

E DIN EN ISO 23157:2022-07 (D/E)

Erscheinungsdatum: 2022-06-10

Bestimmung des Gehaltes an Silanolgruppen auf der Oberfläche von pyrogener Kieselsäure - Gaschromatographisches Verfahren (ISO 23157:2021); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 23157:2022

Determination of the silanol group content on the surface of fumed silica - Reaction gas chromatographic method (ISO 23157:2021); German and English version prEN ISO 23157:2022

Inhalt	Seite
Europäisches Vorwort.....	7
Vorwort	8
Einleitung	9
1 Anwendungsbereich.....	10
2 Normative Verweisungen	10
3 Begriffe	10
4 Kurzbeschreibung.....	10
5 Reagenzien	11
5.1 Allgemeines	11
5.2 Toluol	11
5.3 Grignard-Reagens.....	11
5.4 Reaktionslösung	11
5.5 Trägergas und Verdünnungsgas.....	11
5.6 Hilfsgase	11
5.7 Kalibriersubstanz.....	12
6 Prüfeinrichtung.....	12
6.1 Gaschromatograph	12
6.2 Headspace-System	12
6.3 Ofen.....	13
6.4 Kapillarsäule.....	13
6.5 Probenfläschchen.....	13
6.6 Analysenwaage.....	13
6.7 Gassammelbeutel	13
6.8 Spritze	13
7 Vorbehandlung und Reaktion der Probe.....	13
7.1 Probenvorbehandlung.....	13
7.1.1 Bestimmung der bei 105 °C flüchtigen Anteile in pyrogener Kieselsäure.....	13
7.1.2 Vorbereitung der Prüfprobe	14
7.2 Blindversuch	14
7.3 Reaktion	14
7.4 Analyse.....	14
7.4.1 Bedingungen des Headspace-Systems.....	14
7.4.2 Gaschromatographische Bedingungen	15
7.4.3 Identifizierung.....	15
7.4.4 Kalibrierung.....	15
7.4.5 Messung.....	16
8 Berechnung	16

8.1	Berechnung der in den Glasfläschchen gebildeten Menge an Methan	16
8.2	Berechnung des Gehaltes an Silanolgruppen	16
8.2.1	Berechnung der bei 105 °C flüchtigen pyrogenen Kieselsäure	16
8.2.2	Berechnung des Gehaltes an Silanolgruppen auf der Oberfläche von pyrogener Kieselsäure	17
9	Auswertung	17
10	Präzision	17
10.1	Allgemeines	17
10.2	Wiederholgrenze, r	17
10.3	Vergleichsgrenze, R	18
11	Prüfbericht	18
Anhang A (informativ) Repräsentatives Chromatogramm von Methan		19
Anhang B (informativ) Angaben zur Präzision		20
Literaturhinweise		21

Bilder

Bild A.1 — Repräsentatives Chromatogramm von Methan	19
---	----

Tabellen

Tabelle 1 — Informationen zu den wichtigsten Reagenzien	11
Tabelle 2 — Beispiel für fünf Kalibriersubstanzen	12
Tabelle 3 — Beispiel für die Bedingungen des Headspace-Systems	15
Tabelle 4 — Beispiel für die gaschromatographischen Bedingungen	15
Tabelle B.1 — Prüfdaten für den Gehalt an Silanolgruppen von pyrogener Kieselsäure	20
Tabelle B.2 — Ergebnisse des Ringversuches	20