

ПРОДУКТЫ КРЕМНИЙОРГАНИЧЕСКИЕ**Газохроматографический метод определения
состава арил — алкиларилхлорсиланов**Silicon organic products.
Gas chromatographic method for determination aryl—
alkylarylchlorosilanes 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°C;
- термометр до 100°C 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)

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 дробленая с частицами размером 4—5 мм;

носители твердые: хромосорб-В 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°C. Для этого его пропускают через три колонки, установленные последовательно. Первую колонку по ходу газа заполняют ангидроном, а две последующие — дробленой пемзой, покрытой пятиокисью фосфора.

Пятиокись фосфора наносят на пемзу следующим образом: в сухую стеклянную банку вместимостью 1 дм³ вносят равные объемы дробленой 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°C, 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°C, 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°C (для полифенилового эфира до 250°C) 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 устанавливаемую 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°C.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

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

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

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

где S_i — площадь пика определяемой примеси, мм²;
 $\sum S_i$ — сумма площадей пиков всех примесей, мм²;
 S — площадь пика основного вещества, мм²;
 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

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

где S — площадь пика основного вещества, мм²;
 $\sum S_i$ — сумма площадей пиков всех примесей, мм²;
 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. Газохро-
мографический 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: «силицизированный»;

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)

(Продолжение изменения к ГОСТ 20841.5—79)

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: «сухими азотом», на «газом-носителем»;

(Продолжение см. с. 228)

пятый абзац. Заменить слова: «сухим азотом со скоростью 100—120 см³/мин» на «газом-носителем со скоростью 30—50 см³/мин».

Пункт 4.5 изложить в новой редакции: «4.5. За результат испытания принимают среднее арифметическое 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	11-3
ГОСТ 20841.2—75	Продукты кремнийорганические. Методы определения содержания кремния	2	11-3
ГОСТ 20841.3—75	Продукты кремнийорганические. Метод определения температуры застывания	8	11-3
ГОСТ 20841.4—75	Продукты кремнийорганические. Методы определения реакции среды	10	11-3
ГОСТ 20841.5—75	Продукты кремнийорганические. Метод определения содержания алкоксильных групп	14	11-3
ГОСТ 20841.6—75	Продукты кремнийорганические. Метод определения содержания хлора	18	11-3
ГОСТ 20841.7—75	Продукты кремнийорганические. Газохроматографический метод определения состава алкилхлорсиланов	21	11-3
ГОСТ 20841.8—79	Продукты кремнийорганические. Газохроматографический метод определения состава арил-алкиларилхлорсиланов	26	11-2

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. 2,126 усл. кр.-отт. 1,91 уч.-изд. л.
Тираж 8000 Цена 10 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП,
Новопроспектский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Миндауго, 12/14, Зак. 2506.