ICS 71.080.60
G 17

中华人民共和国国家标准

GB/T 7815—2008
代替 GB/T 7815—1995

工业用季戊四醇

Pentaerythritol for industrial use

2008-05-14 发布

2008-10-01 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 7815—1995《工业用季戊四醇》。

本标准与 GB/T 7815—1995 相比主要变化如下：

- “范围”由“本标准适用于除炸药用以外的工业季戊四醇”修改为“本标准适用于以甲醛和乙醛为原料，氢氧化钠或氢氧化钙为催化剂生产的工业用季戊四醇的生产、检验和销售”（见第 1 章）；
- 增加“分类和命名”一章（见第 3 章）；
- 技术要求中增加外观（见 4.1）；
- 将工业用季戊四醇产品分级优等品、一等品、合格品修改为按工业用季戊四醇的纯度分型（1995 年版的第 3 章，本版的 4.2）；
- 增加终熔点项目（见 4.2）；
- 技术要求中单季戊四醇含量由优等品 $\geq 93\%$ 、一等品 $\geq 86\%$ 、合格品不控制修改为季戊四醇的含量 98 级 $\geq 98.0\%$ 、季戊四醇[以 $C(CH_2OH)_4$ 计]的含量 95 级 $\geq 95.0\%$ 、90 级 $\geq 90.0\%$ 、86 级 $\geq 86.0\%$ ，羟基含量由优等品 $\geq 47\%$ 、一等品 $\geq 47\%$ 、合格品 $\geq 46\%$ 修改为 98 级 $\geq 48.5\%$ 、95 级 $\geq 47.5\%$ 、90 级 $\geq 47.0\%$ 、86 级 $\geq 46.0\%$ ，干燥减量由优等品、一等品 $\leq 0.5\%$ 、合格品 $\leq 0.7\%$ 修改为 98 级 $\leq 0.20\%$ 、95 级、90 级、86 级 $\leq 0.50\%$ ，灼烧残渣由优等品、一等品、合格品 $\leq 0.1\%$ 修改为 98 级 $\leq 0.05\%$ 、95 级、90 级和 86 级 $\leq 0.10\%$ ，邻苯二甲酸树脂着色度（Fe、Co、Cu 标准比色液号）由优等品 ≤ 2 、一等品 ≤ 4 、合格品 ≤ 6 修改为 98 级 ≤ 1 、95 级、90 级 ≤ 2 、86 级 ≤ 4 ，终熔点 98 级 $\geq 250^\circ\text{C}$ ，其他级不控制（1995 年版的第 3 章，本版的 4.2）；
- 季戊四醇含量测定的试验方法增加了气相色谱法，并作为 98 级的仲裁法（见 5.3.2）；
- 终熔点测定方法采用熔点仪法（见 5.8）；
- 增加了“检验规则”一章（见第 6 章）。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机分会（SAC/TC 63/SC 2）归口。

本标准负责起草单位：湖北宜化集团有限责任公司。

本标准参加起草单位：濮阳市鹏鑫化工有限公司、江苏溧阳瑞阳化工有限公司。

本标准主要起草人：蒋远华、杨晓勤、何涛、卞平官、张业祥、董雁如、刘启东。

本标准于 1987 年 5 月首次发布，于 1995 年 12 月第一次修订。

工业用季戊四醇

1 范围

本标准规定了工业用季戊四醇的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存等。

本标准适用于以甲醛和乙醛为原料,氢氧化钠或氢氧化钙为催化剂生产的工业用季戊四醇的生产、检验和销售。

分子式: $C(CH_2OH)_4$

相对分子质量:136.14(按2005年国际相对原子质量)

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)或修订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 191—2008 包装储运图示标志(ISO 780:1997 MOD)

GB/T 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(ISO 6353-1:1982, NEQ)

GB/T 617—2006 化学试剂 熔点范围测定通用方法(ISO 6353-1:1982, NEQ)

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 6679—2003 固体化工产品采样通则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987, NEQ)

GB/T 7531—1987 有机化工产品灰分的测定(ISO 6353-1:1982, NEQ)

3 分类和命名

按工业用季戊四醇的纯度98%、95%、90%、86%以上分为四型,命名为98级、95级、90级、86级。

4 要求

4.1 外观:白色结晶。

4.2 工业用季戊四醇应符合表1所示的技术要求。

表1 技术要求

项 目	指 标			
	98级	95级	90级	86级
季戊四醇的质量分数/%	≥ 98.0	—	—	—
季戊四醇(以 $C(CH_2OH)_4$ 计) ^a 的质量分数/%	≥ —	95.0	90.0	86.0
羟基的质量分数/%	≥ 48.5	47.5	47.0	46.0
干燥减量的质量分数/%	≤ 0.20	0.50		
灼烧残渣的质量分数/%	≤ 0.05	0.10		
邻苯二甲酸树脂着色度/(Fe、Co、Cu标准比色液)号	≤ 1	2		4
终熔点/°C	≥ 250	—	—	—

^a 季戊四醇和季戊四醇环状缩甲醛的含量折算为 $C(CH_2OH)_4$ 计入。

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符合 GB/T 6682—1992 中规定的三级水。

分析中所用标准滴定溶液、试剂和制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601—2002、GB/T 603—2002 之规定制备。

5.1 样品制备

称取 10 g 实验室样品,研磨至能全部通过 74 μm 筛,得到试样。

5.2 外观

在自然光或荧光灯光照之下,将(5~10)g 实验室样品平摊在清洁的白纸上,目视观察。

5.3 季戊四醇含量的测定

5.3.1 二苄叉法

5.3.1.1 方法提要

在试样的热溶液中加入苯甲醛-甲醇溶液及盐酸,与试样中的季戊四醇和季戊四醇环状缩甲醛反应生成季戊四醇-二苄叉沉淀物,将沉淀物经过滤、洗净、干燥,称量,计算得到季戊四醇含量,季戊四醇环状缩甲醛也折算为季戊四醇计入。

季戊四醇反应式为: $\text{C}(\text{CH}_2\text{OH})_4 + 2\text{C}_6\text{H}_5\text{CHO} = \text{C}(\text{CH}_2\text{O})_4(\text{CH} \cdot \text{C}_6\text{H}_5)_2 + 2\text{H}_2\text{O}$

季戊四醇环状缩甲醛反应式为: $\text{C}(\text{CH}_2\text{OHCH}_2\text{O})_2(\text{CH}_2) + \text{C}_6\text{H}_5\text{CHO} = \text{C}(\text{CH}_2\text{O})_4(\text{CH}_2)(\text{CH} \cdot \text{C}_6\text{H}_5) + \text{H}_2\text{O}$

5.3.1.2 试剂

5.3.1.2.1 盐酸;

5.3.1.2.2 苯甲醛-甲醇溶液:15+100;

5.3.1.2.3 甲醇水溶液:1+1。

5.3.1.3 仪器

多孔玻璃坩埚:G3。

5.3.1.4 分析步骤

称取 5.1 已制备好的试样 0.5 g,精确至 0.000 2 g。置于具塞锥形瓶中,加 5 mL 的水,轻轻加盖,在水浴上或直接加热,使试样迅速溶解,加热时不应使溶液沸腾。趁热向溶液中加入 20.00 mL 苯甲醛-甲醇溶液和 12 mL 盐酸,加盖,室温下放置(15~30)min。放置期间应时常摇动锥形瓶,结晶析出后继续摇动。将锥形瓶放置于(0~2)℃的冰水浴中 1 h,使结晶完全析出,取出锥形瓶,立即用多孔玻璃坩埚抽滤,用(20~25)℃的甲醇水溶液 20 mL 洗涤锥形瓶,将洗液并入多孔玻璃坩埚内,用一头扁平的玻璃棒搅拌沉淀物,再抽滤,此操作反复进行三次,再用(20~25)℃甲醇水溶液 20 mL 洗涤锥形瓶内壁、玻璃棒及多孔玻璃坩埚内壁,再次抽滤。洗涤所用甲醇水溶液总量为 100 mL。沉淀物在(105±2)℃的条件下干燥 2 h,在干燥器中冷却至室温,称量。

5.3.1.5 结果计算

季戊四醇[以 $\text{C}(\text{CH}_2\text{OH})_4$ 计]的质量分数 ω_1 ,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$\omega_1 = \frac{(m_1 + 0.0269) \times 0.4359}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——沉淀物的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

0.4359——季戊四醇与季戊四醇-二苄叉化合物的摩尔质量之比;

0.0269——沉淀物溶解部分的校正质量的数值,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.4%。

5.3.2 气相色谱法(98级仲裁法)

5.3.2.1 方法提要

试样中的季戊四醇及杂质组分与硅烷化试剂反应生成相应的硅烷化衍生物。在选定的色谱工作条件下,硅烷化衍生物经汽化通过色谱柱,使其中的各组分分离,用氢火焰离子化检测器检测,用面积归一化法定量。

5.3.2.2 试剂

5.3.2.2.1 氮气:体积分数大于99.995%;

5.3.2.2.2 氢气:体积分数大于99.995%;

5.3.2.2.3 空气:经硅胶或分子筛干燥、净化;

5.3.2.2.4 N,N-二甲基甲酰胺[HCON(CH₃)₂]:保存在冰箱冷藏室中;

5.3.2.2.5 N,O-(三甲基硅基)三氟乙酰胺(C₈H₁₈F₃NOSi₂):保存在冰箱冷藏室中。

5.3.2.3 仪器

5.3.2.3.1 气相色谱仪:配有氢火焰离子化检测器(FID)。以苯为样品,整机灵敏度的检测限 $D \leq 1 \times 10^{-11}$ g/s;

5.3.2.3.2 记录仪:色谱数据处理机或色谱工作站;

5.3.2.3.3 制样瓶:带橡胶隔垫的旋塞,容积2 mL;

5.3.2.3.4 进样器:10 μ L 玻璃注射器或自动进样阀。

5.3.2.4 色谱柱及典型操作条件

本标准推荐的色谱柱和色谱操作条件见表2。典型色谱图及各组分相对保留值参见附录A图A.1和表A.1。其它能达到同等分离程度的色谱柱及色谱操作条件也可使用。

色谱柱在首次使用前应进行老化处理。在载气(N₂)流量为10 mL/min的情况下,柱温起始温度120℃保持2 h,然后升温至260℃保持2 h,再升温至290℃保持12 h。

表2 推荐的色谱柱和色谱操作条件

色谱柱固定相	固定液 10%OV-101 担体 Chromosorb G-AWDMCS 180 μ m~250 μ m
色谱柱管材质	不锈钢
色谱柱长/m	2
色谱柱内径/mm	3
柱箱温度/℃	初始温度 120℃,以 12℃/min 升温到 270℃保持 10 min
气化室温度/℃	270
检测器温度/℃	280
载气(N ₂)流量/(mL/min)	30
空气流量/(mL/min)	300
氢气流量/(mL/min)	30
进样量/ μ L	1

5.3.2.5 分析步骤

按表2所列色谱操作条件调试仪器,使仪器稳定。

称取5.1已制备好的试样(5~6)mg,置于2 mL制样瓶中,依次加入0.1 mL N,N-二甲基甲酰胺、0.05 mL N,O-(三甲基硅基)三氟乙酰胺,盖上瓶塞摇匀,在(70~80)℃的烘箱中加热10 min,得到制备好的硅烷化衍生物。

用10 μ L玻璃注射器吸取1 μ L进样分析或用自动进样器进样。以面积归一化法定量。

5.3.2.6 结果计算

季戊四醇的质量分数 w_2 , 数值以%表示, 按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{A}{\sum A_i} \times (100 - w_5) \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

A ——季戊四醇硅烷化衍生物色谱峰的面积;

A_i ——某组分硅烷化衍生物色谱峰的面积;

w_5 ——5.5 测得的干燥减量的质量分数, 数值以%表示。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.20%。

5.4 羟基含量的测定

5.4.1 乙酸酐-吡啶法(仲裁法)

5.4.1.1 方法提要

在吡啶催化下, 在(90~100)℃季戊四醇与乙酰化试剂定量发生乙酰化反应, 生成酯和乙酸, 同样条件进行空白试验, 空白试验与试样消耗氢氧化钠标准溶液体积之差值得到反应掉的乙酰化试剂的量, 从而求得羟基含量。

5.4.1.2 试剂

5.4.1.2.1 吡啶: 水含量(质量分数)0.3%~0.45%;

注: 每升吡啶中需加入的水的毫升数 $V = 4.0 - 9A$, 式中 A 为所用吡啶试剂的水含量(以%表示)。

5.4.1.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L}$;

5.4.1.2.3 乙酰化试剂: 10 mL 乙酸酐和 90 mL 吡啶混匀, 装入密闭瓶中, 避光保存。此试剂在不变色的情况下保存期为一周;

5.4.1.2.4 酚酞指示液: 10 g/L。

5.4.1.3 仪器

5.4.1.3.1 带磨口的平底烧瓶: 200 mL;

5.4.1.3.2 直形玻璃冷凝管: 具磨口, 长度(750~1 000)mm;

5.4.1.3.3 热浴: 油浴或水浴, 控制温度在(90~100)℃。

5.4.1.4 分析步骤

称取 5.1 已制备好的试样约 0.4 g, 精确至 0.000 2 g, 置于平底烧瓶中, 用移液管准确加入 20.00 mL 乙酰化试剂, 安装上直形玻璃冷凝管, 用(1~2)滴吡啶密封连接处, 将平底烧瓶半浸入至(90~100)℃的热浴中, 在时常摇动下加热回流 1 h。

从热浴中取出平底烧瓶, 用 20 mL 水冲洗冷凝器, 与平底烧瓶中的溶液混匀, 随即在 5℃以下的冰水浴中冷却至室温, 加入(2~3)滴酚酞指示液, 以氢氧化钠标准滴定溶液滴定。当溶液呈浅红色时为终点。

在测定的同时, 按与测定相同的步骤, 对不加试料而使用相同数量的试剂溶液做空白试验。

5.4.1.5 结果计算

羟基的质量分数 w_3 , 数值以%表示, 按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{[(V_1 - V_2)/1\ 000]cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V_1 ——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液(5.4.1.2.2)的体积的数值, 单位为毫升(mL);

V_2 ——试料消耗氢氧化钠标准滴定溶液(5.4.1.2.2)的体积的数值, 单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度的数值, 单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料的质量的数值, 单位为克(g);

M ——羟基的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=17.01$)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.2%。

5.4.2 乙酸酐-乙酸钠法

5.4.2.1 方法提要

在加热条件下,季戊四醇与乙酰化试剂定量发生乙酰化反应,生成酯和乙酸,用碱中和生成的酸和剩余的乙酰化试剂;再加入定量的碱与生成的酯发生皂化反应还原羟基,用硫酸标准滴定溶液滴定多余的碱,同样条件进行空白试验,空白与试样消耗硫酸标准溶液之差值,即为酯发生皂化反应所消耗的碱值,求得羟基含量。

5.4.2.2 试剂

5.4.2.2.1 无水乙酸钠;

5.4.2.2.2 乙酸酐;

5.4.2.2.3 硫酸标准滴定溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=1.0\text{ mol/L}$;

5.4.2.2.4 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=1.0\text{ mol/L}$;

5.4.2.2.5 酚酞指示液:10 g/L。

5.4.2.3 分析步骤

称取5.1已制备好的试样0.8 g,精确至0.000 2 g,置于500 mL干燥洁净的锥形瓶中,加入1 g无水乙酸钠、5.00 mL乙酸酐,摇匀。在电炉上缓慢加热并不时摇动,溶液微沸(1~2)min,使锥形瓶3/4处有回流液,取下锥形瓶,稍冷,以旋转方式加入25 mL水继续加热至沸腾,使溶液清亮,取下锥形瓶自然冷却至室温,加入8滴酚酞指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液中和至浅红色(加碱速度不应太快),然后加入50.00 mL氢氧化钠标准滴定溶液,在电炉上加热沸腾10 min(为防止爆沸,可加入数粒玻璃球),取下锥形瓶,装上碱石灰管,急速冷却至室温,加入8滴酚酞指示液,用硫酸标准滴定溶液滴定至浅红色为终点。

在测定的同时,按与测定相同的步骤,对不加实验室样品而使用相同数量的试剂溶液做空白试验。

5.4.2.4 结果计算

羟基的质量分数 w_4 ,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{[(V_1 - V_2)/1\ 000]cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

V_1 ——空白试验消耗硫酸标准滴定溶液(5.4.2.2.3)的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——试样消耗硫酸标准滴定溶液(5.4.2.2.3)的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫酸标准滴定溶液的浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——羟基的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=17.01$)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.2%。

5.5 干燥减量的测定

5.5.1 仪器

5.5.1.1 称量瓶:扁平,直径 $\phi 70\text{ mm}$;

5.5.1.2 烘箱:控制温度在 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

5.5.2 分析步骤

称取约5 g实验室样品,精确至0.000 2 g,置于预先在 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 干燥至质量恒定的称量瓶中,于 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 烘箱中干燥3 h,置于干燥器中冷却至室温,称量。

5.5.3 结果计算

干燥减量的质量分数 w_5 ,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中：

m_1 ——干燥前试料和称量瓶的质量的数值，单位为克(g)；

m_2 ——干燥后试料和称量瓶的质量的数值，单位为克(g)；

m ——试料的质量的数值，单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.04%。

5.6 灼烧残渣的测定

称取约(5~20)g 实验室样品(称样量根据灼烧残渣的量确定)，精确至 0.000 2 g。灼烧温度(850±25)℃。其他按 GB/T 7531—1987 的规定进行。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

5.7 邻苯二甲酸树脂着色度的测定

5.7.1 方法提要

在实验室样品中加入邻苯二甲酸酐，加热后生成物的颜色与标准比色液进行比色。

5.7.2 试剂

邻苯二甲酸酐：取 8 g 邻苯二甲酸酐，按 5.7.5 的方法加热，所得邻苯二甲酸酐的色度应在 30 号(铂-钴色号 Hazen 单位)以下。

5.7.3 仪器

5.7.3.1 油浴：控制温度在(260~265)℃；

5.7.3.2 比色管：无色透明、同质、同厚度、同形，容积 25 mL。

5.7.4 标准比色溶液的配制

5.7.4.1 标准比色贮备液的配制：按体积比 2 : 5 : 1 的比例，取下述氯化钴、氯化铁、硫酸铜溶液混合，得到标准比色贮备液；

5.7.4.1.1 氯化钴溶液：称取 59.5 g 氯化钴($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)，用(1+39)盐酸溶解，稀释至 1 000 mL；

5.7.4.1.2 氯化铁溶液：称取 45.0 g 氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)，用(1+39)盐酸溶解，稀释至 1 000 mL；

5.7.4.1.3 硫酸铜溶液：称取 62.4 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)，用(1+39)盐酸溶解，稀释至 1 000 mL；

5.7.4.2 标准比色溶液：将标准比色贮备液按表 3 的要求稀释，置于比色管中，密封、暗处保存、备用。

表 3 标准比色溶液

标准比色号	贮备液体积/mL	水体积/mL	总体积/mL
1	1	9	10
2	2	8	10
3	3	7	10
4	4	6	10
5	5	5	10
6	6	4	10
7	7	3	10
8	8	2	10
9	9	1	10
10	10	0	10

5.7.5 分析步骤

称取 3.00 g 实验室样品和 5.40 g 邻苯二甲酸酐，精确至 0.01 g，置于 25 mL 比色管中，将比色管

置于(260~265)℃的油浴(浴液可使用甲基硅油)中,边振荡边加热 5 min,趁热与标准比色液色阶管在白色背景的散射光下,横向透视比色,得到比色结果。

5.8 终熔点的测定

按 GB/T 617—2006 中 4.2 的规定进行。先将仪器快速升温,当距熔点 20℃左右时,降低升温速度,继续升温,当距熔点 10℃时,严格控制升温速度在(1~1.5)℃/min。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 1℃。

6 检验规则

6.1 本标准采用型式检验和出厂检验。

6.1.1 本标准表 1 技术要求中的全部项目均为型式检验项目。在正常情况下,每两周至少进行一次型式检验。有下列情况之一时,也应进行型式检验。

- a) 更新关键生产工艺;
- b) 主要原料有变化;
- c) 停产又恢复生产;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异;
- e) 合同规定。

6.1.2 本标准表 1 技术要求中的季戊四醇含量、羟基含量、干燥减量、灼烧残渣为出厂检验项目。出厂检验每批进行一次。

6.2 以同等质量的产品为一批,每批量不大于 60 t。

6.3 工业用季戊四醇的采样单元数按 GB/T 6678—2003 中 7.6.1 的规定确定。

6.4 工业用季戊四醇采样方法按 GB/T 6679—2003 的规定进行。用开口采样管取样,样品混合均匀,用四分法缩分到约 250 g,平均分装两个清洁干燥的磨口瓶中,贴上标签,注明产品名称、批号、取样日期、取样地点、取样者姓名。一瓶供检验用,一瓶保存作为留样备查。留样保存期三个月。

6.5 工业用季戊四醇应由生产厂的质量监督检验部门进行检验。生产厂应保证每批出厂的产品符合本标准要求。每批出厂的产品都应附有一定格式的质量证明书,内容包括:生产厂名称、产品名称、生产日期或者批号、产品型号、净含量和本标准编号等。

6.6 检验结果的判定按 GB/T 1250 中规定的修约值比较法进行。检验结果如果有一项指标不符合本标准要求时,则应重新自两倍数量的包装单元中采样进行检验,重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准要求,则整批产品应做降级或不合格处理。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 工业用季戊四醇的包装容器上应有牢固的标志,其内容包括:产品名称、生产厂名称、厂址、商标、批号或生产日期、产品型号、净含量、本标准编号及 GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”标志。

7.2 工业用季戊四醇应用复合塑料编织袋、纸塑复合袋或其他适用的包装材料包装。每袋净含量为 25 kg、500 kg、750 kg,或按用户要求包装。

7.3 工业用季戊四醇运输时应避免日晒雨淋。

7.4 工业用季戊四醇应贮存于干燥、清洁、通风的仓库内,不得露天堆放和靠近火源、热源。

附录 A
(资料性附录)

季戊四醇含量测定的典型色谱图和各组分相对保留值

A.1 季戊四醇含量测定的典型色谱图

典型色谱图见图 A.1。

- 1——溶剂；
- 2——硅烷化试剂；
- 3——未知峰；
- 4——未知峰；
- 5——季戊四醇；
- 6——未知峰；
- 7——双季戊四醇；
- 8——季戊四醇环状缩甲醛；
- 9——三季戊四醇。

图 A.1 季戊四醇典型色谱图

A.2 各组分相对保留值

各组分相对保留值见表 A.1。

表 A.1 各组分相对保留值

峰号	峰名	相对保留值
1	溶剂	0.075
2	硅烷化试剂	0.381
3	未知峰	0.644
4	未知峰	0.762

表 A.1 (续)

峰号	峰名	相对保留值
5	季戊四醇	1
6	未知峰	1.935
7	双季戊四醇	2.154
8	季戊四醇环状缩甲醛	2.395
9	三季戊四醇	2.943