

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2310—92

十 二 醇

1992-05-17 发布

1993-01-01 实施

中华人民共和国化学工业部 发布

十二醇

1 主题内容与适用范围

本标准规定了十二醇的技术要求、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、高压加氢制成混合醇，再经精馏制得的十二醇。
 分子式： $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{CH}_2\text{OH}$
 相对分子质量：186.34（按1989年国际相对原子质量）

2 引用标准

GB 601 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备
 GB 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 6365 表面活性剂 游离碱度或游离酸度的测定 滴定法
 GB 6678 化工产品采样总则
 GB 8170 数值修约规则
 ZB G 17 027 十八醇

3 技术要求

3.1 外观：在常温下为白色固体或透明液体。

3.2 十二醇质量应符合下表要求。

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
色度, Hazen	≤ 20	30	40
酸值, mg KOH/g	≤ 0.1	0.2	
皂化值, mg KOH/g	≤ 2.0	3.0	
碘值, g I ₂ /100 g	≤ 0.5	1.0	1.5
羟值, mg KOH/g	295~301	294~304	285~315
纯度, %	≥ 97.0	95.0	90.0
烷烃, %	≤ 1.0	2.0	3.0

中华人民共和国化学工业部 1992-05-17 批准

1993-01-01 实施

4 试验方法

本标准所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。

本标准所使用的标准溶液、制剂及制品在没有注明其他要求时，均按 GB 601、GB 603 规定执行。

4.1 色度的测定

按 GB 3143 标准规定进行测定。

4.2 酸值的测定

按 GB 6365 标准规定进行测定。

滴定至粉红色 30 s 不褪色为终点。

4.3 皂化值的测定

4.3.1 方法原理

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

4.3.2 试剂和溶液

4.3.2.1 中性无水乙醇：用碱中和至对酚酞呈中性。

4.3.2.2 氢氧化钾乙醇溶液：28 g/L。称取 28 g 氢氧化钾溶于 30 mL 蒸馏水中，用无醛乙醇稀释至 1 000 mL，放置 24 h，倾出上层清液，弃去沉淀，溶液贮于棕色瓶中用盖塞紧，备用。

无醛乙醇的制备：5 g 铝片在 1 000 mL 中性无水乙醇中回流 1 h 后，立即蒸馏。

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

4.3.2.4 酚酞指示液：10 g/L。

4.3.3 仪器

4.3.3.1 水浴或电热板。

4.3.4 分析步骤

称取 10 g 试样（精确至 0.000 2 g），置于磨口锥形瓶中，用移液管移取 50.0 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红色消失为终点。同时做一空白试验。

4.3.5 分析结果的计算

皂化值 X_1 (mg KOH/g) 按式 (1) 计算：

$$X_1 = \frac{(V_0 - V_1) \cdot c_1 \times 0.0561}{m} \times 1000 \dots\dots\dots (1)$$

式中： V_0 ——空白试验耗用盐酸标准滴定溶液的体积，mL；

V_1 ——滴定试样耗用盐酸标准滴定溶液的体积，mL；

c_1 ——盐酸标准滴定溶液的浓度，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。

取两次平行测定的算术平均值为结果。

4.3.6 允许差

两次平行测定值之差不应大于 0.4 mg KOH/g。

4.4 碘值的测定

4.4.1 方法原理

在规定条件下, 100 g 试样消耗多少克碘, 用以表示物质不饱和度的一种量度。

4.4.2 试剂和溶液

4.4.2.1 四氯化碳或三氯甲烷;

4.4.2.2 冰乙酸;

4.4.2.3 碘化钾溶液: 150 g/L;

4.4.2.4 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。硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.4.2.5)消耗的体积后者应为前者的两倍, 否则需调整之。

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

4.4.2.6 淀粉指示液: 10 g/L。

4.4.3 分析步骤

称取 5 g (精确至 0.000 2 g) 试样于碘量瓶中, 加四氯化碳或三氯甲烷 25 mL 溶解, 精确移取韦氏溶液 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。取出后加入 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。

同时做一空白试验。

4.4.4 分析结果的计算

碘值 X_2 ($\text{gI}_2/100 \text{ g}$) 按式 (2) 计算:

$$X_2 = \frac{(V_0 - V_2) \cdot c_2 \times 0.1269}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中: V_0 ——空白耗用硫代硫酸钠标准滴定溶液体积, mL;

V_2 ——滴定试样耗用硫代硫酸钠标准滴定溶液体积, mL;

c_2 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度, 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 ——试样的质量, g。

取两次平行测定的算术平均值为结果。

4.4.5 允许差

两次平行测定值之差不得大于 $0.2 \text{ g I}_2/100 \text{ g}$ 。

4.5 羟值的测定

4.5.1 方法原理

醇和过量的乙酰化试剂作用, 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。

4.5.2 试剂和溶液

4.5.2.1 中性无水乙醇: 用碱中和至对酚酞呈中性;

4.5.2.2 乙酰化试剂: 吡啶; 乙酸酐=4+1;

4.5.2.3 氢氧化钾乙醇标准滴定溶液: $c(\text{KOH}) = 0.5 \text{ mol/L}$ 。称取 28 g 氢氧化钾溶于 30 mL 蒸馏水中, 用无醛乙醇稀释至 1 000 mL, 放置 24 h, 倾出上层清液, 弃去沉淀, 溶液贮于棕色瓶中用盖塞紧, 备用。

无醛乙醇的制备: 5 g 铝片在 1 000 mL 中性无水乙醇中回流 1 h 后, 立即蒸馏。

4.5.2.4 酚酞指示液: 10 g/L。

4.5.3 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，精确移取新鲜配制的乙酰化试剂 3 mL，将小漏斗置于瓶口上，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，从小漏斗口加入 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微红色持续 30 s 为终点。

同时做一空白试验。

4.5.4 分析结果的计算

羟值 X_3 (mg KOH/g) 按式 (3) 计算：

$$X_3 = \frac{(V_0 - V_3) \cdot c_3 \times 0.0561}{m} \times 1000 \dots\dots\dots (3)$$

式中： V_0 ——空白试验耗用氢氧化钾乙醇标准滴定溶液的体积，mL；

V_3 ——滴定试样耗用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。

取两次平行测定的算术平均值为结果。

4.5.5 允许差

两次平行测定值之差不得大于 3 mg KOH/g。

4.6 纯度的测定

4.6.1 试剂和材料

4.6.1.1 载气和辅助气

- 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。

4.6.1.2 制备色谱柱时使用的试剂和材料

- a. 固定液：SE-30+聚乙二醇-20 M；
- b. 载体：101 白色硅烷化载体。粒度 0.18~0.25 mm (80~60 目)；
- c. 溶剂：三氯甲烷。

4.6.2 仪器

4.6.2.1 气相色谱仪

检测器：氢火焰离子化检测器。

4.6.2.2 色谱柱

- a. 柱管：内径 3.5~4.0 mm，长 2 m 的不锈钢管或玻璃管。
- b. 填充物：

配比：载体：固定液=100：5（其中聚乙二醇-20 M 为 0.05%）（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，加入 100 mL 三氯甲烷溶解，加载体 25 g，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（与检测器相连的端）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. 色谱柱的老化

将已填充好的色谱柱装入色谱仪柱箱中，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。

4.6.2.3 进样器：微量玻璃注射器。

4.6.2.4 色谱数据处理机：记录仪或积分仪。

4.6.3 分析步骤

4.6.3.1 调整仪器

按下列参考条件调整仪器：

- a. 汽化室温度：250℃；
- b. 检测室温度：250℃；
- c. 柱箱温度：170℃；
- d. 氮气流速：25~30 ml/min；
- e. 氢气流速：25~30 ml/min；
- f. 空气流速：500 ml/min；
- g. 进样量：0.02~0.1 μl。

4.6.3.2 校正方法：修正面积归一法。

4.6.3.3 试验：按上述规定调整仪器，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。

4.6.4 分析结果的计算

4.6.4.1 对每一组分 X_i ，以质量百分数表示，按式 (4) 计算：

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

式中： X_i ——对应 i 组分的含量，当 X_i 是 X_{C12} 醇代表纯度，%；

A_i ——对应 i 组分的色谱峰面积；

f_i ——对应 i 组分的色谱峰定量校正因子。

取两次平行测定的算术平均值为结果。

4.6.4.2 校正因子按式 (5) 计算：

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

式中： f_w ——质量校正因子；

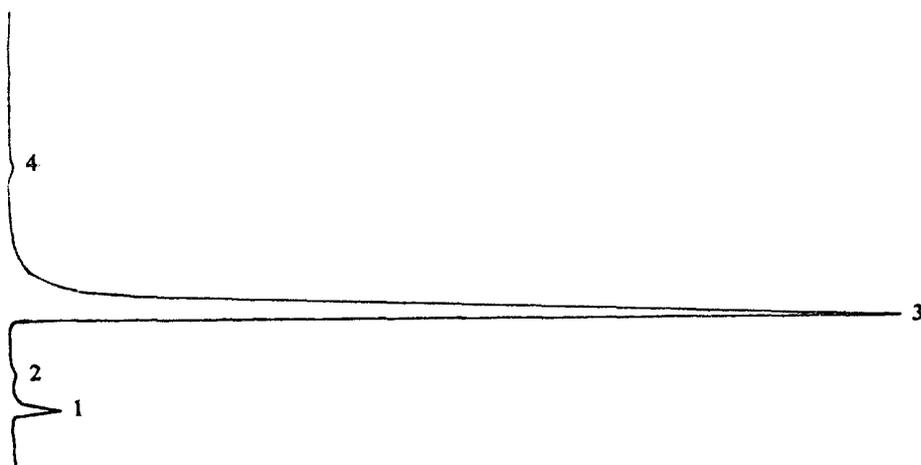
A_i 、 W_i 、 A_s 、 W_s ——分别为被测物和已知色谱纯标准物的峰面积和质量。

4.6.5 允许差

两次平行测定值之差不得大于 0.5%。

4.6.6 检测限

最低检测浓度 0.05%。

C₁₂醇色谱图1—C₁₀醇；2—C₁₄烷烃；3—C₁₂醇；4—C₁₆烷烃

4.7 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。

按纯度测定方法中 4.6.1~4.6.4.2 条规定进行。

4.7.1 允许差

两次平行测定值之差不得大于 0.3%。

5 检验规则

5.1 十二醇应由生产厂质量检验部门进行检验，生产厂应保证每批出厂的十二醇都符合本标准的要求。

5.2 使用单位有权按本标准各项规定对十二醇进行验收。

5.3 每批出厂的产品都应附有质量证明书，其内容包括：生产厂名、产品名称、等级、生产日期、批号、净重、产品质量符合本标准的证明及本标准编号。

5.4 按 GB 6678 的规定进行采样，所采样品总量不少于 500 g。

5.5 将采取的样品熔融混匀，等量装入两个清洁干燥带磨口塞的瓶中，瓶上粘贴标签，注明生产厂名称、产品名称、等级、批号和采样日期，一瓶供检验，另一瓶保存两个月备查。

5.6 检验结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容器中采取十二醇进行复验，复验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。

5.7 当供需双方对产品质量发生异议时，可由双方协商解决，或按照《全国产品质量仲裁检验暂行办法》的规定进行仲裁。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志：十二醇包装容器上应有明显牢固的标志，其内容包括：生产厂名称、产品名称、商标、生产日期、等级、批号、净重、本标准号。

6.2 包装：十二醇应装入牢固、干燥、清洁的镀锌桶或铝桶中，每桶净重 160 kg。

6.3 运输：在运输时必须把桶盖旋紧封严，以免损漏。

6.4 贮存：十二醇应贮存于干燥、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、冯菁、谈祥珍、章洪光、程晓明。