



中华人民共和国国家标准

GB/T 16451—2008
代替 GB/T 16451—1996

天然脂肪醇

Natural fatty alcohols

2008-12-30 发布

2009-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准代替 GB/T 16451—1996《天然脂肪醇》。

本标准与 GB/T 16451—1996 相比主要变化如下：

- 修改了天然脂肪醇的理化指标要求；
- 增加了 C₈ 醇和 C₁₀ 醇的规定；
- 增加了脂肪醇水分的指标要求和试验方法；
- 增加了羰值的指标要求和试验方法；
- 修改了色泽的试验方法；
- 完善了气相色谱试验方法。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国表面活性剂和洗涤用品标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：中国日用化学工业研究院、辽宁华兴集团化工股份公司、上海华源制药股份有限公司浙江凤凰化工分公司、武汉市四方行化工有限公司。

本标准主要起草人：樊平、高光江、施小玲、李林、郁建宏。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 16451—1996。

引 言

本标准规定的天然脂肪醇系列产品,适合于合成各类表面活性剂,也可用于其他相应行业。所谓天然脂肪醇是指由天然油脂经甲酯化、氢化、精制制得的脂肪伯醇,包括主组分为 $C_{8\sim 10}$ 、 $C_{12\sim 14}$ 、 $C_{14\sim 16}$ 、 $C_{16\sim 18}$ 、 C_8 、 C_{10} 、 C_{12} 、 C_{14} 、 C_{16} 、 C_{18} 的偶数碳链脂肪伯醇。

本标准确定各类脂肪醇特性要求时参考了国内外相应产品的质量规格,如辽宁华兴集团化工股份公司、上海华源制药股份有限公司浙江凤凰化工分公司、日本花王公司、美国宝洁公司等的产品质量规格。

天然脂肪醇

1 范围

本标准规定了天然脂肪醇的产品分类、要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存。
本标准适用于以天然油脂为原料,经甲酯化、氢化、分馏制得的脂肪伯醇系列产品。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修改版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 617 化学试剂 熔点范围测定通用方法

GB/T 6324.6 有机化工产品中微量羰基化合物含量的测定 光度法

GB/T 9282.1 透明液体 以铂-钴等级评定颜色 第1部分:目视法

GB/T 11275 表面活性剂 含水量的测定

QB/T 2739—2005 洗涤用品常用试验方法 滴定分析(容量分析)用试验溶液的制备

3 产品分类

天然脂肪醇按碳链长度分为 C_{8~10}醇、C_{12~14}醇、C_{14~16}醇、C_{16~18}醇、C₈醇、C₁₀醇、C₁₂醇、C₁₄醇、C₁₆醇、C₁₈醇十类,其分子式和平均相对分子质量如表1。

表1 各类天然脂肪醇的化学式和平均相对分子质量

类别	化学式	平均相对分子质量
C _{8~10} 醇	C _{8~10} H _{17~21} OH	130~158
C _{12~14} 醇	C _{12~14} H _{25~29} OH	186~214
C _{14~16} 醇	C _{14~16} H _{29~33} OH	214~242
C _{16~18} 醇	C _{16~18} H _{33~37} OH	242~270
C ₈ 醇	C ₈ H ₁₇ OH	130
C ₁₀ 醇	C ₁₀ H ₂₁ OH	158
C ₁₂ 醇	C ₁₂ H ₂₅ OH	186
C ₁₄ 醇	C ₁₄ H ₂₉ OH	214
C ₁₆ 醇	C ₁₆ H ₃₃ OH	242
C ₁₈ 醇	C ₁₈ H ₃₇ OH	270

4 要求

天然脂肪醇具有固有的特性气味,其理化指标应符合表2规定。

表 2 天然脂肪醇的理化指标

类型		外观	熔点/℃	色泽/ Hazen	酸值 (以 KOH 计)/ (mg/g)	皂化值 (以 KOH 计)/ (mg/g)	碘值 (以 I ₂ 计)/ (g/100 g)	水分/ % (质量 分数)	羟值 (以 KOH 计)/ (mg/g)	烷烃 含量/% (质量 分数)	主组分 含量/% (质量 分数)	羰值/ (mg/kg)
C _{8~10} 醇	优等品	透明油	—	≤10	≤0.1	≤0.8	≤0.3	≤0.1	385~410	≤1.0	≥98	≤150
	一等品	状液体	—	≤15	≤0.2	≤1.0	≤0.5	≤0.2	380~410	≤1.5	≥97	≤300
	合格品	(30℃)	—	≤20	≤0.3	≤1.5	≤1.0	≤0.3	375~410	≤2.0	≥96	≤600
C _{12~14} 醇	优等品	透明油	—	≤10	≤0.1	≤0.5	≤0.3	≤0.1	285~295	≤0.5	≥98	≤150
	一等品	状液体	—	≤15	≤0.2	≤0.8	≤0.5	≤0.2	280~300	≤1.0	≥97	≤300
	合格品	(30℃)	—	≤20	≤0.3	≤1.0	≤1.0	≤0.3	280~305	≤1.5	≥96	≤600
C _{14~16} 醇	优等品	白色结	—	≤10	≤0.1	≤0.5	≤0.3	—	240~255	≤0.5	≥98	≤150
	一等品	晶体	—	≤15	≤0.2	≤0.8	≤0.5	—	240~260	≤1.0	≥97	≤300
	合格品	(30℃)	—	≤20	≤0.3	≤1.0	≤2.0	—	235~260	≤1.5	≥96	≤1 000
C _{16~18} 醇	优等品	白色 固体	47~55	≤10	≤0.1	≤0.5	≤0.5	—	210~220	≤0.5	≥98	≤300
	一等品			≤15	≤0.2	≤0.8	≤1.0	—	210~230	≤1.0	≥97	≤500
	合格品			≤30	≤0.3	≤1.0	≤2.0	—	205~230	≤1.5	≥96	≤1 000
C ₈ 醇	优等品	透明油	—	≤10	≤0.1	≤0.8	≤0.3	≤0.1	425~432	≤1.0	≥98	≤150
	一等品	状液体	—	≤15	≤0.2	≤1.0	≤0.5	≤0.2	420~432	≤1.5	≥97	≤300
	合格品	(30℃)	—	≤20	≤0.3	≤1.5	≤1.0	≤0.3	420~435	≤2.0	≥96	≤600
C ₁₀ 醇	优等品	透明油	—	≤10	≤0.1	≤0.8	≤0.3	≤0.1	351~357	≤1.0	≥98	≤150
	一等品	状液体	—	≤15	≤0.2	≤1.0	≤0.5	≤0.2	350~358	≤1.5	≥97	≤300
	合格品	(30℃)	—	≤20	≤0.3	≤1.5	≤1.0	≤0.3	349~359	≤2.0	≥96	≤600
C ₁₂ 醇	优等品	透明油	—	≤10	≤0.1	≤0.5	≤0.3	≤0.1	296~303	≤0.5	≥98	≤150
	一等品	状液体	—	≤15	≤0.2	≤0.8	≤0.5	≤0.2	295~310	≤1.0	≥97	≤300
	合格品	(30℃)	—	≤20	≤0.3	≤1.0	≤1.0	≤0.3	290~310	≤1.5	≥96	≤600
C ₁₄ 醇	优等品	白色结	—	≤10	≤0.1	≤0.5	≤0.3	—	255~265	≤0.5	≥98	≤150
	一等品	晶体	—	≤15	≤0.2	≤0.8	≤0.5	—	254~266	≤1.0	≥97	≤300
	合格品	(30℃)	—	≤20	≤0.3	≤1.0	≤1.0	—	250~266	≤1.5	≥96	≤600
C ₁₆ 醇	优等品	白色 固体	48~51	≤10	≤0.1	≤0.5	≤0.5	—	225~235	≤0.5	≥98	≤300
	一等品		47~51	≤15	≤0.2	≤0.8	≤1.0	—	220~235	≤1.0	≥97	≤500
	合格品		46~52	≤30	≤0.3	≤1.0	≤1.5	—	220~240	≤1.5	≥96	≤1 000
C ₁₈ 醇	优等品	白色 固体	57~60	≤10	≤0.1	≤0.5	≤0.5	—	203~210	≤0.5	≥98	≤300
	一等品		56~60	≤15	≤0.2	≤0.8	≤1.0	—	200~215	≤1.0	≥97	≤500
	合格品		55~61	≤30	≤0.3	≤1.0	≤1.5	—	200~220	≤1.5	≥96	≤1 000

注 1: 烷烃含量包括烷烃和其他非醇杂质。

注 2: 主组分含量系指类型名称所标明组分偶碳伯醇的含量(单一组分或二组分之和)。

5 试验方法

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或纯度相当的水。

5.1 样品制备

将样品混合后(固态样品应熔融混匀后)方可取样试验。

5.2 外观

将样品盛于烧杯或玻璃瓶中,在 30 °C 目测样品的颜色与状态。

5.3 熔点

按 GB/T 617 规定执行。

测定结果用初熔点和终熔点的平均值表示。

精密密度:在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值应不大于 0.4 °C,以大于 0.4 °C 的情况不超过 5% 为前提。

5.4 色泽

5.4.1 试样处理

固态脂肪醇试样需加热至 75 °C ± 5 °C,待全部熔化后,立即倒入预先温热过的比色管中;液态试样也需保持在熔点以上使其呈透明澄清状态,再置于比色管中。

5.4.2 测定

按 GB/T 9282.1 规定进行,结果的铂-钴颜色单位以 Hazen 单位表示。

精密密度:在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值应不大于 5Hazen,以大于 5Hazen 的情况不超过 5% 为前提。

5.5 酸值

5.5.1 试剂

- a) 氢氧化钾(GB/T 2306), $c(\text{KOH}) = 0.05 \text{ mol/L}$ 乙醇标准滴定溶液,按 QB/T 2739—2005 中的 4.2 进行配制和标定;
- b) 95% 乙醇(GB/T 679),用碱中和至对酚酞呈中性;
- c) 酚酞(GB/T 10729), 10 g/L 乙醇溶液。

5.5.2 仪器

- a) 无塞滴定管, 10 mL, 分度 0.02 mL;
- b) 锥形瓶, 250 mL。

5.5.3 试验程序

称取约 10 g 试样(准确至 0.000 2 g)置于 250 mL 锥形瓶中,加入 50 mL 中性乙醇[5.5.1b)],加热使试样溶解后,加入 2 滴~3 滴酚酞指示液,用氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液[5.5.1a)]滴定至与中性乙醇相同的淡粉红色,并保持 15 s 不褪色为终点。

5.5.4 结果计算

中和 1 g 脂肪醇试样的酸度所需氢氧化钾的毫克数称为酸值。脂肪醇的酸值 X_1 以 KOH 计,按毫克每克(mg/g)表示,按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{c_1 \times V_1}{m_1} \times 56.11 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- c_1 ——氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
 V_1 ——滴定耗用的氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
 m_1 ——试样的质量,单位为克(g);
 56.11——氢氧化钾的毫摩尔质量,单位为毫克每毫摩尔(mg/mmol)。

以两次平行测定结果的算术平均值作为试样的酸值。

5.5.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值应不大于 0.10 mg/g(以 KOH 计),以大于 0.10 mg/g(以 KOH 计)的情况不超过 5%为前提。

5.6 皂化值

5.6.1 试剂

- a) 氢氧化钾(GB/T 2306),0.5 mol/L 乙醇(95%)溶液:称取氢氧化钾 33 g 溶于 30 mL 水中,用乙醇[5.6.1b)]稀释至 1 000 mL,放置 24 h,取清液使用;
- b) 95%乙醇(GB 679),用碱中和至对酚酞呈中性;
- c) 盐酸(GB/T 622), $c(\text{HCl})=0.5 \text{ mol/L}$ 标准滴定溶液,按 QB/T 2739—2005 中 4.3 配制和标定;
- d) 酚酞,同 5.5.1c)。

5.6.2 仪器

- a) 锥形瓶,250 mL,磨口,无硼耐碱;
- b) 回流冷凝管,具磨砂接头与锥形瓶磨口相配;
- c) 具塞滴定管,50 mL,分度 0.1 mL;
- d) 移液管,50 mL;
- e) 水浴或电热板。

5.6.3 试验程序

称取 10 g 试样(准确至 0.000 2 g)置于锥形瓶[5.6.2a)]中,用移液管移入 0.5 mol/L 氢氧化钾-乙醇溶液 50 mL,装上回流冷凝管,置锥形瓶于沸水浴中或相当温度的电热板上加热回流 1 h。用少量无二氧化碳蒸馏水冲洗冷凝管壁,取下锥形瓶,加酚酞指示液 2 滴~3 滴,趁热用盐酸标准滴定溶液[5.6.1c)]滴定至红色消失为终点。

同时做空白试验。

5.6.4 结果计算

皂化 1 g 脂肪醇试样所需氢氧化钾的毫克数称为脂肪醇的皂化值。脂肪醇的皂化值 X_2 以 KOH 计,按毫克每克(mg/g)表示,按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{c_2 \times (V_0 - V_2) \times 56.11}{m_2} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- c_2 ——盐酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_0 ——空白试验耗用盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_2 ——试样滴定耗用盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- m_2 ——试样的质量,单位为克(g);
- 56.11——氢氧化钾的毫摩尔质量,单位为毫克每毫摩尔(mg/mmol)。

以两次平行测定结果的算术平均值作为试样的皂化值。

5.6.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值应不大于 0.2 mg/g,以大于 0.2 mg/g 的情况不超过 5%为前提。

5.7 碘值

5.7.1 试剂与溶液

- a) 四氯化碳(GB/T 688)或三氯甲烷(GB/T 682);
- b) 冰乙酸(GB/T 676);

- c) 碘(GB/T 675);
- d) 碘化钾(GB/T 1272), 100 g/L 溶液;
- e) 硫代硫酸钠(GB/T 637), $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$ 标准滴定溶液, 按 QB/T 2739—2005 中 4.12 配制和标定;
- f) 淀粉指示液, 10 g/L 溶液, 按 QB/T 2739—2005 中 5.3 配制;
- g) 氯气 98.8% 或自制: 用密度为 1.19 g/L 的盐酸滴加于高锰酸钾中, 生成的氯气通过盛有硫酸试剂(密度为 1.84 g/L)的洗气瓶干燥后方可通入碘溶液中;
- h) 氯化碘, $c\left(\frac{1}{2}\text{ICl}\right) = 0.2 \text{ mol/L}$ 冰乙酸溶液(韦氏溶液)。

溶解 16.2 g 氯化碘于 1 000 mL 冰乙酸中。或按如下方法配制: 称取 13 g 碘溶解于 1 000 mL 冰乙酸中(溶解时视需要可微微加热), 置于 1 000 mL 棕色试剂瓶内, 盖上磨口塞。冷却后, 倒出 100 mL~200 mL 于另一棕色瓶中, 盖塞置阴暗处供调整韦氏溶液用。在剩余的 800 mL~900 mL 碘溶液中通入经过浓硫酸洗气瓶干燥的氯气, 至溶液由深色渐渐变淡直至桔红色透明为止。

检验氯气通入量及校正的方法: 通氯气前后各取样 25 mL, 分别加入 15% 碘化钾溶液[5.7.1d)] 20 mL 和水 100 mL, 用硫代硫酸钠标准滴定溶液[5.7.1e)] 滴定至溶液呈淡黄色时加入淀粉指示液 1 mL, 继续滴定至蓝色消失为终点。通氯气后(韦氏溶液)所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液体积应是未通氯气时的近两倍, 若超过两倍, 则应滴加预先留存的碘溶液进行调整。

5.7.2 仪器

- a) 碘量瓶, 250 mL;
- b) 移液管, 20 mL;
- c) 量筒, 10 mL;
- d) 无塞滴定管(棕色), 50 mL, 分度 0.1 mL。

5.7.3 试验程序

准确称取 5 g 试样(准确至 0.000 2 g)于碘量瓶中, 用量筒加 20 mL 四氯化碳或三氯甲烷溶解。精确移入 20.0 mL 韦氏溶液。塞紧瓶塞, 加少量碘化钾溶液封口, 慢慢摇匀后, 于室温暗处放置 60 min。取出碘量瓶, 加 25 mL 碘化钾溶液及 50 mL 水, 用 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液呈淡黄色时, 加入约 1 mL 淀粉指示液, 继续滴定至蓝色消失为终点。

同时按相同条件做空白试验。

如试样测定耗用的硫代硫酸钠溶液少于空白试验的一半, 应减少称样量重新测定。

5.7.4 结果计算

每 100 g 脂肪醇试样吸收碘的克数, 称为碘值。脂肪醇碘值 X_3 以 I_2 计, 按克每百克(g/100 g)表示, 按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{c_3 \times (V_0 - V_3) \times 0.1269 \times 100}{m_3} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

c_3 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

V_0 ——空白试验耗用硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

V_3 ——试样测定耗用硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

0.1269——碘原子的毫摩尔质量, 单位为克每毫摩尔(g/mmol);

m_3 ——试样的质量, 单位为克(g)。

以两次平行测定结果的算术平均值做为试样的碘值。

5.7.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.2 g/100 g(以 I_2 计), 以大于

0.2 g/100 g(以 I₂ 计)的情况不超过 5%为前提。

5.8 羟值(化学法)——仲裁法

5.8.1 试剂

- 氢氧化钾(GB/T 2306), $c(\text{KOH})=0.5 \text{ mol/L}$ 标准滴定溶液,参照 QB/T 2739—2005 中 4.2 配制和标定;
- 乙酸酐(GB/T 677);
- 吡啶(GB/T 689),无水;
- 95%乙醇,同 5.5.1b);
- 酚酞,同 5.5.1c);
- 乙酰化试剂,吡啶、乙酸酐混合液(4+1)。

5.8.2 仪器

- 锥形瓶,250 mL,具有磨口;
- 空气冷凝管,长度约 1.5 m,带有磨砂玻璃接头,与锥形瓶相配;
- 甘油浴,控温范围 96 °C~99 °C;
- 无塞滴定管,50 mL,分度 0.1 mL;
- 移液管,3 mL。

5.8.3 试验程序

称取 0.5 g~1 g 试样(准确至 0.000 2 g)于锥形瓶[5.8.2a)]中,精确移入 3.0 mL 乙酰化试剂[5.8.1f)],将空气冷凝管装于锥形瓶口上,置锥形瓶于温度保持在 96 °C~99 °C 的甘油浴中,使锥形瓶底部浸入甘油约 1 cm 处,加热 1 h。取出锥形瓶,稍冷,从空气冷凝管上口加入 2 mL 水,摇匀后再放到 96 °C~99 °C 甘油浴中加热 10 min。取出锥形瓶,冷却至室温,用中性乙醇[5.8.1d)]50 mL 冲洗空气冷凝管壁和磨砂接头及锥形瓶内壁。待内容物溶匀后,加入 2 滴~3 滴酚酞指示液,用氢氧化钾标准滴定溶液[5.8.1a)]滴定至微红色,持续 30 s 为终点。

同时做空白试验。

5.8.4 结果计算

使 1 g 脂肪醇乙酰化的乙酸所相当的氢氧化钾毫克数,称为羟值。脂肪醇的羟值 HV 以氢氧化钾计,按毫克每克(mg/g)表示,按式(4)计算:

$$\text{HV} = \frac{c_4 \times (V_0 - V_4) \times 56.11}{m_4} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- c_4 ——氢氧化钾标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_0 ——空白试验耗用氢氧化钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_4 ——试样测定耗用氢氧化钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 56.11——氢氧化钾的毫摩尔质量,单位为毫克每毫摩尔(mg/mmol);
- m_4 ——试样的质量,单位为克(g)。

以两次平行测定结果的算术平均值作为脂肪醇的羟值。

5.8.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 3.0 mg/g(以 KOH 计),以大于 3.0 mg/g(以 KOH 计)的情况不超过 5%为前提。

5.9 主组分含量、羟值及烷烃含量(色谱法)

5.9.1 试剂与材料

- 无水乙醇(GB/T 678);
- 载气:氦气或氮气,纯度大于 99.99%;

- c) 燃气:氢气,纯度大于 99.99%;
- d) 助燃气:二次净化空气;
- e) 担体 Chromosorb T,或 Chromosorb WAW DMCS,或 60 目~80 目 101 硅烷化白色担体;
- f) 正戊烷。

5.9.2 仪器

5.9.2.1 色谱仪,具有如下部分:

- a) 检测器,氢火焰离子化检测器(FID) 检测限: $\leq 1 \times 10^{-10}$ ($n\text{-C}_{16}$);
- b) 色谱柱,能使脂肪醇中各组分及杂质很好分离的填充柱或毛细管柱:
填充柱:不锈钢或玻璃柱管,内径约 2 mm~4 mm,长度 2 m,内装有担体[5.9.1e)]涂覆约 5% SE-30 或 3%~5% OV-101 固定液的固定相,或具有相当效能的其他填充柱;
毛细管柱:具有相当或更佳的分离效能,SE-30 或 OV-101(长 30 m,内径 0.2 mm~0.32 mm,膜厚 0.2 μm ~0.5 μm);
- c) 数据处理器:色谱工作站或记录仪和电子积分仪。

5.9.2.2 微量注射器,1 μL 、5 μL 。

5.9.3 色谱分析条件

根据使用的色谱柱选定色谱条件以获得最佳柱效。

填充柱的参考条件如下:

- a) 柱温:程序升温的初始温度为 120 $^{\circ}\text{C}$,升温速度为 4 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ~6 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$,终温为 240 $^{\circ}\text{C}$,恒温为 170 $^{\circ}\text{C}$ ~200 $^{\circ}\text{C}$;
- b) 汽化室温度 250 $^{\circ}\text{C}$ ~300 $^{\circ}\text{C}$;
- c) 检测器温度 250 $^{\circ}\text{C}$ ~300 $^{\circ}\text{C}$;
- d) 燃气流量 30 mL/min~400 mL/min;
- e) 助燃气流量 300 mL/min~400 mL/min;
- f) 载气流量 40 mL/min~60 mL/min;
- g) 试样稀释:按试样与无水乙醇之比为 1:3(或 1:5)稀释;
- h) 进样量 1 μL ~2 μL 。

毛细管柱参考条件:

- a) 汽化室温度 250 $^{\circ}\text{C}$ ~300 $^{\circ}\text{C}$;
- b) 柱温:程序升温的初始温度为 100 $^{\circ}\text{C}$,升温速度为 4 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ~6 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$,终温为 250 $^{\circ}\text{C}$;
- c) 检测器温度 250 $^{\circ}\text{C}$ ~300 $^{\circ}\text{C}$;
- d) 燃气流量 30 mL/min~40 mL/min;
- e) 助燃气流量 300 mL/min~400 mL/min;
- f) 载气流量:柱内流速 1 mL/min~5 mL/min,分流比为 20:1~60:1;
- g) 试样稀释:按样品与正戊烷之比为 1:100 稀释;
- h) 进样量 1 μL ~2 μL 。

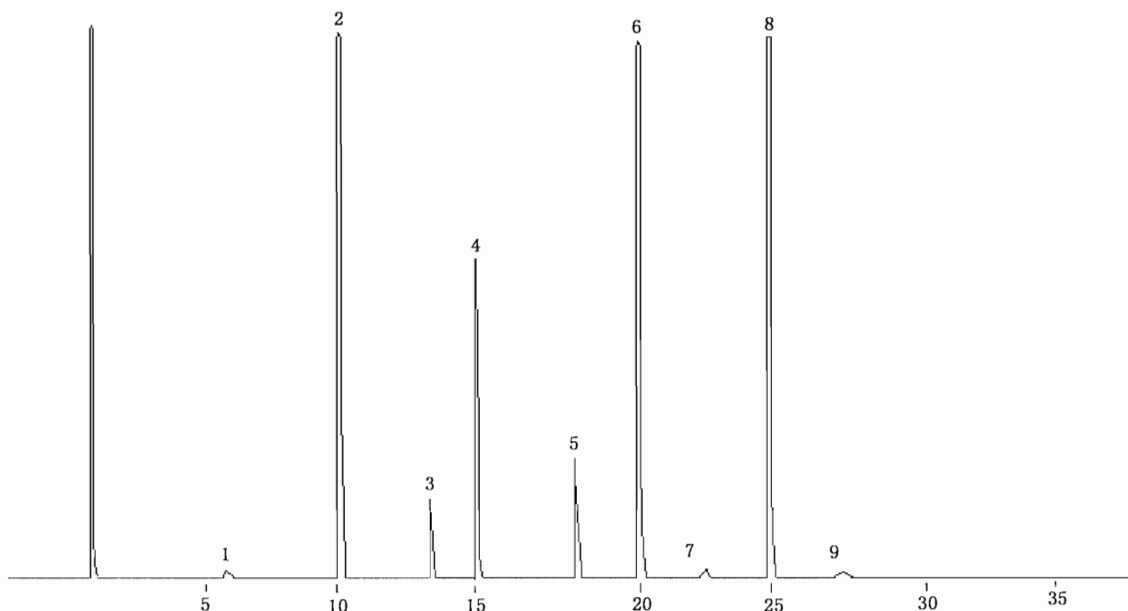
5.9.4 试验程序

5.9.4.1 根据选定仪器的使用说明,按色谱分析条件操作。要求使各色谱峰分开,不能重叠。

5.9.4.2 采用修正面积归一化法进行定量分析。

5.9.4.3 可采用色谱工作站或记录仪、电子积分仪处理色谱信号数据,最小峰面积设为 0。

典型色谱图见图 1。



- 1——C₁₀ 醇；
- 2——C₁₂ 醇；
- 3——C₁₆ 烷；
- 4——C₁₄ 醇；
- 5——C₁₈ 烷；
- 6——C₁₆ 醇；
- 7——C₁₇ 醇；
- 8——C₁₈ 醇；
- 9——C₂₀ 醇。

图 1 天然脂肪醇典型色谱图

5.9.5 结果计算

5.9.5.1 脂肪醇主组分含量的计算

脂肪醇 *i* 组分的质量分数 X_i (%), 按式(5)计算:

$$X_i = \frac{A_{iROH}}{\sum_{i=1}^n A_{iROH} + \frac{\sum_{i=1}^n A_{iRH}}{f} + \sum A_x} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- A_{iROH} ——脂肪醇 *i* 组分的色谱峰面积;
- A_{iRH} ——烷烃 *i* 组分的色谱峰面积;
- f ——烷烃的相对响应值;
- A_x ——其他未定性的非醇和非烷烃的杂组分峰面积。

用色谱标准试剂的醇、烷烃配置标样(各醇、烷烃的称量与试样组分比例相近), 在与试样分析相同操作条件下进行色谱分析。烷烃的相对响应值 f 按式(6)计算:

$$f = \frac{s_{RH} \times m_{ROH}}{s_{ROH} \times m_{RH}} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

- m_{RH} ——标样中各烷烃组分质量的和;

m_{ROH} ——标样中各醇组分质量的和；

S_{RH} ——标样中各烷烃组分数谱峰面积的和；

S_{ROH} ——标样中各醇组分数谱峰面积的和。

脂肪醇主组分含量按表 2 类型名称所标明组分偶碳伯醇的含量加和,分别为: $X_8 + X_{10}, X_{12} + X_{14}, X_{14} + X_{16}, X_{16} + X_{18}, X_8, X_{10}, X_{12}, X_{14}, X_{16}, X_{18}$ 。

以两次平行测定结果的算术平均值作为脂肪醇的主组分含量。

5.9.5.2 烷烃含量的计算

脂肪醇中烷烃质量分数 RH(%)按式(7)计算:

$$RH = \frac{\frac{\sum_{i=1}^n A_{i\text{ROH}}}{f} + \sum A_x}{\sum_{i=1}^n A_{i\text{ROH}} + \frac{\sum_{i=1}^n A_{i\text{RH}}}{f} + \sum A_x} \times 100\% \dots\dots\dots (7)$$

式中:

$A_{i\text{RH}}$ ——烷烃 i 组分数谱峰面积；

$A_{i\text{ROH}}$ ——脂肪醇 i 组分数谱峰面积；

f ——烷烃的相对响应值；

A_x ——其他未定性的非醇、非烷烃的杂组分峰面积。

以两次平行测定结果的算术平均值作为脂肪醇中的烷烃含量。

5.9.5.3 脂肪醇羟值的计算

脂肪醇的羟值 HV 以氢氧化钾计,按毫克每克(mg/g)表示,按式(8)计算:

$$HV = \sum_{i=1}^n x_i HV_i \dots\dots\dots (8)$$

式中:

x_i ——脂肪醇 i 组分的含量, %；

HV_i ——脂肪醇 i 组分的理论羟值,以氢氧化钾计,单位为毫克每克(mg/g)。

$C_6 \sim C_{20}$ 烷醇的理论羟值如下:

$C_6 = 550.1, C_8 = 430.9, C_{10} = 354.5, C_{12} = 301.1, C_{14} = 261.7, C_{16} = 231.4, C_{18} = 207.4, C_{20} = 187.9$ 。

以两次平行测定结果的算术平均值作为脂肪醇的羟值。

5.9.5.4 精密度

在重复性条件下获得的:

脂肪醇主组分两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.4%；

烷烃含量两次平行测定结果的绝对差值不大于 1.0%；

羟值两次平行测定结果的相对差值不大于 3%；

以大于上述数值的情况不超过 5%为前提。

5.10 水分

按 GB/T 11275 规定进行。

5.11 羰值的测定

按 GB/T 6324.6 规定进行测定。

羰基化合物标准原液应配制为 1 mL 含 44 μg 羰基化合物(以乙醛计)的溶液。

试样溶液及空白溶液如出现混浊现象,应过滤后再进行测定。 C_{16} 以上高碳醇如有凝固现象,应加热融化后再进行测定。

6 检验规则

6.1 检验分类

6.1.1 型式检验

型式检验项目包括第4章的全部项目,在下列情况下应进行型式检验:

- a) 当生产原料、工艺、设备、管理等方面(包括人员素质)有较大改变,可能影响产品质量时;
- b) 正常生产时,每三个月应进行一次型式检验;
- c) 长期停产后,恢复生产时;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时;
- e) 国家质量监督检验检疫机构提出进行型式检验时。

6.1.2 出厂检验

第4章要求中除水分、碳值外,均为出厂检验项目。

6.2 组批与抽样规则

6.2.1 产品按批交付验收,一次交付的同一规格、同一批号的产品为一交付批。

产品应先由生产单位的质量检验部门按本标准检验,符合本标准并出具质量检验合格证书方可出厂。产品质量检验合格证书应包括:生产者名称、产品名称、商标、采用标准编号、批号、批量、等级、质量指标、生产日期等。

收货单位根据质量合格证书,在一个月内按本标准取样验收或仲裁。

6.2.2 取样

收货单位验收、仲裁检验所需的样品应根据产品批量大小,按表3确定样本大小,交收双方会同在交货地点从交付批中随机抽取样本单位。

表3 批量和样本大小

单位为桶、袋、箱

批量	≤15	16~25	26~90	91~150	151~500	501~1 200	≥1 201
样本	2	3	5	8	13	20	32

采集液体样时用液体采样器自包装中心插入三分之二深处采集样品,采集固体样时用采样器自包装中心插入三分之二深处采集样品。从每个样本单位中抽取等量的样品,使总量不少于1.5 kg,混匀后分成三份(固态的脂肪醇应熔融后混匀),分装于三个洁净的样品瓶内,加盖密封,贴上标签,并注明:样品名称、类型、等级、批号、生产单位、生产日期、采样日期、采样人。交收双方各持一份检验,第三份由交货方保存,备作仲裁检验用,保存期为一个月。

6.3 判定规则与复检

理化指标检验结果用修约值比较法判定产品合格或不合格,如有一项不合格时,可重新取两倍样本,对不合格项进行复验。如复验结果符合本标准规定,则判该批产品合格;如仍不合格,则判该批产品不合格。

6.4 仲裁

交收双方如对复验结果仍有争议时,可按本标准商请仲裁检验,仲裁结果为最终依据。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

每件天然脂肪醇包装和所附的质量合格证上应有下列标志:

- a) 产品名称、商标、类型、等级和执行标准;
- b) 净含量和毛重;
- c) 生产批号或生产日期;

- d) 有防水、防潮等文字或标识;
- e) 生产者名称、地址、邮编和联系电话。

7.2 包装

液态的脂肪醇产品包装一般采用 200 L 镀锌铁皮桶,并将桶口密封;固态的片状脂肪醇产品包装一般采用内衬塑料袋的编织袋或纸箱。

收货单位有特殊要求时,由供需双方协商解决。

各种包装物应无破损,清洁无污染,包装后应封口良好。

十件包装的平均净含量不应少于标称质量。

7.3 运输

脂肪醇运输时应有遮盖物,避免阳光直射,防雨防潮,轻装轻卸,避免损坏包装。

7.4 贮存

脂肪醇应贮存于通风条件良好的仓库,注意防晒防潮,垛高以不超过支撑物的最大载荷为限。

产品在上述贮运条件且未启封的情况下,自生产之日起保质期为一年。
