



珠海索尔维精细化工有限公司企业标准

Q/440404 SZH002-2020

企业标准信息公共服务平台
公开
2021年01月12日 14点45分

季铵盐阳离子表面活性剂
烷基三甲基氯化铵及
烷基三甲基硫酸甲酯铵

企业标准信息公共服务平台
公开
2021年01月12日 14点45分

2020-12-01 发布

2020-12-30 实施

珠海索尔维精细化工有限公司 发布



前 言

本标准按照 GB/T1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》的规定起草。

本标准是季铵盐阳离子表面活性剂-单烷基三甲基氯化铵及单烷基三甲基硫酸甲酯铵的企业标准，其主要技术指标参照索尔维公司企业标准制定。

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。

本标准由珠海索尔维精细化工有限公司提出。

本标准由珠海索尔维精细化工有限公司技术部负责起草并归口。

本标准主要起草人：钱文钟、余翔。

本标准自 2020 年 12 月首次发布。

企业标准信息公共服务平台
公开
2021年01月12日 14点45分



季铵盐阳离子表面活性剂

烷基三甲基氯化铵及烷基三甲基硫酸甲酯铵

1 范围

本标准规定了阳离子表面活性剂-单烷基三甲基氯化铵及单烷基三甲基硫酸甲酯铵的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以脂肪叔胺与一氯甲烷或硫酸二甲酯为原料合成的季铵盐，产品广泛应用于日化助剂、纺织助剂以及石油化工等行业。

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，仅所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 3143-1982	液体化学产品颜色测定方法（Hazen 单位-铂-钴色号）
GB/T 5174-2018	表面活性剂 洗涤剂 阳离子活性物含量的测定 直接两相滴定法
GB/T 6368-2008	表面活性剂 水溶液 pH 值的测定 电位法
GB/T 6365-2006	表面活性剂 游离碱度或游离酸度的测定 滴定法
GB/T 6678-2003	化工产品采样总则
ISO 4630-1: 2004	透明液体—用 Gardner 色标评定色度-第一部分-视觉法

3 产品分类

根据产品特性，我司季铵盐阳离子表面活性剂可分为十六烷基三甲基氯化铵、十八烷基三甲基氯化铵、C20-22-烷基三甲基氯化铵和硫酸甲基-N,N,N-三甲基-1-二十二烷胺酯三大类。

4 技术要求

4.1 硫酸甲基-N,N,N-三甲基-1-二十二烷胺酯技术要求应符合表1的规定。

表1

产品牌号 项目	FENTACARE BTMS 25EF MB	FENTACARE BTMS 25EF	FENTACARE 2231MS I 90
外观 (25℃)	白色至浅黄色固体	白色至浅黄色固体	白色至微黄色蜡状固体
活性物, %	0.46 - 0.53 (meq/g)	0.46 - 0.53 (meq/g)	78 - 82
PH 值 (25℃)	6.0~7.0(1% 水溶液)	6.0~8.0(1% 1: 1 异丙醇水溶液, 35℃)	7.0~9.0 (1% 1: 1 异丙醇水溶液)
游离胺, %	≤0.06 (meq/g)	≤0.06 (meq/g)	≤1.2
甲醇, %	≤0.1	≤0.1	--
水份, %	--	--	≤3.0
碳链分布, %	C16: 58 - 62 C18: 38 - 42	C16: 58 - 62 C18: 38 - 42	--



3 十八烷基三甲基氯化铵技术要求应符合表 2 的规定。

表 2

项目	FENTACARE 1831 30	FENTACARE 1831 70
外观 (25℃)	白色至浅黄色液体	白色至微黄色膏体
色泽, Gardner	≤2.0	--
活性物, %	27.0 ~ 30.0	68 ~ 72
PH 值	5.0~7.0	5.0~9.0
游离胺, %	--	≤2.0
水份, %	70.0 ~ 73.0	--
灰分, %	≤0.50	--

4.3 十六烷基三甲基氯化铵产品技术要求应符合表 3 的规定。

表 3

项目	FENTACARE 1631 30	FENTACARE 1631 37.5	FENTACARE 1631 70	FENTACARE 1631 25MB
外观 (25℃)	无色或浅黄色液体	清澈无外来杂质	白色至微黄色膏体	无色至浅黄色液体
色泽, Hazen	≤100	≤125	--	≤125
活性物, %	28.0 ~ 30.0	35 ~ 40	68.0±72.0	0.732 ~ 0.81 (meq/g)
PH 值	6 ~ 8 (10% 水溶液)	5 ~ 7(25% 水溶液)	5 ~ 9(1% 水溶液)	5.0 ~ 6.5(25% 水溶液)
游离胺, %	≤1.0	≤1.0	≤2.0	≤1.0
胺盐, %	≤1.0	--	--	≤
灰分, %	≤0.5	--	--	--
碳链分布, %	C14: ≤1.0 C16: ≥ 97.0 C18: ≤2.0	--	--	--
细菌总数, TPC	--	--	--	≤1
残余氯甲烷, ppm	--	--	--	≤100
氯含量, meq/g	--	--	--	0.73 ~ 0.83
酸值, mgKOH/g	--	--	--	≤1.0
水份, %	--	--	--	74 ~ 76

4.4 C20-22-烷基三甲基氯化铵产品技术要求应符合表 4 的规定。



表 4

产品牌号	FENTACARE 2231 EF	FENTACARE BTMAC I 80
项目		
外观 (25℃)	白色至浅黄色片状固体	白色至微黄色蜡状颗粒
活性物, %	1.925 ~ 2.075 (meq/g)	78 ~ 84
PH 值	5.0~7.5(5% 1: 1 异丙醇水溶液)	5.3~9.5(1% 1: 1 乙醇水溶液)
胺值, mgKOH/g	≤2.0	--
水分, %	≤3.0	≤3.0
异丙醇, %	16 ~ 19	--
残余氯甲烷, ppm	--	≤30
游离胺, %	--	≤1.2

5 试验方法

5.1 外观的测定

目测盛于玻璃样品瓶中样品所呈现的颜色和状态。

5.2 活性物含量的测定

参照 GB/T 5174-2018《表面活性剂 洗涤剂 阳离子活性物含量的测定 直接两相滴定法》。

5.2.1 试剂

- 三氯甲烷, 分析纯。
- 1: 1 乙醇水溶液 (V/V)。
- 硫酸: 245g/L 及 1 mol/L。
- 1 mol/L NaOH 溶液。
- 10g/L 酚酞乙醇溶液。
- 酸性蓝 VN-150(又称二硫化蓝)。
- 溴化迪米瓮:

称取 0.5+/-0.005g 溴化底米瓮(准确至 0.001g)于 50ml 烧杯中, 将 0.25g+/-0.005gVN150 称入另一只 50ml 烧杯中, 分别加入 20~30ml10%热乙醇, 搅拌溶解, 将两溶液都转移至一只 250ml 容量瓶中, 用 10%热乙醇稀释至刻度, 该溶液可稳定六个月。

h) 酸性指示剂: 准确吸取 20ml 指示剂原液于 500ml 容量瓶中, 加 200ml 水, 20ml 245g/L 硫酸, 用水稀释至刻度, 充分混和, 避光保存, 可使用两个月。

i) 0.004 mol/L 十二烷基硫酸钠标准溶液:

- 将已知准确含量的十二烷基硫酸钠于 105℃烘箱中干燥 3 小时后, 置于干燥器中冷却备用;
- 准确称取 1.15-1.16g 十二烷基硫酸钠, (准至 0.1mg)溶解于 200ml 水中, 定量转移到 1000ml 容量瓶内, 用水稀至刻度。溶液浓度 C 以(mol/L)表示, 按下式计算:

$$C = m \times P / 288.4 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m---月桂基硫酸钠的质量, g;

P---月桂基硫酸钠的纯度, %;



288.4---十二烷基硫酸钠的分子量。

5.2.2 仪器

- 分析天平，精度至 0.1mg。
- 100ml 具塞量筒。
- 25ml 滴定管。
- 250ml、100ml 容量瓶。
- 100ml 烧杯。
- 磁力搅拌器。

5.2.3 试验步骤

- 称取试样约 1.25g/2.00g (称准到 0.1mg)，按照表 5 要求选择水或 1:1 乙醇与水(v/v)溶解，以能配成均相溶液为准，将样品溶解后，定量转移到表 5 要求的容量瓶中，稀释至刻度，混匀备用。

表 5

产品名	称样量, g	定容体积	溶剂
1631-37.5	1.2~1.4	250ml	纯水
1631-70	0.6~0.8	250ml	纯水
1831-70	0.6~0.8	250ml	纯水
2231EF	0.7~0.8	100ml	异丙醇
2231MS I90	0.7~0.8	100ml	1:1 异丙醇/水

- 用移液管吸取 20mL 0.004 mol/L 十二烷基硫酸钠标准溶液至具塞量筒中，加 15ml 三氯甲烷和 10ml 酸性混合指示剂溶液，以及 10ml 去离子水。
- 在经润洗过的滴定管中注满试样溶液，滴定十二烷基硫酸钠溶液，每次加入测试样溶液后，塞上塞子，充分振摇，静置分层，下层应呈粉红色，当接近滴定终点时，振摇而形成的乳状液易破乳，然后逐滴滴定，充分振摇，当三氯甲烷层的粉红色完全褪去，变成淡蓝色时，即达到终点。记录滴定所耗用相应试样溶液的体积数，耗用的试样溶液的体积数不宜少于 10ml，当小于 10ml，则应调整相应的试样量后重新滴定分析。

5.2.4 计算

活性物的含量按下式计算：

$$\text{活性物 (\%)} = \frac{20 \times C \times M \times 250}{10 \times m \times V} \dots\dots\dots (2)$$

$$\text{活性物 (Meq/g)} = \frac{20 \times C \times 250}{m \times V} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

C—月桂基硫酸钠的摩尔浓度，mol/L；

M—阳离子表面活性剂的摩尔质量，g/mol；

m—试样的质量，g；

V—试样溶液耗用的体积数，mL；

250—样品溶剂定容的体积数，如果定容至 100ml，则以 100 替换该值。



5.3 游离胺和胺盐的测定:

5.3.1 试剂

- a) 0.1mol/L 氢氧化钠标准溶液。
- b) 0.1 mol/L 盐酸标准溶液。
- c) 异丙醇, 分析纯。

5.3.2 仪器

- a) 848 型自动电位滴定仪;
- b) 分析天平, 精度 0.1mg;

5.3.3 试验步骤

a) 游离胺的测定

称取样品 10.00g, 记为 W1, 加 70ml 异丙醇, 加入转子搅拌均匀 (可适当加热), 用盐酸标准溶液在自动滴定仪上采用酸碱滴定的方法, 滴定至终点, 滴定的拐点应该在 pH 4~5, 记录滴定量 V1。

b) 胺盐的测定

称取样品 10.00g, 记为 W2, 加 70ml 异丙醇, 加入转子搅拌均匀 (可适当加热), 用氢氧化钠标准溶液在自动滴定仪上采用酸碱滴定的方法, 滴定至终点, 滴定的拐点应该在 pH 9~10, 记录滴定量 V2。

c) 计算:

胺盐 X₁ 按式 (1) 计算, 游离胺 X₂ 按式 (2) 计算。

$$\text{游离胺 (\%)} = \frac{C_1 \times V_1 \times M}{10W} \dots\dots\dots (4)$$

$$\text{胺值 (mg KOH/g)} = \frac{C_1 \times V_1 \times 56.1}{W_1} \dots\dots\dots (5)$$

$$\text{胺的盐酸盐 (\%)} = \frac{C_2 \times V_2 \times (M+36.5)}{10 \times W_2} \dots\dots\dots (6)$$

$$\text{胺的硫酸盐 (\%)} = \frac{C_2 \times V_2 \times (M+111)}{10 \times W_2} \dots\dots\dots (7)$$

式中:

- C₁—0.1mol/L 盐酸标准溶液浓度, mol/L;
- V₁—盐酸标准溶液耗用的体积数, ml;
- M—胺的摩尔质量, g/mol;
- W₁—样品的质量, g
- C₂—0.1mol/L 氢氧化钠标准溶液浓度, mol/L
- V₂—氢氧化钠标准溶液耗用的体积数 ml
- W₂—样品的质量, g。

5.4 pH 值的测定



按 GB/T 6368-2008 中的规定将试样配成需要的浓度进行测试。

5.5 色泽的测定

5.5.1 Garner 色泽的测定

按 ISO 4630-1:2004 《透明液体—用 Gardner 色标评定色度—第一部分—视觉法》方法测定。

5.5.2 Hazen 色泽的测定

按 GB/T 3143-1982 《液体化学产品颜色测定方法 (Hazen 单位—铂—钴色号)》方法测定。

5.6 水份的测定

5.6.1 试剂

- a) 卡尔费休试剂
- b) 无水甲醇

5.6.2 仪器

Karl-Fischer 水份自动测定仪

5.6.3 实验步骤

5.6.3.1 Karl-Fischer 试剂的标定

该试剂必须每星期标定一次,如果环境湿度较高,必须每天标定。

- a) 在滴定瓶中加入 20ml 甲醇,用 Karl-Fischer 试剂滴定至终点。
- b) 加入 0.0500g 水,用 Karl-Fischer 试剂滴定至终点,记录其滴定度。

5.6.3.2 选择溶剂

甲醇是作为溶解样品的溶剂,如果异丙醇或氯仿可增加样品溶解度,也可适量加些。

5.6.3.3 样品测定步骤

- a) 在滴定瓶中加入相应的溶剂(甲醇),开始滴定至终点。
- b) 在滴定瓶中加入一定量样品,滴定至终点。

5.6.4 计算

含水量, % = $V \times \text{Titer} / (10 \times W)$ (9)

式中:

V—滴定使用的 KF 试剂体积, ml;

Titer—KF 试剂的滴定度, mg/ml;

W—称样量, g。

5.7 酸值的测定

5.7.1 试剂

- a) 无水乙醇,分析纯;
- b) 酚酞指示剂(0.5%乙醇溶液);
- c) 0.1mol/L 氢氧化钠标准溶液。

5.7.2 仪器设备

- a) 自动测定仪或 50 毫升碱式滴定管;
- b) 分析天平;
- c) 250mL 三角烧瓶。

5.7.3 测试步骤

5.7.3.1 空白测试

量取 50mL 无水乙醇倒入 250mL 三角瓶中,加入 3 滴酚酞指示剂,在自动电位滴定仪上或用滴定管内的 0.1mol/L 氢氧化钠标准溶液滴定,溶液 pH 为 9~10 时呈粉红色,此时为终点。

5.7.3.2 样品测试



量取 50mL 无水乙醇倒入 250mL 三角瓶中，称取 10 克左右样品（精确到 0.01g）加入，搅拌溶解，在自动电位滴定仪上，用 0.1 mol/L 氢氧化钠标准溶液以 1.0mL/min 的速度滴定，溶液必须混和均匀，记录终点时的体积；或用滴定管滴定到溶液略显红色即为终点。

5.7.3.3 计算

$$\text{酸值, mgKOH/g,} = \frac{(V_1 - V_2) \times N \times 56.1}{W} \dots\dots\dots (10)$$

式中：

- V1---样品消耗的氢氧化钠标准溶液体积，mL；
- V2---空白消耗的氢氧化钠标准溶液体积，mL；
- N-----氢氧化钠标准溶液浓度；
- W----样品重量 g。

5.8 氯含量的测定(电位法)

5.8.1 试剂

- a) 去离子水；
- b) 0.1mol/L 硝酸银标准溶液；
- c) 硝酸：10%(W/W)。

5.8.2 仪器设备

- a) 自动滴定仪：Metrohm848 Plus 滴定仪；
- b) 复合银电极；Metrohm 6.0430.100；
- c) 分析天平；精确至 0.0001g；
- d) 150ml 烧杯。

5.8.3 测试步骤

5.8.3.1 按氯化物含量的不同（如表 6），在 150ml 烧杯中称一定量的样品（精确至 0.0001），加入 90ml 去离子水，搅拌溶解。

表 6

估计氯化物的含量, %	样品量, g
>10.0	0.5
6.0-10.0	1.0
3.0-6.0	2.0
1.5-3.0	5.0
<1.5	10.0

5.8.3.2 装上复合银电极，选择 Method/AgNO₃-NaCl 方法。

5.8.3.3 依次点击 Menu/Manual control/ Measure /U. 滴加几滴硝酸溶液将电位由负数到正数。（也可使用 pH 计滴加硝酸溶液将 pH 调节至 3~4）。

5.8.3.4 用 0.1 mol/L 硝酸银标准溶液滴定至反应终点（最大的突越点）。

5.8.3.5 同时作空白测定。

5.8.4 计算

$$\text{氯化物, \%} = \frac{(V - V_0) \times N \times M_w}{10W} \dots\dots\dots (11)$$

$$\text{氯化物, meg/g} = \frac{N \times (V - V_0)}{\dots\dots\dots} \dots\dots\dots (12)$$



W

式中:

M_w——分子量,氯化钠 58.4, 氯化铵 53.4;

W——样品重量, g ;

V——滴定样品消耗的硝酸银标准溶液体积, ml;

V₀——滴定空白消耗的硝酸银标准溶液体积, ml;

N——硝酸银标准溶液浓度, mol/L。

5.9 灰分的测定

5.9.1 试剂

浓硫酸, AR

5.9.2 仪器设备

- a) 马弗炉;
- b) 本生灯或加热板;
- c) 坩埚;
- d) 电子分析天平。

5.9.3 测试步骤

5.9.3.1 接通马弗炉电源, 设置温度在 650~900℃, 在坩埚上标上记号并置于炉中至少 30 分钟, 然后让其冷却, 将其取出放于干燥器中冷至室温。精确称量上述坩埚的重量 W₁。

5.9.3.2 加入样品再称量样品重量 W_{SP} (样品量依赖灰分含量多少估算, 一般为 10.000g 左右)。

5.9.3.3 把坩埚置于通风橱内, 放在三角架上用本生灯加热直到样品燃烧再移去灯, 当样品停止燃烧时再点燃一次, 重复直到残留物像碳灰。

5.9.3.4 如果是液体样本, 应调节加热板的温度, 使加热过程缓慢, 保持样本微沸状态, 防止样品溢出坩埚, 直到大量泡沫消失, 再调高加热板温度, 使样本完全炭化, 在坩埚内无烟冒出时, 将其冷却, 滴加 2.0ml 浓硫酸, 使碳化物润湿, 在加热板上继续加热直至无白烟冒出。

5.9.3.5 置坩埚于 850℃±25(烷基糖苷)的马弗炉中 1 小时, 然后取出放于干燥器中冷至室温。称量坩埚 W₂, 精确到 0.0001g。

5.9.4 计算

$$\text{灰分, \%} = \frac{W_2 - W_1}{W_{SP}} \times 100 \dots\dots\dots (12)$$

式中:

W₂——加样灼烧, 冷至室温后坩埚重量;W₁——空坩埚灼烧, 冷至室温后重量;W_{SP}——样品重量。

5.10 残余氯甲烷的测定 (顶空气相法)

5.10.1 试剂

- a) 无水乙醇, AR
- b) 高纯度氯甲烷

5.10.2 仪器设备

- a) 顶空气相色谱仪, 带火焰离子化检测器和自动进样器。
- b) 色谱柱: DB-1 100%二甲基聚硅氧烷毛细管柱, 30m×0.32mm×5.0μm。



- c) 分析天平:精确至 0.0001g。
- d) 100ml、10ml 容量瓶容量瓶。

5.10.3 参考色谱条件

- a) 初始温度: 30℃
- b) 进样温度: 200℃
- c) 检测器温度: 320℃
- d) 载气压力: 20psi
- e) 进样量: 0.04min
- f) 柱温: 30℃保留一分钟, 20℃/min 升温至 65℃保留 5min

5.10.5 标准曲线的绘制

5.10.5.1 标准储备液的制备: 称取 2.5000g±0.0020g 高纯度氯甲烷至 100ml 容量瓶中, 加入乙醇至约 80.0000g(精确至 0.0001g),

5.10.5.2 取 3 个 100ml 容量瓶, 分别称取 0.4000g、0.8000g、1.6000g 上述储备液, 并用乙醇稀释至 80.0000g, 制得浓度为 150ppm、300ppm、600ppm 的标准溶液, 密封完好放冰箱冷冻室内储存, 有效期为 3 天。

5.10.5.3 在 5.6.3 的条件下, 分别将标准溶液分别进样, 进行顶空-气相色谱分析, 以标准溶液浓度为横坐标, 峰面积为纵坐标, 绘制出标准曲线。

5.10.6 分析步骤

5.10.6.1 打开氮气、空气管道阀门, 打开氢气发生器。

5.10.6.2 顶空进样器启动后, 打开 GC-2010 电源, 启动工作站, 打开氯甲烷的分析方法, 各参数设定后, 仪器稳定后待测定样品。

5.10.6.3 在 10mL 容量瓶中称取样品 2.5000g±0.0020g, 用乙醇溶解并定容至刻度(可低于 45℃下适当水浴加热), 摇匀后移至 20mL 的顶空样品瓶中密封待用。

5.10.6.4 把样品瓶放入自动进样器上, 启动分析程序进行分析, 程序结束后自动显示报告。

5.10.7 计算

$$w = \frac{p \times v}{m} \dots\dots\dots (13)$$

式中:

- w——氯甲烷的含量, ug/g;
- p——从标准曲线中得到的氯甲烷的质量浓度, ug/mL;
- v——样品定容体积, mL;
- m——样品取样量, g

5.10.8 精密度和准确度

290ppm 标液测定 6 次, 相对偏差为 10.1%, 相对标准偏差为 3.3%。

164ppm 标液测定 6 次, 相对偏差为 13.6%, 相对标准偏差为 1.5%。

5.11 残余甲醇的测定

5.11.1 试剂

- a) 二甲基甲酰胺 (DMF) (>99%);
- b) 无水甲醇 (>99%);

5.11.2 仪器设备

- a) 气相色谱仪: 岛津 GC2010, 由化学工作站控制仪器;



- b) 色谱柱: DB-1, J&W Scientific, Inc, 30m×0.32mm(内径) ×5.0 mm (膜厚);
- c) 80℃恒温保持 15 min;
- d) 进样器温度 : 200℃;
- e) 压力: 15.6Psi;
- f) 分流比: 5: 1;
- g) 进样量: 1.0ul;
- h) 检测器: FID 检测器, 温度 250℃;
- i) 采样频率: 40msec;
- j) 顶空自动进样器方法: 炉温 60℃, 传输线 65℃, 取样针温 65℃, 定时 15min;
- k) 分析天平: 精度 0.0001g
- l) 顶空瓶及压盖器;
- m) 标准的实验室玻璃仪器

5.11.3 测试步骤

5.11.3.1 甲醇 DMF 标准溶液的准备

- a) 在一个干燥洁净的 150mL 容量瓶中准确地称取 0.05±0.0010g 无水甲醇。
- b) 再加入二甲基甲酰胺 (DMF) 至 100g, 配制成约 500ppm 的甲醇 DMF 标准溶液。
- c) 再次称取 1.00±0.0010g 500ppm 甲醇 DMF 标准溶液, 加入二甲基甲酰胺 (DMF) 至 25g, 配制成约 20ppm 的甲醇 DMF 标准溶液。

注: 甲醇标准溶液有效期为一个星期, 每次用完立刻用封口膜密封放置于冰箱上层保存

5.11.3.2 样品的准备与分析

- a) 在顶空瓶中称入二甲基甲酰胺 (DMF) 4g, 进样分析得到空白甲醇峰面积 S_0 。
- b) 在顶空瓶中称入 20ppm 甲醇 DMF 标准溶液 4g, 进样分析得到甲醇峰面积记为 S_1 。
- c) 顶空瓶中称入样品 2g, 再称入二甲基甲酰胺 (DMF) 2g, 待样品溶解均匀后进样, 得到甲醇峰面积记为 S_2 。必要时可短时间加热 (不超过 1 分钟), 加热温度不超过 60℃。

5.11.4 计算

$$\text{甲醇 (ppm)} = 20 \times \frac{(S_2 - S_0)}{(S_1 - S_0)} \dots\dots\dots (14)$$

式中:

- 20 : 作为甲醇标液的浓度, 可根据产品实际规格进行调整, 最大不可超过产品规格上限的一半;
- S_2 : 样品溶液中甲醇的峰面积;
- S_0 : 空白甲醇峰面积;
- S_1 : 标液中甲醇的峰面积。

5.12 乙醇或异丙醇含量的测定

5.12.1 试剂

- a) 乙醇, 分析纯;
- b) 异丙醇, 分析纯;
- c) 正丙醇, 分析纯;
- d) 去离子。

5.12.2 仪器设备

- a) 气相色谱仪: 检测器 FID;
- b) 自动进样器。

5.12.3 色谱条件



- a) 色谱柱: DB-5 50m×0.32mm ×0.25μm;
- b) 柱温: 60℃保持 5 分钟, 然后以 15℃/min 速率加热到 280℃并保持 10 分钟;
- c) 注射温度: 250℃;
- d) 进样量: 0.2μl;
- e) 检测器温度: 300℃;
- f) 分流比: 50。

5.12.4 测试步骤

5.12.4.1 标准溶液配制

称取 0.5000g 乙醇或异丙醇标样和 0.5000g 正丙醇标样到 50ml 容量瓶中, 用纯水稀释至刻度并摇匀, 记录标准试剂的重量。

5.12.4.2 样品配制

- a) 向 50ml 容量瓶中称取与 0.5g 乙醇标样或异丙醇标样相当量的表面活性剂样品, 记录重量。
- b) 在此容量瓶中, 准确称入 0.5000g 正丙醇标样, 记录内标物的重量, 用纯水或乙醇稀释至刻度并摇匀。

5.12.4.3 样品分析

将上述标准溶液与试样溶液在 5.9.3 条件下进样测试 (乙醇出峰时间: 2.77 分, 异丙醇出峰时间: 2.99 分 正丙醇出峰时间: 3.20 分)。

5.12.5 计算

5.12.5.1 校正因子的计算

$$F(\text{乙醇校正因子}) = \frac{W_{\text{乙醇}} \times A_{\text{正丙醇}}}{W_{\text{正丙醇}} \times A_{\text{乙醇}}} \dots\dots\dots (15)$$

$$F(\text{异丙醇校正因子}) = \frac{W_{\text{异丙醇}} \times A_{\text{正丙醇}}}{W_{\text{正丙醇}} \times A_{\text{异丙醇}}} \dots\dots\dots (16)$$

式中:

- W_{乙醇} ---乙醇标样质量, g;
- A_{正丙醇} ----正丙醇峰面积;
- W_{正丙醇} ---正丙醇标样质量, g;
- A_{乙醇} ---乙醇峰面积;
- W_{异丙醇} ---异丙醇标样质量, g;
- A_{异丙醇} ----异丙醇峰面积。

5.12.5.2 乙醇或异丙醇含量计算

$$\text{乙醇或异丙醇含量, \%} = \frac{F \times V_{\text{样}} \times M_{\text{内}}}{M_{\text{样}} \times V_{\text{内}}} \dots\dots\dots (17)$$

式中:

- F ----校正因子;
- V_样 ----样品峰面积;
- M_内 ----内标物的质量, g;
- M_样 ----样品的质量, g;
- V_内 ----内标物峰面积。

5.12.6 准确度和精密度



两次测定的结果相对误差不超过 5%。

5.13 碳链分布的测定

5.13.1 试剂

氯仿，分析纯。

5.13.2 仪器设备

- a) 气相色谱仪；
- b) 色谱柱:J&W DB-5 或 OV101；
- c) 电子天平，准确至 0.01g。

5.13.3 色谱条件

- a) 进样器：280℃；
- b) 检测器：300℃；
- c) 进样量：1.0 ul；
- d) 载气压力：12psi；
- e) 柱温：从 120℃开始，以 7℃ /分钟速率升温到 300℃，保持 10 分钟。

5.13.4 测试步骤

5.13.4.1 组分定性

用标准醇或醚的样品在上述条件下进样，得到各组分的保留时间，以此来定性。

5.13.4.2 样品分析

准确称取 0.2~0.5g 样品于样品瓶中，用氯仿稀释成约 1%的浓度，加盖，密封后摇匀，按照上述操作条件进样 1.0 ul 分析。

5.13.5 计算

采用面积百分比方法进行定量：

$$X_i \text{ 每一个组分的含量, \%} = \frac{A_i}{\sum A_i} \dots\dots\dots (18)$$

对于脂肪醇样品，则其分子量 $M = X_i \times M_i$ ，

M_i 是脂肪醇的理论分子量，其中： $C_{10}OH=158$ ， $C_{12}OH=186$ ， $C_{14}OH=214$ ， $C_{16}OH=242$ ， $C_{18}OH=270$

$$\text{羟值, mgKOH/g} = \frac{56.1 \times 1000}{\text{分子量 } M} \dots\dots\dots (19)$$

5.14 细菌总数的测定

5.14.1 试剂

- a) 无菌蒸馏水；
- b) 艾格 LT100 肉汤；
- c) 艾格 LT100 琼脂；
- d) 沙式葡萄糖氯霉素琼脂培养基。

5.14.2 仪器设备

- a) 灭菌锅；
- b) 细菌培养箱；
- c) 霉菌培养箱；
- d) 移液枪和移液管 1mL (灭菌)；
- e) 灭菌稀释瓶；
- f) 灭菌培养皿；



g) 菌液涂布器（一次性/灭菌）。

5.14.3 测试步骤

5.14.3.1 样品的采集及注意事项

- 采集的样品应具有代表性，一个批次应均匀取 2~3 个样品；
- 取样的瓶子应灭菌过；
- 所供检测的样品，在检测前应该严格防止样品被污染；
- 接收到样品后，应该尽快检测；
- 在检测过程中，使用的试剂和器具都应该灭菌，全部操作过程需要在无菌室内进行检测，按照无菌操作规定进行；

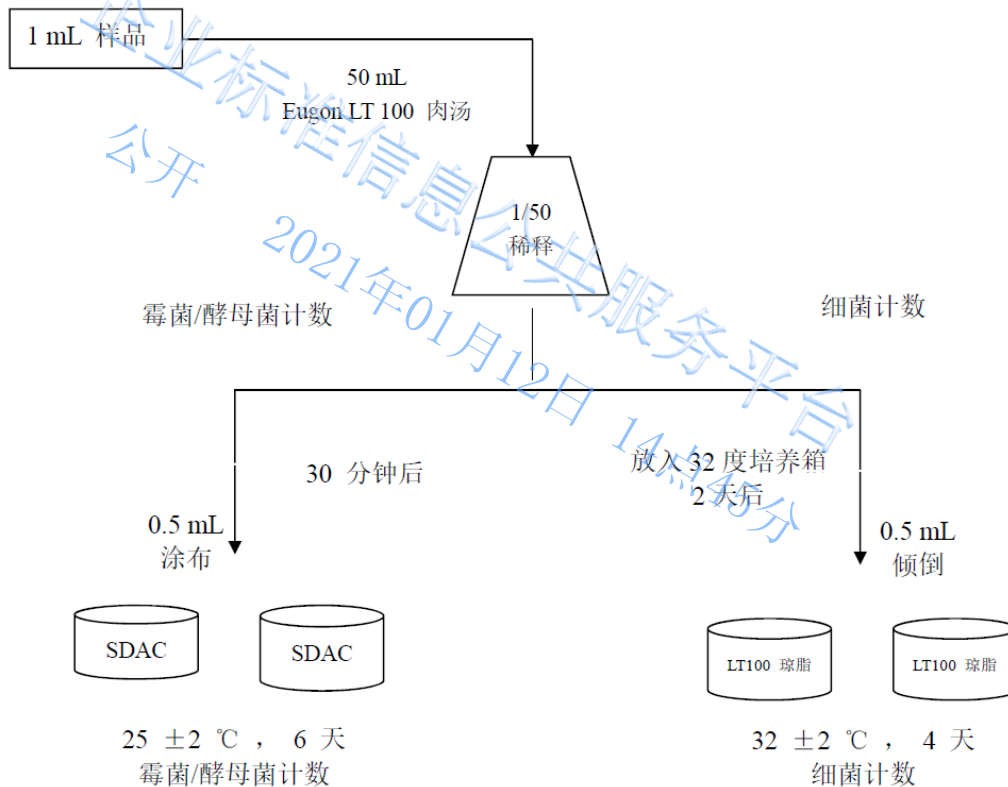
5.14.3.2 培养基的配置和灭菌

根据培养基供应商的要求进行配置培养基，配置好的培养基和试剂放入灭菌锅中灭菌（120℃，0.1 MPa，20 分钟）。

5.14.3.3 细菌和霉菌的菌落数测定

- 将 1 mL ± 5% 样品加入 50 mL 艾格 LT100 汤中（1/50 倍稀释），放在涡旋混合器上混合均匀，放在细菌培养箱中；
- 取中和 30 分钟后的艾格 LT100 肉汤液 0.5 mL 涂布到两个 90 mm SDCA 培养皿上（沙式葡萄糖氯霉素琼脂培养基），用涂布器均匀涂布；
- 将涂布好的两个培养皿放入霉菌培养箱中（25 ± 2 °C），培养 6 天；
- 倾倒已放置在培养箱 2 天后的艾格 LT100 肉汤 0.5 ± 0.1 mL 到两个艾格 LT100 琼脂培养皿中；
- 将倾倒了肉汤的格 LT100 琼脂培养皿放入（32 ± 2 °C），培养 4 天；

5.14.3.4 测试流程图



5.14.4 菌落计数的方法

5.14.4.1 取出培养皿，放到菌落计数器下分别计霉菌菌落数和细菌菌落数；

5.14.4.2 霉菌菌落数选择小于 150 个的，细菌菌落数选取小于 300 个的进行读数报告；



- 5.14.4.3 取两个培养皿结果的平均结果进行报告；
- 5.14.4.4 若培养皿都没有长菌，则报告“未检出”，若不可计数，则报告“TNTC”，可计数需要以读出结果乘以稀释倍数 100 倍；
- 5.14.5.5 最终结果报告霉菌和细菌总数之和；

6. 检验规则

6.1 检验分类

6.1.1 出厂检验

每批产品须经公司质检部门按本标准要求检验合格后方可出厂，并附质量合格证书。

6.2 组批与抽样规则

6.2.1 参照 GB/T 6678-2003《化工产品采样总则》。

6.2.2 产品以每釜为一批，按批交付和抽样验收。

6.2.3 取样方法：产品包装完成后从包装桶中取第一桶和最后一桶取样，每桶取样总量不得少于 0.5kg；

6.2.4 将取得的样品混合均匀后平均分成两份，放入清洁、干燥的玻璃瓶中，并塞紧密封，贴上标签，标签上应注明产品名称，批号、取样日期，一份供检验用，一份保存备查。

6.3 判定规则

6.3.1 检验结果如有一项指标不符合本标准要求时，应重新自两倍量的包装桶中取样进行复检。复检结果如仍有一项不符合要求，则判定该批产品为不合格。

6.3.2 如交收双方因检验结果不同，不能取得协议时，可请仲裁机构进行仲裁。

7. 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

参照 GB 12463-2009《危险货物运输包装通用技术条件》，本产品的包装容器外应标明下列内容：产品的名称、批号、毛重、净重、生产日期、公司名称、电话、地址、保质期(根据客户要求提供)及其他相关注意事项。

7.2 包装

本产品一般采用50L、220L塑胶桶或1000kg IBC桶包装，并将桶口密封，包装净含量应符合标称质量；验收单位有特殊包装要求时，由供需双方协商解决。

7.3 运输

本产品运输过程中应轻装、轻卸，不应倒置，避免日晒、雨淋，防止包装损坏。

7.4 贮存

7.4.1 本产品应贮存在干燥阴凉、通风良好，不受阳光直射或淋雨受潮的场所，垛高以不超过支撑物的最大载荷为限。

7.4.2 在综合上述包装、运输、贮存要求的前提下，在包装完整未经启封的情况下，产品保质期为12个月。