20843.1-89
20843.2-89

ГОСУДАРСТВЕННЫЕ СТАНДАРТЫ
СОЮЗА ССР

ПРОДУКТЫ ФЕНОЛЬНЫЕ КАМЕННОУГОЛЬНЫЕ

ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОМПОНЕНТНОГО СОСТАВА

ГОСТ 20843.1—89, ГОСТ 20843.2—89

Издание официальное

5 коп. БЗ 2—89/172

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Редактор *Н. П. Щукина*
Технический редактор *Л. А. Никитина*
Корректор *Г. И. Чудко*

Сдано в наб. 19.04.89 Подп. в печ. 22.06.89 1,25 усл. п. л. 1,25 усл. кр.-отт. 1,18 уч.-изд. л.
Тир. 6000 Цена 5 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП,
Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Даряус и Гирено, 39. Зак. 1236.

УДК 547.56.001.4 : 006.354 Группа Л39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПРОДУКТЫ ФЕНОЛЬНЫЕ КАМЕННОУГОЛЬНЫЕ

Газохроматографический метод определения компонентного состава фенола и *о*-крезола

ГОСТ 20843.1—89

Coal tar phenol products. Gas chromatographic method for determination of composition of phenol, o-cresol

ОКСТУ 2409

Срок действия с 01.04.90
до 01.04.95

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает газохроматографический метод определения компонентного состава каменноугольных фенола и *о*-крезола.

Метод заключается в газохроматографическом разделении продуктов на насадочной колонке и расчете массовой доли компонентов методом «внутреннего эталона».

Метод позволяет определять массовую долю компонентов от 0,5 до 1,0%.

1. АППАРАТУРА, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

Хроматограф газовый с двойным пламенно-ионизационным детектором чувствительностью, обеспечивающей определение компонентного состава продуктов в заданных пределах.

Колонка газохроматографическая из нержавеющей стали, спиральная, внутренним диаметром 3 мм. Общая длина — 4 м. Для соединения секций (в любом наборе) используют переходники из запасных частей к хроматографу или специально изготовленные.

Микрошприц типа «Газохром» вместимостью 1 мм^3.

Линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427.

Лупа измерительная общего назначения по ГОСТ 25706 или электронный интегратор.

Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру нагрева (100±10)°С.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и 3-го и 4-го классов точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Издание официальное Перепечатка воспрещена
© Издательство стандартов, 1989

Баня водяная.

Чашка выпарительная фарфоровая по ГОСТ 9147 вместимостью 100 или 250 см³.

Стакан по ГОСТ 25336 вместимостью 100 см³.

Колба коническая вместимостью 10 см³ (со шлифом) или высокий стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336.

Неподвижная фаза: полифениловый эфир 5ФЧЭ для хроматографии или для вакуумной техники.

Твердый носитель: хроматон N-AW-HMDS или хроматон N-AW-FMDS с фракцией 0,16—0,20 или 0,20—0,25 мм.

Растворитель для неподвижной фазы: хлороформ по ГОСТ 20015 или бензол по ГОСТ 8448.

Растворитель для фенола: ацетон по ГОСТ 2603, ГОСТ 2768 или хлороформ по ГОСТ 20015.

Внутренние эталоны: для фенола — *м*-крезол с массовой долей основного вещества не менее 98%; для *о*-крезола — додекан для хроматографии.

Вещества для приготовления искусственных смесей:

пиридин по ГОСТ 13647;

анилин по ГОСТ 313;

фенол по ГОСТ 11311 или ГОСТ 23519;

о-крезол по ГОСТ 11312;

м-крезол с массовой долей основного вещества не менее 98%.

Газ-носитель: азот газообразный по ГОСТ 9293 или сжатый.

Водород технический по ГОСТ 3022.

Воздух сжатый для питания пневматических приборов и средств автоматизации.

Допускается применение аппаратуры и оборудования по классу точности и твердых носителей и реактивов по качеству не ниже указанных.

2. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

2.1. Приготовление сорбента

Неподвижную фазу, составляющую 20% массы носителя, взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятичного знака) и растворяют в избытке растворителя.

В полученный раствор при перемешивании добавляют твердый носитель. Растворитель удаляют кипячением на водяной бане. Затем полученный сорбент сушат в сушильном шкафу в течение 3 ч при температуре (100±10)°С.

2.2. Хроматографическую колонку заполняют сорбентом, устанавливают в термостат хроматографа, присоединяя один конец колонки к испарителю, другой оставляя свободным.

Колонку кондиционируют в течение 2 ч, постепенно повышая температуру от комнатной до 160°С, и выдерживают при этой температуре 5—6 ч.

2.3. Монтаж, наладку и вывод хроматографа на рабочий режим проводят в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.

2.4. Определение градуировочных коэффициентов

2.4.1. Для определения градуировочных коэффициентов готовят не менее пяти искусственных смесей, близких по составу анализируемым продуктам, с добавлением «внутреннего эталона». Результат взвешивания каждого компонента и «внутреннего эталона» записывают с точностью до четвертого десятичного знака. В качестве растворителя используют бензол. Приготовленные смеси вводят в хроматограф и хроматографируют при условиях, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Параметр	Норма
1. Температура термостата, °С	145±1
2. Температура испарителя, °С	220±5
3. Температура детектора, °С	220±10
4. Скорость газа-носителя, см³/мин	20—25
5. Скорость диаграммной ленты, мм/ч	200—240
6. Объем вводимой пробы, мм³	0,2—0,5

Параметры чувствительности пламенно-ионизационного детектора подбирают экспериментально так, чтобы массовой доле компонента 0,1% соответствовал пик высотой не менее 10 мм (основной компонент находится вне пределов шкалы).

При необходимости компенсации фона рекомендуется использование дополнительной колонки сравнения длиной 1—2 м, заполненной сорбентом, с аналогичными характеристиками и подключенной ко второму пламенно-ионизационному детектору, имеющемуся на приборе.

2.4.2. Площадь пика каждого компонента (S_i) в квадратных миллиметрах вычисляют с помощью электронного интегратора или по формуле

$$S_i = h_i \cdot b_i,$$

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

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

2.4.3. Градуировочные коэффициенты (K_i) вычисляют по формуле

$$K_i = \frac{m_i \cdot S_{эт}}{m_{эт} \cdot S_i},$$

где m_i — масса i-го компонента, взятая для приготовления искусственной смеси, г;

$S_{вт}$ — площадь пика «внутреннего эталона», мм²;

$m_{вт}$ — масса «внутреннего эталона» в искусственной смеси, г;

S_i — площадь пика i-го компонента, мм².

2.4.4. За градуировочный коэффициент для каждого компонента принимают среднее арифметическое результатов анализа пяти искусственных смесей с различной массовой долей компонентов в смеси, при этом для каждой искусственной смеси снимают не менее трех хроматограмм.

За градуировочный коэффициент для 2,6-ксиленола (в *о*-крезоле) принимают значение, равное градуировочному коэффициенту для фенола.

Относительная погрешность результатов определения каждого компонента искусственной смеси не должна превышать 10% определяемой концентрации.

2.4.5. Порядок выхода и относительное время удерживания компонентов фенола и *о*-крезола указаны в табл. 2.

Таблица 2

Анализируемый продукт	Наименование компонента (примеси)	Относительное время удерживания	Анализируемый продукт	Наименование компонента (примеси)	Относительное время удерживания
Фенол	Фенол	0,57	*о*-Крезол	Пиридин	0,31
	о-Крезол	0,85		Додекан («внутренний эталон»)	1,00
	м-Крезол («внутренний эталон»)	1,00		Фенол	1,32
	2,6-Ксиленол	1,17		Анилин	1,60
				о-Крезол	1,91
				м-+*п*-Крезол	2,25
				2,6-Ксиленол	2,62

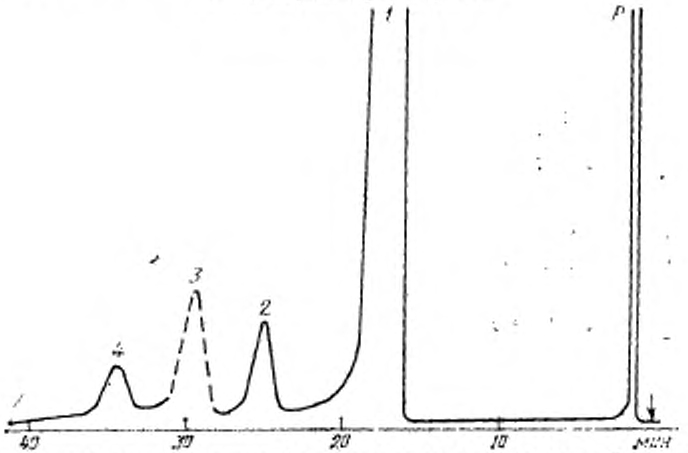
3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску 0,8—1,5 г анализируемой пробы взвешивают в стаканчике или колбе со шлифом. В ту же емкость добавляют соответствующие анализируемым продуктам «внутренние эталоны» в граммах, составляющие 0,5—1,2% массы пробы *м*-крезола для фенола и 0,2—0,8% додекана для *о*-крезола. Результаты всех взвешиваний в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Затем к подготовленной пробе фенола добавляют 0,3—0,6 см³ растворителя. *о*-Крезол с «внутренним эталоном» не растворяют.

3.2. Пробу отбирают микрошприцем, вводят в хроматограф и хроматографируют при условиях, указанных в п. 2.4.1.

3.3. Типовые хроматограммы фенола и *о*-крезола представлены на черт. 1 и 2.

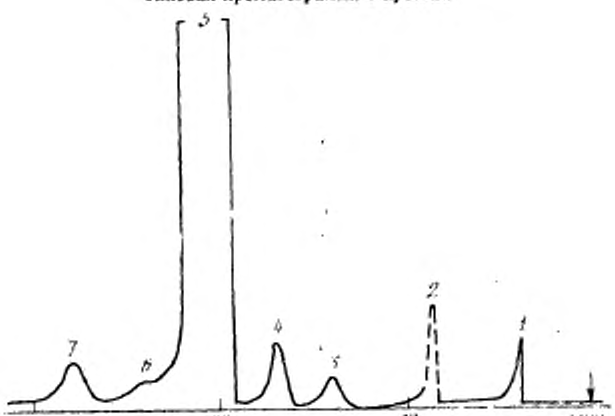
Типовая хроматограмма фенола



1—фенол; *2*—*о*-крезол; *3*—*м*-крезол («внутренний эталон»); *4*—2,6-ксиленол; *Р*—растворитель

Черт. 1

Типовая хроматограмма *о*-крезола



1—пиридин; *2*—додекан («внутренний эталон»); *3*—фенол; *4*—анилин; *5*—*о*-крезол; *6*—*м*+*п*-крезол; *7*—2,6-ксиленол

Черт. 2

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю каждого компонента (примеси) в анализируемом продукте (X_i) в процентах вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{K_i \cdot S_i \cdot m_{эт} \cdot 100}{S_{эт} \cdot m},$$

где K_i — градуировочный коэффициент определяемого компонента;

S_i — площадь пика определяемого компонента, мм²;

$m_{эт}$ — масса «внутреннего эталона», г;

$S_{эт}$ — площадь пика «внутреннего эталона», мм²;

m — масса анализируемой пробы, г.

4.2. Массовую долю основного вещества (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = 100 - \Sigma X_i,$$

где ΣX_i — сумма массовых долей всех примесей, %.

4.3. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,10%, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

4.4. Абсолютные допускаемые расхождения между результатами анализа одной пробы, полученные в разных лабораториях, не должны превышать 0,15%.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Л. М. Харькина, канд. техн. наук (руководитель темы); **В. Н. Затолокина; В. А. Фридман; Е. В. Тарахно**

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 29.03.89 № 828

3. ВЗАМЕН ГОСТ 20843—75 в части методики определения состава фенола и *о*-крезола

4. Срок первой проверки — 1995 г.
Периодичность проверки — 5 лет

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 313—74	1
ГОСТ 427—75	1
ГОСТ 2603—79	1
ГОСТ 2768—84	1
ГОСТ 3022—80	1
ГОСТ 8448—78	1
ГОСТ 9147—80	1
ГОСТ 9293—74	1
ГОСТ 11311—76	1
ГОСТ 11312—74	1
ГОСТ 13647—78	1
ГОСТ 20015—88	1
ГОСТ 23519—79	1
ГОСТ 24104—88	1
ГОСТ 25336—82	1
ГОСТ 25706—83	1

gost.e-ecolog.ru