УДК 661.718.5 : 546.13.06 : 006 Группа Л99

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПРОДУКТЫ КРЕМНИЙОРГАНИЧЕСКИЕ
Метод определения массовой доли хлора

Silicon organic products.
Method for determination of chlorine mass fraction

ГОСТ 20841.6—75*

Взамен ГОСТ 11825—66

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 № 839 срок действия продлен до 01.01.91

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на кремнийорганические продукты и устанавливает метод количественного определения массовой доли хлора, связанного с кремнием в органохлорсиланах.

Сущность метода состоит во взаимодействии органохлорсилана с этиловым спиртом или водой с образованием соляной кислоты, которую оттитровывают щелочью в присутствии индикатора (метилового красного, фенолфталеина или нейтрального красного).

1. РЕАКТИВЫ И ПОСУДА

1.1. Для определения массовой доли хлора применяются:

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300—72, высший сорт;

калия гидроокись по ГОСТ 24363—80 или натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, раствор концентрации с (NaOH или KOH) = 0,1 и 0,2 моль/дм^3 (0,1 и 0,2 н.);

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

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

фенолфталеин (индикатор) по ГОСТ 5850—72, раствор готовят по ГОСТ 4919.1—77;

метиловый красный (индикатор), раствор готовят по ГОСТ 4919.1—77;

нейтральный красный (индикатор), раствор готовят по ГОСТ 4919.1—77;

двуокись углерода твердая (сухой лед) по ГОСТ 12162—77 или охлаждающая смесь с температурой минус 40—50°С;

колбы конические узкогорлые по ГОСТ 25336—82, вместимостью 100 см^3;

цилиндр измерительный по ГОСТ 1770—74, вместимостью 25 см^3;

стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336—82, вместимостью не более 50 см^3;

бюретка по ГОСТ 20292—74, исполнения 1, вместимостью 50 см^3, с ценой наименьшего деления 0,1 см^3;

ампулы стеклянные шариковые с прямым или изогнутым капилляром длиной 50—60 мм и шариком диаметром 8—10 мм;

горелка газовая или спиртовка.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Перед испытанием ампулы взвешивают на весах с наибольшим пределом взвешивания 200 г (результат измерения записывают с точностью до четвертого десятичного знака). При определении массовой доли хлора в высококипящих органохлорсиланах взвешенные ампулы нагревают в течение 5—7 с светящимся пламенем газовой горелки или спиртовки, после этого конец прямого капилляра быстро опускают в испытуемый продукт, налитый в стаканчик для взвешивания.

При определении массовой доли хлора в низкокипящих органохлорсиланах конец изогнутого капилляра помещают в стаканчик для взвешивания с испытуемым продуктом, а шарик ампулы — в твердую углекислоту или охлаждающую смесь.

Ампулу наполняют испытуемым органохлорсиланом приблизительно наполовину, затем запаивают и взвешивают с той же точностью. У ампул с высококипящими органохлорсиланами запаивают конец капилляра, оплавляя его над пламенем; ампулы с низкокипящими органохлорсиланами запаивают «на разрыв» (постепенно оттягивая над пламенем конец капилляра и отрывают его). Оторванный кусочек капилляра взвешивают вместе с ампулой.

Для испытания берут 0,1—0,2 г испытуемого продукта.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. В коническую колбу наливают 10—15 см³ этилового спирта (для ди- и трифункциональных органохлорсиланов) или дистиллированной воды (для монофункциональных органохлорсиланов) и помещают туда ампулу с навеской испытуемого продукта. Колбу плотно закрывают резиновой пробкой, сильно встряхивают, разбивая ампулу, и оставляют в покое на 10—15 мин. Затем колбу открывают и измельчают осколки ампулы стеклянной палочкой. Палочку и пробку обмывают 5—10 см³ дистиллированной воды в колбу и содержимое ее титруют раствором гидроокиси калия или гидроокиси натрия в присутствии одного из перечисленных выше индикаторов до появления окраски, не исчезающей после прибавления одной избыточной капли щелочи:

метилового красного до желтой окраски;

фенолфталеина до бледно-розовой окраски или

нейтрального красного до янтарно-желтой окраски.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю хлора (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V \cdot K \cdot 0{,}035457 \cdot 100}{m},$$

где C — концентрация раствора гидроокиси натрия или гидроокиси калия, моль/дм³;

V — объем раствора гидроокиси натрия или гидроокиси калия, израсходованный на титрование, см³;

K — поправочный коэффициент на титр раствора щелочи;

0,035457 — масса хлора, соответствующая 1 см³ раствора гидроокиси натрия или гидроокиси калия концентрации точно 1 моль/дм³, г;

m — масса навески органохлорсилана, г.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.2. За результат испытаний принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,2% при доверительной вероятности $P \geqslant 0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Изменение № 3 ГОСТ 20841.6—75 Продукты кремнийорганические. Метод определения массовой доли хлора

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.03.90 № 717

Дата введения 01.10.90

Наименование стандарта. Заменить слово: **«содержания»** на **«массовой доли»**.

Раздел 1. Наименование изложить в новой редакции: **«1. Реактивы, посуда и аппаратура»**;

второй абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 18300—72 на ГОСТ 18300—87; дополнить *словами: «или абсолютированный»*,

пятый абзац. Исключить ссылку: «по ГОСТ 5850—72»;

девятый абзац. Исключить слово: «узкогорлые»;

(Продолжение см. с. 226)

двенадцатый абзац Заменить слова «исполнения 1, вместимостью 50 $см^3$» на «исполнения 1 или 3, вместимостью 25 или 50 $см^3$»,

дополнить абзацами «весы лабораторные общего назначения типа ВЛР-200 г или ВЛЭ-200 г

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте»

Пункт 2 1 Первый абзац Заменить слова. «на весах с наибольшим пределом взвешивания 200 г (результат измерения записывают с точностью до четвертого десятичного знака)» на «(результат взвешивания записывают до четвертого десятичного знака)»,

третий абзац Заменить слова «с той же точностью» на «(результат взвешивания записывают до четвертого десятичного знака)»

(ИУС № 7 1990 г.)

gost.e-ecolog.ru