

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2545—93

十 六 醇

1993-09-25 发布

1994-07-01 实施

中华人民共和国化学工业部 发布

十 六 醇

1 主题内容与适用范围

本标准规定了十六醇的技术要求，试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存。
 本标准适用于以天然油脂为原料，经酯化、高压加氢制成混合脂肪醇，再经精馏制得十六醇。
 分子式： $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{CH}_2\text{OH}$
 相对分子质量：242.45（按1989年国际相对原子质量）

2 引用标准

GB/T 601 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备
 GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
 GB 1250 极限数值的表示方法和判定方法
 GB 3143 液体化学产品颜色测定法（Hazen 单位——铂-钴色号）
 GB/T 6365 表面活性剂 游离碱度和游离酸度的测定 滴定法
 GB/T 6678 化工产品采样总则
 GB/T 6679 固体化工产品采样通则
 ZB/T 17027 十八醇

3 技术要求

3.1 外观：在常温下为白色粒状或片状固体。

3.2 十六醇质量应符合下表要求：

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
熔点, °C	47.5~51.5		46.0~52.0
熔融色度, (Hazen 单位铂-钴) 色号 ≤	20		30
酸值, mg KOH/g ≤	0.1		0.2
皂化值, mg KOH/g ≤	1.0	1.5	2.0
碘值, g I/100 g ≤	0.5	1.0	1.5
羟值, mg KOH/g	228~235	225~235	225~240
十六醇含量, % ≥	98.0	95.0	90.0
烷烃, % ≤	0.5	1.5	2.5

中华人民共和国化学工业部 1993-09-25 批准

1994-07-01 实施

4 试验方法

本标准使用的试剂和水在没有注明其他要求时，均使用分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

本标准所用标准溶液制剂和制品在没有注明其他特殊要求时，均按 GB/T 601、GB/T 603 规定进行制备。

4.1 熔点的测定

4.1.1 方法提要

用加热的方式，使熔点管中的试样，以低于其初熔时的温度逐渐升高至其终熔的温度，通过目视观察终熔的温度，以确定试样的熔点。

4.1.2 仪器设备

4.1.2.1 熔点管

用中性硬质玻璃制成的毛细管，一端熔封，内径 0.9~1.1 mm，壁厚 0.10~0.15 mm，长度以安装后上端高于水浴液面为准（约 100 mm）。

4.1.2.2 温度计

水银温度计（GB 514）：30~100℃，分度值 0.2℃；

4.1.2.3 高型烧杯：600 mL；

4.1.2.4 磁力加热搅拌器。

4.1.3 熔点测定装置

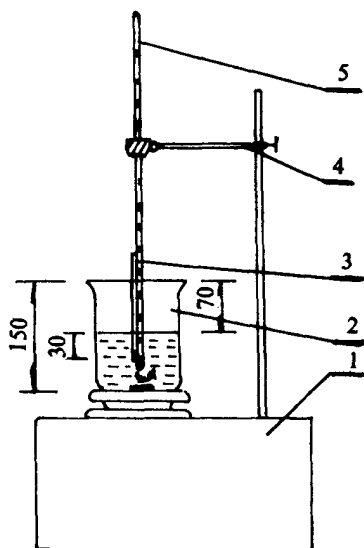


图1 熔点测定装置

1—磁力加热搅拌器；2—烧杯；3—毛细管；4—固定夹；5—温度计

4.1.4 分析步骤

将试样研成尽可能细密的粉末，装入清洁、干燥的熔点管中，取一长约 800 mm 的干燥玻璃管，直立于玻璃板上，将装有试样的熔点管在其中投落数次，直到熔点管内试样紧缩至 2~3 mm 高，开始搅拌加热。待蒸馏水温度上升至较规定的熔点低约 10℃时，用橡皮圈将装有试样的熔点管贴附于温度计上，使熔点管试样端与水银球的中部处于同一水平，温度计的水银球应位于蒸馏水杯的中部。控制升温速度为每分钟 1℃左右。当试样完全熔化时的终温，即为十六醇的熔点。

4.1.5 分析结果的计算

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果之差不得大于 0.2℃。

4.2 熔融色度测定

将盛放于玻璃烧杯中的固体试样在水浴上加热熔融后，按 GB 3143 标准规定进行。

4.3 酸值的测定

按 GB/T 6365 规定进行，滴定至粉红色 30 s 不退色。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果之差不得大于 0.01 mg KOH/g。

4.4 皂化值的测定

4.4.1 方法提要

过量的碱中和试样中的酸并与试样中酯类进行皂化反应，待反应完成后，用酸中和剩余的碱。

4.4.2 试剂和溶液

4.4.2.1 中性无水乙醇：用碱中和至对酚酞呈中性。

4.4.2.2 氢氧化钾乙醇溶液：30 g/L。

4.4.2.3 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl}) = 0.5 \text{ mol/L}$ 。

4.4.2.4 酚酞指示液：10 g/L。

4.4.3 仪器

4.4.3.1 锥形瓶：250 mL（磨口，无硼耐碱）；

4.4.3.2 水浴或电热板。

4.4.4 分析步骤

称取 5 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于磨口锥形瓶中，用移液管取 25 mL 氢氧化钾乙醇溶液，装上回流冷凝管，放入水浴中，水浴温度不低于 95℃，加热回流 1 h，用 10 mL 中性无水乙醇溶液冲洗冷凝管壁，取下锥形瓶，加酚酞指示液 2~3 滴，用盐酸标准滴定溶液滴定至无色为终点。

同时作空白试验。

4.4.5 分析结果的计算

皂化值 X_1 (mg KOH/g) 按式 (1) 计算：

$$X_1 = \frac{(V_0 - V_1) \cdot c_1 \times 0.0561}{m} \times 1000$$

$$= \frac{(V_0 - V_1) \cdot c_1 \times 56.1}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中： V_0 ——空白试验消耗盐酸标准滴定溶液的体积，mL；

V_1 ——滴定试样消耗盐酸标准滴定溶液的体积，mL；

c_1 ——盐酸标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

0.0561——与 1.00 mL 盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的氢氧化钾的质量；

m ——试样的质量，g。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果之差不得大于 0.3 mg KOH/g。

4.5 碘值的测定

4.5.1 方法提要

过量的氯化碘与试样进行加成反应，待反应完成后加碘化钾使碘析出，然后用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。

4.5.2 试剂和溶液

4.5.2.1 四氯化碳或三氯甲烷；

4.5.2.2 冰乙酸；

4.5.2.3 碘化钾溶液：150 g/L；

4.5.2.4 氯化碘冰乙酸溶液（韦氏溶液）：16.2 g/L；溶解 16.2 g 氯化碘于 1 L 冰乙酸中而成。

或称取 13 g 碘溶解于 1 L 冰乙酸，通入干燥氯气至溶液由棕色变为桔红色为止。通入氯气前后按空白测定标定，0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定液消耗的毫升数，后者应为前者的两倍，否则需调整。

4.5.2.5 硫代硫酸钠标准滴定溶液： $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

4.5.2.6 淀粉指示液：10 g/L。

4.5.3 分析步骤

称取 5 g 试样精确至 0.000 2 g 于碘量瓶中，加四氯化碳或三氯甲烷 25 mL 溶解，准确移取韦氏溶液 25.0 mL，盖上瓶塞，用碘化钾溶液封住瓶口，慢慢摇匀，在室温下置于暗处 1 h。取出后加 25 mL 碘化钾溶液和 50 mL 水，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至淡黄色时，加约 1 mL 淀粉指示液，再继续滴定至蓝色消失为终点。

同时作空白试验。

4.5.4 分析结果的计算

碘值 X_2 (gI/100 g) 按式 (2) 计算：

$$X_2 = \frac{(V_0 - V_2) \cdot c_2 \times 0.1269}{m} \times 100$$

$$= \frac{(V_0 - V_2) \cdot c_2 \times 12.69}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中： V_0 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，mL；

V_2 ——试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，mL；

c_2 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

0.1269——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的碘的质量；

m ——试样质量，g。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次测定结果之差不得大于 0.1 g I/100 g。

4.6 羟值的测定

4.6.1 方法提要

醇和过量的乙酰化剂作用，待反应完成后，加入水，使剩余的乙酸酐水解，然后以碱中和生成的乙酸。

4.6.2 试剂和溶液

4.6.2.1 中性无水乙醇：用碱中和至对酚酞呈中性；

4.6.2.2 乙酰化试剂：无水吡啶：乙酸酐=4+1（新鲜配制）；

4.6.2.3 氢氧化钾乙醇标准滴定溶液： $c(\text{KOH}) = 0.5 \text{ mol/L}$ 。

氢氧化钾乙醇标准滴定溶液的配制方法见 4.4.2.2。

标定方法：称取 3 g 已于 105~110℃ 烘至恒重的基准邻苯二甲酸氢钾，称准至 0.000 1 g，溶于 80 mL 无二氧化碳的水中，加 2 滴酚酞指示液，用配制好的氢氧化钾乙醇标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色，同时作空白试验，按下式计算氢氧化钾乙醇标准滴定溶液的浓度。

$$c_3 = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 0.2042}$$

式中： c_3 ——氢氧化钾乙醇标准滴定溶液的浓度，mol/L；

m ——邻苯二甲酸氢钾的质量，g；

V_1 ——氢氧化钾溶液的用量，mL；

V_2 ——空白试验氢氧化钾溶液的用量，mL；

0.2042——与1.00 mL 氢氧化钾标准滴定溶液 [$c(\text{KOH}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的邻苯二甲酸氢钾的质量，g。

4.6.2.4 酚酞指示液：10 g/L。

4.6.3 分析步骤

称取0.5~1.0 g 试样，精确至0.000 2 g 于碘量瓶中，准确移取新鲜配制的乙酰化试剂3 mL，将漏斗置于瓶口上，放入保持96~99℃恒温甘油浴中，使碘量瓶底部浸入约1 cm 深，加热回流1 h。取出冷却至室温，从漏斗口加入2 mL 水，摇匀，再放入96~99℃的甘油浴中，加热水解5 min。取出冷却至室温，用50 mL 中性无水乙醇冲洗漏斗内外壁和瓶内壁，加入酚酞指示液3滴，用氢氧化钾乙醇标准滴定溶液滴定至粉红色持续30 s 不褪色为终点。

同时作空白试验。

4.6.4 分析结果计算

羟值 X_3 (mg KOH/g) 按式(3) 计算：

$$X_3 = \frac{(V_0 - V_3) \cdot c_3 \times 0.0561 \times 1000}{m}$$

$$= \frac{(V_0 - V_3) \cdot c_3 \times 56.1}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中： V_0 ——空白试验消耗氢氧化钾乙醇标准滴定溶液的体积，mL；

V_3 ——滴定试样消耗氢氧化钾乙醇标准滴定溶液的体积，mL；

c_3 ——氢氧化钾乙醇标准滴定溶液的浓度，mol/L；

0.0561——与1.00 mL 氢氧化钾乙醇标准滴定溶液 [$c(\text{KOH}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的氢氧化钾的质量；

m ——试样的质量，g。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果之差不得大于3 mg KOH/g。

4.7 含量的测定

4.7.1 试剂和材料

4.7.1.1 载气和辅助气体

a. 载气：氮气或氦气，纯度大于99.9%；

b. 燃气：氢气，纯度大于99.7%；

c. 助燃气：二次净化空气。

4.7.1.2 制备色谱柱时使用的试剂和材料

a. 固定液：甲基硅酮 (SE-30) + 聚乙二醇-20 M=100+1。

b. 载体：101 白色硅烷化担体；粒度0.18~0.25 mm (80~60目)，(上海试剂厂生产)；

c. 溶剂：三氯甲烷。

4.7.2 仪器

4.7.2.1 气相色谱仪

检测器：氢火焰离子化检测器，最低检测浓度 0.05%。

4.7.2.2 色谱柱

a. 柱子：内径 3.5~4.0 mm，长 2 m 的不锈钢管或玻璃管。

b. 填充物：载体：固定液=100:5（质量比）。

涂渍固定液的方法：称取 1.25 g 甲基硅酮（SE-30）和 12.5 mg 聚乙二醇-20 M 于烧杯中，加 100 mL 三氯甲烷溶解，加 25 g 载体，稍加搅拌后，在红外灯下烘干或自然干燥。

c. 填充方法：将色谱柱的出口端（与检测器相连）用少许玻璃棉塞住，从出口端抽真空，在轻轻振动下装入固定相约 20 g，填充均匀，紧密，再用玻璃棉塞好。

d. 色谱柱子的老化：将已填充好的柱子装入色谱仪柱箱中，检查气密性后，通氮气，逐步升温至 210℃，在 210℃ 老化 8 h 以上，直至基线稳定。

4.7.2.3 进样器

微量玻璃注射器。

4.7.2.4 色谱数据处理仪

记录仪或积分仪。

4.7.3 分析步骤

4.7.3.1 调整仪器

按下列参考条件调整仪器

a. 汽化室温度：250~300℃；

b. 检测室温度：250~300℃；

c. 柱箱温度：180~200℃；

d. 氮气流速：25~30 mL/min；

e. 氢气流速：25~30 mL/min；

f. 空气流速：400 mL/min；

g. 样品稀释：样品+溶剂=1+5；

h. 进样量：0.02~0.1 μL。

4.7.3.2 定量方法

修正面积归一法。

4.7.3.3 试验

按上述参考条件调整仪器，基线稳定后，用微量玻璃注射器进样，按修正面积归一法用色谱记录仪或积分仪数据处理计算。

4.7.4 分析结果的计算

4.7.4.1 对每一组分 X_i (%) 按式 (4) 计算：

$$X_i = \frac{A_i \cdot f_i}{\sum_{i=1}^n A_i \cdot f_i} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中： X_i ——对应 i 组份的含量，当 X_i 为 X_{c16} 时代表十六醇纯度，当 X_i 为 X_{RH} 时代表烷烃含量；

A_i ——对应 i 组份的色谱峰面积；

f_i ——对应 i 组份的色谱峰定量校正因子。

4.7.4.2 定量校正因子：用色谱纯已知样品测得，按式 (5) 计算：

$$f_w = \frac{f'_{i(w)}}{f'_{s(w)}} = \frac{A_s \cdot W_i}{A_i \cdot W_s} \dots\dots\dots (5)$$

式中： f_w ——重量校正因子；

A_i 、 W_i 、 A_s 、 W_s ——分别为被测物和已知色谱纯标准物的峰面积和重量。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果之差不得大于0.5%。

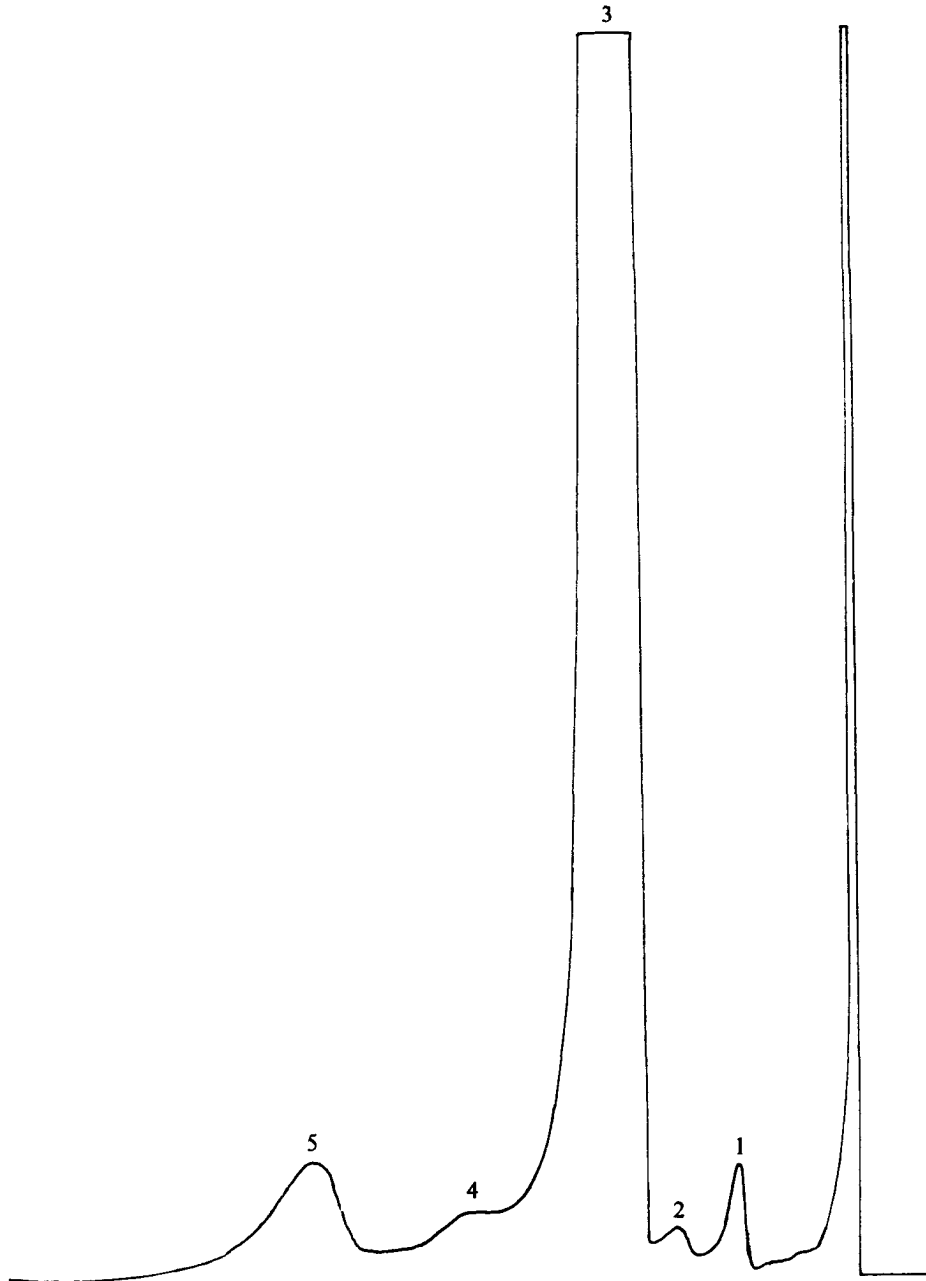


图2 C₁₆醇色谱图

1—C₁₄醇；2—C₁₈烷烃；3—C₁₆醇；4—C₂₀烷烃；5—C₁₈醇

4.8 烷烃含量的测定

以试样中各碳链烷烃组份的含量总和为烷烃含量。

测定方法按 4.7 规定进行。

4.8.1 分析结果的计算

对应 i 组份的烷烃含量 (%) 按式 (4) 计算。

试样中总烷烃含量 (%) 按式 (6) 计算：

$$X_{RH} = \sum_{i=1}^4 X_{iRH} \dots\dots\dots (6)$$

式中： X_{RH} ——试样中的总烷烃含量；

X_{iRH} ——试样中对应 i 组份的烷烃含量。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果之差不得大于 0.3%。

5 检验规则

5.1 本产品由生产厂的质量监督检验部门进行检验，生产厂应保证出厂产品的各项技术指标符合本产品标准的要求，并附有一定格式的质量证明书。

质量证明书的内容包括产品名称、产品等级、产品批号、净重、出厂日期和标准编号。

本标准中所列的全部技术指标项目为型式检验项目，其中熔点、熔融色度、酸值、皂化值、碘值、含量、烷烃 7 项为出厂检验项目，在正常情况下，每月至少进行一次型式检验。

5.2 出厂时，以同一等级任意数量为一批，取样方法按 GB/T 6678 中 6.4、6.6 条规定进行，取样器按 GB/T 6679 中 2.2 条规定进行。

所采样品总量不少于 500 g，将选取的试样混匀，等量装入两个清洁干燥带磨口塞的瓶中，瓶上粘贴标签，一瓶供检验，另一瓶保存一年备查。

留样标签内容包括：产品名称、批号、等级、取样日期、取样人。

5.3 检验结果的判定按 GB 1250 修约值比较法判定，检验结果如果有一项指标不符合本标准要求时，应重新自两倍量的包装中取样进行复检，复检结果即使只有一项指标不符合本标准要求，则整批产品为不合格。

超过贮存期的产品，出厂前生产厂要按产品标准要求进行复检，复检合格才能出厂。

5.4 使用单位有权按本标准对产品质量进行验收，在贮存期内，供需双方对产品质量发生异议时及时提出并由双方协商解决或请仲裁单位进行仲裁分析。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 每件包装上应涂刷明显牢固的生产厂名称、产品名称、商标、产品等级、产品批号、生产日期、标准编号、产品净重的标志。

6.2 产品应装入内衬塑料袋的干燥清洁的编织袋中。内衬塑料袋口与编织袋口一起用线缝合，平均每袋净重 25 ± 0.1 kg。

6.3 运输过程中应小心轻放，避免与硬物质相碰破损。

6.4 产品贮存于干燥、通风的仓库内。自出厂之日起贮存期为 1 年。

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部科技司提出。

本标准由化学工业部北京化工研究院技术归口。

本标准由无锡化工集团公司负责起草。

本标准主要起草人龚复英、章洪光、杨浦仙、程晓明、朱秀芬。