

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 Vergleichsgrenze, <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