



Application Note AN-T-178

Número de hidroxilo en polietilenglicol

Pyridine-free, fully automated determination according to ASTM E1899, EN 15168, and DIN 53240-3

El número de hidroxilo (HN) es un parámetro de suma importante para cuantificar la presencia de grupos hidroxilo. Como parámetro clave de calidad, se determina regularmente en resinas, pinturas, poliésteres, grasas y solventes. A diferencia de otras normas, la norma ASTM E1899 no contiene piridina y

no requiere muestras a reflujo a altas temperaturas durante períodos prolongados. Se realiza a temperatura ambiente, requiere solo un tamaño de muestra pequeño, es aplicable a HN extremadamente bajo y se puede realizar de forma totalmente automática.

Esta nota de aplicación describe la determinación potenciométrica de HN en 1-octanol y polietilenglicol según las normas ASTM E1899, EN 15168 y DIN 53240-3. Con la técnica OMNIS Dis-Cover, todos los pasos de preparación de muestras se pueden automatizar por completo. Además, el uso de un

SAMPLE AND SAMPLE PREPARATION

Esta aplicación se demuestra en 1-octanol (HN teórico de 430,08 mg KOH/g) y polietilenglicol (PEG) 3000.

EXPERIMENTAL

Las determinaciones se realizan en un sistema automatizado que consta de un OMNIS Sample Robot S equipado con Dis-cover, un OMNIS Professional Titrator equipado con dos dSolvotrodes y varios módulos de dosificación OMNIS para la adición de soluciones auxiliares.

Se pesa una cantidad adecuada de muestra en el vaso de precipitados de titulación, se agrega acetonitrilo y se tapa el vaso de precipitados con la tapa Dis-Cover. Después de la disolución de la muestra, se agrega la solución TSI, se tapa el vaso de precipitados y se agita la solución durante el tiempo estipulado. Luego se agrega agua desionizada y, después de agitar brevemente, se agrega acetonitrilo. La solución se titula hasta después del segundo punto de equivalencia con hidróxido de tetrabutilamonio estandarizado en isopropanol.

RESULTS

Se obtienen curvas de titulación bien definidas para las muestras analizadas. El resultado para 1-octanol está dentro del límite aceptable para el estándar con una desviación estándar baja. Para PEG 3000, que se analiza en ambas estaciones de trabajo en paralelo, se

OMNIS Sample Robot permite el análisis paralelo de múltiples muestras, lo que reduce el tiempo por análisis para una muestra de aproximadamente 24 min a 12 min y aumenta considerablemente la productividad en el laboratorio.

No se requiere preparación de muestras.



Figure 2. Sample Robot S con Dis-cover, OMNIS Dosing Modules y OMNIS Titrator Professional equipado con dos dSolvotrodes.

obtienen resultados aceptables con bajas desviaciones estándar. Los resultados se resumen en **Tabla 1**. Un ejemplo de curva de titulación se muestra en **Figura 2**.

Tabla 1. Resultados de la determinación del índice de hidroxilo según la norma ASTM E1899 en un sistema OMNIS totalmente automatizado equipado para el análisis en paralelo en dos estaciones de trabajo.

Número de hidroxilo (n = 6)	Media en mg KOH/g muestra	DE(rel) en %
1-octanol	435,63	0,3
CLAVIJA 3000 (WS 1)	36,56	0,3
CLAVIJA 3000 (WS 2)	36,22	0,5

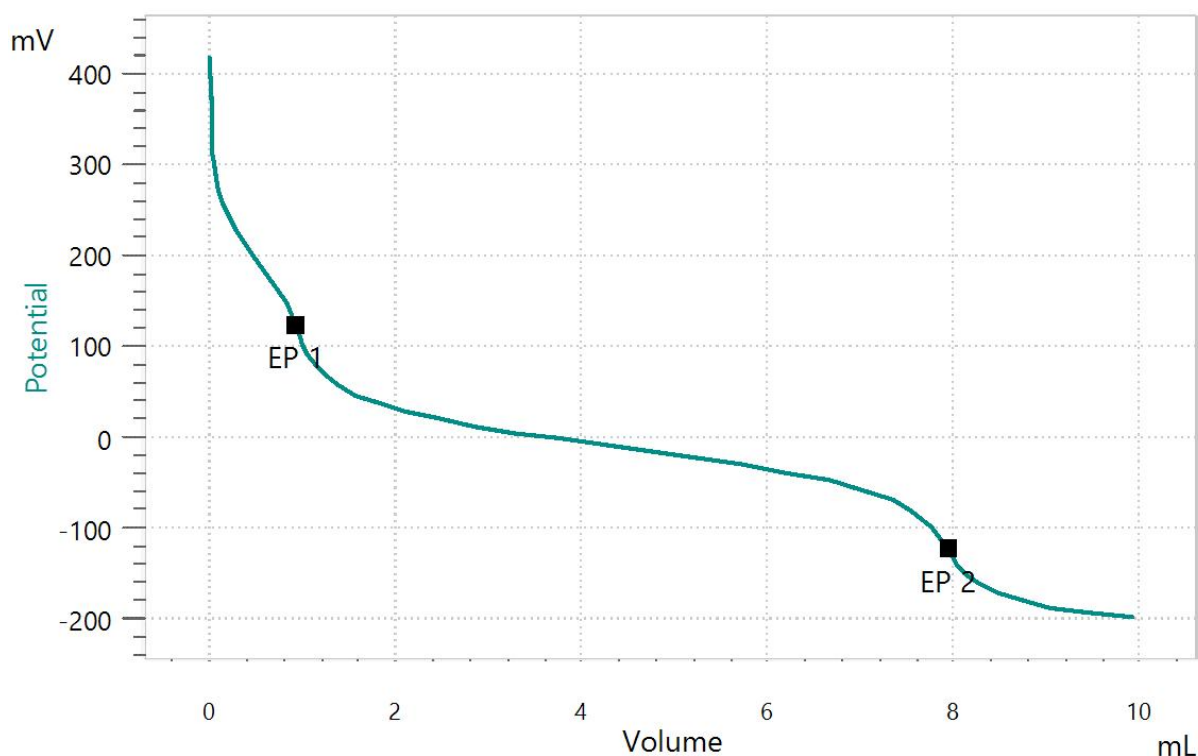


Figure 2. Curva de titulación de la determinación del número de hidroxilo de 1-octanol.

CONCLUSION

Determinación precisa y fiable del índice de hidroxilo según ASTM E1899, EN 15168, y DIN 53240-3 se puede lograr utilizando un sistema OMNIS totalmente automatizado. Con la opción de analizar hasta cuatro muestras simultáneamente, la productividad de un

laboratorio puede mejorar significativamente. Además, el sistema OMNIS puede personalizarse según sus necesidades y ampliarse para otras aplicaciones de valoración necesarias para el control de calidad.

Internal reference: AW TI CH1-1274-042019

CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid

mh@metrohm.es

CONFIGURATION



OMNIS Professional Titrator sin agitador

Titulador OMNIS innovador, modular y potenciométrico para la titulación a punto final, así como titulación a punto de equivalencia (monótona/dinámica). Gracias a la tecnología de adaptador de líquido 3S, resulta más seguro que nunca para el manejo de los productos químicos. El titulador se puede configurar libremente con módulos de medida y unidades de cilindro y, si es necesario, se le puede añadir un agitador. Incluye la licencia funcional "Professional" para la titulación en paralelo con módulos de titulación y dosificación adicionales.

- Control a través de PC o red local
- Posibilidad de conexión de hasta cuatro módulos de titulación o dosificación más para otras aplicaciones o soluciones auxiliares
- Ampliable con agitador magnético y/o de varilla
- Diferentes tamaños de cilindro disponibles: 5, 10, 20 o 50 mL
- Adaptador líquido con tecnología 3S: manejo seguro de productos químicos, transferencia automática de los datos originales del reactivo del fabricante

Modos de medida y opciones de software:

- Titulación a punto final: licencia funcional "Basic"
- Titulación a punto final y a punto de equivalencia (monótona/dinámica): licencia funcional "Advanced"
- Titulación a punto final y a punto de equivalencia (monótona/dinámica) con titulación en paralelo: licencia funcional "Professional"



OMNIS Dosing Module sin agitador

Módulo de dosificación para la conexión de un titulador OMNIS para incluir una bureta adicional de titulación/dosificación. Se puede ampliar con un agitador magnético o de varilla para su uso como stand de titulación independiente. Libre selección de la unidad de cilindro con 5, 10, 20 o 50 mL.



Módulo principal Pick and Place S

Módulo principal para el montaje de un OMNIS Sample Robot Pick&Place del tamaño S. Este módulo contiene el soporte de módulo y de gradilla. Está equipado con un elevador principal y un agarre. Para la ampliación a un Sample Robot funcional se necesitan además de las gradillas de muestra y los dedos de pinza, puesto de trabajo como el módulo Pick&Place o el módulo de bombeo. La selección de estos componentes se realiza de acuerdo con su aplicación.



Módulo Pick and Place con agitador

Módulo para el montaje en un soporte de módulo del Pick&Place del OMNIS Sample Robot. Esta puesto de trabajo acoge el vaso de muestra para el análisis. El agitador magnético montado hace posible que las muestras, que han sido preparadas externamente en un agitador magnético, puedan ser analizadas directamente en el Sample Robot sin que la varilla del agitador magnético tenga que extraerse previamente. Entre un análisis y otro, los sensores utilizados se limpian y emplazan en un vaso de almacenamiento del módulo Pick&Place.



Módulo de bombeo peristáltico (4 canales)

Módulo para el montaje en el soporte de módulo del Pick&Place del OMNIS Sample Robot. Esta puesto de trabajo está compuesta por una bomba de lavado y otra de succión. Se usan para purgar los sensores en dos módulos Pick&Place y para vaciar el vaso de muestra después del análisis, antes de que vuelva a ser colocado en la gradilla.



dSolvotrode

Electrodo pH combinado digital para OMNIS para todas las titulaciones ácido-base no acuosas. La membrana de vidrio está optimizada para soluciones poco conductoras y, gracias al diafragma esmerilado flexible, este electrodo también es apto para muestras muy sucias.

El electrodo puede utilizarse con electrolitos de referencia no acuosos (cloruro de litio o bromuro de tetraetilamonio).

Conservación en el electrolito de referencia correspondiente.

Los dTrodes se pueden utilizar en OMNIS Titrator.