



Application Note AN-T-178

Hydroxylzahl in Polyethylenglykol

Pyridinfreie, vollautomatische Bestimmung nach ASTM E1899, EN 15168 und DIN 53240-3

Die Hydroxylzahl (OH-Zahl, engl. HN für hydrogen number) ist ein wichtiger Summenparameter zur Quantifizierung des Vorhandenseins von Hydroxylgruppen. Als zentraler Qualitätsparameter wird er regelmäßig in Harzen, Farben, Polyesterolen, Fetten und Lösungsmitteln bestimmt. Im Gegensatz zu anderen Standards ist ASTM E1899 frei von Pyridin und erfordert kein Erhitzen der Proben bei hohen Temperaturen über einen längeren Zeitraum. Es wird bei Raumtemperatur durchgeführt, erfordert nur eine kleine Probenmenge, funktioniert auch bei sehr kleinen OH-Zahlen und kann vollautomatisch

durchgeführt werden.

Diese Application Note beschreibt die potentiometrische Bestimmung der OH-Zahl in 1-Octanol und Polyethylenglykol gemäß ASTM E1899, EN 15168 und DIN 53240-3. Mit der OMNIS Discover-Technik können alle Schritte der Probenvorbereitung vollständig automatisiert werden. Darüber hinaus ermöglicht der Einsatz eines OMNIS Sample Robot die parallele Analyse mehrerer Proben, wodurch die Zeit pro Analyse für eine Probe von ca. 24 Minuten auf 12 Minuten verkürzt und die Produktivität im Labor erheblich gesteigert wird.

PROBE UND PROBENVORBEREITUNG

Diese Anwendung wird an 1-Octanol (theoretischer HN von 430,08 mg KOH/g) und Polyethylenglykol

(PEG) 3000 demonstriert.
Es ist keine Probenvorbereitung erforderlich.

VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Die Bestimmungen werden auf einem automatisierten System durchgeführt, das aus einem OMNIS Sample Robot S mit Dis-cover, einem OMNIS Professional Titrator mit zwei dSolvotroden und mehreren OMNIS Dosiermodulen für die Zugabe der Hilfslösungen besteht.
Eine entsprechende Probenmenge wird in den Titrierbecher eingewogen, Acetonitril hinzugefügt und der Becher mit dem Dis-Cover-Deckel verschlossen. Nach dem Auflösen der Probe wird TSI-Lösung (p-Toluolsulfonyl-isocyanat) zugegeben, das Becherglas abgedeckt und die Lösung für die angegebene Zeit gerührt. Dann wird entionisiertes Wasser zugegeben und nach kurzem Rühren wird Acetonitril zugegeben. Die Lösung wird bis nach dem zweiten Äquivalenzpunkt mit eingestellter Tetrabutylammoniumhydroxid-Lösung in Isopropanol titriert.



Abbildung 2. Sample Robot S mit Dis-cover, OMNIS Dosiermodulen und OMNIS Titrator Professional ausgestattet mit zwei dSolvotroden.

ERGEBNISSE

Für die getesteten Proben werden gut ausgeprägte Titrationskurven erhalten. Das Ergebnis für 1-Octanol liegt mit einer geringen Standardabweichung deutlich innerhalb der akzeptablen Grenze des Standards. Für PEG 3000, das auf beiden

Arbeitsplätzen parallel analysiert wird, werden akzeptable Ergebnisse mit geringen Standardabweichungen erzielt. Die Ergebnisse sind in **Tabelle 1** zusammengefasst. Ein Beispiel für eine Titrationskurve ist in **Abbildung 2** dargestellt.

Tabelle 1. Ergebnisse zur Hydroxylzahlbestimmung nach ASTM E1899 auf einem vollautomatischen OMNIS-System, ausgestattet für die parallele Analyse an zwei Arbeitsplätzen.

Hydroxylzahl (n = 6)	Mittelwert in mg KOH/g Probe	SD(rel) in %
1-Octanol	435.63	0.3
PEG 3000 (WS 1)	36.56	0.3
PEG 3000 (WS 2)	36.22	0.5

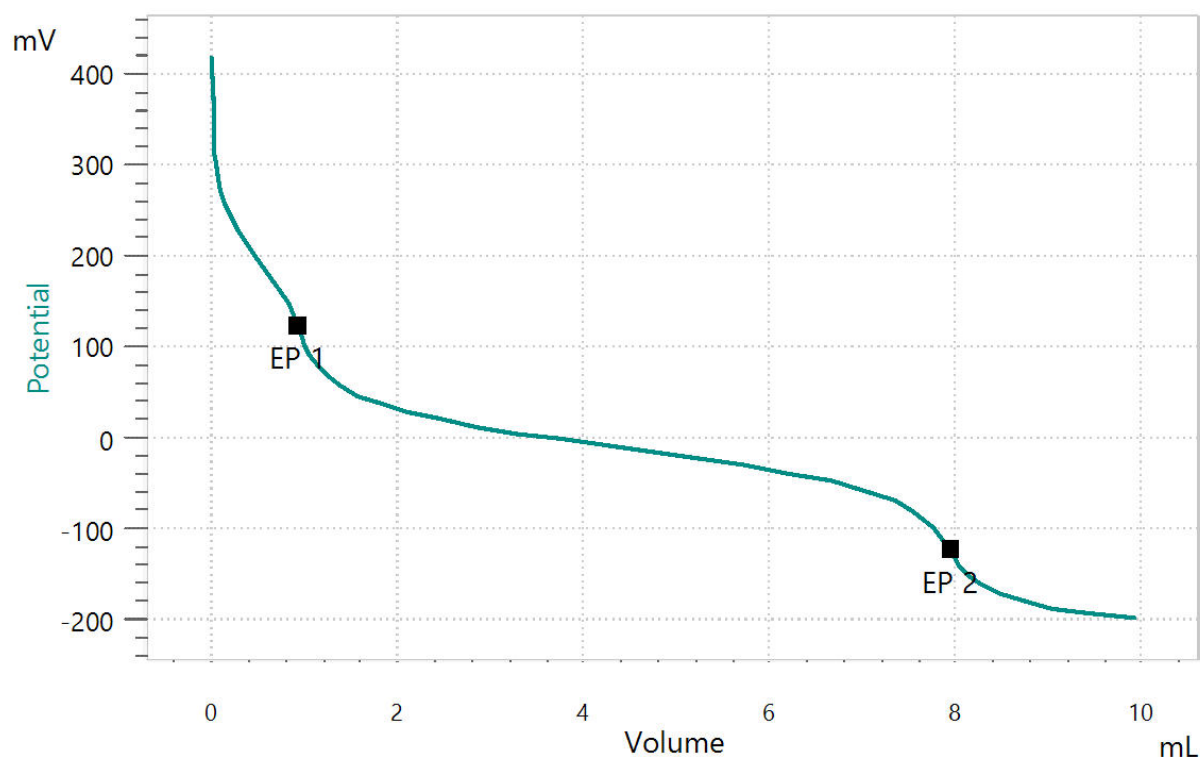


Abbildung 2. Titrationskurve zur Bestimmung der Hydroxylzahl von 1-Octanol.

FAZIT

Mit einem vollautomatischen OMNIS-System (incl. Probenabdeckung) wird eine präzise und zuverlässige Bestimmung der Hydroxylzahl nach **ASTM E1899**, **EN 15168** und **DIN 53240-3** erreicht. Mit der Möglichkeit, bis zu vier Proben gleichzeitig zu analysieren, kann die

Produktivität eines Labors deutlich gesteigert werden. Darüber hinaus kann das OMNIS-System individuell an Ihre Bedürfnisse angepasst und für andere Titrationsanwendungen erweitert werden, die zur Qualitätskontrolle erforderlich sind.

Interne Referenz: AW TI CH1-1274-042019

CONTACT

Metrohm Schweiz AG
Industriestrasse 13
4800 Zofingen

info@metrohm.ch

KONFIGURATION



OMNIS Professional Titrator ohne Rührer

Innovativer, modularer potentiometrischer OMNIS Titrator für die Endpunkt- und Äquivalenzpunkttitration (monoton/dynamisch). Dank 3S-Liquid-Adapter-Technologie ist der Umgang mit Chemikalien so sicher wie nie. Der Titrator kann mit Messmodulen und Zylindereinheiten frei konfiguriert werden und bei Bedarf um einen Rührer erweitert werden. Inklusive Funktionslizenz „Professional“ für die parallele Titration mit weiteren Titrier- oder Dosiermodulen.

- Ansteuerung via PC oder lokales Netzwerk
- Anschlussmöglichkeit für bis zu vier weitere Titrier- oder Dosiermodule für weitere Applikationen oder Hilfslösungen
- Erweiterbar mit Magnet- und/oder Stabrührer
- Verschiedene Zylindergrößen verfügbar: 5, 10, 20 oder 50 mL
- Liquid Adapter mit 3S-Technologie: Sicherer Umgang mit Chemikalien, automatischer Transfer der originalen Reagenzdaten des Herstellers

Messmodi und Software-Optionen:

- Endpunkttitration: Funktionslizenz „Basic“
- Endpunkt- und Äquivalenzpunkttitration (monoton/dynamisch): Funktionslizenz „Advanced“
- Endpunkt- und Äquivalenzpunkttitration (monoton/dynamisch) mit 5-fach paralleler Titration: Funktionslizenz „Professional“



OMNIS Dosing Module ohne Rührer

Dosiermodul zum Anschluss an einen OMNIS Titrator zur Erweiterung um eine zusätzliche Bürette für Titration/Dosierung. Erweiterbar mit einem Magnet- oder Stabrührer zur Verwendung als separater Titrierstand. Frei wählbare Zylindereinheit mit 5, 10, 20 oder 50 mL.



Hauptmodul Pick and Place S

Hauptmodul für den Aufbau eines OMNIS Sample Robot Pick&Place in der Grösse S. Dieses Modul beinhaltet Modul- und Rackträger. Es ist bereits mit dem Hauptlift und einem Greifer ausgerüstet. Für den Ausbau zum funktionsfähigen Sample Robot werden neben Sample Racks und Greiferfingern auch Arbeitsstationen wie z.B. Pick&Place-Modul oder ein Pumpenmodul benötigt. Die Auswahl dieser Komponenten erfolgt entsprechend der Applikation.



Pick and Place-Modul mit Rührer

Modul für den Einbau in den Modulträger der OMNIS Sample Robots Pick&Place. Diese Arbeitsstation nimmt den Probenbecher für die Analyse auf. Der eingebaute Magnetrührer ermöglicht, dass Proben, die extern auf einem Magnetrührwerk vorbereitet wurden direkt im Sample Robot analysiert werden können ohne dass der Magnetrührstab zuvor entfernt werden muss. Zwischen den Analysen werden verwendete Sensoren im Aufbewahrungsbecher des Pick&Place-Modul gereinigt oder geparkt.



Pumpenmodul Peristaltik (4-Kanal)

Modul für den Einbau in den Modulträger der OMNIS Sample Robots Pick&Place. Diese Arbeitsstation ist mit je zwei Spül- und Absaugpumpen ausgestattet. Sie werden verwendet um die Sensoren in zwei Pick&Place-Modulen zu reinigen und den Probenbecher nach der Analyse zu leeren bevor er ins Rack zurück gestellt wird.



dSolvotrode

Digitale, kombinierte pH-Elektrode für OMNIS für alle nichtwässrigen Säure/Base-Titrationsen. Die Glasmembran ist für schlecht leitende Lösungen optimiert, und dank des flexiblen Schliffdiaphragmas eignet sich diese Elektrode auch für schmutzige Proben.

Die Elektrode kann mit nichtwässrigen Referenzelektrolyten (Lithiumchlorid oder Tetraethylammoniumbromid) verwendet werden.

Aufbewahrung im entsprechenden Referenzelektrolyt.

dTrodes können an OMNIS Titratoren verwendet werden.