

# 中华人民共和国国家标准

GB 1926.2—88

## 工业糠醛试验方法

代替 GB 1926—80

Technical furfural test methods

本标准等效采用国际标准 ISO 758—1976《工业用液体化学产品——20℃时密度的测定》、ISO 2888—1973《工业糠醛——以酚酞为指示剂的酸度测定——容量法》和 ISO 918—1983《工业用挥发性有机液体——蒸馏特性的测定》。

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了 GB 1926.1 第 3.2 条中所列指标的试验方法,并推荐了硫酸盐测定方法和工业糠醛气相色谱分析法,可分别参考附录 B(参考件)和附录 C(参考件)。

本标准适用于以农林原料通过水解法制取的工业糠醛。

### 2 引用标准

- GB 260 石油产品水分测定法
- GB 515 石油产品馏程测定装置技术条件
- GB 601 标准溶液制备方法
- GB 603 化学试剂 试剂及制品的制备方法
- GB 604 化学试剂 指示剂 pH 变色域测定法
- GB 1926.1 工业糠醛
- GB 4472 化工产品密度、相对密度测定通则
- GB 6488 化工产品折光率测定法
- GB 6536 石油产品蒸馏测定法
- HG 3—1010 气相色谱法通则

### 3 试验方法

试验中除特殊规定外,应使用分析纯试剂和不含二氧化碳的蒸馏水(按 GB 603 规定方法制备)或等同纯度的水。

#### 3.1 密度测定

##### 3.1.1 比重瓶法(本法为仲裁方法)

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

##### 3.1.1.1 仪器

一般实验室设备及下列仪器:

- a. 比重瓶:采用 GB 4472 规定的 25mL 附温度计的比重瓶。
- b. 恒温水浴:温度控制在  $20 \pm 0.1^\circ\text{C}$ 。

##### 3.1.1.2 试验步骤

中华人民共和国林业部 1988-12-31 批准

1989-06-01 实施

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,置于恒温水浴中。30min 后,用滤纸吸去溢出毛细管的水并加盖。取出比重瓶擦净、称量(准确至 0.000 2g)。

把比重瓶内水倒出,先用乙醇,再用乙醚洗涤数次,干后称量。两次称量之差即为 20℃ 时的水质量。

以糠醛代替水,同上操作,即得 20℃ 时的糠醛质量。

### 3.1.1.3 结果计算

糠醛密度  $\rho_{20}$  (g/cm<sup>3</sup>) 按式(1)计算:

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

式中:  $m_1$ ——20℃ 充满比重瓶糠醛质量, g;

$m_2$ ——20℃ 充满比重瓶水质量, g;

$\rho_{*}$ ——20℃ 的水密度, 0.998 2g/cm<sup>3</sup>;

$A$ ——浮力校正, 其值为  $\rho_1 \cdot V$ 。其中  $\rho_1$  是干燥空气在 20℃、1013.25hPa(760mmHg) 时的密度;  $V$  是所取样品的体积(cm<sup>3</sup>)。但一般情况下,  $A$  的影响很小, 可忽略不计。

### 3.1.1.4 重复性

平行试验结果之差值不大于 0.000 6g/cm<sup>3</sup>, 取平均值为测定结果。

## 3.1.2 密度计法

密度计在被测液体中达到平衡状态时浸没深度所显示的刻度值, 即为该液体的密度。

### 3.1.2.1 仪器

一般实验室设备及下列仪器:

- a. 密度计(标准温度 20℃): 采用 GB 4472 规定的分度值为 0.001g/cm<sup>3</sup> 的密度计, 测定范围为 1.150~1.200。
- b. 玻璃量筒: 250mL。
- c. 温度计: 0~50℃, 分度值为 0.1℃。

### 3.1.2.2 试验步骤

用清洁干燥的量筒取约 200mL 糠醛。当糠醛温度在 20±5℃ 时, 缓缓放入密度计, 其下端离筒底须 2cm 以上, 不能与筒壁接触。密度计露出液面外部分, 被沾液体高度不得超过 2~3 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( $\rho_t$ )。

### 3.1.2.3 结果计算

糠醛密度  $\rho_{20}$  (g/cm<sup>3</sup>) 按式(2)计算:

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

式中:  $\rho_t$ —— $t$ ℃ 时测得的糠醛密度, g/cm<sup>3</sup>;

$t$ ——测定时糠醛温度, ℃;

0.001 06——糠醛密度的温度校正值。

### 3.1.2.4 重复性

平行试验结果之差值不超过 0.001 分度值, 取平均值为测定结果。

## 3.2 折光率测定

折光率系指光线在空气中传播的速度与在糠醛中传播的速度之比值, 以  $n_D^{20}$  表示。

### 3.2.1 仪器

- a. 阿贝型折光仪: 测量范围为 1.300~1.700, 测量精度为 0.000 3。
- b. 超级恒温水浴: 温度控制在 20±0.1℃。

### 3.2.2 试验步骤

折光仪使用前应以二次蒸馏水校正, 20℃ 时水折光率为 1.333 0。

折光仪的校正和操作步骤按 GB 6488 中第 3.2 条和第 3.3 条的规定。

### 3.2.3 重复性

平行试验结果之差不大于 0.0003, 取平均值为测定结果。

## 3.3 水分含量测定

糠醛水分测定采用甲苯蒸馏法, 结果以重量百分含量表示。

### 3.3.1 仪器

一般实验室设备及下列仪器:

- a. 水分测定器: 采用 GB 260 规定的测定器。其接受器采用本标准所规定的最小分度值为 0.025mL 专用接受器, 如附录 A(补充件)。
- b. 玻璃量筒: 100mL。
- c. 电热套: 功率 200W, 容量 500mL, 附调压变压器。

### 3.3.2 试剂

甲苯(GB 648)。

### 3.3.3 试验步骤

称取糠醛样品 100g, 准确至 0.1g, 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 87mL), 先将其大部分加入烧瓶, 并向瓶中投入几枚清洁干燥的浮石、无釉瓷片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, 注满接受器。在冷凝管上口接干燥管或塞以棉花。接通冷却水, 加热并控制蒸馏速度。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, 每秒可增至 4 滴。当接受器内水分体积不再增加时停止加热(约需 1h)。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受器中。待接受器冷至室温后, 读记水分体积, 视线应与水液面保持同一水平。

### 3.3.4 结果计算

糠醛水分重量百分含量  $W(\%)$  按式(3)计算:

$$W(\%) = \frac{V \cdot \rho}{G} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:  $V$ ——接受器中水体积, mL;  
 $\rho$ ——室温时的水密度, g/cm<sup>3</sup>;  
 $G$ ——样品重量, g。

### 3.3.5 重复性

平行试验结果之差值不大于 0.015%, 取平均值为测定结果。

## 3.4 酸度测定

糠醛酸度测定采用以酚酞为指示剂、氢氧化钠标准溶液滴定的容量法。结果以酸度(mol/L)表示。

### 3.4.1 仪器

一般实验室设备及下列仪器:

- a. 三角烧瓶: 500mL。
- b. 移液吸管: 单标记, 10mL。
- c. 微量滴定管: 5mL。

### 3.4.2 试剂和溶液

- a. 氢氧化钠(GB 629): 0.05mol/L 标准溶液, 参照 GB 601 规定的方法进行配制与标定。
- b. 酚酞(HGB 3039), 指示剂: 10g/L 乙醇溶液, 参照 GB 604 规定的方法配制。

### 3.4.3 试验步骤<sup>1)</sup>

采用说明:

1) 国际标准 ISO 2888—1973 规定 20℃ 时取样。本标准改为常温取样, 必要时作温度校正。