

# 中华人民共和国行业标准

**ZB** G17 027—90

十 八 醇

1990-04-12 发布 1991-01-01 实施

中华人民共和国化学工业部 发布

上海倍特化工有限公司 地址:上海市浦东新区新金桥路1299号1号楼4楼 销售电话:021-51029963

# 中华人民共和国行业标准

ZB G17 027-90

## 十 八 醇

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了十八醇的分类、规格、技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存。本标准适用于以天然油脂为原料,经酯化、高压加氢制成高级脂肪醇,再经精馏制取精十八醇。分子式,CH<sub>3</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>16</sub>CH<sub>2</sub>OH相对分子质量,270(按1987年国际原子量)

## 2 引用标准

GB 6365 表面活性剂 游离碱度和游离酸度的测定 滴定法

## 3 技术要求

- 3.1 外观:白色粉状、片状或固体。
- 3.2 十八醇的物理化学指标应符合下表要求:

指标名称	优 级 品	一级品	合格品
熔点,℃	58~60	56~60	54~60
————————————————————————————————————	20	20	30
酸值, mgKOH/g ≤	0. 1	0. 2	0. 2
皂化值, mgKOH/g ≤	0. 5	1.0	2. 0
碘值 <b>,gI₂/100g</b> ≤	1. 0	1. 0	2. 0
羟值, mgKOH/g	203~210	200~210	200~220
————————————————————————————————————	98. 0	95. 0	90. 0
	0. 5	1. 0	2. 0

注:1) 烷烃项仅作为表面活性剂原料使用时检测。

中华人民共和国化学工业部 1990-04-12 批准

1991-01-01 实施

## 4 试验方法

#### 4.1 熔点的测定

在开口毛细管中试样受热熔融后因浮力上升的初始温度,即为熔点。

- 4.1.1 仪器、设备
- 4.1.1.1 磁力加热搅拌器;
- 4.1.1.2 高型烧杯: 600 mL;
- **4.** 1. 1. 3 熔点用温度计 (GB 514), 30~100℃, 最小分度值 0. 2℃;
- 4. 1. 1. 4 毛细管: 用中性硬质玻璃制成, 两端开口, 内径约 1 mm, 管壁厚度为 0. 15 mm, 长约 80 mm。

## 4.1.2 安装

在高型烧杯中加入约其体积四分之三的蒸馏水,温度计用夹子固定插入蒸馏水的二分之一处,烧 杯底部放电磁搅拌棒,烧杯置于磁力加热搅拌器上。

#### 4.1.3 分析步骤

将试样在尽可能低的温度下,熔融后吸入两端开口毛细管中,使吸入高度达 10 mm,置冰上冷却 1 h,凝固后将有试样的毛细管附于温度计水银球中部,温度计浸入蒸馏水中,试样上端应在液面下约 30 mm 处,加热到温度上升至熔点前 10℃时,调节电源,使温度每分钟上升 0.5℃左右,直至试样在毛细管中熔融,开始上升的温度即为试样的熔点。试验时应注意搅拌速度以不产生涡流为宜。

#### 4.1.4 精密度

平行试验结果与其算术平均值之差不超过 0.2℃。以平行测定的两个结果的算术平均值作为试样的熔点。

## 4.2 色泽的测定(铂-钴色度法)

根据脂肪醇试样的目测发色情况,选用铂-钴色度标准熔液作为标准色进行比色,以HaZen表示。

## 4.2.1 试剂和材料

试验中只使用分析纯试剂和二次蒸馏水。

- **4.2.1.1** 氯化钴 (GB 1270);
- 4.2.1.2 氯铂酸钾 (分析纯);
- 4.2.1.3 盐酸 (GB 622)。
- 4.2.2 仪器、设备
- 4. 2. 2. 1 比色管: 50 mm, 无色平底, 具有磨砂玻塞;
- 4. 2. 2. 2 比色箱及比色架可参照 GB 1664;
- 4.2.2.3 容量瓶: 100 mL, 棕色。
- 4.2.3 标准色度溶液的配制
- 4.2.3.1 标准色度原液的配制

准确称取 1.245 0g 氯铂酸钾和 1.000 0g 氯化钴,溶于 100 mL 盐酸中,然后用蒸馏水稀释至 1 000 mL,此溶液为 500 HaZen 标准色度原液。

该溶液应贮于棕色瓶中,置暗处保存,有效期为六个月。

#### 4.2.3.2 标准色度比较溶液的配制

为了配制一系列予计色度范围的标准色度溶液,可取不同量的 500 HaZen 原液,用0.1 mol/L 盐酸溶液稀释至 100 mL,即可制得所需 HaZen 数的标准色度溶液。所需原液体积按公式(1)计算:

$$V = \frac{N \times 100}{500} \tag{1}$$

式中: V — 配制  $100 \, \text{mL}$  HaZen 标准色度比较溶液所需标准色度原液的体积, mL;

N——欲配制的标准色度比较溶液的 HaZen 数。

配制好的标准色度比较溶液转入具有磨口塞的比色管中,比色后置于暗处存放,有效期为一个月。

## 4.2.4 分析步骤

将试样加热至75±5℃,待全部熔化后,立即倒入预先温热过的试管中,用肉眼观察,应是透明油状液体,无混浊现象,无明显机械杂质,在室温条件下进行比色观察。

取一系列颜色相同,高度相等的比色管,一支注入 50 mL 试样,其余比色管分别注入相同体积的不同色度的标准比较溶液,在白色背景下,沿轴线方向,用目测法比较样品与色度标准液的颜色;或将一系列比色管置于装有反光镜的比色架上,将此比色架放入比色箱中,转动反光镜,比较反光镜反射之颜色。选取与试样色泽相近的标准色度比较溶液的 HaZen 数作为试样的色泽。

#### 4.2.5 精密度

平行测定结果的允许误差应不超过5 HaZen。

#### 4.3 酸值的测定

按 GB 6365 标准执行。

#### 4.4 皂化值的测定

皂化1g样品所需氢氧化钾的毫克数称为皂化值。

- 4.4.1 试剂和材料
- 4.4.1.1 中性无水乙醇 (GB 679);
- 4.4.1.2 氢氧化钾 (GB 2306), 0.5 mol/L 乙醇溶液;
- 4.4.1.3 盐酸 (GB 622), 0.5 mol/L 标准溶液;
- **4.4.1.4 0.5** mol/L 氢氧化钾和 **5** g 铝片在中性无水乙醇中回流 **1** h 后,立即蒸馏,在馏出液中加入需要量的氢氧化钾,溶解,得到约 **0.5** mol/L 氢氧化钾乙醇溶液,让其静置几天,然后倾出上层清液,弃去沉淀的碳酸钾,溶液贮于棕色瓶中用塞盖紧,备用。
- 4.4.2 仪器、设备
- 4.4.2.1 锥形瓶: 250 mL (磨口、无硼耐碱);
- 4.4.2.2 回流冷凝管: 磨口;
- 4.4.2.3 滴定管: 50 mL, 分度 0.1 mL;
- 4. 4. 2. 4 水浴或电热板;
- 4.4.2.5 移液管: 50 mL。
- 4.4.3 分析步骤

取 10 g 样品 (准确至 0.000 2 g) 置于磨口锥形瓶中,用移液管移取 50 mL 0.5 mol/L 氢氧化钾乙醇溶液,装上回流冷凝管,水浴温度不低于 95℃,加热回流 1 h。取下锥形瓶,用 10 mL 中性无水乙醇溶液冲洗冷凝管和瓶塞,加酚酞 2~3 滴,用 0.5 mol/L 盐酸标准溶液滴定至红色消失为终点。

同时作一空白试验。

#### 4.4.4 分析结果的表述

皂化值 (SV) (mgKOH/g) 按公式 (2) 计算:

$$SV = \frac{(V_0 - V) c \times 0.056 \times 1000}{m}$$
 (2)

式中: $V_0$ ——空白试验耗用盐酸标准溶液的体积,mL;

V——滴定试样用盐酸标准溶液的体积, mL;

c——盐酸标准溶液的浓度, mol/L;

m——试样的质量, g;

0.056——与 1.00 mL 盐酸标准滴定溶液 (c) (HCI) =1.00 mol/L 相当的以克表示的氢氧化钾的 质量。

## 4.4.5 精密度

平行测定的结果与其算术平均值之差应不超过 0.2 mg KOH/g。

#### 4.5 碘值的测定

每100g样品吸收碘的克数, 称为碘值。

- 4.5.1 试剂和材料
- 4.5.1.1 四氯化碳 (GB 688): 分析纯,或三氯甲烷 (GB 682);
- 4.5.1.2 氯化碘或溴化碘;
- 4.5.1.3 碘 (GB 675): 分析纯;
- 4.5.1.4 碘化钾 (GB 1272); 分析纯, 15%水溶液;
- 4.5.1.5 硫代硫酸钠 (GB 637): 分析纯, 0.1 mol/L 标准溶液;
- 4.5.1.6 0.5%淀粉指示液: 按 GB 603 配制;
- 4.5.1.7 韦氏液: 称取13g 碘溶解于1000 mL 冰乙酸,通干燥氯气至溶液由棕色变为桔红色为止。通氯气前后按空白测定标定之。0.1 mol/L 硫代硫酸钠消耗的毫升数后者应为前者的两倍,否则需调整之。

或称取 16.5 g 氯化碘溶解于 1 000 mL 冰乙酸中;

称取 100 g 溴化碘溶解于 5 000 g 冰乙酸中。

- 4.5.2 仪器设备
- 4.5.2.1 碘量瓶: 500 mL;
- 4.5.2.2 移液管: 25 mL;
- 4.5.2.3 量筒: 10 mL;
- 4.5.2.4 碱式滴定管 (棕色), 50 mL, 分度 0.1 mL。
- 4.5.3 分析步骤

称取 5 g (准确至 0.000 2 g) 样品于碘量瓶中加四氯化碳或三氯甲烷 25 mL 进行溶解。精确移取 韦氏液 20 mL, 瓶塞用碘化钾溶液封口, 然后塞紧慢慢摇匀,在室温下置于暗处 1 h。

取出后加 25 mL 碘化钾溶液及水 50 mL,用 0.1 mol/L 硫代硫酸钠溶液滴定,若液体呈淡黄色时,加约 1 mL 0.5%淀粉指示剂,再继续滴定到蓝色消失为终点。

按同一条件,作空白试验。

## **4.5.4** 分析结果的表述

碘值 (IV) (I<sub>2</sub>g/100g) 按公式 (3) 计算:

$$IV = \frac{(V_0 - V) c \times 0.1269 \times 100}{m}$$
 (3)

式中: $V_0$ ——滴定空白耗用硫代硫酸钠标准溶液体积,mL;

V——滴定试样耗用硫代硫酸钠标准溶液体积, mL;

- c——硫代硫酸钠标准溶液的浓度,mol/L;
- 0.126 9——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液〔c (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) =1.000 mol/L〕相当的以克表示的碘的质量。

m——试样质量,  $g_{o}$ 

#### 4.5.5 精密度

平行测定的结果与其算术平均值之差不应超过  $0.2 \, \mathrm{g} \, \mathrm{I}_2/100 \, \mathrm{g}$ ; 以平行测定两个结果的算术平均值作为试样的碘值。

#### 4.6 羟值的测定

中和能使1g试样乙酰化的醋酸所消耗的氢氧化钾毫克数。

- 4.6.1 试剂和材料
- 4.6.1.1 中性无水乙醇 (GB 679);
- 4.6.1.2 氢氧化钾 (GB 2306), 0.5 mol/L 标准溶液;
- 4.6.1.3 乙酰化试剂: 吡啶:乙酸酐为4+1。

- 4.6.2 仪器、设备
- 4.6.2.1 碘量瓶: 250 mL;
- 4. 6. 2. 2 小漏斗: 直径 30 mm, 柄长 30 mm 圆锥形漏斗;
- 4.6.2.3 甘油浴: 96~99℃控制范围;
- 4.6.2.4 滴定管: 50 mL, 分度 0.1 mL。
- 4.6.3 分析步骤

取 0.5~1.0 g 样品(准确至 0.000 2 g)于碘量瓶中,精确移取乙酰化试剂 3 mL,将小漏斗置于瓶口上,置于保持在 96~99℃温度的甘油浴上,使碘量瓶底部浸入约 1 cm 处,加热 1 h。

取出后,冷却至室温,从小漏斗口加入 2 mL 蒸馏水,摇匀后再放到 96~99℃甘油浴上加热 5 min。取出后,冷却至室温,用中性无水乙醇溶液 50 mL 冲洗漏斗内外壁及碘量瓶内壁,将内溶物摇匀后,加入 1%酚酞指示剂 3 滴,用 0.5 mol/L 氢氧化钾标准溶液滴定至微红色持续 30 s 为终点。同时作一空白试验。

## 4.6.4 分析结果的表述

羟值 (HV) (mgKOH/g) 按公式 (4) 计算:

$$HV = \frac{(V_0 - V) c \times 0.056 \times 1000}{m}$$
 (4)

- 式中: $V_0$ ——空白试验耗用氢氧化钾标准溶液体积,mL;
  - V——样品测定耗用氢氧化钾标准溶液体积, mL;
  - c——氢氧化钾标准溶液浓度,mol/L;
  - *m* 样品质量, g;
  - 0.056——与 1.00 mL 氢氧化钾标准滴定溶液〔c (KOH) =1.000 mol/L〕相当的以克表示的氢氧化钾的质量。

#### 4.6.5 精密度

平行测定结果与其算术平均值之差不超过 $\pm 1.5 \, mg \, KOH/g$ ; 以平行测定结果的算术平均值作试样的羟值。

## 4.7 纯度的测定

应用气相色谱分析测定试样纯度。

- 4.7.1 仪器、设备
- 4.7.1.1 检测器: 氢火焰离子检测器, FID;
- 4.7.1.2 燃气: 氢气, 纯度大于99.9%;
- 4.7.1.3 载气; 氦气或氦气, 纯度大于99.9%;
- 4.7.1.4 助燃气: 二次净化空气;
- 4.7.1.5 固定液: 10%SE-30 或 5%OV-101 或 10%FFAP 或 10%PEG20 万;
- 4.7.1.6 担体: 101 白色硅烷化担体 (180~250 μm);
- **4.7.1.7** 色谱柱:玻璃填充柱,内径 **3.5~4.0 mm**,长 **2 m** 或不锈钢填充柱,内径 **3.0 mm**,长 1 m (或 **2 m**);
- 4.7.1.8 数据处理:记录仪或积分仪。
- 4.7.2 条件
- 4.7.2.1 检测温度: 250~300℃;
- 4.7.2.2 汽化温度: 250~300℃;
- 4.7.2.3 柱箱程升控制温度: 120~200℃, 每分钟8℃左右;
- 4.7.2.4 柱箱恒温控制温度: 180~200℃;
- 4.7.2.5 流量: 燃气 30 mL/min, 助燃气 300 mL/min, 载气 30 mL/min;
- 4.7.2.6 样品稀释: 样品:溶剂为1+5;

- 4.7.2.7 进样量: 0.02~0.1 μL;
- 4.7.2.8 FID 量程: 10<sup>-9</sup>~10<sup>-11</sup>;
- 4.7.2.9 溶剂: 中性无水乙醇 (GB 679)。
- 4.7.3 分析步骤
- 4.7.3.1 根据上述要求,选择适当型号仪器,按要求操作。
- 4.7.3.2 采用修正面积归一法进行定量分析。
- 4.7.3.3 可采用记录仪器或积分仪器处理色谱信号数据。
- 4.7.4 分析结果的表述
- 4.7.4.1 对每一组分 X<sub>4</sub>(%) 按公式 (5) 计算:

$$X_i \ (\%) = \frac{A_i \cdot f_i}{\sum_{i=1}^{n} A_i \cdot f_i} \times 100 \dots (5)$$

式中:  $A_i$  一对应 i 组分的色谱峰面积;

 $f_i$  一对应i组分的色谱峰定量校正因子。

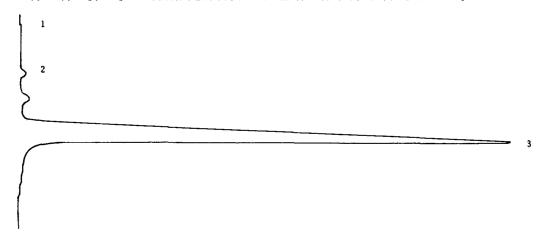
4.7.4.2 定量校正因子是用色谱纯已知样品测得,按公式(6)计算:

$$f_{\mathbf{w}} = \frac{f'_{i} (W)}{f'_{s} (W)} = \frac{A_{s} \cdot W_{i}}{A_{i} \cdot W_{s}}$$
(6)

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。



C<sub>18</sub>醇色谱图 1—C<sub>17</sub>烷烃**;** 2—C<sub>16</sub>醇**;** 3—C<sub>18</sub>醇

## 4.7.5 精密度

按色谱分析的允许标准偏差范围如下:

含量 (%)	标准偏差(%)		
<b>0.</b> 01~0. 05	<100		
0.05~0.5	<50		
0.5~3	30~10		
3~10	5 <b>∼</b> 10		
1 <b>0∼30</b>	$2\sim3$		
>30	<2		

以平行测定结果的算术平均值做为试样的含量。

#### 4.8 烷烃含量的测定

以试样中各碳链烷烃组分的含量总和为烷烃含量。 应用气相色谱法分析测定试样烷烃含量。 步骤同纯度的测定,见4.7.1~4.7.5条。

## 5 检验规则

- **5.1** 每批十八醇由生产单位质量检验部门按本标准检验合格后方可出厂,并附有一定格式的质量证明书。
- 5.2 使用单位有权按本标准规定的技术指标、检验规则和试验方法对所收到的十八醇进行验收。
- 5.3 按每批总件数 5%取样,小批量应不小于二件。等量采取,所取试样总量不小于 0.5 kg。
- 5.4 将选取的试样仔细混匀后,等量分装入两个清洁干燥带磨口塞的瓶中。瓶上粘贴标签注明生产厂 名称、产品各称、批号和取样日期。一瓶做分析检验,另一瓶保存两个月,以备查验。
- **5.5** 如果检验结果有某项指标不符合标准要求时,应重新自两倍的包装袋中选取试样进行复验。复验的结果,即使只有一项指标不符合标准要求时,则整批产品为不合格品。
- 5.6 供需双方对产品质量发生异议时,由双方协商解决或由质量仲裁单位裁决。

## 6 标志、包装、贮存和运输

- **6.1** 每件包装袋上应涂刷牢固的标志,其内容包括:生产厂名、产品名称、净重、批号和生产日期。 (如果要求烷烃含量时,应标加\*标志)
- **6.2** 十八醇应装入内衬塑料袋的干燥清洁的编织袋中。包装时,内塑料袋应用绳扎牢,编织袋用线缝合,每袋重 25 kg。
- 6.3 十八醇应贮存干燥、通风的仓库内,贮存期为半年。
- 6.4 运输过程中应小心轻放,避免与硬物质相碰而损漏。

## 附加说明:

本标准由上海染料研究所技术归口,

本标准由大连油脂化学厂、无锡合成化工厂负责起草。

本标准主要起草人郭曼玲、朱运春、龚復英、冯菁。