



中华人民共和国国家标准

GB/T 38397—2019

煤焦油 组分含量的测定 气相色谱-质谱联用和热重分析法

Coal tar—Determination of component content—
Gas chromatography-mass spectrometry and thermogravimetry

2019-12-31 发布

2020-07-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
煤焦油 组分含量的测定
气相色谱-质谱联用和热重分析法
GB/T 38397—2019

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2019年12月第一版

*

书号: 155066·1-64258

版权专有 侵权必究

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国煤化工标准化技术委员会 (SAC/TC 469) 归口。

本标准起草单位: 西北大学、冶金工业信息标准研究院、大连弘和石油分析仪器有限公司、鞍钢股份有限公司。

本标准主要起草人: 孙鸣、马晓迅、郑景须、关永毅、张明明、穆春丰、王晓楠、董晓峰、巴彦高乐。

煤焦油 组分含量的测定

气相色谱-质谱联用和热重分析法

警示——本标准中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,部分操作具有放射性、烫伤等危险性。本标准并未揭示所有可能的安全问题,使用者操作时应小心谨慎并有责任采取适当的安全防护措施。

1 范围

本标准规定了测定煤焦油中化合物含量的原理、试剂和材料、仪器和设备、取制样、试验步骤、结果计算、方法精密度和试验报告。

本标准适用于中低温煤焦油、高温煤焦油中 300 °C 前汽化组分中常见化合物(如 1,2-二甲基苯、菲、C₂₂ 烷、1,2,3-三甲基萘、2,4-二甲基苯酚、1-甲基萘酚、1,3-二甲基萘酚等)含量的测定。煤抽提物、原油、生物质热解油等可参照使用。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 260—2016 石油产品水含量的测定 蒸馏法

GB/T 1999 焦化油类产品取样方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示与判定

3 原理

气相色谱-质谱联用仪使用涡轮分子泵与前级真空泵构成两级真空机组,将被分析的样品,通过进样器进样至气相色谱仪,经过毛细管柱分离,进入质谱仪的离子源进行电离,产生正离子,在排斥、聚焦、引出电极的作用下将正离子送入四极杆系统,四极杆在高频电压与正负电压联合作用下形成高频电场,在扫描电压作用下,离子通过四极杆对称中心到达离子检测器,再经离子流放大器放大,产生质谱信号,进而得到质谱图。通过与化合物标准谱库进行检索,从而识别未知样品的组成成分及相对含量。

热重分析仪通过程序控温仪,使加热电炉按一定的升温速率升温,当被测样品发生质量变化时,光电传感器能将质量变化转化为直流电讯号,该讯号再经过称重放大器放大后,反馈至天平动圈,产生反向电磁力矩,驱使天平梁复位,反馈形成的电位差与质量变化成正比,其变化信息通过记录仪描绘出热失重曲线,进而得出指定温度下,被测样品的质量损失量以及最终失重率。

气相色谱-质谱联用仪和热重分析仪采用相同的升温程序,根据被检测煤焦油样品的热失重数据,得出其汽化部分质量以及最终热失重率,由此间接得到进入气相色谱-质谱联用仪进行检测的真实样品量(汽化部分),以及玻璃衬管内残留的样品质量(未汽化部分),从而得到煤焦油中各组分(汽化温度 ≤ 300 °C)的准确质量分数。

4 试剂和材料

4.1 二氯甲烷:分析纯。