

# МАСЛА КАМЕННОУГОЛЬНЫЕ

## Газохроматографический метод определения основного компонентного состава



Издание официальное

## Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 10 “Кокс”, Украинским государственным научно-исследовательским углехимическим институтом

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 6 от 21 октября 1994 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Грузия	Грузстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 3 июня 1999 г. № 187 межгосударственный стандарт ГОСТ 30141—94 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2000 г.

## 4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 1999

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

**МАСЛА КАМЕННОУГОЛЬНЫЕ****Газохроматографический метод определения  
основного компонентного состава**

Coal-tar oils.

Gas chromatographic determination of basic component composition

Дата введения 2000—07—01

**1 Область применения**

Настоящий стандарт распространяется на каменноугольные масла и устанавливает газохроматографический метод определения массовой доли основных компонентов в маслах для креолина, легкосреднем, нафталиновом, поглотительном, фенольном и антраценовом.

Метод заключается в газохроматографическом разделении масел на насадочной колонке и расчете массовой доли компонентов методом “внутреннего эталона”.

Метод позволяет определять массовую долю компонентов от 0,2 до 80 %.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 427—75 Линейки измерительные металлические. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 3022—80 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 4165—78 Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4166—76 Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 8448—78 Бензол каменноугольный и сланцевый. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9293—74 Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 16106—82 Нафталин коксохимический. Технические условия

ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25706—87 Лупы. Типы, основные параметры. Общие технические требования.

**3 Аппаратура, посуда и реактивы**

Хроматограф газовый с двойным пламенно-ионизационным детектором, устройством для программирования температуры и чувствительностью, обеспечивающей определение основного компонентного состава в заданных пределах.

Колонки газохроматографические из нержавеющей стали длиной 1 м и внутренним диаметром 2—3 мм — 2 шт.

Микрошприц типа «Газохром» вместимостью 1 мм<sup>3</sup>.

Линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427.

Лупа измерительная общего назначения по ГОСТ 25706 или микроскоп отсчетный МПБ-2 по нормативной документации (возможно применение электронного интегратора).

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 класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Баня водяная.

Чашка выпарительная 3 (5) по ГОСТ 9147.

Цилиндр 1 (3)-25 по ГОСТ 1770.

Стакан В-1 (Н-1)-100 ТХС по ГОСТ 25336.

Колба Кн-1-25 (50)-14/23 (19/26) ТХС по ГОСТ 25336.

Стаканчик для взвешивания СВ-14/8 по ГОСТ 25336.

Неподвижная фаза — полиэтиленгликольадипинат (ПЭГА), набор № 7 «Полиэферы» — по нормативной документации.

Твердый носитель розового цвета (типа Динохрома Н) с фракцией 0,16—0,25 мм или 0,20—0,25 мм для колонок диаметром 3 мм; 0,10—0,125 мм или 0,125—0,16 мм для колонок диаметром 2 мм.

Растворитель для неподвижной фазы и анализируемых проб — бензол по ГОСТ 8448.

«Внутренний эталон» — ацетофенон «для хроматографии» или другой квалификации с массовой долей основного вещества не менее 95% по нормативной документации.

Вещества для приготовления искусственных смесей:

мета-, или пара-, или ортоксилол «для хроматографии» или другой квалификации с массовой долей основного вещества не менее 98 % по нормативной документации;

нафталин коксохимический по ГОСТ 16106.

Водоотнимающие вещества:

медь сернокислая безводная по ГОСТ 4165, свежeproкаленная или натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166.

Газ-носитель: гелий газообразный очищенный марки Б по нормативной документации или азот газообразный по ГОСТ 9293.

Водород технический по ГОСТ 3022 или полученный с помощью генератора водорода СГС-2.

Воздух сжатый для питания пневматических приборов и средств автоматизации.

Допускается применение другой аппаратуры и посуды по классу точности и твердых носителей и реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

## 4 Подготовка к анализу

### 4.1 Приготовление сорбента

Неподвижную фазу, составляющую 15 % 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.

4.2 Две хроматографические колонки заполняют сорбентом, устанавливают в термостат, присоединяя один конец колонки к испарителю, другой остается свободным.

Колонки кондиционируют в течение 8 ч, постепенно повышая температуру от 100 до 230 °С, и выдерживают при этой температуре 4 ч.

4.3 Монтаж, наладку и вывод хроматографа на рабочий режим осуществляют 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, в состав которых входят вещества, указанные в разделе 3: мета-, или пара-, или ортоксилол для хроматографии, нафталин коксохимический, ацетофенон — «внутренний эталон». Смеси готовят в колбе с притертой пробкой взвешиванием каждого из перечисленных компонентов и растворителя (бензола) с точностью до четвертого десятичного знака.