ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 70549— 2022

ПРОДУКТЫ ФЕНОЛЬНЫЕ КАМЕННОУГОЛЬНЫЕ

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

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2022

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Акционерным обществом «Восточный научно-исследовательский углехимический институт» (АО «ВУХИН»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 395 «Кокс и продукты коксохимии»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 14 декабря 2022 г. № 1495-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2022

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКТЫ ФЕНОЛЬНЫЕ КАМЕННОУГОЛЬНЫЕ

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

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

Дата введения — 2024—03—01

1 Область применения

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 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 313 Анилин технический. Технические условия

ГОСТ 427 Линейки измерительные металлические. Технические условия

ГОСТ 2603 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 2768 Ацетон технический. Технические условия

ГОСТ 3022 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 8448 Бензол каменноугольный и сланцевый. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9293 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 11311 Фенол каменноугольный. Технические условия

ГОСТ 11312 Ортокрезол каменноугольный технический. Технические условия

ГОСТ 13647 Реактивы. Пиридин. Технические условия

ГОСТ 20015 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 23519 Фенол синтетический технический. Технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25706 Лупы. Типы, основные параметры. Общие технические требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

Издание официальное

3 Аппаратура, посуда, реактивы

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

3.2 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.

3.3 Микрошприц типа «Газохром» вместимостью 1 мм^3.

3.4 Линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427.

3.5 Лупа измерительная общего назначения по ГОСТ 25706 или электронный интегратор.

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

3.7 Баня водяная.

3.8 Чашка выпарительная фарфоровая по ГОСТ 9147 вместимостью 100 или 250 см^3.

3.9 Стакан по ГОСТ 25336 вместимостью 100 см^3.

3.10 Колба коническая вместимостью 10 см^3 (со шлифом) или высокий стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336.

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

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

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

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

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

3.16 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;
- *m*-крезол с массовой долей основного вещества не менее 98 %.

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

3.18 Водород технический по ГОСТ 3022.

3.19 Воздух сжатый для питания пневматических приборов и средств автоматизации.

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

4 Подготовка к испытанию

4.1 Приготовление сорбента

Неподвижную фазу, составляющую 20 % массы носителя, взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого 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.

4.2 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.

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

4.4 Определение градуировочных коэффициентов

4.4.1 Для определения градуировочных коэффициентов готовят не менее пяти искусственных смесей, близких по составу анализируемым продуктам, с добавлением «внутреннего эталона». Резуль-

тат 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 таблице 1.

Таблица 1 — Условия проведения испытания

Параметр	Норма
Температура термостата, °С	145 ± 1
Температура испарителя, °С	220 ± 5
Температура детектора, °С	220 ± 10
Скорость газа-носителя, $см^3$/мин	20—25
Скорость диаграммной ленты, мм/ч	200—240
Объем вводимой пробы, $мм^3$	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.

4.4.2 Площадь пика каждого компонента S_i в квадратных миллиметрах вычисляют с помощью электронного интегратора или по формуле

$$S_i = h_1 \cdot b_i, \quad (1)$$

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

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

4.4.3 Градуировочные коэффициенты K_i вычисляют по формуле

$$K_i = \frac{m_i \cdot S_{эт}}{m_{эт} \cdot S_i}, \quad (2)$$

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

$S_{эт}$ — площадь пика «внутреннего эталона», $мм^2$;

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

S_i — площадь пика i-го компонента, $мм^2$.

4.4.4 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.

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

Таблица 2 — Относительное время удерживания компонентов

Анализируемый продукт	Наименование компонента (примеси)	Относительное время удерживания
Фенол	Фенол	0,57
	о-крезол	0,85
	м-крезол («внутренний эталон»)	1,00
	2,6-ксиленол	1,17

Окончание таблицы 2

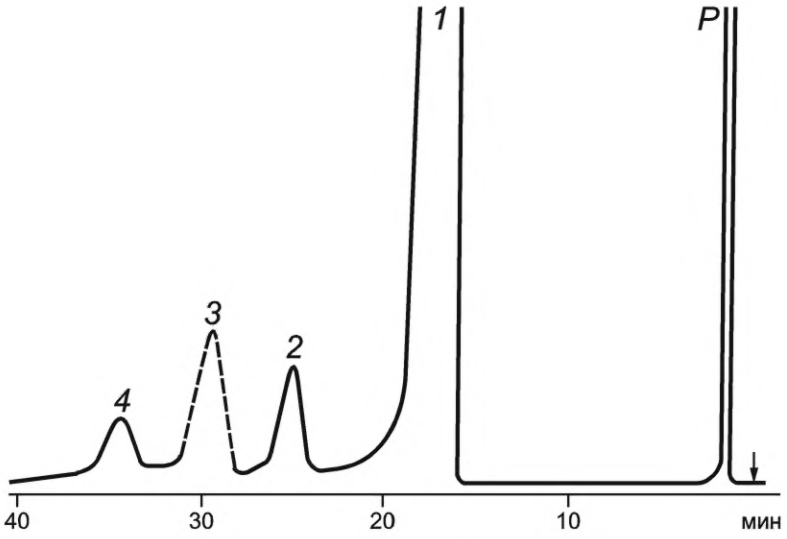
Анализируемый продукт	Наименование компонента (примеси)	Относительное время удерживания
о-Крезол	Пиридин	0,31
	Додекан («внутренний эталон»)	1,00
	Фенол	1,32
	Анилин	1,60
	о-крезол	1,91
	m- + *n*-крезолы	2,25
	2,6-ксиленол	2,62

5 Проведение испытания

5.1 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 *о*-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 $см^3$ растворителя. *m*-крезол с «внутренним эталоном» не растворяют.

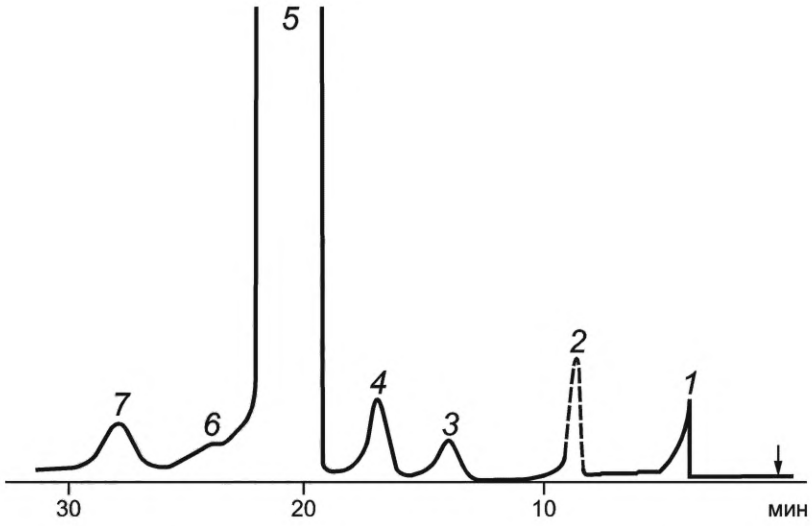
5.2 Пробу отбирают микрошприцем, вводят в хроматограф и хроматографируют при условиях, указанных в 4.4.1.

5.3 Типовые хроматограммы фенола и *о*-крезола представлены на рисунках 1 и 2.



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

Рисунок 1 — Типовая хроматограмма фенола



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

Рисунок 2 — Типовая хроматограмма *о*-крезола

6 Обработка результатов

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

$$X_i = \frac{K_i \cdot S_i \cdot m_{эт} \cdot 100}{S_{эт} \cdot m}, \quad (3)$$

где K_i — градуировочный коэффициент определяемого компонента;

S_i — площадь пика определяемого компонента, мм^2;

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

$S_{эт}$ — площадь пика «внутреннего эталона», мм^2;

m — масса анализируемой пробы, г.

6.2 Массовую долю основного вещества X в процентах вычисляют по формуле

$$X = 100 - \sum X_i, \quad (4)$$

где $\sum X_i$ — сумма массовых долей всех примесей, %.

6.3 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.

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

УДК 547.56.001.4:006.354 ОКС 75.160.10

Ключевые слова: продукты фенольные каменноугольные, газохроматографический метод определения компонентного состава фенола и *о*-крезола

Редактор *Т.И. Магала*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 15.12.2022. Подписано в печать 20.12.2022. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,68.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru