红色为终点, 记下所耗用硝酸银标准滴定溶液的体积。

5.4.4 结果计算

氯化钠含量 X_2 以质量分数计, 数值以%表示, 按公式 (4) 计算:

$$X_2 = \frac{c_2 \times V_2 \times 58.44}{m_2 \times 1000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- c_2 ——硝酸银标准滴定溶液的摩尔浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);
- V_2 ——滴定耗用硝酸银标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);
- 58.44——氯化钠的摩尔质量, 单位为克每摩尔 (g/mol);
- m_2 ——试样的质量, 单位为克 (g)。

5.4.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于 0.3%, 以大于 0.3% 的情况不超过 5% 为前提。

5.5 色泽

按 GB/T 3143 的规定进行测定。

5.6 pH

将试样配成 5% 的水溶液, 按 GB/T 6368 的规定, 测定 25℃ 时溶液的 pH。

5.7 羟基乙酸和氯乙酸

按 QB/T 2950 规定进行, 标准曲线建立时移取 MCA 溶液的体积分别为 0.10mL、0.50mL、1.00mL、1.50mL、2.00mL、3.00mL。

6 检验规则

6.1 检验分类

6.1.1 型式检验

型式检验型式检验项目包括第 4 章中的全部项目。在下列情况下应进行型式检验。

- a) 正式生产时, 当原料、工艺、设备、管理等方面 (包括人员素质) 有较大改变, 可能影响产品质量时;
- b) 正常生产时, 应定期进行型式检验;
- c) 长期停产后恢复生产时;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时;

e) 国家行业管理部门和质量监督机构提出进行型式检验时。

6.1.2 出厂检验

出厂检验项目包括外观、活性物、游离胺、氯化钠、色泽和pH。

6.2 产品组批与抽样规则

6.2.1 组批

产品按批交付及抽样验收，一次交付的同一规格、同一批号的产品为一交付批。

生产单位交付的产品，应先经其质量检验部门按本标准检验，符合本标准并出具产品质量检验合格证书，方可出厂。产品质量检验合格证书应包括：生产者名称、产品名称、商标、采用标准编号、批号、批量、质量指标、生产日期等。

收货方凭产品质量检验合格证书验收，必要时可按下述规定在一个月內抽样验收或仲裁。

6.2.2 取样

收货方验收、仲裁检验所需的样品，应根据批量大小按表4确定样本大小，交收双方会同在交货地点从交付批中随机抽取桶样本。

采样时用采样器自包装桶中心插入四分之一深处采集样品，每个样本桶中采样量应相近，样品应迅速置于具塞样品瓶中，并加塞，采样总量不小于1.5kg。

将采取的样品混匀后，分装于三个清洁、干燥的容器中，签封。标签上应注明产品名称、产品批号及数量、生产单位、样品编号、采样日期、采样人。交收双方各持一份进行检验，第三份由交货方保管，备仲裁检验用，保管期为三个月。

表4 批量和样本大小

单位为桶

批量	1	2~15	16~50	51~150	151~500	>500
样本大小	1	1	3	5	8	13

6.3 判定规则

检验结果按修约值比较法判定合格与否。如理化指标有一项不合格，可重新取两倍桶样本采取样品，并对不合格项进行复检，复检结果仍不合格，则判该批产品不合格。

交收双方因检验结果不同，如不能取得协议时，可商请仲裁检验，仲裁结果为最后依据。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

包装外壁印刷的标志（图案及文字）应清晰、美观、不脱色，并标明：

- a) 产品名称、商标、采用标准编号；
- b) 生产日期、产品批号和保质期；
- c) 毛重和净含量；
- d) 有防水、防潮等文字或标识；
- e) 生产者名称、地址和联系电话。

7.2 包装

用塑料桶或铁桶包装，包装净含量应符合标称质量。

7.3 运输

运输过程中应防止日晒、雨淋、受潮，应轻装、轻卸，避免包装破损。

7.4 贮存

产品应贮存在干燥、洁净、通风的库房内，如需在露天存放时，应采取必要的防潮措施，垛高以不超过支撑物的最大载荷为限，并加遮盖物以防晒，防雨，防潮。

产品在上述贮运条件且未启封的情况下，自生产之日起保质期为一年以上。

附 录 A
(规范性附录)
活性物的测定

A.1 方法一：萃取法（仲裁法）

A.1.1 试剂

- a) 乙醚-正丁醇，(2+1) 混合溶液；
- b) 乙醇，(1+1) 水溶液；
- c) 氯化钠，20%水溶液；
- d) 盐酸， $c(\text{HCl}) = 1\text{mol/L}$ 溶液；
- e) 氢氧化钠， $c(\text{NaOH}) = 0.1\text{mol/L}$ 标准滴定溶液，按 QB/T 2739—2005 中 4.1 配制和标定。

A.1.2 仪器

- a) 烧杯，250mL；
- b) 量筒，50 mL；
- c) 梨形分液漏斗，250 mL；
- d) 容量瓶，100 mL；
- e) 移液管，20 mL；
- f) 水浴锅，可控温 90℃左右；
- g) 酸度计，分度不大于 0.02pH，配有玻璃电极（如 231 型）和甘汞电极（如 232 型），并配有电位滴定；
- h) 电磁搅拌器；
- j) 半微量滴定管，10mL。

A.1.3 步骤

用减量法称取试样约 8g~10g(称准至 0.001g)于烧杯中，加入 10mL 水、15mL 氯化钠溶液(A.1.1.c)和盐酸溶液(A.1.1.d) 20mL。置水浴中加热至 35℃~40℃，搅拌均匀使其充分反应，转移到分液漏斗(A.1.2.c)中，并分别用 20mL 水、30mL 乙醚-正丁醇混合溶液(A.1.1.a)冲洗烧杯，冲洗液并入分液漏斗中。塞上塞子剧烈振荡至少 1min(注意泄压)，充分静置分层后将下层水相放入第二个分液漏斗中，再加入 30mL 乙醚-正丁醇混合溶液，重复萃取两次，将三次萃取的上层液收集后置于分液漏斗中静置 30min，弃去下层水相后倒入 100mL 的容量瓶中，用少量乙醚冲洗分液漏斗，冲洗液并入容量瓶中，用乙醚定容至刻度，摇匀备用。

用移液管移取 20.0mL 上述的萃取液于 250mL 的烧杯中，置水浴上加热驱赶溶剂，并用氮气或压缩空气吹干，向残余物中加 5mL 无水乙醇，再次加热吹干(防止残余盐酸存在)。向烧杯中加入 (1+1) 乙醇水溶液 100 mL，置电磁搅拌器上搅拌溶解后用氢氧化钠标准滴定溶液(A.1.1.e)进行电位滴定，绘制滴定曲线，以 pH 在 6~9 之间出现的电位值的最大突跃为滴定终点。记录所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积。

同时进行空白试验，记录所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积。

A.1.4 结果计算

脂肪酰胺丙基二甲基甜菜碱中的活性物含量 X 以质量分数计，数值以%表示，按公式(A.1)计算：

$$X = \frac{5 \times c \times (V_1 - V_0) \times M}{m \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

- c ——氢氧化钠标准滴定溶液的摩尔浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);
- V_1 ——滴定试样耗用氢氧化钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);
- V_0 ——滴定空白耗用氢氧化钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);
- M ——试样平均相对分子质量, 由 5.3.6 测得值加 58.0 即得, 单位为克每摩尔 (g/mol);
- m ——试样的质量, 单位为克 (g)。

A.1.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于 0.7%, 以大于 0.7% 的情况不超过 5% 为前提。

A.2 方法二: 差减法

A.2.1 固含量的测定

A.2.1.1 仪器

- a) 烘箱, 可控制温度 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$;
- b) 称量瓶;
- c) 干燥器, 内置变色硅胶。

A.2.1.2 步骤

称取试样约 1.5g~2.0g (精确至 0.0001g) 于已干燥至恒重的称量瓶中, 转动称量瓶使样品均匀铺于瓶底。放入 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 烘箱中, 移开瓶盖, 干燥 2h。盖好盖, 移入干燥器内, 冷却 30min, 称量。

A.2.1.3 结果计算

固含量 X_3 以质量分数计, 数值以%表示, 按公式 (A.2) 计算:

$$X_3 = \frac{m_2 - m_0}{m_1} \times 100\% \quad \text{..... (A.2)}$$

式中:

- m_0 ——空称量瓶的质量, 单位为克 (g);
- m_1 ——试样的质量, 单位为克 (g);
- m_2 ——空称量瓶+试样烘干后的质量, 单位为克 (g)。

A.2.1.4 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于 0.3%, 以大于 0.3% 的情况不超过 5% 为前提。

A.2.2 活性物的计算

脂肪酰胺丙基二甲基甜菜碱中的活性物 X 以质量分数计, 数值以%表示, 按公式 (A.3) 计算:

$$X = X_3 - X_2 - X_1 \quad \text{..... (A.3)}$$

式中:

- X_3 ——试样的固含量, %;
- X_2 ——试样中的氯化钠含量, %;
- X_1 ——试样中的游离胺含量, %。