УДК 661.718.5 : 543.06 : 006.354 Группа Л99

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПРОДУКТЫ КРЕМНИЙОРГАНИЧЕСКИЕ

Газохроматографический метод определения состава арил — алкиларилхлорсиланов

Silicon organic products.
Gas chromatographic method for determination aril—alkylarilchlorsilanes composition

ГОСТ 20841.8—79*

Взамен ГОСТ 16476—70

ОКСТУ 2209

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23 апреля 1979 г. № 1475 срок введения установлен

с 01.01.80

Проверен в 1985 г. Постановлением Госстандарта от 26.03.85 № 840 срок действия продлен

до 01.01.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на кремнийорганические продукты и устанавливает газохроматографический метод определения содержания примесей и основного вещества в арил—алкиларилхлорсиланах (фенилтрихлорсилан, дифенилдихлорсилан, метилдифенилхлорсилан и др.).

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1.1. Для определения состава арил—алкиларилхлорсиланов применяются:

хроматограф с детектором по теплопроводности и программированием температуры;

колонки газохроматографические (рабочая и сравнительная);

колонки металлические длиной 30 см, диаметром 5 см (для осушки газа-носителя);

электронагреватель с закрытой спиралью;

секундомер по ГОСТ 5072—79;

чашка фарфоровая по ГОСТ 9147—80, № 6;*

микрошприц типа МШМ, вместимостью 10 мкл;

стакан химический по ГОСТ 25336—82, вместимостью 150 см³;

термостат воздушный с температурой нагрева до 120°С;

термометр до 100°С по ГОСТ 215—73;

фосфора пятиокись;

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

* *Переиздание (август 1986 г.) с Изменением № 1, утвержденным в марте 1985 г. (ИУС 6—85)*

gost.e-ecolog.ru

магний хлорнокислый безводный (ангидрон);

эфир этиловый технический по ГОСТ 6265—74, обезвоженный;

фаза неподвижная: эластомер Е-301 силиконовый или эфир полифениловый 5Ф4Э, или жидкость полиметилсилоксановая (ПМС) от 1000 до 20000;

ацетон по ГОСТ 2603—79 или спирт этиловый технический по ГОСТ 17299—78 или абсолютированный;

азот газообразный технический по ГОСТ 9293—74;

газ-носитель — гелий технический в баллонах;

пемза дробленная с частицами размером 4—5 мм;

носители твердые: хромосорб-W или целит 545 с частицами размером 60—80 или 80—100 меш, или хроматон NAWDMCS с частицами размером 0,250—0,315 мм, цветохром 1к, цветохром 2к, цветохром 3к.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Перед применением газ-носитель должен быть осушен до точки росы минус 60°С. Для этого его пропускают через три колонки, установленные последовательно. Первую колонку по ходу газа заполняют ангидроном, а две последующие — дробленной пемзой, покрытой пятиокисью фосфора.

Пятиокись фосфора наносят на пемзу следующим образом: в сухую стеклянную банку вместимостью 1 дм³ вносят равные объемы дробленной пемзы и пятиокиси фосфора и тщательно встряхивают для получения однородной массы.

2.2. Приготовление сорбента и заполнение газохроматографических колонок.

Неподвижную фазу взвешивают в химическом стакане (результат измерения записывают с точностью до второго десятичного знака) из расчета 25% от массы твердого носителя, и полностью растворяют в этиловом эфире (около 20 см³ эфира на 1 г неподвижной фазы).

Полученным раствором заливают твердый носитель, взвешенный с той же погрешностью, в фарфоровой чашке. Содержимое чашки тщательно перемешивают, затем чашку помещают на электронагреватель с закрытой спиралью, предварительно нагретый до 50°С, и в течение 1 ч периодически перемешивая, эфир испаряют до полного высыхания сорбента. Высушенный сорбент должен быть сыпучим.

Газохроматографические колонки тщательно промывают ацетоном или спиртом и высушивают при 100—120°С, продувая сухим азотом или воздухом в течение 1 ч.

Сухие и чистые колонки заполняют сорбентом через металлические воронки, слегка постукивая по стенкам колонки для уплотнения сорбента. Концы заполненных колонок закрывают стеклотканью или металлической сеткой, колонки помещают в термостат хроматографа и, не подсоединяя к детектору, продувают сухим азотом со скоростью 100—120 см³/мин при одновременном повышении температуры колонок от комнатной до 300°С (для полифенилового эфира до 250°С) и выдерживают при этой температуре в течение 3 ч.

Сравнительную колонку используют для компенсации влияния улетучивания неподвижной фазы при программировании температуры.

2.1; 2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Включение и вывод хроматографа на рабочий режим производят в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.

Размеры газохроматографической колонки, твердый носитель, неподвижную фазу, температурный режим работы прибора, а также другие условия, связанные с особенностью испытуемого продукта, должны быть указаны в нормативно-технической документации на конкретный продукт.

Скорость движения диаграммной ленты 600 мм/ч.

По достижении заданной температуры детектора устанавливают требуемую скорость газа-носителя на выходе из колонки, пользуясь реометром или мыльнопленочным расходомером.

После выхода прибора на режим, о чем свидетельствует прямая линия на шкале 0÷1—4 мВ самопишущего потенциометра, в дозирующее устройство хроматографа микрошприцем вводят 2—3 мкл испытуемого продукта. Перед отбором пробы сухой чистый микрошприц должен быть не менее двух раз промыт испытуемым продуктом.

Одновременно включают секундомер и программированный нагрев термостата колонок.

3.2. Пик примеси записывают на шкале потенциометра с диапазоном 0÷1—4 мВ, пик основного вещества—на шкале 0÷16—100 мВ.

При достижении предельной температуры термостата колонок испытание заканчивают, нагрев отключают, открывают дверцу термостата колонок и охлаждают его до 50—60°С.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Качественную идентификацию примесей проводят по относительному времени их удерживания.

Относительное время удерживания каждой примеси ($t_{отн}$) вычисляют по формуле

$$t_{отн.} = \frac{t_1 - t_3}{t_2 - t_3},$$

где t_1 — время удерживания примеси, мин;
t_2 — время удерживания основного вещества, мин;
t_3 — время удерживания воздуха, мин.

Относительное время удерживания основного вещества принимают равным 1. Относительное время удерживания каждой примеси указывают в нормативно-технической документации на конкретный продукт.

4.2. Массовую долю каждой примеси (X) в процентах вычисляют по площадям пиков методом внутренней нормализации по формуле

$$X = \frac{S_i \cdot 100}{\Sigma S_i + S \cdot n},$$

где S_i — площадь пика определяемой примеси, мм^2;
ΣS_i — сумма площадей пиков всех примесей, мм^2;
S — площадь пика основного вещества, мм^2;
n — отношение диапазонов шкал, на которых записаны пики основного вещества и примесей.

4.3. Площади пиков основного вещества и примесей (S) в квадратных миллиметрах вычисляют по формуле

$$S = h \cdot a,$$

где h — высота пика, мм;
a — ширина пика, измеренная на середине его высоты, мм.

4.4. Массовую долю основного вещества (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{S \cdot n \cdot 100}{\Sigma S_i + S \cdot n},$$

где S — площадь пика основного вещества, мм^2;
ΣS_i — сумма площадей пиков всех примесей, мм^2;
n — отношение диапазонов шкал, на которых записаны пики основного вещества и примесей.

Массовые доли примесей, кипящих ниже основного вещества, менее 0,05% и выше основного вещества — менее 0,1% в расчете массовой доли основного вещества не учитывают.

4.5. За результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать для основного вещества 0,1 %, для примесей (при доверительной вероятности $P=0,95$) значений, указанных в таблице.

Массовая доля примеси, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,05 до 0,3	0,05
Св. 0,3 » 1,5	0,1

Изменение № 2 ГОСТ 20841.8—79 Продукты кремнийорганические. Газохроматографический метод определения состава арил-алкиларилхлорсиланов

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.03.90 № 719

Дата введения 01.10.90

Пункт 1.1. Четвертый абзац. Исключить слова: «длиной 30 см, диаметром 5 см»;

восьмой абзац. Заменить обозначение: МШМ на МШ;

одиннадцатый абзац изложить в новой редакции: «термометр с пределами измерения от 0 до 100 °С с ценой деления 1 °С»;

(Продолжение см. с. 226)

дополнить абзацем (после одиннадцатого): «Весы лабораторные общего назначения типа ВЛР-200г или ВЛЭ-200г»;

семнадцатый абзац исключить;

восемнадцатый абзац. Исключить слово: «технический»;

последний абзац дополнить словом: «силанизированный»;

дополнить абзацем: «Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в стандарте».

Пункт 2.2. Второй абзац. Заменить слова и значение: «(результат измерения

(Продолжение см. с. 227)

записывают с точностью до второго десятичного знака)» на «(результат взвешивания записывают до второго десятичного знака)»; 25 % на 15—25 %;

третий абзац. Заменить слова: «твердый носитель, взвешенный с той же погрешностью, в фарфоровой чашке» на «в фарфоровой чашке взвешенный твердый носитель (результат взвешивания записывают до второго десятичного знака)»;

четвертый абзац. Заменить слова: «сухим азотом» на «газом-носителем»;

(Продолжение см. с. 228)

(Продолжение изменения к ГОСТ 20841.8—79)

пятый абзац. Заменить слова: «сухим азотом со скоростью 100—120 $см^3$/мин» на «газом-носителем со скоростью 30—50 $см^3$/мин».

Пункт 4.5 изложить в новой редакции: «4.5. За результат испытания принимают среднее аифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми должны быть указаны в нормативно-технической документации на продукт».

(ИУС № 7 1990 г.)

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 20841.1—75 Продукты кремнийорганические. Методы определения внешнего вида и механических примесей 1

ГОСТ 20841.2—75 Продукты кремнийорганические. Методы определения содержания кремния 2

ГОСТ 20841.3—75 Продукты кремнийорганические. Метод определения температуры застывания 8

ГОСТ 20841.4—75 Продукты кремнийорганические. Методы определения реакции среды 10

ГОСТ 20841.5—75 Продукты кремнийорганические. Метод определения содержания алкоксильных групп 14

ГОСТ 20841.6—75 Продукты кремнийорганические. Метод определения содержания хлора 18

ГОСТ 20841.7—75 Продукты кремнийорганические. Газохроматографический метод определения состава алкилхлорсиланов . . 21

ГОСТ 20841.8—79 Продукты кремнийорганические. Газохроматографический метод определения состава арил-алкиларилхлорсиланов 26

Редактор *Л. Д. Курочкина*
Технический редактор *Э. В. Митяй*
Корректор *М. М. Герасименко*

Сдано в наб. 29.03.86 Подп. в печ. 31.10.86 2,0 усл. п. л. 2,125 усл. кр.-отт. 1,91 уч.-изд. л.
Тираж 8000 Цена 10 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП,
Новопресненский пер., д. 3.
Калужская типография Издательства стандартов, ул. Миклухо, 12/14. Зак. 2506.

gost.e-ecolog.ru