

DIN EN ISO 23157:2022-12 (D)

Bestimmung des Gehaltes an Silanolgruppen auf der Oberfläche von pyrogener Kieselsäure - Gaschromatographisches Verfahren (ISO 23157:2021); Deutsche Fassung EN 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 Fläschchen 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, <i>r</i>	17
10.3	Vergleichgrenze, <i>R</i>	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