УДК 661.718.5 : 543.06 : 006.354 Группа Л99

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПРОДУКТЫ КРЕМНИЙОРГАНИЧЕСКИЕ

Газохроматографический метод определения состава алкилхлорсиланов

Silicon organic products.
Gas chromatographic method for determination of alkylchlorsilanes composition

ГОСТ 20841.7—75*

Взамен ГОСТ 13209—67

ОКСТУ 2209

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 19 мая 1975 г. № 1343 срок введения установлен с 01.01.76

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 массовой доли примесей и основного вещества в алкилхлорсиланах.

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1.1. Для определения состава алкилхлорсиланов применяются:

газовый хроматограф типа ЛХМ-72 или другого типа с детектором по теплопроводности, обеспечивающий чувствительность определения 0,02% по метилтрихлорсилану;

колонка газохроматографическая длиной 3 м диаметром 4 мм;

колонка металлическая длиной 30 см и диаметром 5 см (для сушки газа-носителя);

микрошприц вместимостью 10 мкл;

секундомер по ГОСТ 5072—79;

нагреватель с закрытой спиралью;

фосфора пятиокись;

эфир этиловый технический по ГОСТ 6265—74, обезвоженный;

ацетон по ГОСТ 2603—79, перегнанный, осушенный хлористым кальцием;

неподвижная фаза; жидкость полиорганосилоксановая марки ФС-16 или жидкость кремнийорганическая ПЭС-В по ГОСТ 16480—70 или

Издание официальное Перепечатка воспрещена

* Переиздание (август 1986 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в январе 1980 г., марте 1985 г. (ИУС 3—80, 6—85).

gost.e-ecolog.ru

дибутилфталат по ГОСТ 8728—77 или
нитрилсилоксановый каучук, содержащий 33 моль % α-цианопропилметилсилоксановых и 0,2 моль % метилвинилсилоксановых звеньев (остальные 66,8 моль % — диметилсилоксановых звеньев);
газ-носитель — гелий технический в баллонах;
азот газообразный технический по ГОСТ 9293—74;
пемза дробленая с зернами размером 4—5 мм;
носители твердые силанизированные с зернами размером 0,25—0,315 мм:
хроматон N—AW или
сферохром-2 или
хромосорб W;
цветохром 1к, цветохром 2к, или цветохром 3к;
трихлорсилан или кремний четыреххлористый технический;
магний хлорнокислый безводный (ангидрон).
(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Для сушки газов должны быть заполнены две колонки: первая — по ходу газа-носителя — ангидроном, вторая — пятиокисью фосфора, нанесенной на пемзу.

На пемзу наносят пятиокись фосфора следующим образом: в сухую банку вместимостью 1 дм³ вносят равные по объему количества пемзы и пятиокиси фосфора и встряхивают до однородной смеси.

2.2. Приготовление сорбента и заполнение газохроматографической колонки.

Неподвижную фазу, кроме нитрилсилоксанового каучука, в количестве 25% от массы твердого носителя взвешивают в стакане (результат измерения записывают с точностью до второго десятичного знака) и растворяют в этиловом эфире (10 см³ на 1 г неподвижной фазы).

Нитрилсилоксановый каучук в количестве 17,7% от массы твердого носителя растворяют 12—14 ч в ацетоне (15 см³ на 1 г) в круглодонной колбе до полного растворения фазы.

Твердый носитель, взвешенный в фарфоровой чашке (результат измерения записывают с точностью до второго десятичного знака), заливают эфирным раствором. Содержимое чашки перемешивают и испаряют эфир при 50°С на предварительно нагретой закрытой электроплитке в вытяжном шкафу.

В колбу с раствором нитрилсилоксанового каучука вносят твердый носитель, взвешенный (результат измерения записывают с точностью до второго десятичного знака), тщательно перемешивают

в течение 1 ч и затем отгоняют ацетон на водяной бане при 60°С под вакуумом.

Газохроматографические колонки, промытые этиловым спиртом и высушенные азотом или воздухом при 100—120°С, заполняют сыпучим сорбентом с помощью металлической воронки и уплотняют его легким постукиванием деревянной палочкой по стенкам колонки.

После заполнения концы колонки закрывают кусочками стеклоткани или металлической сеткой, колонку вставляют в термостат прибора и не подсоединяя к детектору, продувают сухим азотом в течение 3—4 ч при 100°С. Затем колонку подсоединяют к детектору и проверяют полноту осушки сорбента с помощью трихлорсилана или четыреххлористого кремния: для этого 3—5 мг одного из этих веществ вводят в колонку прибора. Если сорбент хорошо осушен, на ленте потенциометра должен появляться один пик.

При наличии других пиков, что указывает на остаточную влагу в колонке, ее отсоединяют от детектора и продолжают продувку азотом.

Для предотвращения увлажнения системы прибора после окончания испытания на выходе газовой системы необходимо ставить заглушку.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

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

Условия работы прибора: температуру дозатора, термостата колонок, ток моста детектора, скорость газа-носителя и другие условия, зависящие от специфики испытуемого продукта, указывают в стандартах и технических условиях, устанавливающих технические требования на кремнийорганическую продукцию.

После выхода прибора на режим вводят микрошприцем в дозирующее устройство 3—5 мкл испытуемого продукта (предварительно сухой чистый микрошприц промывают два раза испытуемым продуктом).

Одновременно включают секундомер.

Массовую долю основного вещества записывают на загрубленной шкале потенциометра, примеси — на шкале 1 мВ.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Качественную идентификацию определяемых примесей проводят по относительным объемам удерживания.

Относительный объем удерживания примесей ($V_g^{отн}$) вычисляют по формуле

$$V_g^{отн} = \frac{l}{l_1},$$

где l — расстояние от максимума пика воздуха до максимума пика примеси, мм;

l_1 — расстояние от максимума пика воздуха до максимума пика основного вещества, мм.

Относительные объемы удерживания примесей и основных веществ должны быть указаны в стандартах и технических условиях, устанавливающих технические требования на алкилхлорсиланы.

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

$$X = \frac{S_1 \cdot 100}{\Sigma S_1 + S \cdot n},$$

где S_1 — площадь пика определяемой примеси, мм²;

ΣS_1 — сумма площадей всех пиков примесей, мм²;

S — площадь пика основного вещества, мм²;

n — отношение диапазонов шкал, на которых записаны пики основного вещества и примесей.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3. Площади пиков (S_1) в мм² примесей и основного вещества вычисляют по формуле

$$S_1 = h \cdot b,$$

где h — высота пика, мм;

b — ширина пика, замеренная на середине высоты его, мм.

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

$$X_1 = \frac{S \cdot n \cdot 100}{\Sigma S_1 + S \cdot n},$$

где S — площадь пика основного вещества, мм²;

ΣS_1 — сумма площадей всех пиков примесей, мм²;

n — отношение диапазонов шкал, на которых записаны пики основного вещества и примесей.

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

Массовая доля примеси, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,02 до 0,1	0,02
Св. 0,1 до 0,3	0,03
Св. 0,3 до 1,0	0,05

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Изменение № 3 ГОСТ 20841.7—75 Продукты кремнийорганические. Газохроматографический метод определения состава алкилхлорсиланов

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.03.90 № 718

Дата введения 01.10.90

Раздел 1. Наименование изложить в новой редакции: **«1. Аппаратура, реактивы и посуда».**

Пункт 1.1. Второй абзац. Исключить слова: «типа ЛХМ-72 или другого типа»;

третий абзац. Исключить слова: «длиной 3 м диаметром 4 мм»;

четвертый абзац исключить;

дополнить абзацем (после седьмого): «весы лабораторные общего назначения типов ВЛР-200 г, ВЛКТ-500 г или ВЛЭ-200 г»;

двенадцатый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 8728—77 на ГОСТ 8728—88;

одиннадцатый абзац дополнить словами: «ФС-303, ПМС-1000 или»;

четырнадцатый абзац. Исключить слово: «технический»;

пятнадцатый абзац исключить;

дополнить абзацами: «стакан химический по ГОСТ 25336—82 вместимостью 150 $см^3$;

чашка фарфоровая № 5, 6 по ГОСТ 9147—80;

линейка измерительная по ГОСТ 427—75, цена деления 0,1 см.

(Продолжение см. с. 226)

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 значение: 25 % на 15—25 %;

второй, четвертый, пятый абзацы. Заменить слова: «(результат измерения записывают с точностью до второго десятичного знака)» на «(результат взвешивания записывают до второго десятичного знака)»;

седьмой абзац изложить в новой редакции: «Заполненную колонку вставляют в термостат хроматографа, устанавливают скорость газа-носителя 30 см^3/мин и, не подсоединяя к детектору, прогревают при 100—140 °С в течение 3 ч. Колонку охлаждают до 50 °С, конец ее соединяют с емкостью, наполненной силикагелем, вводят пары трихлорсилана и плотно закрывают резиновым колпачком. Шприцем через колпачок отбирают пары хлорсиланов и вводят в испаритель хроматографа. Поршень шприца 2—3 раза прокачивают гелием. Шприц, наполненный гелием, вставляют в емкость с хлорсиланом и также прокачивают несколько раз. Операцию ввода повторяют не менее 20 раз. Затем колонку охлаждают, подсоединяют к детектору, устанавливают нужный режим работы и вводят 1 мм^3 трихлорсилана или четыреххлористого кремния. Колонка считается подготовленной к работе, если отсутствует асимметричный пик хлористого водорода, в противном случае колонку вновь досушивают парами хлорсиланов».

Пункт 3.1. Третий абзац. Заменить значения: 3—5 на 2—5.

Пункт 4.1. Первый абзац после слова «объемам» дополнить словами: «или времени».

(ИУС № 7 1990 г.)

gost.e-ecolog.ru