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, *r* ... 17
10.3 Vergleichgrenze, *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