



中华人民共和国国家标准

GB/T 47272—2026

煤焦油 饱和分、芳香分、杂原子、 酚类、胶质和沥青质含量的测定 溶剂萃取-柱层析分离重量法

Coal tar—Content determination of saturates, aromatics, heteroatoms,
phenols, resins and asphaltene—Solvent extraction-column chromatography
separation gravimetric method

2026-03-31 发布

2026-10-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

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。

本文件由全国煤化工标准化技术委员会(SAC/TC 469)归口。

本文件起草单位：西京学院、西北大学、冶金工业信息标准研究院、宁夏西泰煤化工有限公司、辽宁科技大学。

本文件主要起草人：么秋香、孙鸣、白金锋、王晓远、安伟伟、李超。

煤焦油 饱和分、芳香分、杂原子、 酚类、胶质和沥青质含量的测定 溶剂萃取-柱层析分离重量法

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件的使用可能涉及某些有危险的材料、设备和操作，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律法规的要求。

1 范围

本文件描述了测定煤焦油中饱和分、芳香分、杂原子、酚类、胶质和沥青质含量的方法。

本文件适用于低温煤焦油、中低温煤焦油、中温煤焦油和高温煤焦油中饱和分、芳香分、杂原子、酚类、胶质和沥青质含量的测定。煤抽提物、原油、煤直接/间接液化油、生物质热解油等参照使用。

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 2288 焦化产品水分测定方法

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

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

饱和分 saturates

非极性、饱和结构的烃类组分。

注：主要包括烷烃和环烷烃等不含芳香环、不含双键的烃类。

3.2

芳香分 aromatics

含有一个或多个苯环结构的芳香族化合物。

3.3

杂原子 heteroatomics

除了碳、氢和酚类外，还含有其他原子（如氧、氮、硫等）且这些原子位于分子结构的骨架或环中的化合物。

3.4

酚类 phenols

一个或多个芳香环与一个或多个羟基结合而成的一类化合物。

3.5

胶质 resins

煤焦油中高缩合度的多环芳烃、氮/硫/氧杂环化合物(非酚类)及少量金属络合物组成的混合物。

注:在本文件中,指甲苯-乙醇(1:1 体积比)洗脱组分。

3.6

沥青质 asphaltene

煤焦油中正庚烷不溶甲苯可溶组分。

4 原理

将煤焦油试样用正庚烷热回流沉淀出沥青质,过滤后,用正庚烷抽提除去沉淀中夹杂的可溶组分,再用甲苯抽提溶解沉淀,得到沥青质。将脱沥青质部分吸附于氧化铝色谱柱上,根据煤焦油中饱和分、芳香分、杂原子、酚类和胶质在填料的吸附能力不同,依次使用正庚烷、甲苯、苯、乙酸乙酯、甲苯-乙醇展开洗脱,相应得到饱和分、芳香分、杂原子、酚类和胶质。

5 试验条件

室温范围宜为 18 °C ~ 30 °C。

6 试剂和材料

6.1 氧化铝

中性,层析用,粒径 0.074 mm ~ 0.15 mm,比表面积大于 150 m²/g,孔体积 0.23 cm³/g ~ 0.27 cm³/g,使用前应活化。

6.2 正庚烷

分析纯。

6.3 甲苯

分析纯。

6.4 二氯甲烷

分析纯。

6.5 苯

分析纯。

6.6 乙酸乙酯

分析纯。

6.7 乙醇

分析纯。

6.8 定量滤纸

中速,直径 11 cm~12.5 cm。

7 仪器和设备

7.1 磨口圆底烧瓶

容积 250 mL,直径 24/29 mm 标准磨口,2 个。

7.2 球形冷凝器

3 个~6 个球的球形水冷凝器,下具直径 24/29 mm 标准磨口。

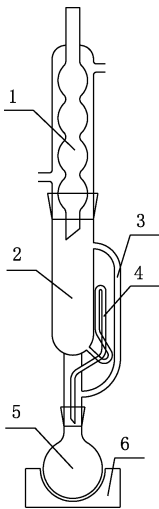
7.3 沥青质抽提器

磨口圆底烧瓶:容积 250 mL,直径 24/29 mm 标准磨口。

抽提器:宜采用高 185 mm±5 mm,筒直径 48 mm±1 mm,虹吸管高 43 mm±1 mm,直径 6 mm±1 mm,上具直径 45/40 mm 标准磨口,下具直径 24/29 mm 标准磨口。

冷凝器:3 个~6 个球的球形水冷凝器,宜采用高 200 mm±5 mm,直径 42 mm±2 mm,下具直径 45/40 mm 标准磨口。

沥青质抽提器示意图见图 1。



标引序号说明:

- 1——冷凝器;
- 2——抽提器;
- 3——抽提器的蒸汽上升管;
- 4——抽提器的虹吸管;
- 5——磨口圆底烧瓶;
- 6——电热套。

图 1 沥青质抽提器示意图

7.4 电热套

功率范围 200 W~1 000 W,容量 200 mL~500 mL。

7.5 短颈漏斗

直径 75 mm~90 mm。

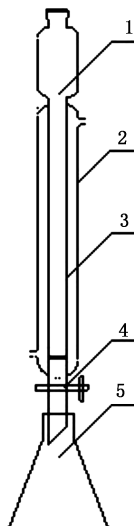
7.6 漏斗架

7.7 层析柱

层析柱外管:直径为 40 mm,长度为 700 mm $\pm$ 10 mm。

层析柱内管:直径为 11 mm~12 mm,层析柱内管和外管顶部平齐,内管内设置有砂芯挡板,且下部带有控制滴液速度的旋钮。层析柱内管顶端设置有与内管相连通的添加溶剂段(直径为 40 mm,长度为 200 mm)。

层析柱装置示意图见图 2。



标引序号说明:

- 1——添加溶剂段;
- 2——层析柱外管;
- 3——层析柱内管;
- 4——聚四氟乙烯旋钮;
- 5——洗脱瓶。

图 2 层析柱装置示意图

7.8 超级恒温水浴

控温精度 ± 0.1 °C。

7.9 马弗炉

可控温并能加热至 1 000 °C。

7.10 鼓风干燥箱

可控温并能加热至 200 ℃。

7.11 真空干燥箱

可使温度保持在 30 ℃~100 ℃,可使真空度保持在 40 kPa±1 kPa。

7.12 锥形瓶

容积 250 mL。

7.13 干燥器

带活塞,容积 3 000 mL,无干燥剂;容积 3 000 mL~5 000 mL,有干燥剂。

7.14 分析天平

分度值 0.001 g。

7.15 量筒

容积 20 mL,容积 50 mL,容积 100 mL。

7.16 烧杯

容积 50 mL。

7.17 旋转蒸发器

旋转速度 0 r/min~120 r/min,真空度不超过 10 kPa,旋转蒸发瓶容积 500 mL。

7.18 超声波清洗仪

超声波频率 25/28 kHz,功率 300 W。

8 样品

8.1 样品的制备

按照 GB/T 1999 规定取出有代表性样品。按照 GB/T 2288 规定脱除样品中的水分,样品应贮存于密闭干燥的容器内。

8.2 氧化铝的活化

将中性氧化铝(6.1)放在瓷坩埚内,于马弗炉中 500 ℃下活化 6 h,取出后立即放入带活塞无干燥剂的干燥器(7.13)中,冷却至室温。装入带塞且已称量过的细口瓶中,按氧化铝净重的 1%加入蒸馏水,盖紧塞子,剧烈摇动 5 min,放置 24 h 后备用,有效期 7 d。活化后未用完的氧化铝,可以重新活化处理后使用。

8.3 定量滤纸的预处理

使用经 8.4 预处理的甲苯(6.3)将定量滤纸浸泡 12 h 后,于 100 ℃鼓风干燥箱中,干燥 12 h,备用,有效期 7 d。

8.4 溶剂的预处理

对试剂(6.2~6.7)进行预处理,通过常压或减压蒸馏加热至沸点,冷凝后收集试剂(蒸馏瓶中残留 5 mL 左右不予蒸馏回收),保存备用。

9 试验步骤

9.1 组分分离流程

煤焦油中饱和分、芳香分、杂原子、酚类、胶质和沥青质的分离流程如图 3 所示。煤焦油样品脱水后用正庚烷沉淀法分离出沥青质,将可溶物用洗脱色谱法测定其余五组分。

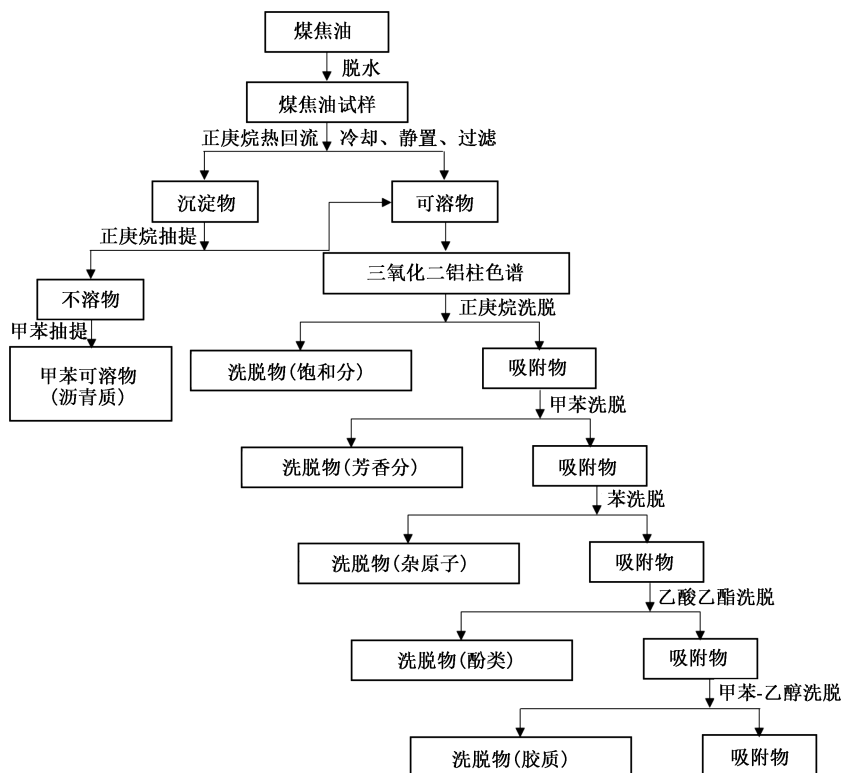


图 3 煤焦油中饱和分、芳香分、杂原子、酚类、胶质和沥青质分离流程图

9.2 沥青质含量的测定

9.2.1 称取 $1\text{ g} \pm 0.1\text{ g}$ 煤焦油试样(8.1),称准至 0.001 g ,置于 1 号磨口圆底烧瓶(7.1)中,加入 50 mL 经 8.4 预处理的正庚烷(6.2)。

9.2.2 将装有试样及正庚烷的 1 号磨口圆底烧瓶,与球形冷凝器(7.2)相连。置于电热套(7.4)中加热回流 2 h,控制冷凝溶剂回流速度以滴状而非线状进行,待溶液冷却至室温后,取下 1 号磨口圆底烧瓶,盖好瓶塞,在暗处静置沉降 2 h。

9.2.3 在不产生摇动的条件下,将 1 号磨口圆底烧瓶上部清液缓慢倒入装有定量滤纸(8.3)的漏斗中过滤,终了时将剩余的少量溶液和沉淀摇动并倒入定量滤纸中,注意勿使溶液升至滤纸的上缘。1 号磨口圆底烧瓶中残留物用 $60\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 70\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的正庚烷 30 mL 分多次洗涤,并将洗涤液倒入定量滤纸中,全部滤液收集于 2 号磨口圆底烧瓶中。1 号磨口圆底烧瓶不必洗涤,留待 9.2.5 使用。

9.2.4 补充 40 mL 正庚烷于 2 号磨口圆底烧瓶中, 折叠带有沉淀的滤纸, 放入沥青质抽提器(7.3)中, 将 2 号磨口圆底烧瓶与抽提器、冷凝器连接, 加热回流 2 h 或抽提器溶液无色, 虹吸回流完毕, 停止加热, 稍冷却, 取下 2 号磨口圆底烧瓶后按 9.3.1 进行。

9.2.5 往 1 号磨口圆底烧瓶中加入 100 mL 经 8.4 预处理的甲苯(6.3), 装上 9.2.4 中的抽提器、冷却器, 加热回流 2 h 或抽提器溶液无色, 虹吸回流完毕, 停止加热, 冷却, 取下 1 号磨口圆底烧瓶后按 9.2.6 进行。

9.2.6 将 1 号磨口圆底烧瓶中的抽提液转移至旋蒸瓶中, 并用 30 mL 经 8.4 预处理的甲苯多次洗涤 1 号磨口圆底烧瓶后一并归入旋转蒸发仪(7.17)旋蒸瓶后, 于 65 °C~75 °C、转速 60 r/min、真空度为 20 kPa 下旋蒸, 待旋转蒸发仪中蛇形冷凝器未发现液膜或液滴后, 继续旋蒸 10 min, 结束旋蒸, 释压后, 用 10 mL 经 8.4 预处理的二氯甲烷(6.4)将旋蒸瓶中物质溶解后, 置于恒重过的烧杯(7.16)中, 再用 30 mL 二氯甲烷多次洗涤旋蒸瓶, 洗涤液移至烧杯中, 并放入真空干燥箱中, 在温度为 40 °C 的条件下, 真空度 40 kPa, 保持 2 h 取出, 并放在装有干燥剂的干燥器中冷却至室温, 称量得到沥青质质量(m_1), 称准至 0.001 g。

9.3 饱和分、芳香分、杂原子、酚类和胶质含量的测定

9.3.1 向 9.2.4 的 2 号磨口圆底烧瓶中加入 10 g 中性氧化铝(8.2), 采用超声波清洗仪(7.18)超声 5 min 后, 将烧杯中混合物置于旋蒸瓶中, 2 号磨口圆底烧瓶中残留物用 60 °C~70 °C 的正庚烷 30 mL 分多次洗涤, 将洗涤液置于旋蒸瓶中, 在旋转蒸发仪中于 65 °C~75 °C、转速 60 r/min、真空度为 20 kPa 下旋蒸, 待旋转蒸发仪中蛇形冷凝器未发现液膜或液滴后, 继续旋蒸 10 min, 结束旋蒸, 旋蒸瓶中得到包裹有样品的粉状中性氧化铝。

9.3.2 将层析柱与超级恒温水浴(7.8)相连, 保持循环水温为 50 °C±0.1 °C。

9.3.3 调节层析柱(7.7)旋钮开度, 使其以低流速(液滴状)流出, 向层析柱中加入 130 mL 的正庚烷, 随后将 40 g 中性氧化铝(8.2)缓慢加入到层析柱中, 在加入过程中使用包有橡皮的细棒, 轻轻敲打层析柱, 使中性氧化铝紧密而均匀, 中性氧化铝装填完成后, 调节旋钮开度最大, 循环使用 5 个柱体积以上的正庚烷(150 mL)压实层析柱, 待正庚烷液面比中性氧化铝填料层略高时, 关闭旋钮, 并缓慢补充 20 mL 正庚烷(为洗脱饱和分 500 mL 正庚烷的一部分, 如表 1 所示), 然后缓慢加入 9.3.1 旋蒸瓶中包裹有样品的粉状中性氧化铝, 使其平铺在层析柱顶部的中性氧化铝上, 取 10 mL 正庚烷对蒸馏瓶进行多次洗涤并加入到层析柱中(为洗脱饱和分 500 mL 正庚烷的一部分), 待氧化铝沉淀稳定后, 调节旋钮, 开始洗脱。

9.3.4 依次加入表 1 中的经 8.4 预处理的洗脱剂正庚烷(6.2)、甲苯(6.3)、苯(6.5)、乙酸乙酯(6.6)、甲苯(6.3)-乙醇(6.7)(1:1 体积比)进行洗脱, 调节层析柱旋钮, 使整个过程洗脱剂流速维持在 2 mL/min~3 mL/min。用已恒重过的锥形瓶作接收瓶收集洗脱液, 待洗脱剂液面即将到达包裹有样品的中性氧化铝顶部时(洗脱剂应没过包裹有样品的中性氧化铝), 更换洗脱剂, 同时更换接收瓶, 按顺序记录瓶号。

9.3.5 按照 9.2.6 的操作步骤回收各洗脱液中溶剂(旋蒸温度根据溶剂沸点适当调整), 旋蒸结束, 释压后, 用少量经 8.4 预处理的二氯甲烷(6.4)将旋蒸瓶中物质溶解后, 置于称重过的烧杯中, 并放入真空干燥箱中, 在温度为 40 °C 的条件下, 真空度 40 kPa, 保持 1 h 取出, 并放在装有干燥剂的干燥器中冷却至室温, 称重, 分别得到饱和分的质量(m_2)、芳香分的质量(m_3)、杂原子的质量(m_4)、酚类的质量(m_5)及胶质的质量(m_6)。

表 1 洗脱溶剂及流出组分

瓶号	洗脱剂	加入量/mL	流出组分	组分颜色
3	正庚烷	500	饱和分	无色
4	甲苯	200	芳香分	黄-深棕色
5	苯	300	杂原子	浅黄-棕色
6	乙酸乙酯	150	酚类	褐色-深褐
7	甲苯-乙醇(1:1 体积比)	200	胶质	深褐-黑色

10 结果计算

10.1 按公式(1)计算试样中沥青质的质量分数(X_{AT}):

$$X_{AT} = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X_{AT} ——煤焦油中沥青质的含量(质量分数), %;

m_1 ——煤焦油试样中沥青质的质量, 单位为克(g);

m ——煤焦油试样的质量, 单位为克(g)。

10.2 按公式(2)计算试样中饱和分的质量分数(X_S):

$$X_S = \frac{m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

X_S ——煤焦油试样中饱和分的含量(质量分数), %;

m_2 ——煤焦油试样中饱和分的质量, 单位为克(g)。

10.3 按公式(3)计算试样中芳香分的质量分数(X_{AH}):

$$X_{AH} = \frac{m_3}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

X_{AH} ——煤焦油试样中芳香分的含量(质量分数), %;

m_3 ——煤焦油试样中芳香分的质量, 单位为克(g)。

10.4 按公式(4)计算试样中杂原子的质量分数(X_H):

$$X_H = \frac{m_4}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

X_H ——煤焦油试样中杂原子的含量(质量分数), %;

m_4 ——煤焦油试样中杂原子的质量, 单位为克(g)。

10.5 按公式(5)计算试样的酚类的质量分数(X_P):

$$X_P = \frac{m_5}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

X_P ——煤焦油试样中酚类的含量(质量分数), %;

m_5 ——煤焦油试样中酚类的质量,单位为克(g)。

10.6 按公式(6)计算试样中胶质的质量分数(X_R):

$$X_R = \frac{m_6}{m} \times 100$$

.....(6)

式中:

X_R ——煤焦油试样中胶质的含量(质量分数),%;

m_6 ——煤焦油试样中胶质的质量,单位为克(g)。

10.7 以两次重复测定结果的算术平均值表示其分析结果,数值修约按 GB/T 8170 规定进行,每个结果保留小数点后两位数字。报告待测组分的质量分数,结果精确至 0.01%。

11 精密度

在重复性或再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过表 2 中重复性限或再现性限,超过重复性限或再现性限的情况不超过 5%。

表 2 重复性限和再现性限

组分	测定范围(质量分数)	重复性限	再现性限
沥青质	>10%	1.68%	1.4%
饱和分	>10%	2.24%	3.2%
芳香分	>10%	1.91%	2.8%
杂原子	>2%	1.37%	1.6%
酚类	>10%	2.13%	0.9%
胶质	>5%	2.14%	4.0%

12 试验报告

试验报告应至少包括以下信息:

- a) 样品标识;
- b) 本文件编号;
- c) 使用方法;
- d) 试验结果;
- e) 与标准的任何偏离;
- f) 试验中出现的异常现象;
- g) 试验日期。

