

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



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ  
Москва

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

Сдано в наб. 19.04.89 Подл. 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,  
Новопроспектский пер., д. 3.

Вильямусская типография Издательства стандартов, ул. Даряус и Грено, 39. Зак. 1236.

## ПРОДУКТЫ ФЕНОЛЬНЫЕ КАМЕННОУГОЛЬНЫЕ

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

ГОСТ

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

20843.1—89

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 *o*-крезола.

Метод заключается в газохроматографическом разделении продуктов на пиках колонки 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<sup>3</sup>.

Линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427.

Лула 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.

Баня водяная.

Чашка выпарительная фарфоровая по ГОСТ 9147 вместимостью 100 или 250 см<sup>3</sup>.

Стакан по ГОСТ 25336 вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

Колба коническая вместимостью 10 см<sup>3</sup> (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-GMDS 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  $(100 \pm 10)^\circ\text{C}$ .

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°C, 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, °C	145±1
2. Температура испарителя, °C	220±5
3. Температура детектора, °C	220±10
4. Скорость газа-носителя, см <sup>3</sup> /мин	20—25
5. Скорость диаграммной ленты, мм/ч	200—240
6. Объем вводимой пробы, мм <sup>3</sup>	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

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

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

$S_{ст}$  — площадь пика «внутреннего эталона», мм<sup>2</sup>;

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

$S_i$  — площадь пика  $i$ -го компонента, мм<sup>2</sup>.

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 *o*-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 *o*-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	<i>o</i> -Крезол	Пиридин	0,31
	<i>o</i> -Крезол	0,85		Додекан («внутренний эталон»)	
	<i>m</i> -Крезол («внутренний эталон»)	1,00		Фенол	
	2,6-Ксиленол	1,17		Анилин	
				<i>o</i> -Крезол	
		<i>m</i> + <i>l</i> -Крезол	2,25		
		2,6-Ксиленол	2,62		

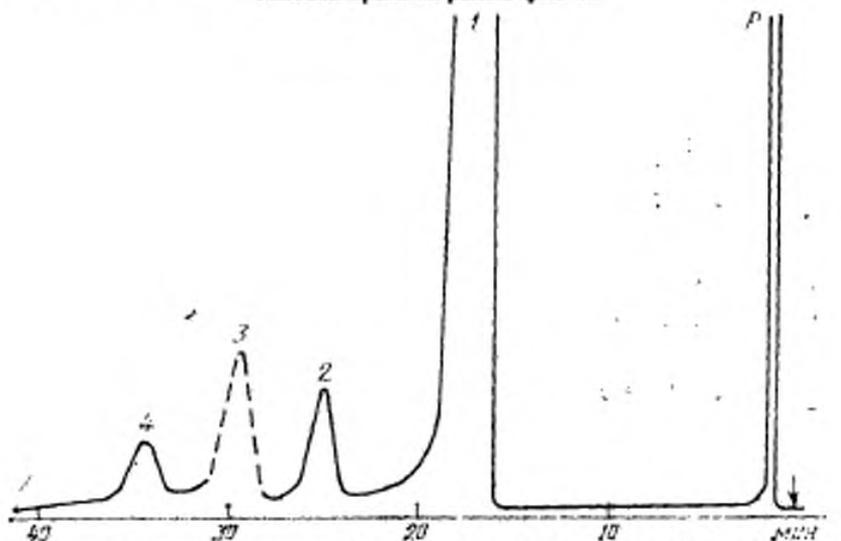
### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

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 *m*-крезола для фенола и 0,2—0,8% додекана для *o*-крезола. Результаты всех взвешиваний в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака. Затем к подготовленной пробе фенола добавляют 0,3—0,6 см<sup>3</sup> растворителя. *o*-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 *o*-крезола представлены на черт. 1 и 2.

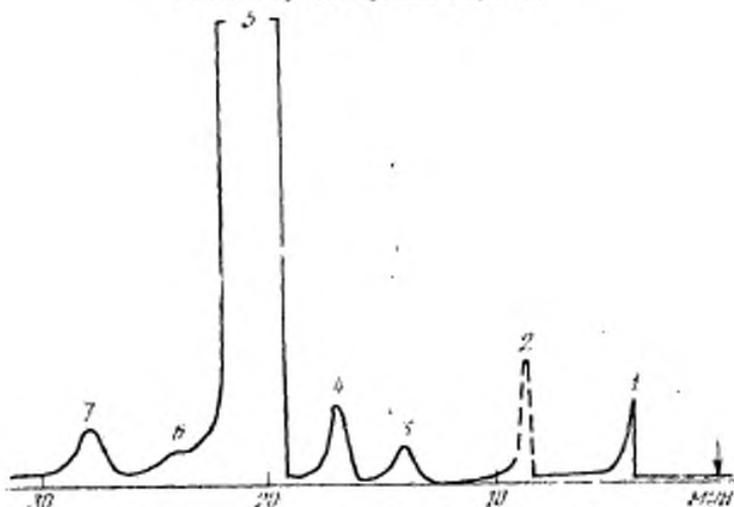
Типовая хроматограмма фенола



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

Черт. 1

Типовая хроматограмма *o*-крезола



1—пиридин; 2—додекан («внутренний эталон»); 3—фенол; 4—анилин; 5—*o*-крезол; 6—*m*+*p*-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

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

где  $K_i$  — градуировочный коэффициент определяемого компонента;

$S_i$  — площадь пика определяемого компонента, мм<sup>2</sup>;

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

$S_{ст}$  — площадь пика «внутреннего эталона», мм<sup>2</sup>;

$m$  — масса анализируемой пробы, г.

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

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

где  $\sum X_i$  — 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 *o*-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