

中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T ××××—××××

焦化轻油 酚含量的测定 气相色谱法

Coking light oil--Determination of the phenol content--Gas chromatography

(报批稿)

××××—××—××发布

××××—××—××实施

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国钢铁工业协会提出。

本文件由全国钢标准化技术委员会（SAC/TC 183）归口。

本文件起草单位：宝武炭材料科技有限公司、山东晨阳新型碳材料股份有限公司、冶金工业信息标准研究院、宝武炭材料科技有限公司梅山分公司、宁波海关技术中心、鞍山市科翔仪器仪表有限公司。

本文件主要起草人：苏鸿、章真杰、马元想、于益如、张海霞、吕正军、杜亚平、程亚平、祁秀梅、张丽丽、郑景须、曹国洲。

焦化轻油 酚含量的测定 气相色谱法

警示——使用本文件的人员应有正规实验室的工作经验。本文件并未指出所有可能的安全问题，使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了焦化轻油中酚含量测定的试剂材料、仪器设备、试验步骤、数据处理、允许差等。本文件适用于煤焦油蒸馏所制得的焦化轻油中酚含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 1999 焦化油类产品取样方法

GB/T 2281 焦化油类产品密度试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

将试样注入气相色谱仪，用极性毛细管色谱柱分离酚类及其它组分，由氢火焰离子化检测器检测，归一化法计算酚的质量分数。

5 试剂或材料

5.1 苯酚：色谱纯。

5.2 甲苯：色谱纯。

5.3 氮气：纯度大于 99.99%。

5.4 氢气：纯度大于 99.99%。

5.5 空气：净化压缩空气。

6 仪器设备

6.1 气相色谱仪：具有分流/不分流毛细管柱进样口及氢火焰离子化检测器，具备程序升温功能，检测限 ≤ 0.5 ng/s。

6.2 色谱工作站或数据处理器。

6.3 色谱柱：聚乙二醇毛细管色谱柱（DB-WAX）， $\phi 0.25\text{ mm} \times 30\text{ m} \times 0.25\text{ }\mu\text{m}$ ，或能达到分离要求的同类型毛细管色谱柱；

6.4 分析天平：分度值 0.1 mg。

6.5 玻璃瓶：容积约 50 mL，具塞。

6.6 微量注射器：10 μL 。

7 采样

按照GB/T 1999的规定采集样品。

8 试验步骤

8.1 仪器操作条件

表 1 所列为推荐的仪器操作条件，可根据实际情况作适当调节，但应保证苯酚等酚类组分与其它组分的分离度 $R \geq 1.5$ 。

表 1 仪器操作条件

色谱柱	见 6.3
气化室温度， $^{\circ}\text{C}$	250
初始柱温， $^{\circ}\text{C}$	50
保持时间，min	3
升温速率， $^{\circ}\text{C}/\text{min}$	15
终止温度， $^{\circ}\text{C}$	200
保持时间，min	7
检测器温度， $^{\circ}\text{C}$	250
载气流速， cm/s	30
氢气流量， mL/min	30
空气流量， mL/min	300
尾吹流量， mL/min	30
分流比	100 : 1

在此操作条件下，焦化轻油的典型色谱图见图 1、焦化轻油的典型色谱图（局部）见图 2，各组分的相对保留值见表 2。

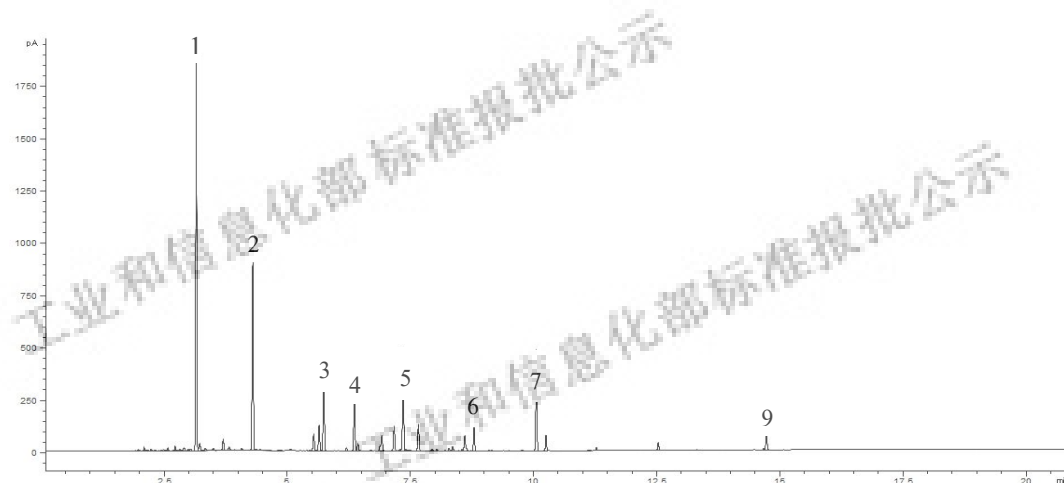


图1 焦化轻油的典型色谱图

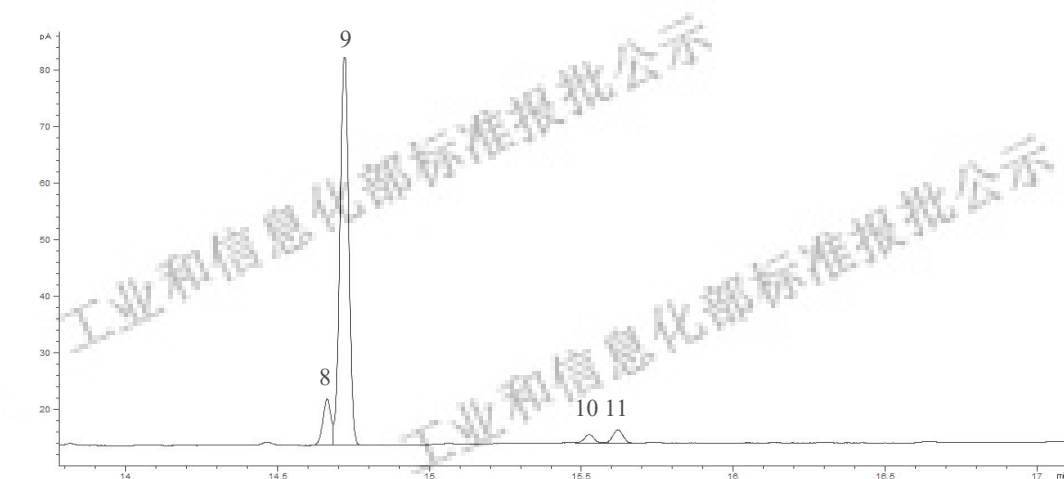


图2 焦化轻油的典型色谱图（局部）

表2 焦化轻油中各组分相对保留值

组分序号	组分名称	相对保留值
1	苯	1
2	甲苯	1.82
3	间二甲苯	2.72
4	邻二甲苯	3.13
5	苯乙烯	3.79
6	茚满	4.76
7	茚	5.60
8	邻甲酚	8.69
9	苯酚	8.72
10	对甲酚	9.26
11	间甲酚	9.33

8.2 校正因子的测定

称取约 0.5 g 苯酚和 25 g 甲苯（精确至 0.1 mg）于玻璃瓶中，摇匀后用微量注射器吸取约 0.2 μL，在表 1 所示操作条件下进样分析，记录苯酚、甲苯的峰面积。

以甲苯为基准物，按公式（1）计算苯酚的相对质量校正因子 f ：

$$f = \frac{m_{\text{苯酚}}}{m_{\text{甲苯}}} \times \frac{A_{\text{甲苯}}}{A_{\text{苯酚}}} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$m_{\text{苯酚}}$ —— 标准样品中苯酚的质量，单位为克（g）；

$m_{\text{甲苯}}$ —— 标准样品中甲苯的质量，单位为克（g）；

$A_{\text{甲苯}}$ —— 甲苯的峰面积；

$A_{\text{苯酚}}$ —— 苯酚的峰面积。

在正常条件下，校正因子宜每六个月测定一次，可根据实际情况适当调整测定频率。

8.3 样品的测定

用微量注射器吸取约 0.2 μL 试样，在表 1 所示操作条件下进样分析，记录苯酚、邻甲酚、对甲酚、间甲酚等酚类的峰面积百分比。

9 试验数据处理

9.1 当焦化轻油中酚含量以质量分数 ω 计，数值以%表示，按公式（2）计算：

$$\omega = f \times \sum A_i \dots\dots\dots (2)$$

式中：

f —— 苯酚的相对质量校正因子；

A_i —— 各酚类的峰面积百分比，单位为百分之（%）。

9.2 当需要以体积分数报告酚含量时，以体积分数 φ 计，按公式（3）计算：

$$\varphi = \omega \times \frac{\rho_{\text{轻油}}}{\rho_{\text{酚}}} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

ω —— 样品中酚的质量分数，单位为，单位为百分之（%）；

$\rho_{\text{轻油}}$ ——样品的密度，按 GB/T 2281 规定进行测定，单位为克每毫升（g/mL）；

$\rho_{\text{酚}}$ ——酚的密度，单位为克每毫升（g/mL），以苯酚的密度计（ $\rho_{\text{酚}, 20^\circ\text{C}} = 1.075 \text{ g/mL}$ ）。

9.3 计算结果按 GB/T 8170 修约，精确到 0.1%。

10 允许差

在重复性条件下，两次平行试验结果的绝对差值不大于 0.2%。

11 试验报告

试验报告应至少包含下列信息：

- a) 识别样品、实验室和分析日期等资料；
- b) 执行标准（包括发布或出版年号）；
- c) 遵守本文件规定的程度；
- d) 分析结果及其表示；
- e) 测定中观察到的异常现象；
- f) 本文件未规定的操作，或任何可能影响结果的操作。