

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 |