

ICS 71.100.40
分类号: G17
备案号: 30248-2011



中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 4084—2010

双脂肪烷基甲基叔胺

Dialkyl methyl tertiary amines

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。

本标准主要起草人：马林、姚晨之、连工宝。

本标准首次发布。

双脂肪烷基甲基叔胺

1 范围

本标准规定了双脂肪烷基甲基叔胺的产品分类、要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于以蒸馏脂肪酸或脂肪醇为原料，经胺化加氢等过程制得的双脂肪烷基甲基叔胺产品，该产品主要用于制备阳离子表面活性剂等。

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）

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

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

总胺值 total amine value

与1g样品中总胺的碱度相当的氢氧化钾的毫克数。

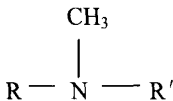
3.2

叔胺值 tertiary amine value

与1g样品中叔胺的碱度相当的氢氧化钾的毫克数。

4 产品分类

4.1 结构式



注：R、R' ——C₈~C₁₈ 烷基。

4.2 分类和代号

双脂肪烷基甲基叔胺按其碳链可分为下列八种规格，规格和代号如下：

双辛烷基甲基叔胺—D8MA；

双（辛/癸）烷基甲基叔胺—D（8/10）MA；

双癸烷基甲基叔胺—D10MA；

双十二烷基甲基叔胺—D12MA；

双十四烷基甲基叔胺—D14MA；

双十六烷基甲基叔胺—D16MA；

双（十八/十六）烷基甲基叔胺—D（18/16）MA；

双氢化牛脂基甲基叔胺—DHT。

注：此八种规格以外的产品，可由生产厂家自定企业标准。

4.3 标记

产品标记示例：

以双（十八/十六）烷基甲基叔胺为主的双（十八/十六）烷基甲基叔胺一等品标记为“D（18/16）MA 一等品 QB/T 4084”。

5 要求

双脂肪烷基甲基叔胺理化指标应符合表1的要求。

表1 双脂肪烷基甲基叔胺的理化指标

类 型		外观 (25℃)	含量/纯度 ^a /%	总 胺 值 / (mgKOH/g)	色泽/Hazen	伯仲胺/%	主组分/%
D8MA	一等品	无色至浅黄	≥97	209~220	≤30	≤1.0	≥95
	合格品	色透明液体	≥95	209~220	≤50	≤2.0	≥92
D(8/10)MA	一等品	无色至浅黄	≥97	188~198	≤30	≤1.0	≥95
	合格品	色透明液体	≥95	188~198	≤50	≤2.0	≥92
D10MA	一等品	无色至浅黄	≥97	171~190	≤30	≤1.0	≥95
	合格品	色透明液体	≥95	171~190	≤50	≤2.0	≥92
D12MA	一等品	白色固体	≥96	145~153	≤30	≤1.0	≥94
	合格品		≥94	145~153	≤50	≤2.0	≥92
D14MA	一等品	白色固体	≥95	125~133	≤70	≤2.0	≥94
	合格品		≥93	125~133	≤100	≤3.0	≥92
D16MA	一等品	白色固体	≥98	109~117	≤70	≤2.0	—
	合格品		≥97	109~117	≤100	≤3.0	—
D(18/16)MA	一等品	白色固体	≥98	102~109	≤70	≤2.0	—
	合格品		≥97	102~109	≤100	≤3.0	—
DHT	一等品	白色固体	≥99	105~110	≤70	≤2.0	—
	合格品		≥97	103~112	≤150	≤3.0	—
a. 对于 D(18/16)MA 和 DHT 等高碳数胺系指纯度。							

6 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。

6.1 样品制备

需将样品混匀后（固态样品应融化混匀）方可取样试验。

6.2 外观

目测。

6.3 总胺值和叔胺值

6.3.1 试剂

- a) 异丙醇;
- b) 乙二醇;
- c) 乙酸酐;
- d) 盐酸, $c(\text{HCl})=0.1\text{mol/L}$ 异丙醇-乙二醇标准滴定溶液, 用异丙醇-乙二醇(1+1)混合液, 按 QB/T 2739—2005 中 4.3 配制和标定。

6.3.2 仪器

- a) 烧杯, 100mL;
- b) 具塞滴定管, 25mL;
- c) 水浴锅或电热炉;
- d) 酸度计, 分度值不大于 0.02pH, 配有玻璃电极(如 231 型)和甘汞电极(如 232 型)或复合电极, 或全自动电位滴定仪;
- e) 电磁搅拌器, 带包裹聚四氟乙烯的搅拌棒。

6.3.3 试验程序

分别精确称取试样约 0.3g (准确至 0.0001g) 于两个 100mL 烧杯中, 其中的一个烧杯中加入异丙醇 (6.3.1.a) 30mL, 有固体物析出时需加热溶解并冷却至室温, 放入电磁搅拌棒, 将经校准的酸度计的玻璃电极和甘汞电极浸入液体中, 开启电磁搅拌器并调节适当速度, 用盐酸标准滴定溶液 (6.3.1.d) 进行非水滴定, 绘制滴定曲线, 以电位值的最大突跃为终点, 记录测定总胺值所对应的体积 (V_1)。

在另一个烧杯中加入 10mL 乙酸酐, 再加入 20mL 异丙醇 (6.3.1.a), 如有固体出现需加热直至溶解, 放电磁搅拌上搅拌 15min 使其充分反应后按上面所述的方法进行电位滴定, 记录测定叔胺值耗用滴定溶液 (6.3.1.d) 的体积 (V_2)。

同时进行空白试验, 消耗的滴定溶液体积数为 (V_0)。

6.3.4 结果计算

双脂肪烷基甲基叔胺的总胺值 (T_1), 单位以 mgKOH/g 表示, 按公式 (1) 计算:

$$T_1 = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times 56.1}{m_1} \dots\dots\dots (1)$$

双脂肪烷基甲基叔胺的叔胺值 (T_2), 单位以 mgKOH/g 表示, 按公式 (2) 计算:

$$T_2 = \frac{(V_2 - V_0) \times c \times 56.1}{m_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- V_0 ——滴定空白耗用的盐酸标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);
- V_1 ——滴定总胺耗用的盐酸标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);
- V_2 ——滴定叔胺耗用的盐酸标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);
- c ——盐酸标准滴定溶液的浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);
- m_1 ——测总胺值称取试样的质量, 单位为克 (g);
- m_2 ——测叔胺值称取试样的质量, 单位为克 (g);
- 56.1——氢氧化钾的毫摩尔质量, 单位为毫克每毫摩尔 (mg/mmol)。

6.3.5 精密度

在重复条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于平均值的 0.5%, 以大于 0.5% 的情况不超过 5% 为前提。

6.4 双脂肪烷基甲基叔胺主组分、平均相对分子质量的测定——气液色谱法

6.4.1 原理

试样经色谱柱分离，由所得色谱图峰面积，计算叔胺含量、平均相对分子质量及主组分。

6.4.2 试剂

a) 无水乙醇；

b) 参考样品：已知链长的双脂肪烷基甲基叔胺，可采用一已知组成的产品作为参考样品，用来检验色谱仪的性能。

c) 载气：氮气；

d) 燃气：氢气；

e) 助燃气：空气。

6.4.3 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：HP-5 30m×0.52mm×0.32μm 或相同类型的柱子；

c) 色谱处理机或色谱工作站；

d) 微量进样器，1μL 或 5μL。

6.4.4 色谱分析条件

a) 柱温：采用程序升温操作，始温 180℃ (1min)，升温速率 8℃/min~10℃/min，终温 280℃~300℃ (25min)；

b) 汽化温度：300℃；

c) 检测器温度：300℃；

d) 柱前压：100kPa；

e) 载气流量：约 2mL/min；

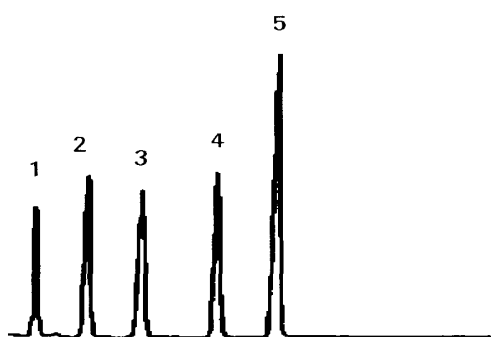
f) 燃气流量：约 40mL/min；

g) 助燃气流量：约 400mL/min；

h) 分流比 1:30。

6.4.5 色谱分析

6.4.5.1 设定色谱参数，稳定仪器，将足够量的试样用进样器注入色谱仪中（若为固体可采用体积比约为 1:5 的乙醇溶解），得到峰高适当的色谱图（见图 1）。



1—双辛基甲基叔胺；2—癸基辛基甲基叔胺；3—双癸基甲基叔胺；

4—双十二烷基甲基叔胺；5—双十四烷基甲基叔胺

图 1 双脂肪烷基甲基叔胺色谱图

6.4.5.2 在同一操作条件下，根据参考样品双脂肪烷基甲基叔胺色谱峰的保留时间，对试样的色谱峰进行定性。

6.4.5.3 各碳链双脂肪烷基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。

6.4.6 结果计算

6.4.6.1 各碳链双脂肪烷基甲基叔胺的质量分数 B_i ，数值以%表示，按公式（3）计算：

$$B_i = \frac{A_i}{A} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中：

A_i —— i 碳链双脂肪烷基二甲基叔胺的峰面积；

A ——各碳链脂肪烷基甲基叔胺及非叔胺的峰面积之和。

6.4.6.2 双脂肪烷基甲基叔胺的平均相对分子质量 M ，按公式（4）计算：

$$M = \frac{\sum B_i}{\sum \left(\frac{B_i}{M_i} \right)} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

M_i —— i 碳链双脂肪烷基甲基叔胺的理论相对分子质量，见表 2。

表 2 各双脂肪烷基甲基叔胺的理论平均相对分子质量

双烷基	C _{8/8}	C _{8/10}	C _{10/10}	C _{12/12}	C _{12/14}	C _{14/14}	C _{16/16}	C _{18/18}
M_i	255.5	283.5	311.6	367.7	395.8	423.8	479.9	536.0

6.4.6.3 双脂肪烷基甲基叔胺的含量 (X_T) 以质量分数计，数值以%表示，按公式（5）计算：

$$X_T = \frac{T_2 \times M}{56.1 \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中：

T_2 ——试样叔胺值，单位为毫克氢氧化钾每克 (mgKOH/g)；

M ——按公式（4）计算试样叔胺的平均摩尔质量，单位为克每摩尔 (g/mol)；

56.1——氢氧化钾的毫摩尔质量，单位为毫克每毫摩尔 (mg/mmol)。

6.4.6.4 双脂肪烷基甲基叔胺（高碳）的纯度 X 以质量分数计，数值以%表示，按公式（6）计算：

$$X = \frac{T_2}{T_1} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中：

T_1 ——试样总胺值，单位为毫克氢氧化钾每克 (mgKOH/g)；

T_2 ——试样叔胺值，单位为毫克氢氧化钾每克 (mgKOH/g)。

6.4.6.5 双脂肪烷基甲基叔胺的主组分

用色谱图上明示的主组分的质量分数 (B_i) 表示，取平行测定结果的平均值，数值保留至小数点后一位。

6.4.6.6 精密度

在重复条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于1%，以大于1%的情况不超过5%为前提。

6.5 色泽的测定

按 GB/T 3143 中的规定进行。

6.6 伯仲胺的测定

双烷基甲基叔胺中伯胺和仲胺含量之和 X_1 (简称伯仲胺) 以质量分数计，数值以%表示，按公式（7）计算：

$$X_1 = \frac{(T_1 - T_2) \times (M + 31)}{56.1 \times 1000 \times 2} \times 100 \dots\dots\dots (7)$$

式中：

- T_1 ——试样总胺值，单位为毫克氢氧化钾每克（mgKOH/g）；
 T_2 ——试样叔胺值，单位为毫克氢氧化钾每克（mgKOH/g）。
 M ——按公式（4）计算的试样叔胺的平均摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；
 $(M+31)/2$ ——由 $[(M-29)/2]+30$ 计算得出，其中 $(M-29)/2$ 为一个烷基的平均摩尔质量，30 为甲基、氮和氢的摩尔质量之和；
56.1——氢氧化钾的毫摩尔质量，单位为毫克每毫摩尔（mg/mmol）。

7 检验规则

7.1 出厂检验

第 5 章要求中的各项指标均为出厂检验项目。

7.2 产品组批与抽样规则

7.2.1 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、类型、等级、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。

7.2.2 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 3 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。

用取样器插入每个样本桶的六分之五深处取等量样品。迅速置于具塞样品瓶中，并加塞，采样总量不小于 3kg。

将采取的样品混匀并缩分至 1.5kg，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、类型、等级、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 3 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	2	3	5	8	13

7.3 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，可重新取两倍袋（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。

8 标志、包装、运输、贮存

8.1 标志

包装外壁印刷的标志（图案及文字）应清晰美观，无脱色，并标明：

- a) 产品名称、商标、采用标准编号、类型、等级、保质期；
- 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。

8.2 包装

用铁桶或编织袋包装，液体产品装入容器时应留有适当空隙，封口良好，防止进水，包装净含量应符合标称质量。

8.3 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。

8.4 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。
