

Знешний вид 1 (ИЧ 6-83)
Бутылка
Знешний вид №2
(ИЧ 4-83)
Зв. в. №3 (УГРН)

23783-79



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

**СПИРТЫ СИНТЕТИЧЕСКИЕ ЖИРНЫЕ
ПЕРВИЧНЫЕ ФРАКЦИИ**

C₁₆—C₂₁

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 23783-79

Издание официальное

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ
БИБЛИОТЕКА
ВНИИСС Г

Цена 5 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

РАЗРАБОТАН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

В. И. Бавкин, Л. В. Макарова, С. В. Макаров, Л. Г. Линчевская

ВНЕСЕН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР

Заместитель министра В. М. Соболев

**УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного Комитета СССР по стандартам от 14 августа 1979 г.
№ 3113**

анализа. В этом случае рекомендуется использовать калибровочные коэффициенты первичных спиртов, приведенные в справочном приложении 2.

4.6. Определение йодного числа

4.6.1. Посуда и реактивы:

Колба мерная типа 2—1000—2 по ГОСТ 1770—74.

Колба типа КнКШ-250—29/32 ТУ по ГОСТ 10394—72.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по СТ СЭВ 223—75, 0,1 н. водный раствор.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, 10%-ный водный раствор.

Хлороформ по ГОСТ 20015—74.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, 1%-ный водный раствор, приготовленный по ГОСТ 4517—75.

Калий йодноватокислый по ГОСТ 4202—75.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Йод хлористый, 0,2 н. солянокислый раствор, готовят следующим образом: в мерную колбу с притертой пробкой помещают 11,1 г йодистого калия, 7 г йодноватокислого калия, взвешенных с погрешностью не более 0,0002 г, 50 мл воды, 50 мл соляной кислоты и взбалтывают до полного растворения йода. Добавляют в раствор 20 мл хлороформа и при энергичном взбалтывании по каплям 1%-ный раствор йодноватокислого калия до обесцвечивания фиолетовой окраски хлороформного слоя. Объем раствора доводят до 1 л водой и отделяют раствор хлористого йода от хлороформа.

4.6.2. Проведение анализа

3—5 г испытуемых спиртов взвешивают в колбе с погрешностью не более 0,0002 г и растворяют в 10 мл хлороформа.

К содержимому колбы приливают из бюретки 15 мл раствора хлористого йода, тщательно перемешивают, плотно закрывают и оставляют на 15 мин в затемненном месте. Затем в колбу приливают 10 мл раствора йодистого калия, 50 мл воды и титруют выделившийся йод раствором серноватистого натрия, применяя в качестве индикатора раствор крахмала.

Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт без навески продукта.

4.6.3. Обработка результатов

Йодное число спиртов (X_5) в г йода на 100 г продукта вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{(V_2 - V_1) \cdot 0,01269 \cdot 100}{m},$$

где V_1 — объем точно 0,1 н. раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование анализируемой пробы, мл;

V_2 — объем точно 0,1 н. раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование контрольной пробы, мл;

0,01269 — масса йода, соответствующая 1 мл точно 0,1 н. раствора серноватистокислого натрия, г;

t — масса навески продукта, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2 г йода на 100 г продукта для уровня доверительной вероятности 0,95.

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение спиртов — по ГОСТ 1510—76.

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

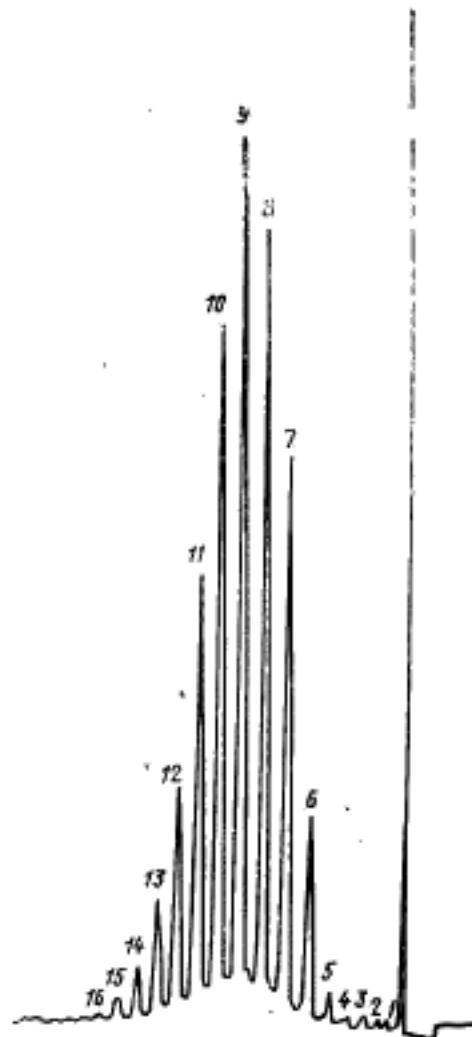
6.1. Изготовитель должен гарантировать соответствие спиртов требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

6.2. Гарантийный срок хранения — один год со дня изготовления. По истечении гарантийного срока хранения перед применением спирты должны быть проверены на соответствие требованиям настоящего стандарта.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Справочное

**ТИПОВАЯ ХРОМАТОГРАММА СИНТЕТИЧЕСКИХ ЖИРНЫХ ПЕРВИЧНЫХ
СПИРТОВ ФРАКЦИИ C₁₄—C₂₁**

Условия анализа: колонка длиной 1 м, заполненная хроматоном N—AW—HMDC с 5% силикона SE-30; температура анализа 120—250°C; скорость измерения температуры 8°C/мин, хроматограф «Вырхром» с пламенно-ионизационным детектором.



Обозначения пиков спиртов:

1—дециловый, 2—ундекиловый, 3—додециловый, 4—тридекиловый, 5—тетрадециловый, 6—пентадециловый, 7—гексадециловый, 8—гептадециловый, 9—октадециловый, 10—нонадециловый, 11—эйказиловый, 12—гептакозиловый, 13—докозиловый, 14—трикозиловый, 15—тетракозиловый, 16—пентакозиловый.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Справочное

Таблица калибровочных коэффициентов

Число атомов углерода в молекуле спирта	Калибровочный коэффициент
C ₁₀	1,08
C ₁₁	1,06
C ₁₂	1,04
C ₁₃	1,03
C ₁₄	1,02
C ₁₅	1,01
C ₁₆	1,00
C ₁₇	0,99
C ₁₈	0,98
C ₁₉	0,97
C ₂₀	0,96
C ₂₁	0,95
C ₂₂	0,94
C ₂₃	0,93
C ₂₄	0,92
C ₂₅	0,91

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *Г. А. Макарова*
Корректор *Е. И. Евганс*

Сдано в набор 20.09.79 Подп. в печ. 01.11.79 1,0 п. л. 0,75 уч.-изд. л. Тир. 12000 Цена 5 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новомосковский пер., 3
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Звк. 2857

Группа 548

**Изменение № 1 ГОСТ 23783—79 Спирты синтетические жирные первичные
фракции C₁₆—C₂₁. Технические условия**

встановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.03.83
№ 1126 срок введения установлен

с 01.07.83

По всему тексту стандарта заменить единицу измерения: мл на см³.

Пункт 1.1. Заменить слова: «по технологии, утвержденной» на «по технологическому регламенту, утвержденному».

Пункт 1.2. Таблица 1. Нанесение графы «Норма» дополнить словами: «для высшей категории качества». Пункты 7—9 изложить в новой редакции:

Нанесение показателя	Норма для высшей категории качества	Метод испытания
Фракционный состав, %, не более основная доля спиртов до C ₁₆ основная доля спиртов выше C ₂₁	10 10	По ГОСТ 24006—80
Подное число, г йода на 100 г, не более	1,7	По п. 4.6
Карбонильное число, мг КОН на 1 г, не более	2,5	По ГОСТ 23527—79

Примечание изложить в новой редакции: «Примечание. Норма по пунктам таблицы устанавливается факультативно до 1 июня 1984 г.».

Пункты 3.2, 4.1. Заменить ссылку: ГОСТ 2517—69 на ГОСТ 2517—80.

Пункт 4.3.1. Заменить слова: «Калия гидроокись; х. ч. или ч. д. а.» на «Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, х. ч. или ч. д. а.».

(Продолжение см. стр. 70)

(Продолжение изменения к ГОСТ 23783—79)

Пункт 4.4.1. Заменить слова: «Весы аналитические по ГОСТ 19491—74 типа ВЛА-200, класса точности 2» на «Весы лабораторные с пределом взвешивания от 0,1 мг до 200 г по ГОСТ 24104—80, класса точности 2».

Пункты 4.5, 4.5.1—4.5.4 исключить.

Пункт 6.1. Заменить слова: «должен гарантировать» на «гарантирует».

Пункт 6.2. Исключить слова: «По истечении гарантийного срока хранения перед применением спирты должны быть проверены на соответствие требованиям настоящего стандарта».

(ИУС № 6 1983 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 23783—79 Спирты синтетические жирные первичные фракции C₁₆—C₂₁. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 20.12.86 № 4290

Дата введения 01.06.87

Заменить группу: 648 на Л25.

Заменить код: ОКП 24 2274 0300 на 24 2275 0200.

По всему тексту стандарта заменить единицу: л на дм³.

Вводную часть дополнить абзацем: «Показатели технического уровня, установленные настоящим стандартом, предусмотрены для высшей категории качества».

Пункт 1.2. Таблица. Графа «Норма для высшей категории качества». Исключить слова: «для высшей категории качества»;

заменить значения: 3,0 на 2,6; 0,4 на 0,3; 1,7 на 1,5;

для показателя «массовая доля спиртов свыше C₂₁» заменить значение: 10 на 9;

(Продолжение см. с. 52)

(Продолжение изменения к ГОСТ 23783—79)

графа «Метод испытания». Заменить слова: «По п. 4.3» на «По ГОСТ 26549—85»;

заменить ссылку: ГОСТ 23527—79 на ГОСТ 26592—85;
примечание исключить.

Пункт 2.3. Третий абзац. Исключить слова: «производственных помещений»;

последний абзац изложить в новой редакции; «Помещения, в которых проводятся работы с продуктом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией».

Пункт 3.1. Пятый абзац. Заменить слово: «выработки» на «изготовления»;

Пункт 3.3. Заменить слово: «испытание» на «анализ» (3 раза);

Пункт 4.2. Заменить ссылку: ГОСТ 10515—75 на ГОСТ 25336—82.

Пункты 4.3—4.3.3 исключить.

Пункт 4.4.1 изложить в новой редакции:

«4.4.1. Материалы, реагенты и аппаратура

Силикагель марки АСК по ГОСТ 3956—76, прокаленный в тонком слое в течение 1 ч при 550 °С.

Эфир этиловый технический по ГОСТ 6265—74.

Эфир петролейный марки 40—70.

(Продолжение см. с. 53)

(Продолжение изменения к ГОСТ 23783—79)

Колонка газохроматографическая — стеклянная трубка диаметром 15—16 мм, высотой 680—700 мм.

Колба КН-2—250 или П-2—250 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Стакан Н-1—50 ТС по ГОСТ 25336—82.

Воронка ВД-1,2,3—100 ХС-1 по ГОСТ 25336—82.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—80 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Баня водная.

Пункт 4.4.2. Второй абзац. Заменить слова: «с погрешностью не более 0,0002 г» на «(результат взвешивания записывают в граммах с точностью до четвертого десятичного знака)».

Пункт 4.4.3. Последний абзац дополнить словами: «при доверительной вероятности $P=0,95$ ».

Пункт 4.6.1 до слов «Кислота соляная по ГОСТ 3118—77» изложить в новой редакции:

«4.6.1. Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104—80 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Колба 2—1000—2 по ГОСТ 1770—74.

Колба КН-2—250 ТХС по ГОСТ 25336—82.

Натрий серноватистокислый (титансульфат натрия) по СТ СЭВ 223—75, раствор концентраций c ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.).

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, водный раствор с массовой долей 10 %.

Хлороформ по ГОСТ 20015—74.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, водный раствор с массовой долей 1 %, приготовленный по ГОСТ 4517—75.

(Продолжение см. с. 54)

СПИРТЫ СИНТЕТИЧЕСКИЕ ЖИРНЫЕ ПЕРВИЧНЫЕ

ФРАКЦИИ $C_{16}-C_{21}$

Технические условия

Synthetic primary fatty alcohols
 $C_{16}-C_{21}$ fractions
Specifications

ОКП 2422740300

ГОСТ
23783-79

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 14 августа 1979 г. № 3113 срок действия установлен

срок действия стандарта с 01.07.1980 г.
до 01.07.1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

90.07.07.92

ИЧ-4-92

Настоящий стандарт распространяется на синтетические первичные жирные спирты фракции $C_{16}-C_{21}$, получаемые каталитическим восстановлением метиловых эфиров синтетических жирных кислот и используемые в производстве поверхностно-активных веществ.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Спирты должны изготавляться в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологии, утвержденной в установленном порядке.

1.2. По физико-химическим показателям спирты должны соответствовать требованиям и нормам, указанным в табл. 1.

(Продолжение изменения к ГОСТ 23788—79)

Калий йодноватокислый по ГОСТ 4202—75 и водный раствор с массовой долей 1 %;

последний абзац до слов «50 мл воды» изложить в новой редакции: «Йод хлористый, солянокислый раствор концентрации точно 0,2 моль/дм³ (0,2 н.), готовят следующим образом. В мерную колбу помещают 11,1 г йодистого калия, 7 г йодноватокислого калия, взвешенные на весах (результат взвешивания записывают в граммах с точностью до четвертого десятичного знака)»;

исключить слова: «1 %-ный».

Пункт 4.6.2. Первый абзац. Заменить слова: «с погрешностью не более 0,0002 г» на «записывая результаты взвешивания в граммах с точностью до четвертого десятичного знака»;

последний абзац изложить в новой редакции: «Одновременно в тех условиях и с теми же количествами реагента проводят контрольный опыт».

Пункт 4.6.3. Формула. Экспликацию изложить в новой редакции:

«где V_1 — объем раствора серноватистокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), израсходованный на титрование анализируемой пробы, см³;

V_2 — объем раствора серноватистокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), израсходованный на титрование контрольной пробы, см³;

0,01269 — масса йода, соответствующая 1 см³ раствора серноватистокислого натрия концентрации точно 0,1 моль/дм³ (0,1 н.), г;

m — масса навески продукта, г»;

последний абзац. Заменить слова: «для уровня» на «пра».

Раздел 5. Заменить ссылку: ГОСТ 1510—76 на ГОСТ 1510—84.

(ИУС № 4 1987 г.)

Изменение № 3 ГОСТ 23783—79 Спирты синтетические жирные первичные фракции С₁₆—С₂₁. Технические условия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного Комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 16.04.91 № 511

Дата введения 01.10.91

Вводная часть. Исключить слова: «Показатели технического уровня, установленные настоящим стандартом, предусмотрены для высшей категории качества»;

дополнить абзацем: «Требования настоящего стандарта, кроме требований к внешнему виду, эфирному числу, йодному числу и карбонильному числу, являются обязательными».

Пункты 3.2, 4.1 Заменить ссылку: ГОСТ 2517—80 на ГОСТ 2517—85.

Раздел 4 дополнить пунктом — 4.1а (перед п. 4.1): «4.1а. Общие указания по проведению анализа — по ГОСТ 27025—86.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте».

Пункты 4.4.1 (восьмой абзац), 4.6.1 (первый абзац). Заменить ссылку: ГОСТ 24104—80 на ГОСТ 24104—88.

Пункты 4.6.1. Четвертый абзац изложить в новой редакции: «Натрий сероватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068—86; раствор

(Продолжение см. с. 138)

(Продолжение изменения к ГОСТ 23783—79)

концентрации c ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) = 0,1 моль/дм³ (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2—83»;

шестой абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 20015—74 на ГОСТ 20015—88; седьмой абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 4517—75 на ГОСТ 4517—87.

Пункт 4.6.2. Второй абзац. Заменить слово: «серноватистого» на «серноватистокислого».

Пункт 4.6.3. Последний абзац изложить в новой редакции: «За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,1 г I_2 /100 г, при доверительной вероятности 0,95».

(ИУС № 7 1991 г.)

Таблица 1

Наименование показателя	Норма	Метод испытания
1. Внешний вид при 20°C	Твердая масса от белого до желтого цвета	По п. 4.2
2. Кислотное число, мг KOH на 1 г, не более	0,3	По ГОСТ 22386—77
3. Эфирное число, мг KOH на 1 г, не более	3,0	По п. 4.3
4. Гидроксильное число, мг KOH на 1 г	200—225	По ГОСТ 23018—78
5. Массовая доля углеводородов, %, не более	4,0	По п. 4.4
6. Массовая доля воды, %, не более	0,4	По ГОСТ 2477—65
7. Фракционный состав, %: массовая доля спиртов до C ₁₈	Не нормируется Определение обязательно	По п. 4.5
массовая доля спиртов C ₁₈ —C ₂₁	-	
массовая доля спиртов выше C ₂₁	-	
8. Иодное число, г йода на 100 г	То же	По п. 4.6
9. Карбонильное число, мг KOH на 1 г	То же	По ГОСТ 23527—79

Примечание. Показатели по подпунктам 7, 8 и 9 не нормируются до 01.07 1982 г. и определяются для накопления данных.

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Спирты фракции C₁₆—C₂₁ относятся к горючим продуктам и имеют следующие параметры пожароопасности:

температура вспышки, °C, не ниже	168
температура воспламенения, °C, не ниже	188
температура самовоспламенения, °C, не ниже	246
температурные пределы воспламенения, °C: нижний	146
верхний	181

При взаимодействии с водой и кислородом воздуха спирты не горят и не воспламеняются.

2.2. Основными средствами пожаротушения являются:
пенные или углекислотные огнетушители — при загорании небольшого количества продукта;

тонкораспыленная вода, воздушно-механическая пена — при разливе и загорании на значительной площади.

При производстве спиртов запрещается применять открытый огонь.

2.3. Спирты не являются токсичными.

В случае аварийного разлива спиртов следует применять противогазы марки А или БКФ. Для исключения попадания паров продукта в воздух производственного помещения емкости, оборудование, коммуникации и средства отбора проб должны быть герметичными.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) паров спиртов в воздухе рабочей зоны производственных помещений в пересчете на бутиловый спирт 0,2 мг/л.

Производственные помещения должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией.

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Спирты принимают партиями. Партией считают любое количество спиртов, однородное по показателям качества и оформленное одним документом о качестве, имеющим следующие данные:

наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;

наименование продукта;

номер партии;

дату выработки;

результаты проведенных анализов;

обозначение настоящего стандарта.

3.2. Объем выборок — по ГОСТ 2517—69.

3.3. При получении неудовлетворительных результатов испытания хотя бы по одному из показателей по нему проводят повторные испытания на удвоенной выборке. Результаты повторных испытаний распространяются на всю партию.

4. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

4.1. Отбор проб — по ГОСТ 2517—69.

4.2. Определение внешнего вида

В пробирку из бесцветного стекла по ГОСТ 10515—75 наливают анализируемые жирные спирты и просматривают их в проходящем свете.

4.3. Определение эфирного числа

4.3.1. Аппаратура и реактивы

Колба КнКШ-250—29/32 ТУ или Кн-250—34 ТУ по ГОСТ 10394—72.

Баня водяная.

Холодильник типа ХШ по ГОСТ 9499—70 или обратный воздушный диаметром 10 мм, длиной не менее 1100 мм.

Бюretka 1, 2, 3—2—25—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Калия гидроокись; х.ч. или ч.д.а., 0,1 н. спиртовой раствор.

Фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, 1%-ный спиртовой раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, 0,1 н. раствор.

4.3.2. Проведение анализа

В коническую колбу после определения кислотного числа по ГОСТ 22386—77 добавляют такое количество раствора гидроокиси калия, чтобы объем ее на определение кислотного и эфирного чисел составил 20 мл.

К содержимому колбы добавляют несколько капель фенолфталеина, присоединяют холодильник и помещают на кипящую баню. Омыление продолжают в течение 1 ч. Одновременно в тех же условиях проводят контрольное определение (без навески).

После окончания омыления колбы вынимают из бани и избыток щелочи в рабочей и контрольной пробах титруют раствором соляной кислоты до исчезновения розовой окраски.

4.3.3. Обработка результатов

Число омыления (X) в мг КОН на 1 г вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_2 - V_1) \cdot T}{m},$$

где V_2 — объем 0,1 н. раствора соляной кислоты, израсходованный в контрольном опыте, мл;

V_1 — объем 0,1 н. раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование анализируемой пробы, мл;

T — титр 0,1 н. раствора соляной кислоты, мг КОН на 1 мл;

m — масса навески продукта, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,2 мг КОН на 1 г для уровня доверительной вероятности 0,95.

Эфирное число (X_1) в мг КОН на 1 г вычисляют по формуле

$$X_1 = X - X_2,$$

где X_2 — кислотное число в мг КОН на 1 г, определенное по ГОСТ 22386—77;

X — число омыления, мг КОН на 1 г.

4.4. Определение массовой доли углеводородов

4.4.1. Аппаратура и реактивы

Силикагель марки АСК по ГОСТ 3956—76, прокаленный в тонком слое в течение 1 ч при 550°C.

Эфир этиловый технический.

Эфир петролейный по ГОСТ 11992—66 марки 40—70.

Колонка газохроматографическая — стеклянная трубка диаметром 15—16 мм, высотой 680—700 мм.

Колба КН-250 ТУ или колбы П-250 ТУ по ГОСТ 10394—72.

Стакан Н-50 ТУ по ГОСТ 10394—72.

Воронка ВД 1,2,3—100 ХУ-1 по ГОСТ 8613—75.

Весы аналитические по ГОСТ 19491—74, типа ВЛА-200, класса точности 2 или другие весы с таким же классом точности.

Баня водяная.

4.4.2. Проведение анализа

В нижнюю часть колонки помещают кусочек гигроскопической ваты, понемногу засыпают силикагель и плотно утрамбовывают, уплотняя слой легким постукиванием по колонке стеклянной палочкой, защищенной резиновой трубкой, до постоянного уроня. Смачивают силикагель 10 мл петролейного эфира.

3—5 г спиртов взвешивают в стаканчике и растворяют в 10—15 мл петролейного эфира. Полученный раствор заливают каплями в колонку. Ополаскивают стаканчик в 15—20 мл петролейного эфира и содержимое также вливают в колонку. Затем из делительной воронки приливают по капле в колонку еще 100—150 мл петролейного эфира в течение 2 ч. Общий объем петролейного эфира должен быть 150—200 мл. Элюат углеводородов собирают в колбу, предварительно взвешенную с погрешностью не более 0,0002 г.

Отгоняют растворитель из колбы на водяной бане. Оставшиеся следы растворителя удаляют струей воздуха при комнатной температуре с помощью резиновой груши или высушиванием в сушильном шкафу при 60—70°C.

Первое взвешивание производят через 1,5 ч, последующие—через каждые 30 мин до изменения массы колбы не более 0,001 г.

4.4.3. Обработка результатов

Массовую долю углеводородов (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где m_1 — масса выделенных углеводородов, г;

m — масса навески продукта, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2%.

4.4.4. Регенерация силикагеля

Отработанный силикагель высыпают из колонки в стеклянную емкость, заливают этиловым эфиром, промывают три раза при перемешивании.

Высушивают силикагель до полного удаления следов этилового эфира и прокаливают в муфельной печи при 500—550°C до первоначального цвета. Перед применением силикагель необходимо прокалить повторно.

4.5. Определение фракционного состава

4.5.1. Аппаратура, реактивы и материалы

Хроматограф высокотемпературный газовый с программированием температуры, с температурой термостата не ниже 300°C.

Колонка газохроматографическая по ГОСТ 16285—74—трубка из нержавеющей стали внутренним диаметром 3—4 мм и длиной 1—2 м.

Детектор газохроматографический ионизация в пламени.

Носители твердые:

динохром — II с размером частиц 0,25—0,315 мм,

хроматон N-AW с размером частиц 0,2—0,25 мм,

хроматон N-AW-HMDS или хроматон N-AW-DMCS с размером частиц 0,2—0,25 мм.

Фазы жидкие в количестве 5—10% от массы носителя:

ПФМС-4 (полиметилфенилсиликсановая жидкость) или силиконовый эластомер Е-301, или силиконовый каучук SE-30.

Весы аналитические.

Баня водяная.

Сита с размерами стороны ячейки 0,20; 0,25; 0,315 мм.

Микрошприц МШ-10, ТУ—5.

Микроскоп отсчетный типа МПБ-2 или лупа по ГОСТ 8309—75.

Хлороформ по ГОСТ 20015—74.

Эфир этиловый технический.

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Эфир метилового пальмитиновой кислоты чистотой не менее 98—100%.

Азот газообразный (газ-носитель) по ГОСТ 9293—74.

Воздух сжатый по ГОСТ 11882—73.

Водород технический марки А по ГОСТ 3022—70 или электролизный от генератора типа СГС-2.

Спирты первичные индивидуальные фракции от C₈ до C₂₀ чистотой 98—100%.

4.5.2. Подготовка к анализу

4.5.2.1. Приготовление сорбента

Расчетное количество ПФМС-4 растворяют в 100 мл хлороформа. После полного растворения жидкой фазы всыпают в раствор взвешенное количество динохрома-II. Растворитель выпаривают при непрерывном перемешивании и нагревании на водяной бане. Затем сорбент сушат в сушильном шкафу при 60—70°C до полного удаления растворителя. Подготовленным сорбентом заполняют колонку при непрерывном осторожном постукивании по ней для равномерного ее заполнения (спиральные колонки заполняют, создавая разрежение). Для колонки длиной 1 м и внутренним диаметром 3 мм требуется около 9 см³ сорбента, для колонки длиной 1 м, внутренним диаметром 4 мм — около 16 см³ сорбента.

Колонку вставляют в хроматограф, не подключая ее к детектору, и стабилизируют при расходе газа-носителя 100 мл/мин последовательно при температурах:

100°C — в течение 1 ч,
 200°C — » » 1 ч,
 300°C — » » 2 ч,
 340°C — » » 1 ч.

Расчетное количество силиконового каучука SE-30 или эластомера Е-301 растворяют в 150 мл толуола, подогретого до 80°C. После полного растворения жидкой фазы высыпают в раствор взвешенное количество твердого носителя, предварительно подогретого до 80°C. Растворитель выпаривают при непрерывном перемешивании и нагревании его на водяной бане. После нанесения жидкой фазы на хроматон N-AW или хроматон N-AW силанизированный, сорбент стабилизируют в хроматографе без подключения колонки к детектору при скорости газа-носителя 50 мл/мин и программировании температуры от 120 до 280°C со скоростью 6—8°C/мин или при постепенном повышении температуры от 100 до 280°C, со скоростью 15°C/ч.

4.5.2.2. Условия газохроматографического разделения

Объем пробы при оптимальном соотношении водорода и воздуха, мл	1,2—1,5
Расход газа-носителя, мл/мин	50±10
Температура испарителя, °С	300—350
Температура колонки, °С:	
начальная	120±10
конечная	280
Скорость программирования температуры, °С/мин	6—8
Продолжительность анализа, мин	30—40
Скорость диаграммной ленты, мм/ч	240—300

4.5.3. Проведение анализа

Спирты C₁₆—C₂₁ растворяют в этиловом эфире в соотношении 10:1.

Полученный раствор вводят микроширицем в колонку.

Идентификацию пиков на хроматограмме проводят добавлением в смесь спиртов метилового эфира пальмитиновой кислоты в соотношении 10:1. На хроматограмме пик метилового эфира расположен между пиками первичных спиртов C₁₆ и C₁₇, ближе к C₁₆.

Хроматограмма спиртов фракции C₁₆—C₂₁ приведена в справочном приложении 1.

4.5.3.1. Расчет состава анализируемого образца

Для расчета состава смеси применяют метод внутренней нормализации с введением калибровочных коэффициентов. Площади пиков *i*-го компонента вычисляют по формуле

$$S_i = h_i b_i,$$

где *h_i* — высота пика *i*-го компонента, мм;

b_i — ширина пика на половине высоты *i*-го компонента, мм;

S_i — площадь пика *i*-го компонента, мм².

4.5.3.2. Определение калибровочных коэффициентов

Калибровочные коэффициенты определяют как среднее арифметическое значение результатов анализа пяти-шести искусственных смесей первичных спиртов состава, близкого к производственной фракции спиртов С₁₆—С₂₁. Отклонения калибровочных коэффициентов от среднего значения не должны превышать 5%. Усредненные значения калибровочных коэффициентов корректируются с помощью зависимости $\frac{M_i}{K_i}$ от N_c (M_i и K_i — молекулярная масса и калибровочный коэффициент i -го спирта, N_c — число атомов углерода в молекуле спирта).

Калибровочный коэффициент вычисляют по формуле

$$K_i = \frac{h_{Si} b_{Si} C_i}{h_i b_i C_{Si}},$$

где h_{Si} — высота пика стандартной смеси, мм;

b_{Si} — ширина пика стандартной смеси, мм;

C_i — концентрация i -го компонента, % (по массе);

h_i — высота пика i -го компонента, мм;

b_i — ширина пика i -го компонента, мм;

C_{Si} — концентрация стандартной смеси, % (по массе).

4.5.4. Обработка результатов

Массовую долю компонента в смеси (X_i) в процентах вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{K_i S_i 100}{\sum_{i=1}^n K_i S_i},$$

где n — число компонентов в смеси.

Массовую долю компонентов вычисляют с погрешностью не более 0,1%.

Допускаемые расхождения результатов для уровня доверительной вероятности 0,95 не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля компонента, %	Допускаемые расхождения, %
До 1	50
Св. 1 до 5	20
» 5 » 10	10
» 10	5

При определении фракционного состава спиртов учитывают все гомологи, массовая доля которых превышает 0,2%.

При правильной эксплуатации хроматографа калибровочные коэффициенты не зависят от типа хроматографа и температуры