

**ПРОДУКТЫ КРЕМНИЙОРГАНИЧЕСКИЕ****Газохроматографический метод определения  
состава арил — алкиларилхлорсиланов**Silicon organic products.  
Gas chromatographic method for determination aril—  
alkylarilchlorosilanes 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 см<sup>3</sup>;

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 — дробленной пемзой, покрытой пятиокисью фосфора.

Пятиокись фосфора наносят на пемзу следующим образом: в сухую стеклянную банку вместимостью 1 дм<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>/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 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  $0 \div 1—4$  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  $0 \div 1—4$  мВ, пик основного вещества—на шкале  $0 \div 16—100$  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, мм<sup>2</sup>;  
 $\sum S_i$  — сумма площадей пиков всех примесей, мм<sup>2</sup>;  
 $S$  — площадь пика основного вещества, мм<sup>2</sup>;  
 $n$  — 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, мм<sup>2</sup>;  
 $\sum S_i$  — сумма площадей пиков всех примесей, мм<sup>2</sup>;  
 $n$  — 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)*

*(Продолжение изменения к ГОСТ 20841.8—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: «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<sup>3</sup>/мин» на «газом-носителем со скоростью 30—50 см<sup>3</sup>/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  |
| 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. 20.03.86 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.  
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Миндауго, 12/14. Зак. 2506.