

ICS 71. 100. 40
G 71
备案号:34548—2012

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4232—2011

油酸酰胺

Oleamide

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会化学助剂分技术委员会(SAC/TC35/SC12)归口。

本标准负责起草单位：江西威科油脂化学有限公司、江西永友化工助剂有限公司、江西智联塑化科技有限公司。

本标准主要起草人：吴贵岚、朱冬秀、涂世忠、王文、张春梅。

油酸酰胺

1 范围

本标准规定了油酸酰胺的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以动植物油酸、液氨为主要原料,经合成和提纯等工序制成的油酸酰胺。

分子式: $C_{18}H_{35}NO$

化学式: $CH_3(CH_2)_7CH=CH(CH_2)_7CONH_2$

相对分子质量:281.48(按2007年国际相对原子质量)

CASRN:301-02-0

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 191—2008 包装储运图示标志
- GB/T 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 605—2006 化学试剂 色度测定通用方法
- GB/T 617—2006 化学试剂 熔点范围测定通用方法
- GB/T 5530—2005 动植物油脂 酸值和酸度测定
- GB/T 5532—2008 动植物油脂 碘值的测定
- GB/T 6284—2006 化工产品中水分测定的通用方法 干燥减量法
- GB/T 6679—2003 固体化工产品采样通则
- GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 9722—2006 化学试剂 气相色谱法通则

3 要求

油酸酰胺的技术要求和相应的试验方法应符合表1的规定。

表 1 油酸酰胺的技术要求和相应的试验方法

项 目		指 标	试验方法
(1)外观		淡黄色或白色,粉状或粒状	本标准 4.2
(2)色度(铂-钴 Hazen)	≤	400	本标准 4.3
(3)酸值/(mg KOH/g)	≤	0.80	本标准 4.4
(4)熔程/℃		71~76	本标准 4.5
(5)碘值范围/(g I ₂ /100g)		80~95	本标准 4.6
(6)水分/%	≤	0.05	本标准 4.7
(7)C _{18:1} 酰胺含量(GC)/%	≥	66.0	本标准 4.8
(8)C _{18:2} 酰胺含量(GC)/%	≤	15.0	本标准 4.8
(9)有效组分含量/%		95.0	本标准 4.8
(10)机械杂质 ^a /(个/10g)	φ 0.10 mm~0.20 mm	≤ 8	本标准 4.9
	φ >0.20 mm	≤ 0	本标准 4.9
^a 为根据用户要求的检验项目。			

4 试验方法

4.1 一般规定

除非另有说明,分析中所用标准溶液、制剂及制品,均按 GB/T 601 2002、GB/T 603 2002 规定制备,分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 2008 中规定的三级水。

检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中 4.3.3 修约值比较法进行。

4.2 外观的测定

称取试样(30±5) g 放在 30 cm×30 cm 的白色滤纸上,然后轻轻平摊成约 20 cm×20 cm 的面积,在自然光下目测试样的颜色和形状。

4.3 色度的测定

将试样装入比色管中,放入已恒温至 85℃~90℃的水浴中熔化至刻度后,趁热按 GB/T 605—2006 的规定进行测定。

4.4 酸值的测定

按 GB/T 5530—2005 中 4 热乙醇测定法的规定进行测定。其中称样量约为 2 g(精确至 0.000 1 g)。取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,计算结果表示到小数点后两位。两次平行测定结果的差值不得大于 0.06 mgKOH/g。

4.5 熔程的测定

按 GB/T 617—2006 中 4.2 仪器法的规定进行测定。读取试样的初熔点和终熔点。取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,计算结果表示到小数点后一位。两次平行测定结果的差值不得大于 0.5℃。

4.6 碘值的测定

按 GB/T 5532—2008 中的规定进行测定。其中称样量约为 0.2 g(精确至 0.000 1 g)。取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,计算结果表示到小数点后两位。两次平行测定结果的差值不得大于 0.6 g I₂/100 g。

4.7 水分的测定

按 GB/T 6284—2006 的规定进行测定。其中称样量约为 5 g(精确至 0.000 1 g)。取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,计算结果表示到小数点后两位。两次平行测定结果的差值不得大于 0.005 %。

4.8 C_{18:1}酰胺、C_{18:2}酰胺含量及有效组分的测定

4.8.1 试剂

无水乙醇[64-17-5]:色谱纯。

4.8.2 仪器

4.8.2.1 气相色谱仪:仪器灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722—2006 的规定。

4.8.2.2 色谱柱:毛细管色谱柱,(88 %氰丙基)芳基聚硅氧烷、长 30 m、内径 0.25 mm、膜厚 0.20 μm。如选择其他规格色谱柱时,应确保分离度,防止存在“隐蔽峰”或分离不完全,尤其应确保 C_{18:0}酰胺、C_{18:1}酰胺、C_{18:2}酰胺的有效分离。

4.8.2.3 色谱数据处理机或色谱工作站。

4.8.2.4 进样器:1 μL 微量注射器。

4.8.2.5 具塞玻璃试管:20 mL。

4.8.3 色谱操作条件

色谱操作条件如表 2 规定。

表 2 色谱操作条件

进样口温度/℃	240~280
检测器温度/℃	240~280
燃气(氢气)流量/(mL/min)	20~30
助燃气(空气)流量/(mL/min)	500
载气(氮气)流量/(mL/min)	30~40
分流比	(5~10):1
进样体积/μL	0.6
运行时间/min	30
注:可根据仪器的不同,筛选更适合的操作条件。	

4.8.4 操作步骤

4.8.4.1 试样的制备

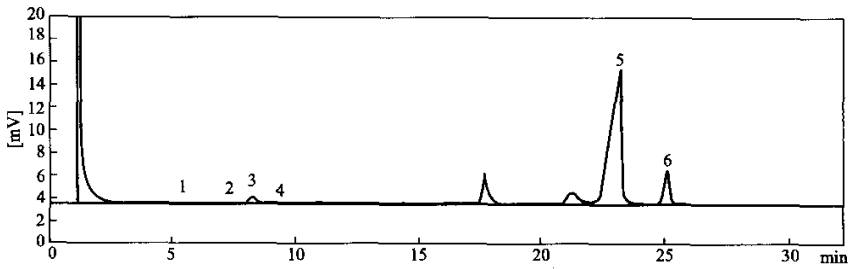
将 0.5 g 的油酸酰胺样品加入到 20 mL 具塞玻璃试管中,加入无水乙醇 15 mL,在热水浴中使样品完全溶解。

4.8.4.2 样品测定

按照色谱操作条件调整仪器,基线稳定后,用微量注射器吸取制备好的试样快速注入气相色谱仪。按面积归一法进行结果计算,计算结果直接由色谱数据处理机或色谱工作站给出。

4.8.4.3 典型色谱图

油酸酰胺的气相色谱图如图 1 所示。



组分识别:

- 1——杂质 A($C_{16:0}$ 脂);
- 2——杂质 B($C_{16:1}$ 脂);
- 3——杂质 C($C_{18:0}$ 脂);
- 4——杂质 D($C_{18:1}$ 脂);
- 5—— $C_{18:1}$ 酰胺;
- 6—— $C_{18:2}$ 酰胺。

图 1 油酸酰胺在毛细管柱上的典型色谱图

4.8.5 结果计算

4.8.5.1 $C_{18:1}$ 酰胺和 $C_{18:2}$ 酰胺含量的计算

$C_{18:1}$ 酰胺和 $C_{18:2}$ 酰胺的含量以质量分数 w_i 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100 \quad (1)$$

式中:

A_i ——试样中被测组分的峰面积;

$\sum A_i$ ——除溶剂峰之外各组分峰面积数值之和(如果乙醇中有杂质,其杂质峰的峰面积应除外)。

4.8.5.2 有效组分的计算

有效组分以质量分数 X_1 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$X_1 = 100 - F - W - A' - B' - C' - D' \quad (2)$$

式中:

F ——游离脂肪酸的质量分数(注:游离脂肪酸以油酸计, $F=0.503 \times \text{酸值}$);

W ——水分的质量分数;

A' ——杂质 A 的质量分数[由式(1)计算];

B' ——杂质 B 的质量分数[由式(1)计算];

C' ——杂质 C 的质量分数[由式(1)计算];

D' ——杂质 D 的质量分数[由式(1)计算]。

4.8.6 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值,计算结果表示到小数点后一位。两次平行测定结果的差值不得大于 0.3%。

4.9 机械杂质的测定

4.9.1 试剂及材料

4.9.1.1 乙醇 95%[64-17-5]。

4.9.1.2 滤纸:快速。

4.9.2 仪器

4.9.2.1 三角烧瓶。

4.9.2.2 刻度放大镜:5~10 倍。

4.9.3 测定步骤

称取试样 10 g(精确至 0.1 g)置于三角瓶中,加入 100 mL 乙醇,加热待试样全部溶解后,用快速滤纸过滤全部溶液,用放大镜仔细观察、数清留在滤纸上的杂质的大小和数量。

5 检验规则

5.1 检验分类

本标准表 1 中规定的第(1)~第(9)项为出厂检验项目,第(10)项为根据用户需求的检验项目。

5.2 出厂检验

本产品应由生产厂的质量检验部门按本标准检验合格后方可出厂,并应附有一定格式的质量证明书,其内容包括:产品名称、生产厂名、批号、生产日期、本标准编号、检验结论等。

5.3 组批规则

本产品以同等质量的均匀产品为一批。

5.4 采样

以批为单位按 GB/T 6679 的规定采样。取样量不少于 600 g,分装于两个清洁干燥的磨口瓶(塑料袋)中,密封。瓶(袋)上粘贴标签,注明:产品名称、批号、采样日期、采样人等,一瓶(袋)供检验部门检验,另一瓶(袋)保存备查。

5.5 复检

出厂检验结果中如有一项指标不符合本标准要求时,应重新从同批产品两倍量的包装件中采样进行复检,复检结果中即使只有一项指标不符合本标准要求时,则判该批产品为不合格品。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

本产品外包装上应有清晰、牢固的标志,内容包括:产品名称、商标、本标准编号、批号、生产厂名称、净含量、厂址、生产日期、并按 GB/T 191—2000 的规定,标明“禁用手钩”、“怕雨、怕晒”标志。

6.2 包装

本产品内包装用聚乙烯薄膜袋,外包装用纸塑复合袋或纸桶或纸箱进行封口包装,每袋或箱净含量 25 kg 或 20 kg。包装要求避光、防湿、密封。也可以根据用户要求采用其他包装形式。

6.3 运输

本产品运输时应防雨、防晒,搬运时轻装轻卸,防止撞击。

6.4 贮存

本产品应贮存于清洁、通风、阴凉、干燥的仓库内,避免阳光直射。袋与墙的距离应大于 0.5 m,并需下垫垫层防止受潮,远离火源。

本产品符合本标准规定的运输、贮存条件下,自生产之日起贮存期为六个月。

中 华 人 民 共 和 国

化 工 行 业 标 准

油 酸 酰 胺

HG/T 4232—2011

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)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{1}{2}$ 字数11千字

2012年3月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1001

购书咨询:010-64518888

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:10.00元

版权所有 违者必究