



中华人民共和国国家标准

GB/T 14022—2026

代替 GB/T 14022.1—2009, GB/T 14022.2—2009

工业糠醇

Technical furfuryl alcohol

2026-07-30 发布

2027-02-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

目 次

前言 III

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 技术要求 1

5 试验方法 2

 5.1 外观 2

 5.2 密度 2

 5.3 折光率 4

 5.4 水分含量 4

 5.5 浊点 6

 5.6 酸度 6

 5.7 醛含量 7

 5.8 糠醇含量 9

 5.9 试验报告 11

6 检验规则..... 12

 6.1 检验分类 12

 6.2 取样方法 12

 6.3 结果的判定 12

7 包装、标志、运输和贮存..... 12

 7.1 包装 12

 7.2 标志 12

 7.3 运输 13

 7.4 贮存 13

附录 A（资料性） 工业糠醇气相色谱(填充柱)典型谱图 14

附录 B（资料性） 工业糠醇气相色谱(毛细管柱)典型谱图 15

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 14022.1—2009《工业糠醇》和 GB/T 14022.2—2009《工业糠醇试验方法》，与 GB/T 14022.1—2009 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 更改了一级糠醇含量的技术指标(见表1, GB/T 14022.1—2009 的表1)；
- 增加了外观试验方法(见5.1)；
- 增加了密度试验方法, 包括比重瓶法和密度计法(仲裁法)(见5.2)；
- 增加了折光率试验方法(见5.3)；
- 增加了水分含量试验方法, 包括甲苯蒸馏法和卡尔·费休法(仲裁法)(见5.4)；
- 增加了浊点试验方法(见5.5)；
- 增加了酸度试验方法(见5.6)；
- 增加了醛含量试验方法, 包括盐酸羟胺肟化法(仲裁法)和气相色谱法(毛细管柱)(见5.7)；
- 增加了糠醇含量试验方法, 包括气相色谱法(填充柱)、气相色谱法(毛细管柱)(仲裁法)和羟基高氯酸催化乙酰化法(见5.8)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由国家林业和草原局提出。

本文件由全国林化产品标准化技术委员会(SAC/TC 558)归口。

本文件起草单位：中国林业科学研究院林产化学工业研究所、濮阳宏业高新科技发展有限公司、河南氢力能源有限公司、山东一诺生物质材料股份有限公司、厦门大学、北京林业大学、沈阳化工大学、龙都化工新材料实验室。

本文件主要起草人：王奎、王善勇、刘军利、张力平、陈志勇、宋万磊、宋国全、李典袁、孙勇、杨海涛、孙文超、李敬强、甘礼惠、张宝珠、蒋建新、王树荣、朱玉雷、张永胜。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 1992年首次发布为 GB/T 14022.1—1992、GB/T 14022.2—1992, 2009年第一次修订；
- 本次为第二次修订, 将 GB/T 14022.1—2009、GB/T 14022.2—2009 整合修订, 编号调整为 GB/T 14022。

工业糠醇

1 范围

本文件规定了工业糠醇的技术要求、检验规则、包装、标志、运输和贮存要求，并描述了相应的试验方法。

本文件适用于工业糠醇的生产、贸易、流通和检验等。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB 190 危险货物包装标志
- GB/T 191 包装储运图形符号标志
- GB/T 260 石油产品水含量的测定 蒸馏法
- GB/T 325.1 包装容器 钢桶 第1部分：通用技术要求
- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 606 化学试剂 水分测定通用方法 卡尔·费休法
- GB/T 4472 化工产品密度、相对密度的测定
- GB/T 6488—2022 液体化工产品 折光率的测定
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6680 液体化工产品采样通则
- GB 6944 危险货物分类和品名编号
- GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则

3 术语和定义

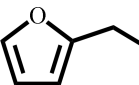
下列术语和定义适用于本文件。

3.1

糠醇 furfuryl alcohol

呋喃甲醇

以工业糠醛为原料通过催化加氢制取的呋喃羟甲基取代物。

注：结构式为；分子式为 C₅H₆O₂；相对分子质量为 98.10。

4 技术要求

工业糠醇分为优级和一级，其技术指标应符合表 1 的要求。

表 1 工业糠醇技术指标

项目	指标	
	优级	一级
外观	无色至浅黄色透明液体,无机械杂质	
密度(ρ_{20})/(g/cm ³)	1.129~1.135	—
折光率(n_D^{20})	1.485~1.488	—
水分含量/% ≤	0.3	0.6
浊点/℃ ≤	10.0	—
酸度/(mol/L) ≤	0.01	0.01
醛含量/% ≤	0.7	1.0
糠醇含量/% ≥	98.0	
注：“—”表示对技术指标不作具体要求。		

5 试验方法

除特别说明外,本文件所用试剂均为分析纯试剂,所用水为不含二氧化碳的蒸馏水(按 GB/T 603 规定的方法制备)或等同纯度的水。

5.1 外观

目测。

5.2 密度

5.2.1 比重瓶法

5.2.1.1 概述

在 20 ℃ 恒温条件下,用蒸馏水标定比重瓶的体积,然后测定同体积样品的质量,求其密度,以 ρ_{20} (g/cm³) 表示。

5.2.1.2 仪器

5.2.1.2.1 比重瓶:25 mL、附温度计,符合 GB/T 4472 的要求。

5.2.1.2.2 恒温水浴:温度精度为 ±0.1 ℃。

5.2.1.2.3 天平:感量为 0.1 mg。

5.2.1.2.4 烘箱:温度精度为 ±0.1 ℃。

5.2.1.3 试验步骤

将冷却至约 15 ℃ 的蒸馏水注满洗净的比重瓶,插入温度计,保持瓶中无气泡,置于 20 ℃ 恒温水浴中;30 min 后,用滤纸吸去溢出毛细管的水并加盖,取出比重瓶擦净,称重(精确至 0.2 mg);将比重瓶内水倒出,先后用乙醇、乙醚洗涤,干燥至恒重(精确至 0.2 mg)。两次称量之差即为 20 ℃ 时水的质量。

以糠醇代替水,同上操作,即得 20 ℃时的糠醇质量。

5.2.1.4 结果计算

糠醇密度以 ρ_{20} (g/cm³)表示,按公式(1)计算:

$$\rho_{20} = \frac{m_1 + A}{m_2 + A} \times \rho_w \dots\dots\dots (1)$$

式中:
 m_1 ——20 ℃充满比重瓶所需糠醇的质量,单位为克(g);
 A ——浮力校正,其值为 $\rho_1 \times V$,其中 ρ_1 是干燥空气在 20 ℃、101.325 kPa(760 mmHg)时的密度;
 V 是所取糠醇样品的体积(cm³);
 m_2 ——20 ℃充满比重瓶所需水的质量,单位为克(g);
 ρ_w ——20 ℃水的密度,取 0.998 2 g/cm³。
注:一般情况下 A 的影响很小,通常忽略不计。
平行测定结果,取 2 次测定的平均值为测定结果,结果精确至小数点后 3 位。

5.2.1.5 精密度

平行测定结果的绝对差值不超过 0.001 g/cm³。

5.2.2 密度计法(仲裁法)

5.2.2.1 概述

密度计在被测液体中达到平衡时浸泡深度所显示的刻度值,即为液体的密度,以 ρ_{20} (g/cm³)表示。

5.2.2.2 仪器

- 5.2.2.2.1 密度计(标准温度 20 ℃):符合 GB/T 4472 规定的分度值为 0.001 g/cm³ 的密度计,测定范围为 1.100 g/cm³~1.150 g/cm³。
- 5.2.2.2.2 玻璃量筒:250 mL。
- 5.2.2.2.3 温度计:0 ℃~50 ℃,分度值为 0.1 ℃。

5.2.2.3 试验步骤

用清洁干燥的量筒取约 200 mL 糠醇。当糠醇温度在(20±5)℃时,缓缓放入密度计,其下端离筒底需 2 cm 以上,不应与筒壁接触。密度计露出液面外部分,被沾液体高度不应超过 2 分度值~3 分度值。待密度计在样品中稳定后,视线与糠醇液面保持同一水平,读取密度计弯月面下缘的刻度值,即为该温度下的糠醇密度(ρ_t)。

5.2.2.4 结果计算

糠醇 20 ℃下的密度以 ρ_{20} (g/cm³)表示,按公式(2)计算:

$$\rho_{20} = \rho_t + 0.000\ 9 \times (t - 20) \dots\dots\dots (2)$$

式中:
 ρ_t ——温度为 t 时测得的糠醇密度,单位为克每立方厘米(g/cm³);
0.000 9——糠醇密度的温度校正系数,单位为克每立方厘米摄氏度[g/(cm³·℃)];
 t ——密度测定时糠醇温度,单位为摄氏度(℃)。
平行测定结果,取 2 次测定的平均值为测定结果,结果精确至小数点后 3 位。

5.2.2.5 精密度

平行测定结果的绝对差值不超过 0.001 g/cm^3 。

5.3 折光率

5.3.1 概述

光线在空气中的传播速度与在糠醇中的传播速度之比值,以 n_D^{20} 表示。

5.3.2 仪器

5.3.2.1 阿贝型折光仪:测量范围为 $1.300\ 0\sim 1.700\ 0$,测定精度为 $0.000\ 3$ 。

5.3.2.2 恒温水浴:温度精度为 $\pm 0.1\text{ }^\circ\text{C}$ 。

5.3.3 试验步骤

5.3.3.1 仪器校正:按仪器说明书操作仪器,使用二次蒸馏水校正,或使用相应的标准折射液进行校正。按照 GB/T 6488—2022,水在不同温度下的折光率: $20\text{ }^\circ\text{C}$ 时水折光率为 $1.332\ 99$, $30\text{ }^\circ\text{C}$ 时水折光率为 $1.331\ 94$, $45\text{ }^\circ\text{C}$ 时水折光率为 $1.329\ 85$ 。

5.3.3.2 样品测定:按仪器说明书操作仪器,当温度达到(待测温度 ± 0.1) $^\circ\text{C}$ 并稳定时,记录仪器显示的折光率值。

5.3.4 结果计算

平行测定结果,取 2 次测定的平均值为测定结果,结果精确至小数点后 3 位。

5.3.5 精密度

平行测定结果的绝对差值不大于 $0.000\ 3$ 。

5.4 水分含量

5.4.1 甲苯蒸馏法

5.4.1.1 概述

将样品与甲苯在加热条件下进行蒸馏,样品中的水分被甲苯萃取,并随着甲苯一起蒸发,测量蒸发出甲苯中水的体积计算样品中的水分含量,以 $w_w(\%)$ 表示。

5.4.1.2 仪器

5.4.1.2.1 接收器蒸馏装置:符合 GB/T 260 的规定。

5.4.1.2.2 玻璃量筒: 100 mL 。

5.4.1.2.3 电热套:容量 500 mL 。

5.4.1.2.4 天平:感量为 0.1 mg 。

5.4.1.3 试剂

甲苯。

5.4.1.4 试验步骤

称取糠醇样品 100 g (精确至 0.1 g),注入清洁干燥的圆底烧瓶中。再量取与样品等体积的甲苯(约

89 mL),先将其大部分加入烧瓶中,并向瓶中投入几枚清洁干燥的沸石或一端封闭的玻璃毛细管。置于电热套上,装妥预先干燥的全套测定器。再由冷凝管加入剩余甲苯,注满接收器。在冷凝管上口接干燥管或塞以棉花。接通冷凝水,加热并控制蒸馏温度。蒸馏开始时,要求从冷凝管斜口每秒滴出2滴,待水分大部分蒸出后,可增至每秒4滴。当接收器内水分体积不再增加时停止加热(约需1 h)。用甲苯彻底冲洗冷凝管。如仍有水滴粘附管壁时,可用金属丝或带橡皮头的玻璃棒将其刮入接收器中。待接收器冷至室温后,读记水分体积,视线应与水液面保持同一水平。

5.4.1.5 结果计算

糠醇水分含量以水分质量分数 $w_w(\%)$ 表示,按公式(3)计算:

$$w_w = \frac{V \times \rho_w}{m_s} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:
 V ——接收器中水的体积,单位为毫升(mL);
 ρ_w ——室温时的水密度,单位为克每立方厘米(g/cm³);
 m_s ——糠醇样品的质量,单位为克(g)。

平行测定结果,取2次测定的平均值为测定结果,结果精确至小数点后1位。

5.4.1.6 精密度

平行测定结果的绝对差值不超过0.03%。

5.4.2 卡尔·费休法(仲裁法)

5.4.2.1 概述

卡尔·费休法是一种非水溶液氧化还原滴定法,其利用试样中的微量水分与卡尔·费休法试剂定量反应,并使用标准溶剂通过电量滴定方式确定试样中的水分含量,以 $w_w(\%)$ 表示。

5.4.2.2 仪器

5.4.2.2.1 微量水分测定仪:即卡尔·费休水分测定仪,符合 GB/T 606 的要求,采用电量滴定(库仑分析)滴定方式。

5.4.2.2.2 天平:感量为0.1 mg。

5.4.2.3 试剂

卡尔·费休试剂标准溶液。按照 GB/T 606 中的相关规定配制。

5.4.2.4 试验步骤

根据仪器说明操作。

5.4.2.5 结果计算

糠醇水分含量以水分质量分数 $w_w(\%)$ 表示,按公式(4)计算:

$$w_w = \frac{m_w}{m_s \times 10^6} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中:
 m_w ——微量水分测定仪测得的水质量,单位为微克(μg);
 m_s ——糠醇样品的进样质量,单位为克(g)。

平行测定结果,取 2 次测定的平均值为测定结果,结果精确至小数点后 1 位。

5.4.2.6 精密度

平行测定结果的绝对差值不超过 0.03%。

5.5 浊点

5.5.1 概述

根据不同温度下工业糠醇在水中的溶解特性来测定浊点,以浊点(°C)表示。

5.5.2 仪器

5.5.2.1 试管:直径 25 mm,长 200 mm。

5.5.2.2 温度计:0 °C~50 °C,分度值为 0.1 °C。

5.5.2.3 玻璃量筒:50 mL。

5.5.2.4 冰水浴。

5.5.3 试验步骤

分别量取蒸馏水 30 mL(精确至 0.1 mL)和糠醇样品 15 mL(精确至 0.1 mL)加入试管中,插入温度计并搅拌均匀;将试管置于冰水浴中边冷却边搅拌,至溶液出现乳白色混浊后继续冷却使温度再下降 1 °C~2 °C;将试管从冰水浴中取出,在室温下边搅拌边缓慢升温,当溶液的乳白色混浊消失转为清晰时,读记温度计上的温度值,即为浊点(°C)。

平行测定结果,取 2 次测定的平均值为测定结果,结果精确至小数点后 1 位。

5.5.4 精密度

平行测定结果的差值不大于 0.2 °C。

5.6 酸度

5.6.1 概述

以酚酞为指示剂,采用氢氧化钠标准溶液滴定法,以 X (mol/L)表示。

5.6.2 仪器

5.6.2.1 三角烧瓶:500 mL。

5.6.2.2 移液管:单标记,10 mL。

5.6.2.3 微量滴定管:5 mL。

5.6.3 试剂和溶液

5.6.3.1 氢氧化钠标准溶液(0.05 mol/L):水溶液,按照 GB/T 601 规定的方法进行配制和标定。

5.6.3.2 酚酞指示剂(10 g/L):乙醇溶液,按照 GB/T 603 规定的方法进行配制。

5.6.4 试验步骤

取 100 mL 蒸馏水注入三角烧瓶,加入 4 滴酚酞指示剂,用 0.05 mol/L 氢氧化钠标准溶液滴定至微红色,保持 10 s~15 s 不褪色,再用移液管取糠醇样品 10 mL 加入三角烧瓶中,振荡至全溶,用 0.05 mol/L 氢氧化钠标准溶液滴定至微红色,保持 10 s~15 s 不褪色即为终点。

5.6.5 结果计算

糠醇酸度以 X (mol/L) 表示,按公式(5)计算:

$$X = \frac{c \times V \times \rho_{20}}{V_s \times \rho_t} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- c ——滴定用氢氧化钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V ——样品消耗氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- ρ_{20} ——20 ℃时糠醇的密度,单位为克每立方厘米(g/cm³);
- V_s ——糠醇样品的体积,10 mL;
- ρ_t ——常温取样时糠醇的密度,单位为克每立方厘米(g/cm³)。

平行测定结果,取 2 次测定的平均值为测定结果,结果精确至小数点后 3 位。

5.6.6 精密度

平行测定结果的绝对差值不超过 0.001 mol/L。

5.7 醛含量

5.7.1 盐酸羟胺肟化法(仲裁法)

5.7.1.1 概述

利用样品中醛基与盐酸羟胺进行缩合生成肟,通过测定消耗的盐酸羟胺量来计算样品中的醛含量,以 $w_F(\%)$ 表示。

5.7.1.2 仪器

- 5.7.1.2.1 具塞磨口锥形瓶:100 mL。
- 5.7.1.2.2 碱式滴定管:50 mL。
- 5.7.1.2.3 天平:感量为 0.1 mg。

5.7.1.3 试剂和溶液

- 5.7.1.3.1 氢氧化钠标准溶液(0.1 mol/L):水溶液,按照 GB/T 601 规定方法进行配制和标定。
- 5.7.1.3.2 溴酚蓝指示剂(4 g/L):称取 0.4 g 溴酚蓝,溶于 12 mL 0.05 mol/L 氢氧化钠乙醇溶液中,用无水乙醇稀释至 100 mL。
- 5.7.1.3.3 盐酸羟胺溶液(25 g/L):称取 50 g 盐酸羟胺溶解于 1 000 mL 蒸馏水中,加入 1 000 mL 无水乙醇,再加入 2.5 mL 溴酚蓝指示剂摇匀,以 0.1 mol/L 氢氧化钠标准溶液调至黄绿色(pH=3.7~3.8)。

5.7.1.4 试验步骤

称取糠醇样品 2 g(精确至 0.01 g)于已加有 30 mL 盐酸羟胺溶液的具塞磨口锥形瓶中,塞紧瓶塞,摇匀;放置 15 min,保持温度 20 ℃~25 ℃,用 0.1 mol/L 氢氧化钠标准溶液滴定至与标准色(原盐酸羟胺乙醇溶液颜色)相同为止。

5.7.1.5 结果计算

醛含量以糠醛的质量分数 $w_F(\%)$ 表示,按公式(6)计算:

$$w_F = \frac{c \times V \times 0.096\ 08}{m_s} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

- c —— 滴定用氢氧化钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
 V —— 样品消耗氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
 $0.096\ 08$ —— 与 1 mmol 氢氧化钠标准滴定溶液相当的糠醛的质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol);
 m_s —— 称取的糠醇样品的质量,单位为克(g)。

平行测定结果,取 2 次测定的平均值为测定结果,结果精确至小数点后 1 位。

5.7.1.6 精密度

平行试验结果的绝对差值不超过 0.2%。

5.7.2 气相色谱法(毛细管柱)

5.7.2.1 概述

使用气相色谱仪,直接进样,经过毛细管柱分离后,用氢火焰离子化检测器检测,用面积归一化法定量计算,以 $w_F(\%)$ 表示。

5.7.2.2 仪器

5.7.2.2.1 气相色谱仪:配备氢火焰离子化检测器和色谱数据处理机,灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722 的规定。

5.7.2.2.2 色谱柱:推荐使用 PEG-20 M(聚乙二醇-20 M)毛细管柱,25 m×0.32 mm×0.25 μm,或达到同等分离效果的色谱柱。

5.7.2.3 色谱条件

5.7.2.3.1 色谱柱温度:110 ℃。

5.7.2.3.2 进样口温度:200 ℃。

5.7.2.3.3 检测器温度:200 ℃。

5.7.2.3.4 载气:氮气,柱流量 1.0 mL/min。

5.7.2.3.5 燃烧气:氢气,流量 30 mL/min。

5.7.2.3.6 助燃气:空气,流量 300 mL/min。

5.7.2.3.7 分流比:10:1。

5.7.2.3.8 进样量:0.1 μL。

注:上述操作参数是典型的,实际操作中根据不同仪器特点,在满足分离度 R 前提下,对给定操作参数作适当调整,以获得最佳效果。

5.7.2.4 试验步骤

按 5.7.2.3 色谱条件启动色谱仪,仪器稳定时进样;各组分出峰完毕,由色谱数据处理机测量峰面积,采用面积归一化法计算各组分的质量分数(进行面积归一化法计算前,宜在相同色谱条件下使用气相色谱-质谱仪对试样中各组分进行定性)。

5.7.2.5 结果计算

糠醛主峰与其前/后相邻组分峰的分离度 R 值应大于 1.5。

醛含量以糠醛和 5-甲基糠醛总质量分数 $w_F(\%)$ 表示,按公式(7)计算:

$$w_F = \frac{A_{s1} + A_{s2}}{\sum A_i} \times (1 - w_w) \times 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中：
 A_{s1} ——色谱处理机中糠醛组分的峰积分面积，单位为毫伏分(mV·min)；
 A_{s2} ——色谱处理机中 5-甲基糠醛组分的峰积分面积，单位为毫伏分(mV·min)；
 A_i ——色谱处理机中糠醇样品各组分的峰积分总面积，单位为毫伏分(mV·min)；
 w_w ——糠醇水分含量，%。
 平行测定结果，取 2 次测定的平均值为测定结果，结果精确至小数点后 1 位。

5.7.2.6 精密度

平行测定结果的绝对差值不超过 0.2%。

5.8 糠醇含量

5.8.1 气相色谱法(填充柱)

5.8.1.1 概述

使用气相色谱仪，直接进样，经过填充柱分离后，用氢火焰离子化检测器检测，用面积归一化法定量计算，以 $w_a(\%)$ 表示。

5.8.1.2 仪器设备

5.8.1.2.1 气相色谱仪：配有氢火焰离子化检测器和色谱数据处理机，灵敏度和稳定性应符合 GB/T 9722 的规定。
 5.8.1.2.2 填充柱：推荐使用 10% 聚乙二醇-20 M 填充柱，3 m×4 mm，或达到同等分离效果的填充柱。

5.8.1.3 色谱条件

- 5.8.1.3.1 色谱柱温度：110 ℃。
- 5.8.1.3.2 进样口温度：200 ℃。
- 5.8.1.3.3 检测器温度：200 ℃。
- 5.8.1.3.4 载气：氮气，柱流量为 20 mL/min。
- 5.8.1.3.5 燃烧气：氢气，流量为 30 mL/min。
- 5.8.1.3.6 助燃气：净化空气，流量为 150 mL/min。
- 5.8.1.3.7 进样量：0.1 μL。

注：上述操作参数是典型的，实际操作中根据不同仪器特点，在满足分离度 R 前提下，对给定操作参数作适当调整，以获得最佳效果。

5.8.1.4 试验步骤

按 5.8.1.3 色谱条件启动色谱仪，仪器稳定时进样；各组分出峰完毕，由色谱数据处理机测量峰面积，采用面积归一化法计算各组分的质量分数。进行面积归一化法计算前，宜在相同色谱条件下使用气相色谱-质谱仪对试样中各组分进行定性。典型色谱图见附录 A 中图 A.1。

5.8.1.5 结果计算

糠醇主峰与其前/后相邻组分峰的分离度 R 值应大于 1.0。
 糠醇含量以糠醇质量分数 $w_a(\%)$ 表示，按公式(8)计算：

$$w_a = \frac{A_s}{\sum A_i} \times (1 - w_w) \times 100 \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

- A_s —— 色谱处理机中糠醇组分的峰积分面积,单位为毫伏分(mV · min);
- A_i —— 色谱处理机中糠醇样品各组分的峰积分总面积,单位为毫伏分(mV · min);
- w_w —— 糠醇水分含量,%。

平行测定结果,取 2 次测定的平均值为测定结果,结果精确至小数点后 1 位。

5.8.1.6 精密度

平行测定结果的相对偏差不超过 0.2%。

5.8.2 气相色谱法(毛细管柱)(仲裁法)

5.8.2.1 概述

使用气相色谱仪,直接进样,经过毛细管柱分离后,用氢火焰离子化检测器检测,用面积归一化法定量计算,以 $w_a(\%)$ 表示。

5.8.2.2 仪器设备

同 5.7.2.2。

5.8.2.3 色谱条件

同 5.7.2.3。

5.8.2.4 试验步骤

按 5.8.2.3 色谱条件启动色谱仪,待仪器稳定时进样;待各组分出峰完毕,由色谱数据处理机测量峰面积,采用面积归一化法计算糠醇组分的质量分数。进行面积归一化法计算前,宜在相同色谱条件下使用气相色谱-质谱仪对试样中各组分进行定性。典型色谱图见附录 B 中图 B.1。

5.8.2.5 结果计算

同 5.8.1.5。

5.8.2.6 精密度

平行测定结果的相对偏差不超过 0.2%。

5.8.3 羟基高氯酸催化乙酰化法

5.8.3.1 概述

高氯酸催化试样中羟基与乙酸酐定量酰化产生等量乙酸,通过滴定产生乙酸定量试样中羟基含量,以 $w_a(\%)$ 表示。

5.8.3.2 仪器

- 5.8.3.2.1 具塞磨口锥形瓶:100 mL。
- 5.8.3.2.2 移液管:单标记,5 mL,一级。
- 5.8.3.2.3 碱式滴定管:50 mL,一级。

5.8.3.2.4 天平:感量为 0.1 mg。

5.8.3.3 试剂和溶液

5.8.3.3.1 吡啶水溶液:体积分数为 75%。

5.8.3.3.2 高氯酸乙酸酐吡啶溶液:量取 30 mL 吡啶于 150 mL 玻璃棕色试剂瓶中,慢慢加入 0.47 mL 高氯酸,在不断地搅拌下加入 10 mL 乙酸酐,冷至室温后使用,临用新配。

5.8.3.3.3 酚酞指示剂(10 g/L):乙醇溶液,按照 GB/T 603 规定的方法进行配制。

5.8.3.3.4 氢氧化钠标准溶液(0.6 mol/L):水溶液,按照 GB/T 601 规定的方法进行配制和标定。

5.8.3.4 试验步骤

减量法称取糠醇样品 0.45 g~0.50 g(精确至 0.1 mg)于清洁干燥的具塞磨口锥形瓶中,用移液管准确加入高氯酸乙酸酐吡啶溶液 5 mL,摇匀后放置 10 min;加入 2 mL 蒸馏水,再加入 10 mL 吡啶水溶液,摇匀后放置 5 min,加入 2 滴酚酞指示剂,用 0.6 mol/L 氢氧化钠标准溶液滴定至微红色,保持 10 s~15 s 不褪色即为终点。同样条件下做空白试验。本试验步骤应在通风橱内进行。

5.8.3.5 结果计算

糠醇含量以糠醇质量分数 $w_a(\%)$ 表示,按公式(9)计算:

$$w_a = \frac{c \times (V_2 - V_1) \times 0.0981}{m_s} \times 100 \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中:

- c ——滴定用氢氧化钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_2 ——空白试验消耗氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——样品滴定消耗氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 0.0981 ——与 1 mmol 氢氧化钠标准滴定溶液相当的糠醇的质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol);
- m_s ——称取的糠醇样品的质量,单位为克(g)。

平行测定结果,取 2 次测定的平均值为测定结果,结果精确到小数点后 1 位。

5.8.3.6 精密度

平行测定结果的相对偏差不超过 0.2%。

5.9 试验报告

试验报告应至少包括下列内容:

- a) 生产厂名称或代号、产品名称、批号、数量、出厂日期;
- b) 本文件编号、检测指标及对应的试验方法;
- c) 试验结果;
- d) 与规定的分析步骤的差异;
- e) 在试验中观察到的异常现象;
- f) 试验人员及试验日期。

6 检验规则

6.1 检验分类

6.1.1 出厂检验

检验项目包括：外观、酸度、水分、糠醇含量。

6.1.2 型式检验

型式检验项目为表 1 所列的全部项目。有下列情况之一，应进行型式检验：

- a) 首次批量生产时；
- b) 当原辅材料及生产工艺发生较大变动时；
- c) 停产 6 个月以上恢复生产时；
- d) 正常生产时，每 3 个月检验不少于一次；
- e) 市场监督管理部门提出型式检验要求时。

6.2 取样方法

6.2.1 从槽车或贮罐中采样时，应按 GB/T 6680 的规定。

6.2.2 从桶装产品采样时，应按 GB/T 6680 的规定。

6.2.3 采样单元按 GB/T 6678 的规定。

6.2.4 样品总量应不少于 1.5 L。

6.2.5 所采样品均匀混合后，等量分装于两个清洁干燥、具塞磨口棕色玻璃瓶中，瓶中稍留空隙，并按 GB/T 6678 的规定随即贴上标签。一瓶作检验分析用，另一瓶保存以备仲裁分析用。

6.3 结果的判定

如果检验结果一项指标不符合本文件要求时，应重新自两倍量包装单元中采取样品进行复检，复检结果只要有一项不符合本文件要求时，则整批不合格。

7 包装、标志、运输和贮存

7.1 包装

7.1.1 工业糠醇宜用钢桶包装。钢桶壁厚不应小于 1.2 mm，质量应符合 GB/T 325.1 的要求。也可散装于专用槽车、贮罐中。

7.1.2 包装容器应清洁干净，不含任何酸性物质。其盛载程度充分考虑温度差异所造成的工业糠醇体积膨胀所需的空隙。

7.1.3 包装桶应严密结实，桶口盖垫应采用耐糠醇材料制造。

7.2 标志

7.2.1 工业糠醇为有毒液体，应按照 GB 190 的规定标明有毒液体的标志，还应按照 GB/T 191 的规定标明向上的标志。

7.2.2 出厂产品都应附有一定格式的质量证明书，其内容包括：生产厂名称或代号、产品名称、批号、数量、出厂日期、试验结果、试验日期。

7.2.3 包装容器上应有明显而牢固的标志。其内容包括：产品名称、商标、标准编号、批号、毛重、净重、

等级、厂名、厂址、生产许可证标识。

7.2.4 用于出口的工业糠醇按照出口要求进行标志。

7.3 运输

工业糠醇装卸和运输应按照 GB 6944 中规定的第 6 类危险化学品(有毒品)执行。应避免猛烈碰撞,确保安全。

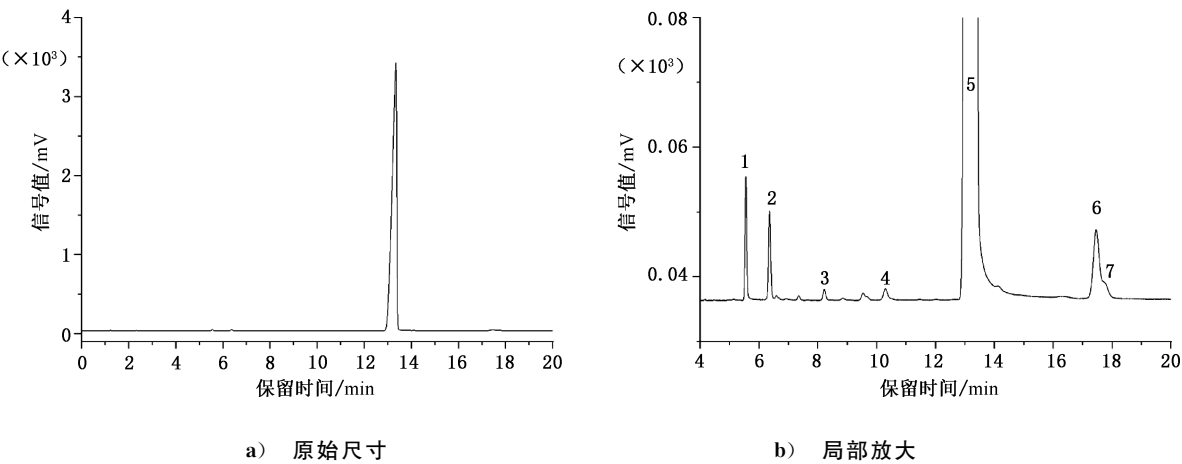
7.4 贮存

工业糠醇应放在通风、干燥、阴凉的仓库或货棚内,远离火源、酸和强氧化剂。

附 录 A
(资料性)

工业糠醇气相色谱(填充柱)典型谱图

工业糠醇气相色谱(填充柱)典型谱图见图 A.1。



标引序号说明:

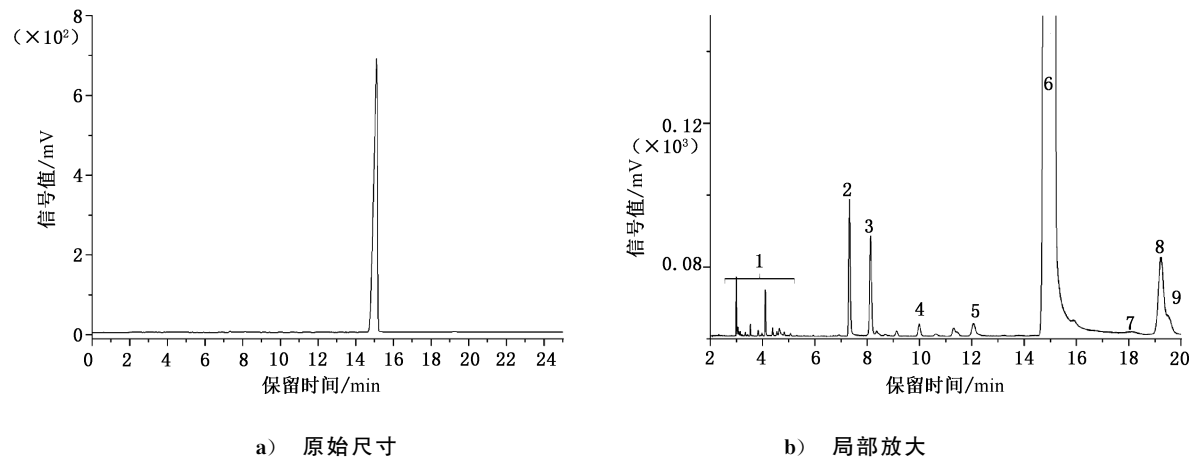
- 1——糠醛;
- 2——四氢糠醇;
- 3——5-甲基糠醛;
- 4——未知物;
- 5——糠醇;
- 6——1-(2-呋喃基)-乙醇;
- 7——5-甲基糠醇。

图 A.1 工业糠醇气相色谱(填充柱)典型谱图

附录 B
(资料性)

工业糠醇气相色谱(毛细管柱)典型谱图

工业糠醇气相色谱(毛细管柱)典型谱图见图 B.1。



标引序号说明:

- 1——低沸物;
- 2——糠醛;
- 3——四氢糠醇;
- 4——5-甲基糠醛;
- 5——未知物;
- 6——糠醇;
- 7——未知物;
- 8——1-(2-呋喃基)-乙酮;
- 9——5-甲基糠醇。

图 B.1 工业糠醇气相色谱(毛细管柱)典型谱图

