



中华人民共和国国家标准

GB/T 1926—2026

代替 GB/T 1926.1—2009, GB/T 1926.2—1988

工业糠醛

Technical furfural

2026-07-30 发布

2027-02-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

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.....2

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 酸度.....6

 5.6 糠醛含量.....7

 5.7 硫含量.....10

 5.8 5-甲基糠醛含量.....11

 5.9 馏程.....11

 5.10 试验报告.....14

6 检验规则.....14

 6.1 检验分类.....14

 6.2 取样方法.....14

 6.3 检验结果的判定.....14

7 包装、标志、运输、贮存和质保.....15

 7.1 包装.....15

 7.2 标志.....15

 7.3 运输.....15

 7.4 贮存.....15

 7.5 质保.....15

附录 A (资料性) 工业糠醛气相色谱(填充柱)典型谱图.....16

附录 B (资料性) 工业糠醛气相色谱(毛细管柱)典型谱图.....17

附录 C (资料性) 糠醛馏程测定专用温度计.....18

 C.1 糠醛馏程测定专用温度计——玻璃温度计(棒式).....18

 C.2 尺寸.....18

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 1926.1—2009《工业糠醛》和 GB/T 1926.2—1988《工业糠醛试验方法》，与 GB/T 1926.1—2009 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 增加了硫含量的技术指标(见表1)；
- 增加了 5-甲基糠醛含量的技术指标(见表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)；
- 增加了酸度试验方法(见 5.5)；
- 增加了糠醛含量试验方法，包括盐酸羟胺肟化法(仲裁法)、气相色谱法(填充柱)和气相色谱法(毛细管柱)(见 5.6)；
- 增加了硫含量试验方法(见 5.7)；
- 增加了 5-甲基糠醛含量试验方法(见 5.8)；
- 增加了馏程试验方法(见 5.9)。

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、河南浩森生物材料有限公司、河南禾力能源有限公司、宏业生物科技股份有限公司、宁津禾洁生物基材料有限公司、厦门大学、北京石油化工学院、安徽金轩科技有限公司、北京林业大学、北京盛昌益态新能源科技有限公司、浙江大学。

本文件主要起草人：王奎、王善勇、刘军利、张力平、宋国全、范子久、陈志勇、李风光、林鹿、王树荣、黄龙、胡成元、李敬强、王明志、唐兴、冀德坤、傅玉清、王松。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 1980 年首次发布为 GB 1926—1980；
- 1988 年第一次修订为 GB/T 1926.1—1988、GB/T 1926.2—1988；
- GB/T 1926.1 于 2009 年第二次修订；
- 本次将 GB/T 1926.1—2009、GB/T 1926.2—1988 整合修订，编号调整为 GB/T 1926。

工 业 糠 醛

1 范围

本文件规定了工业糠醛的技术要求、检验规则、包装、标志、运输、贮存和质保要求,并描述了相应的试验方法。

本文件适用于工业糠醛的生产、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—2016 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
- SH 0121 石油产品馏程测定装置技术条件
- SH/T 0689 轻质烃及发动机燃料和其他油品的总硫含量测定法(紫外荧光法)

3 术语和定义

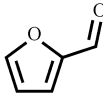
下列术语和定义适用于本文件。

3.1

糠醛 furfural

呋喃甲醛

植物纤维原料中的戊聚糖经水解和脱水后生成的呋喃醛基取代物。

注: 结构式为 ; 分子式为 C₅H₄O₂; 相对分子质量为 96.08。

4 技术要求

工业糠醛分为优级、一级和二级,其技术指标应符合表 1 的要求。

表 1 工业糠醛技术指标

项目		指标		
		优级	一级	二级
外观		浅黄色至琥珀色透明液体,无悬浮物及机械杂质		
密度(ρ_{20})/(g/cm ³)		1.158~1.161		
折光率(n_D^{20})		1.524~1.527		
水分含量/%	≤	0.05	0.10	0.20
酸度/(mol/L)	≤	0.008	0.016	0.016
糠醛含量/%	≥	99.0	98.5	98.5
硫含量/(mg/kg)	≤	25.0	50.0	50.0
5-甲基糠醛含量/%	≤	0.6	—	—
馏程	初馏点/℃	≥	155	150
	158℃前馏分/%	≤	2	—
	总馏出物/%	≥	99.0	98.5
	终馏点/℃	≤	170	170
	残留物/%	≤	1.0	—
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 $\pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

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 $\pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.2.1.3 试验步骤

将冷却至约 $15\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时的水质量;以糠醛代替水,同上操作,即得 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时的糠醛质量。

5.2.1.4 结果计算

糠醛密度以 $\rho_{20}(\text{g}/\text{cm}^3)$ 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 —— $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 充满比重瓶所需糠醛的质量,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 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 101.325 kPa (760 mmHg)时的密度,
 V 是所取糠醛样品的体积(cm^3);
- m_2 —— $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 充满比重瓶所需水的质量,单位为克(g);
- ρ_w —— $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 水的密度,取 $0.998\text{ g}/\text{cm}^3$ 。

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

平行试验结果的绝对差值不超过 $0.001\text{ g}/\text{cm}^3$ 。

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 $\rho_{20}(\text{g}/\text{cm}^3)$ 表示。

5.2.2.2 仪器

- 5.2.2.2.1 密度计(标准温度 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$):符合GB/T 4472规定的分度值为 $0.001\text{ g}/\text{cm}^3$ 的密度计,测定范围为 $1.150\text{ g}/\text{cm}^3 \sim 1.200\text{ g}/\text{cm}^3$ 。
- 5.2.2.2.2 玻璃量筒: 250 mL 。
- 5.2.2.2.3 温度计: $0\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 50\text{ }^{\circ}\text{C}$,分度值为 $0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.2.2.3 试验步骤

用清洁干燥的量筒取约 200 mL 糠醛。当糠醛温度在 $(20 \pm 5)\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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 $\sim$ 3分度值。待密度计在样品中稳定后,视线与糠醛液面保持同一水平,读取密度计弯月面下缘的刻度值,即为该温度下的糠醛密度(ρ_1)。

5.2.2.4 结果计算

糠醛密度以 ρ_{20} (g/cm³) 表示,按公式(2)计算:

$$\rho_{20} = \rho_t + 0.001\,06 \times (t - 20) \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ρ_t ——温度为 t 时测得的糠醛密度,单位为克每立方厘米(g/cm³);

0.001 06 ——糠醛密度的温度校正值,单位为克每立方厘米摄氏度[g/(cm³·℃)];

t ——测定时糠醛温度,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

平行试验结果的绝对差值不超过 0.001 g/cm³。

5.3 折光率

5.3.1 概述

光线在空气中传播的速度与在糠醛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 1.300~1.700,测量精度为 0.000 3。

5.3.2.2 恒温水浴:温度精度为 ± 0.1 ℃。

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 ℃时水折光率为 1.332 99,30 ℃时水折光率为 1.331 94,45 ℃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 ℃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

平行试验结果的绝对差值不超过 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 糠醛水分测定专用接收器:符合 GB/T 260—2016 中图 3 的要求。

- 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

称取糠醛样品 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 87 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

糠醛水分含量以水分质量分数 $w_w(\%)$ 表示,按公式(3)计算:

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

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 ——糠醛样品的质量,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 2 位。

5.4.1.6 精密度

平行试验结果的绝对差值不超过 0.015%。

5.4.2 卡尔·费休法(仲裁法)

5.4.2.1 概述

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:符合 GB/T 606 的要求,采用电量反滴定法(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

根据仪器说明书操作。

5.4.2.5 结果计算

糠醛水分含量以水分质量分数 $w_w(\%)$ 表示,按公式(4)计算:

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

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 ——糠醛样品的进样质量,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 2 位。

5.4.2.6 精密度

平行试验结果的绝对差值不超过 0.015%。

5.5 酸度

5.5.1 概述

以酚酞为指示剂,采用氢氧化钠标准溶液滴定的容量法,以 $X(\text{mol/L})$ 表示。

5.5.2 仪器

5.5.2.1 三角烧瓶:500 mL。

5.5.2.2 移液吸管:单标记,10 mL。

5.5.2.3 微量滴定管:5 mL。

5.5.2.4 电位滴定仪: ± 0.01 pH。

5.5.3 试剂和溶液

5.5.3.1 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。

5.5.3.2 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。

5.5.4 试验步骤

取 300 mL 蒸馏水注入三角烧瓶中,加入 4 滴酚酞指示剂,用 0.05 mol/L 氢氧化钠标准溶液调至微红色,保持 10 s~15 s 不褪色;用移液吸管取糠醛样品 10 mL 加入三角烧瓶,振摇至全溶;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。若糠醛样品颜色深暗,则应采用电位滴定仪确定终点。

5.5.5 结果计算

糠醛酸度以 $X(\text{mol/L})$ 表示,按公式(5)计算:

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

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 °C 时测得的糠醛密度,单位为克每立方厘米(g/cm^3);

V_s ——糠醛样品的体积,10 mL;

ρ_t ——温度为 t 时糠醛的密度,单位为克每立方厘米(g/cm^3)。

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。

5.5.6 精密度

平行试验结果的绝对差值不大于 0.001 mol/L 。

5.6 糠醛含量

5.6.1 盐酸羟胺肟化法(仲裁法)

5.6.1.1 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糠醛含量,以 $w_F(\%)$ 表示。

5.6.1.2 仪器

5.6.1.2.1 具塞磨口锥形瓶:100 mL。

5.6.1.2.2 碱式滴定管:50 mL。

5.6.1.2.3 天平:感量为 0.1 mg 。

5.6.1.2.4 电位滴定仪: $\pm 0.01 \text{ pH}$ 。

5.6.1.3 试剂和溶液

5.6.1.3.1 氢氧化钠标准溶液(0.25 mol/L):水溶液,按照 GB/T 601 规定的方法进行配制和标定。

5.6.1.3.2 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 氢氧化钠溶液中,用无水乙醇稀释至 100 mL 。

5.6.1.3.3 盐酸羟胺溶液(25 g/L):称取 50 g 盐酸羟胺溶解于 $1\,000 \text{ mL}$ 蒸馏水中,加入 $1\,000 \text{ mL}$ 无水乙醇,再加入 2.5 mL 溴酚蓝指示剂摇匀,以 0.25 mol/L 氢氧化钠标准溶液调至黄绿色($\text{pH}=3.7\sim 3.8$)。

5.6.1.4 试验步骤

称取糠醛样品 $0.5 \text{ g}\sim 0.7 \text{ g}$ (精确至 0.2 mg) 于已加有 30 mL 盐酸羟胺溶液的具塞磨口锥形瓶中,拧紧瓶塞、摇匀;放置 15 min (保持温度 $20\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 25\text{ }^{\circ}\text{C}$),用 0.25 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。为了便于观察滴定终点,接近终点时补加指示剂一滴。

若糠醛样品颜色深暗,则应采用电位滴定仪确定终点($\text{pH}=3.7\sim 3.8$)。

5.6.1.5 结果计算

糠醛含量以糠醛质量分数 $w_F(\%)$ 表示,按公式(6)计算:

$$w_F = \frac{c \times V_s \times 0.096\,08}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

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_s ——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 ——糠醛样品的质量,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。

5.6.1.6 精密度

平行试验结果的相对偏差不超过 0.2%。

5.6.2 气相色谱法(填充柱)

5.6.2.1 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 $w_F(\%)$ 表示。

5.6.2.2 仪器与材料

5.6.2.2.1 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。

5.6.2.2.2 填充柱:推荐使用 10% 聚乙二醇-20M 填充柱,3 m×4 mm,或达到同等分离效果的填充柱。

5.6.2.3 色谱条件

5.6.2.3.1 色谱柱温度:125℃。

5.6.2.3.2 进样口温度:200℃。

5.6.2.3.3 检测器温度:200℃。

5.6.2.3.4 载气:氮气,柱流量为 20 mL/min。

5.6.2.3.5 燃烧气:氢气,流量为 30 mL/min。

5.6.2.3.6 助燃气:压缩空气,流量为 150 mL/min。

5.6.2.3.7 进样量:0.2 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。

5.6.2.4 试验步骤

按 5.6.2.3 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糠醛组分的质量分数(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。

5.6.2.5 结果计算

糠醛主峰与其前/后相邻组分峰的分离度 R 应大于 1.0。

糠醛含量以糠醛质量分数 $w_F(\%)$ 表示,按公式(7)计算:

$$w_F = \frac{A_s}{\sum A_i} \times (1 - w_w) \times 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

A_s ——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_i ——色谱处理机中糠醛样品各组分的峰积分总面积,单位为毫伏分(mV·min);

w_w ——糠醛水分含量,%。

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。

5.6.2.6 精密度

平行测定结果相对偏差不超过 0.2%。

5.6.3 气相色谱法(毛细管柱)

5.6.3.1 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。结果以 $w_F(\%)$ 表示。

5.6.3.2 仪器

5.6.3.2.1 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。

5.6.3.2.2 色谱柱:推荐使用 5% 苯基-95% 二甲基聚硅氧烷毛细管柱, $30\text{ m} \times 0.32\text{ mm} \times 0.25\text{ }\mu\text{m}$,或达到同等分离效果的色谱柱。

5.6.3.3 色谱条件

5.6.3.3.1 色谱柱温度: $125\text{ }^\circ\text{C}$ 。

5.6.3.3.2 进样口温度: $200\text{ }^\circ\text{C}$ 。

5.6.3.3.3 检测器温度: $200\text{ }^\circ\text{C}$ 。

5.6.3.3.4 载气:氮气,柱流量为 1 mL/min 。

5.6.3.3.5 燃烧气:氢气,流量为 30 mL/min 。

5.6.3.3.6 助燃气:压缩空气,流量为 150 mL/min 。

5.6.3.3.7 分流比: $10:1$ 。

5.6.3.3.8 进样量: $0.2\text{ }\mu\text{L}$ 。

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。

5.6.3.4 试验步骤

按 5.6.3.3 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糠醛组分的质量分数(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。

5.6.3.5 结果计算

糠醛主峰与其前/后相邻组分峰的分离度 R 应大于 1.5。

糠醛含量以糠醛质量分数 $w_F(\%)$ 表示,按公式(8)计算:

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

式中:

- A_s —— 色谱处理机中糠醛组分的峰积分面积,单位为毫伏分($\text{mV} \cdot \text{min}$);
- A_i —— 色谱处理机中糠醛样品各组分的峰积分总面积,单位为毫伏分($\text{mV} \cdot \text{min}$);
- w_w —— 糠醛水分含量, %。

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。

5.6.3.6 精密度

平行测定结果的相对偏差不超过 0.2%。

5.7 硫含量

5.7.1 概述

硫含量的测定采用紫外荧光法,通过富氧燃烧样品检测二氧化硫的荧光性进行定量,以 w_s (mg/kg) 表示。

5.7.2 仪器

5.7.2.1 燃烧炉:最高目标温度不低于 1 000 °C。

5.7.2.2 燃烧管:石英材料。

5.7.2.3 紫外荧光检测器:能定量紫外光源照射二氧化硫激发所发射的荧光。

5.7.2.4 天平:感量为 0.1 mg。

5.7.3 试剂和溶液

5.7.3.1 载气:氩气或氮气,水分含量小于 0.000 5%。

5.7.3.2 氧气:水分含量小于 0.000 5%。

5.7.3.3 硫标准溶液:符合 SH/T 0689 的要求。

5.7.4 进样条件

5.7.4.1 进样量:10 μ L。

5.7.4.2 炉温:1 000 °C。

5.7.4.3 裂解氧气流量:400 mL/min。

5.7.4.4 入口氧气流量:40 mL/min。

5.7.4.5 入口载气流量:200 mL/min。

注:进样条件是典型的,在满足精度条件下进行调整。

5.7.5 试验步骤

5.7.5.1 仪器校正

按照仪器说明书启动和预热仪器,调节仪器灵敏度和基线稳定性,并进行仪器空白校正。

5.7.5.2 标准曲线绘制

将硫标准溶液稀释至 5 mg/mL~100 mg/mL(标准溶液最高硫含量和最低硫含量相差在 20 倍以内),在 5.7.4 的典型进样条件下进样,建立至少 3 个点的响应值与硫含量的线性相关曲线。

5.7.5.3 硫含量测定

按 5.7.4 的典型进样条件进样,记录仪器显示的试样中硫的质量(m_s)。

注:上述操作参数是典型的,实际操作中根据不同硫含量、仪器特点进行调整。

5.7.6 结果计算

硫含量以硫质量分数 w_s (mg/kg)表示,按公式(9)计算:

$$w_s = \frac{m_s}{V_s \times \rho_t} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中：

m_s ——仪器显示的试样中硫的质量，单位为微克(μg)；

V_s ——试样的进样体积，单位为微升(μL)；

ρ_t ——温度为 t 时进样糠醛的密度，单位为克每立方厘米(g/cm^3)。

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。

5.7.7 精密度

平行测定结果的相对偏差不超过 10%。

5.8 5-甲基糠醛含量

5.8.1 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 $w_m(\%)$ 表示。

5.8.2 仪器

同 5.6.3.2。

5.8.3 色谱条件

同 5.6.3.3。

5.8.4 试验步骤

按 5.8.3 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 5-甲基糠醛组分的质量分数（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）。

5.8.5 结果计算

5-甲基糠醛含量以 5-甲基糠醛质量分数 $w_m(\%)$ 表示，按公式(10)计算：

$$w_m = \frac{A_s}{\sum A_i} \times (1 - w_w) \times 100 \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中：

A_s ——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($\text{mV} \cdot \text{min}$)；

A_i ——色谱处理机中糠醛样品各组分的峰积分总面积，单位为毫伏分($\text{mV} \cdot \text{min}$)；

w_w ——糠醛水分含量，%。

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。

5.8.6 精密度

平行测定结果的绝对差值不超过 0.2%。

5.9 馏程

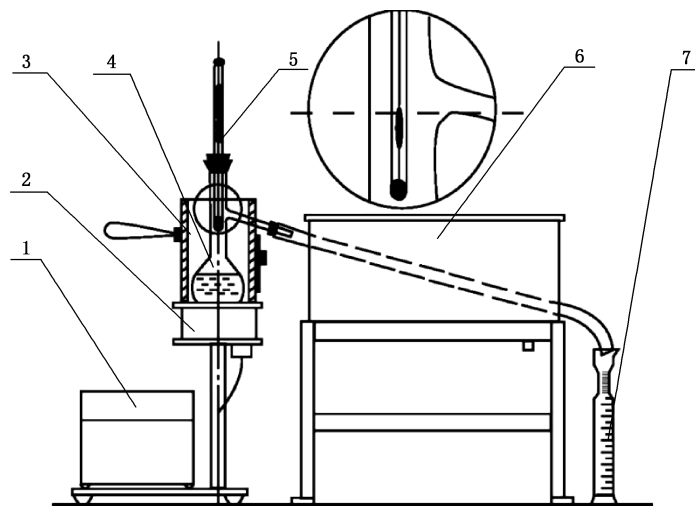
5.9.1 概述

在 101.325 kPa 标准大气压力下糠醛蒸馏时馏分与温度关系的有关指标（初馏点、158℃前馏分、总

馏出物、终馏点和残留物)。

5.9.2 仪器

5.9.2.1 馏程测定装置(图 1):符合 SH 0121 的各项规定。



标引序号说明:

- 1——冷凝装置;
- 2——热源;
- 3——烧瓶罩;
- 4——恩氏蒸馏烧瓶;
- 5——温度计;
- 6——冷凝装置;
- 7——异径量筒。

图 1 糠醛馏程测定装置示意图

5.9.2.2 温度计:采用附录 C 给出的糠醛馏程测定专用温度计。

注:温度计由有关计量机构作定点示值检定,检定点为 150℃、155℃、158℃、170℃。

5.9.2.3 异径量筒:10 mL 和 100 mL。

5.9.2.4 热源:加热速度可调节。

5.9.2.5 天平:感量为 0.1 mg。

5.9.3 试验步骤

5.9.3.1 使用温度计校准证书的校正值,将试验温度设定为 158℃。

5.9.3.2 记录含干燥浮石或无釉瓷片的蒸馏烧瓶质量(m_1),并用清洁干燥的 100 mL 异径量筒量取糠醛样品 100 mL 加入烧瓶。

5.9.3.3 按图 1 所示组装馏程测定装置。

5.9.3.4 打开冷凝器,将 10 mL 异径量筒放在冷凝管下口,调节火力,使开始加热到流出第一滴馏出液的时间控制在 10 min~15 min;记录滴下第一滴馏出液时的温度计读数,经校正即为初馏点。

5.9.3.5 其后按 4 mL/min~6 mL/min 的馏出速度进行蒸馏,当馏出液温度与样品温度相一致时,记录异径量筒中馏出液质量(m_0),并用原 100 mL 异径量筒(不必洗烘)继续接收馏出液。

5.9.3.6 当全部液体从蒸馏烧瓶底部蒸发后所观察到的温度计最高读数,经校正即为终馏点,立即停止加热,让馏出液流出 5 min,累加大小异径量筒中馏出液质量即为总馏出量(m_t);称量并记录冷却后的

蒸馏烧瓶重(m_2)。

5.9.4 结果计算

5.9.4.1 沸点温度校正

101.325 kPa 标准大气压力下真实沸点温度以 $t_0(^{\circ}\text{C})$ 表示,按公式(11)校正:

$$t_0 = t_1 + \Delta t_2 + 0.000\ 9 \times (101.325 - P) \times (273 + t_1) \dots\dots\dots (11)$$

式中:

- t_1 —— 实际观察温度,单位为摄氏度($^{\circ}\text{C}$);
- Δt_2 —— 温度检定证书给予的校正值,单位为摄氏度($^{\circ}\text{C}$);
- 0.000 9 —— 糠醛沸点随大气压变化常数;
- P —— 试验时大气压力,单位为千帕(kPa)。

平行测定结果,取 2 次测定的平均值为测定结果,计算结果取整数。

5.9.4.2 158 $^{\circ}\text{C}$ 前馏分含量

158 $^{\circ}\text{C}$ 前馏分含量以 158 $^{\circ}\text{C}$ 前馏分质量分数 $w_0(\%)$ 表示,按公式(12)计算:

$$w_0 = \frac{m_0}{V_s \times \rho_{20}} \times 100 \dots\dots\dots (12)$$

式中:

- m_0 —— 异径量筒中馏出液的质量,单位为克(g);
- V_s —— 糠醛样品的体积,100 mL;
- ρ_{20} —— 20 $^{\circ}\text{C}$ 时糠醛的密度,取 1.16,单位为克每立方厘米(g/cm^3)。

平行测定结果,取 2 次测定的平均值为测定结果,计算结果取整数。

5.9.4.3 总馏出物含量

总馏出物含量以总馏出物质量分数 $w_t(\%)$ 表示,按公式(13)计算:

$$w_t = \frac{m_t}{V_s \times \rho_{20}} \times 100 \dots\dots\dots (13)$$

式中:

- m_t —— 累加量筒中馏出液的总质量,单位为克(g);
- V_s —— 糠醛样品的体积,100 mL;
- ρ_{20} —— 20 $^{\circ}\text{C}$ 时糠醛的密度,取 1.16,单位为克每立方厘米(g/cm^3)。

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。

5.9.4.4 残留物含量

残留物含量以残留物质量分数 $w_r(\%)$ 表示,按公式(14)计算:

$$w_r = \frac{m_2 - m_1}{V_s \times \rho_{20}} \times 100 \dots\dots\dots (14)$$

式中:

- m_2 —— 试验后蒸馏烧瓶(包括浮石或无釉瓷片)和残留物的质量,单位为克(g);
- m_1 —— 试验前蒸馏烧瓶(包括浮石或无釉瓷片)的质量,单位为克(g);
- V_s —— 糠醛样品的体积,100 mL;
- ρ_{20} —— 20 $^{\circ}\text{C}$ 时糠醛的密度,取 1.16,单位为克每立方厘米(g/cm^3)。

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。

5.9.5 精密度

平行试验结果的绝对差值不应超过以下规定:

- a) 初馏点:1℃;
- b) 158℃前馏分:0.3%;
- c) 总馏出量:0.5%;
- d) 残留物:0.2%。

5.10 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- 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) 试验人员和试验日期。

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、糠醛含量、硫含量。

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、具塞磨口的棕色玻璃瓶中,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 检验结果的判定

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、贮存和质保

7.1 包装

7.1.1 工业糠醛宜用钢桶包装。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 包装容器应清洁干燥,应不含任何酸性物质。其盛载程度充分考虑温度差异所造成的产品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醛材料制造。

7.2 标志

7.2.1 工业糠醛为毒性、易燃物质,按 GB 190 和 GB/T 191 中的规定标识。

7.2.2 出厂产品均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、标准编号、批号、毛重、净重、等级、厂名、厂址、出厂日期。

7.2.4 用于出口的工业糠醛按照出口要求进行标志。

7.3 运输

工业糠醛装卸及运输应按照 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

工业糠醛应贮存于阴凉通风、干燥处,应远离火源。

7.5 质保

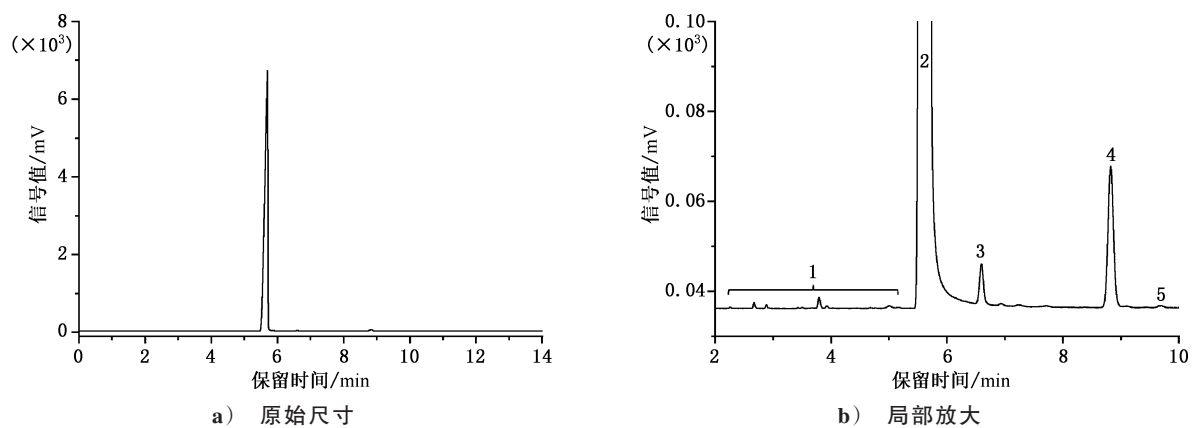
工业糠醛的质量保证期为自出厂之日起 30 d 内。

附录 A

(资料性)

工业糠醛气相色谱(填充柱)典型谱图

工业糠醛气相色谱(填充柱)典型谱图见图 A.1。



标引序号说明:

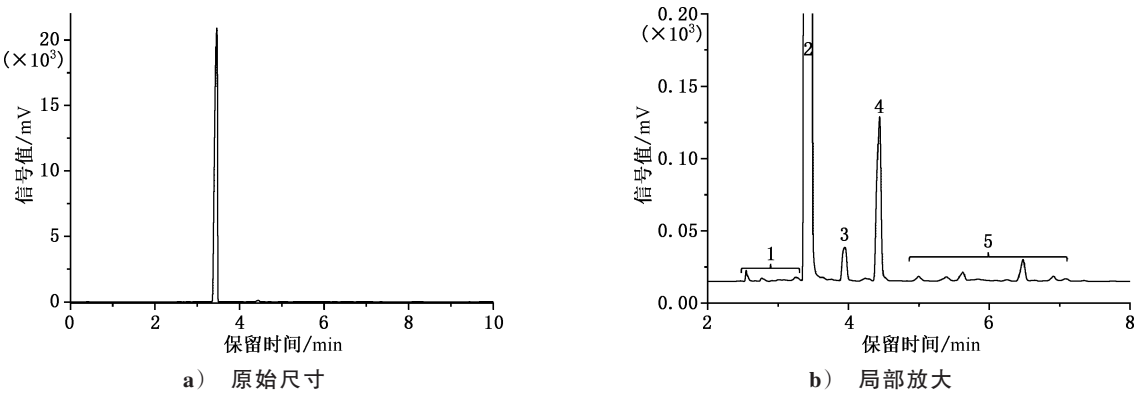
- 1——低沸物;
- 2——糠醛;
- 3——未知物;
- 4——5-甲基糠醛;
- 5——高沸物。

图 A.1 工业糠醛气相色谱(填充柱)典型谱图

附录 B
(资料性)

工业糠醛气相色谱(毛细管柱)典型谱图

工业糠醛气相色谱(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——未知物;
- 4——5-甲基糠醛;
- 5——高沸物。

图 B.1 工业糠醛气相色谱(毛细管柱)典型谱图

附 录 C
(资料性)

糠醛馏程测定专用温度计

C.1 糠醛馏程测定专用温度计——玻璃温度计(棒式)

- C.1.1 测量范围:140℃~180℃。
- C.1.2 分度值:0.2℃。
- C.1.3 全长:360 mm。
- C.1.4 浸没深度:局部浸没 100 mm。
- C.1.5 直径:6.5 mm(最大不超过 7.5 mm)。
- C.1.6 标尺长度:(180±20)mm,140 mm 处开始刻度。
- C.1.7 刻度:双边线。
- C.1.8 感温液体:水银。

C.2 尺寸

糠醛馏程测定专用温度计的尺寸见图 C.1。

单位为毫米

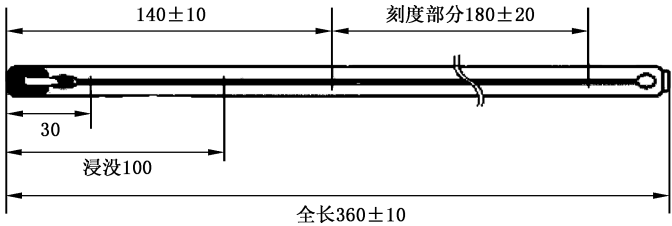


图 C.1 糠醛馏程测定专用温度计的尺寸

