

中华人民共和国国家标准

GB/T 15046—2011
代替 GB/T 15046—1994

脂肪酰二乙醇胺

Fatty diethanol amide

2011-12-30 发布

2012-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 15046—1994《脂肪酰二乙醇胺》。

本标准与 GB/T 15046—1994 相比主要变化如下：

- 修改了标准的适用范围；
- 增加了甘油指标；
- 增加了水分指标；
- 增加了石油醚溶解物指标；
- 增加了 pH 值下限值。

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和洗涤用品标准化技术委员会(SAC/TC 272)归口。

本标准起草单位：上海麦伦日化有限公司、表面活性剂和洗涤剂行业生产力促进中心、浙江赞宇科技股份有限公司、中国日用化学工业研究院。

本标准主要起草人：张洪飞、樊平、黄亚茹、姚晨之。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 15046—1994。

脂肪酰二乙醇胺

1 范围

本标准规定了脂肪酰二乙醇胺的产品分类、要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存和保质期。

本标准适用于由脂肪酸甲酯或脂肪酸以及油脂与二乙醇胺合成的脂肪酰二乙醇胺产品。

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 6368 表面活性剂 水溶液 pH 值的测定 电位法

GB/T 9104—2008 工业硬脂酸试验方法

GB/T 11275 表面活性剂 含水量的测定

GB/T 11989 阴离子表面活性剂 石油醚溶解物含量的测定

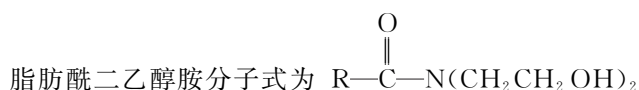
GB/T 22328 动植物油脂 1-单甘酯和游离甘油含量的测定

3 产品分类

A 型:由脂肪酸甲酯或脂肪酸与二乙醇胺合成的脂肪酰二乙醇胺。

B 型:由油脂与二乙醇胺直接合成的脂肪酰二乙醇胺。

A 型产品按反应物摩尔比分为 1:1 型和 1:2 型,B 型产品按反应物摩尔比分为 1:1 型、1:1.5 型和 1:2 型。



4 要求

4.1 外观

25℃时,为淡黄色至黄色粘稠液体或膏体。

4.2 理化指标

4.2.1 A 型脂肪酰二乙醇胺

A 型脂肪酰二乙醇胺理化指标应符合表 1 规定。

表 1 A 型脂肪酰二乙醇胺理化指标

项目	1 : 1 型		1 : 2 型	
	优级品	合格品	优级品	合格品
甲酯含量 %	≤0.5	≤1.0	≤0.2	≤0.5
活性物含量 %	≥92	≥85	≥72	≥65
胺值(以 KOH 计) mg/g	≤30	≤45	≤130	≤150
水分含量 %	≤0.5	≤1.0	≤0.5	≤1.0
色泽 Hazen	≤300	≤500	≤300	≤500
pH 值(10 g/L,10%乙醇溶液)	9.5~10.5	9.5~10.5	9.5~10.5	9.5~10.7
甘油含量 %	≤0.5	≤0.5	≤0.5	≤0.5

4.2.2 B 型脂肪酰二乙醇胺

B 型脂肪酰二乙醇胺理化指标应符合表 2 规定。

表 2 B 型脂肪酰二乙醇胺理化指标

项目	1 : 1 型		1 : 1.5 型		1 : 2 型	
	优级品	合格品	优级品	合格品	优级品	合格品
石油醚溶解物含量 %	≤8.0	≤10.0	≤6.0	≤8.0	≤4.0	≤6.0
活性物含量 %	≥77	≥70	≥70	≥63	≥63	≥56
胺值(以 KOH 计) mg/g	≤30	≤45	≤90	≤100	≤130	≤150
水分含量 %	≤0.5	≤1.0	≤0.5	≤1.0	≤0.5	≤1.0
色泽 Hazen	≤300	≤500	≤300	≤500	≤300	≤500
pH 值(10 g/L,10%乙醇溶液)	9.5~10.5	9.5~10.5	9.5~10.5	9.5~10.5	9.5~10.7	9.5~10.7
甘油含量 %	≤10.0	≤10.0	≤9.0	≤10.0	≤8.0	≤10.0

5 A 型产品试验方法

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 甲酯与活性物含量

5.1.1 原理

样品经过硅胶色谱柱,各种物质因吸附能力强弱不同,由选用不同极性的溶剂洗脱,分别收集,达到分离定量。

5.1.2 试剂

- a) 乙醚;
- b) 石油醚,沸程 30 °C~60 °C;
- c) 丙酮;
- d) 无水乙醇;
- e) 三氯甲烷;
- f) 硅胶,层析用 100 μm ~150 μm 。

5.1.3 仪器

普通实验室仪器和以下各项。

- a) 玻璃色谱柱,40 cm $\times$ ϕ 2 cm;
- b) 索氏抽提器,底瓶为 250 mL(作收集瓶用);
- c) 分液漏斗,250 mL;
- d) 恒温水浴器;
- e) 恒温烘箱,可控制温度在 105 °C $\pm$ 2 °C;
- f) 干燥器。

5.1.4 试验程序

5.1.4.1 硅胶色谱柱的制备与安装

用脱脂棉(需要时)堵住色谱柱的底部,然后往色谱柱中填充 35 g 硅胶,并在橡胶垫上蹭实,再垂直固定在架子上。柱顶置一 250 mL 分液漏斗,二者用橡皮塞连接起来,柱下置一 250 mL 锥形瓶。

按上述干法装柱,如在用溶剂润湿柱的过程中有气泡或裂沟存在,可按下述湿法装柱。

称取 35 g 硅胶于 150 mL 烧杯中,移入通风橱内,加入 80 mL 三氯甲烷,用玻璃棒搅拌赶出硅胶内气泡,一次装入已用脱脂棉(需要时)堵住底部的色谱柱中,然后轻轻敲打柱子,使其均匀。再加上 100 mL 石油醚淋洗柱子,顶出三氯甲烷。

5.1.4.2 测定

5.1.4.2.1 1:1 型产品的测定

往分液漏斗中加入 100 mL 石油醚与乙醚的 9:1 混合液,打开漏斗下端活塞,用流出的 30 mL 混合液润湿柱子。称取约 1 g 试样(精确至 0.000 1 g)于小烧杯中,待硅胶顶部混合液高度约有 1 cm 时,立刻用混合液将烧杯内的试样定量转入柱中,然后用余下的混合液冲洗柱子,与此同时,将柱下换上第一洗脱液收集瓶,冲洗速度控制在约 20 滴/min。待该混合液全部进入柱子并在硅胶顶部留有少许溶液时,立即通过分液漏斗用 220 mL 丙酮冲洗柱子,同时在柱下换上第二洗脱液收集瓶。洗脱完毕后,在热水浴上蒸发回收收集瓶的溶剂,然后用乙醚分别将收集瓶中的残余物全部转移到两个以恒重的 50 mL 烧杯中,在水浴上使烧杯中的溶剂挥发尽,再将烧杯外壁擦干,置于 105 °C $\pm$ 2 °C 烘箱中干燥

0.5 h,移入干燥器内冷却 0.5 h,称量。

5.1.4.2.2 1:1.5 型和 1:2 型产品的测定

往分液漏斗中加入 80 mL 石油醚,打开漏斗下端活塞,用流出的 30 mL 石油醚润湿柱子。称取约 0.8 g 试样(精确至 0.000 1 g),待硅胶顶部混合液高度约有 1 cm 时,立刻用 10 mL 乙醚将烧杯内试样全部转入柱中,然后用余下的石油醚冲洗柱子,与此同时,将柱下换上第一洗脱液收集瓶,洗脱速度控制在约 20 滴/min,待石油醚全部进入柱子并在硅胶顶部留有少许溶剂时,立即通过分液漏斗用 200 mL 三氯甲烷与无水乙醇的 1:1 混合液冲洗柱子,同时将柱下换上第二洗脱收集瓶。洗脱完毕后,在热水浴上蒸发回收收集瓶的溶剂,然后用乙醚分别将收集瓶中的残余物全部转移到两个以恒重的 50 mL 烧杯中,在水浴上使烧杯中的溶剂挥发尽,擦干烧杯外壁,置于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘箱中干燥 0.5 h。移入干燥器内冷却 0.5 h,称量。

注:整个洗脱操作过程应在通风橱内进行。

5.1.5 结果计算

5.1.5.1 脂肪酰二乙醇胺中甲酯含量以质量分数表示,按式(1)计算:

$$X = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——甲酯含量,%;

m_1 ——第一洗脱液中的残余物的质量,单位为克(g);

m_0 ——进柱试样的质量,单位为克(g)。

以平行测定结果的平均值并表示至一位小数作为结果,平行试验结果之差应不大于 0.08%。

5.1.5.2 脂肪酰二乙醇胺活性物[以 $\text{RCON}(\text{C}_2\text{H}_4\text{OH})_2$ 计]以质量分数表示,按式(2)计算:

$$X = \frac{m_2}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

X ——活性物含量,%;

m_2 ——第二脱液中的残余物的质量,单位为克(g);

m_0 ——进柱试样的质量,单位为克(g)。

以平行测定结果的平均值并表示至一位小数作为结果,平行试验结果之差应不大于 1.0%。

5.2 胺值

5.2.1 原理

在规定条件下,滴定 1 g 样品中的胺所消耗的盐酸相当的氢氧化钾的毫克数(mg/g),称为胺值。

5.2.2 试剂

- a) 盐酸,0.1 mol/L 标准溶液;
- b) 95%乙醇,用碱液中和至对溴酚蓝呈中性;
- c) 溴酚蓝,10 g/L 95%乙醇溶液。

5.2.3 仪器

普通实验室仪器和以下各项。

- a) 锥形瓶,150 mL;

- b) 量筒, 50 mL;
- c) 具塞滴定管, 10 mL;
- d) 热水浴, 40 ℃。

5.2.4 试验程序

称取试样(1:1 型样品约 1 g, 1:1.5 型样品约 0.5 g~1 g, 1:2 型样品约 0.2 g~0.5 g)精确至 0.000 1 g, 置于 150 mL 锥型瓶中, 加入 50 mL 95% 中性乙醇溶解样品(需要时可放在热水浴中加热使试样完全溶解), 加入 3 滴溴酚蓝指示剂, 用 0.1 mol/L 盐酸标准溶液滴定至溶液由蓝色变成黄绿色, 并保持 30 s 不褪色即为终点。

5.2.5 结果计算

脂肪酰二乙醇胺值按式(3)计算:

$$X = \frac{c \times V \times 56.1}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- X ——脂肪酰二乙醇胺值(以 KOH 计), 单位为毫克每克(mg/g);
- c ——盐酸标准溶液浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);
- V ——滴定耗用盐酸标准溶液体积, 单位为毫升(mL);
- 56.1 ——氢氧化钾摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol);
- m ——试样质量, 单位为克(g)。

以平行测定结果的平均值并表示至个位作为结果, 平行试验结果之差应不大于 0.5 mg/g。

5.3 水分含量

按 GB/T 11275 的规定进行。

5.4 色泽

试样色泽在波长为 455 nm 下用分光光度计测定, 测定按 GB/T 9104—2008 第 7 章规定进行。

5.5 pH 值

按 GB/T 6368 的规定测定试样 10 g/L 10%(体积分数)乙醇溶液的 pH 值, 所用 10% 乙醇溶液用 95% 中性乙醇配制。

5.6 甘油含量

按 GB/T 22328 的规定进行。

6 B 型产品试验方法

6.1 活性物含量

活性物含量的测定采用化学扣减法, 按式(4)计算:

$$X_1 = 100 - X_2 - X_3 - X_4 - X_5 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- X_1 ——活性物含量, %;
- X_2 ——石油醚溶解物含量, %, 由 6.2 算得;

- X_3 ——甘油含量,%,由 6.3 算得;
 X_4 ——游离二乙醇胺含量,%,由 6.5 算得;
 X_5 ——水分含量,%,由 6.6 算得。

6.2 石油醚溶解物含量

按 GB/T 11989 的规定进行。

6.3 甘油含量

同 5.6。

6.4 胺值

同 5.2。

6.5 游离二乙醇胺含量

6.5.1 试验方法

同 5.2。

6.5.2 结果计算

游离二乙醇胺的含量以质量分数表示,按式(5)计算:

$$X = \frac{c \times V \times 10^{-3}}{m} \times 105 \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- X ——游离二乙醇胺的含量,%;
 c ——盐酸标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
 V ——滴定消耗的盐酸标准溶液体积,单位为毫升(mL);
105 ——二乙醇胺的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);
 m ——试样质量,单位为克(g);

以平行测定结果的平均值并表示至一位小数作为结果,平行试验结果之差应不大于 0.5%。

6.6 水分含量

同 5.3。

6.7 色泽

同 5.4。

6.8 pH 值

同 5.5。

7 检验规则

7.1 出厂检验

本标准第 4 章技术要求中规定的各项指标,均为出厂检验指标。

7.2 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:生产厂商名称、产品名称、商标、采用标准编号、产品类型、产品等级、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。

7.2.2 抽样

按表 3 中批量大小确定样本大小,从批中随机抽取桶样本。

表 3 产品批量和样本大小 单位为桶

批量	<15	15~50	51~150	>150
样本大小	2	3	5	8

用玻璃取样管徐徐插至桶底,使玻璃取样管充满样品,盖紧吸管上口,取出,将样品放入混样瓶内,从每桶内取出相近量样品使总量约 3 kg,充分混匀,分装于三个洁净干燥的具盖容器中,加盖密封,贴上标签并注明:样品名称、类型、等级、批号、生产单位、取样日期和取样人。样品由交收双方各执一份进行检验,第三份由交货方保管以备仲裁使用,保管期为一个月。

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,可重新取两倍样本,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。

7.4 仲裁

交收双方因检验结果不同,如不能协商一致时,可商请仲裁检验,以仲裁结果为最终依据。

8 标志、包装、运输、贮存和保质期

8.1 标志

产品的包装容器印刷的标志(图案及文字)应清晰、不脱色,并标明:

- a) 产品名称、商标、等级、型号、采用标准编号;
- b) 生产日期或产品批号;
- c) 净含量和毛重;
- d) 生产企业名称、地址和联系电话等。

8.2 包装

采用不影响产品质量的专用清洁容器包装。

8.3 运输

运输过程中应加遮盖物,防止日晒、雨淋、受潮,轻装轻卸,避免包装破损。

8.4 贮存

产品应贮存在干燥、洁净的场所内,盖口须朝上。露天存放时,应加遮盖物以防晒、防雨、防潮、防止包装破损。

8.5 保质期

产品在规定贮运条件下,自包装之日起保质期为两年。