



Application Note AN-T-178

Hydroxyl number in polyethylene glycol

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

The hydroxyl number (HN) is an important sum parameter for quantifying the presence of hydroxyl groups. As a key quality parameter, it is regularly determined in resins, paints, polyesterols, fats, and solvents. Unlike other standards, ASTM E1899 is free from pyridine and does not require refluxing samples at high temperatures for extended periods. It is performed at room temperature, requires only a small sample size, is applicable to extremely low HN, and can be performed fully automatically.

This Application Note describes the potentiometric determination of HN in 1-octanol and polyethylene glycol according to ASTM E1899, EN 15168, and DIN 53240-3. Using the OMNIS Dis-Cover technique, all sample preparation steps can be fully automated. Moreover, the use of an OMNIS Sample Robot allows parallel analysis of multiple samples, reducing the time per analysis for one sample from approximately 24 min to 12 min, and increasing productivity in the laboratory considerably.

SAMPLE AND SAMPLE PREPARATION

This application is demonstrated on 1-octanol (theoretical HN of 430.08 mg KOH/g) and

polyethylene glycol (PEG) 3000. No sample preparation is required.

EXPERIMENTAL

The determinations are performed on an automated system consisting of an OMNIS Sample Robot S equipped with Dis-cover, an OMNIS Professional Titrator equipped with two dSolvotrodes, and multiple OMNIS Dosing Modules for the addition of the auxiliary solutions.

An appropriate amount of sample is weighed into the titration beaker, acetonitrile is added, and the beaker is capped with the Dis-Cover lid. After dissolution of the sample, TSI solution is added, the beaker is covered and solution is stirred for the stipulated time. Then deionized water is added, and after stirring shortly, acetonitrile is added. The solution is titrated until after the second equivalence point with standardized tetrabutylammonium hydroxide in isopropanol.



Figure 2. Sample Robot S with Dis-cover, OMNIS Dosing Modules and OMNIS Titrator Professional equipped with two dSolvotrodes.

RESULTS

Well-defined titration curves are obtained for the tested samples. The result for 1-octanol is well within the acceptable limit for the standard with a low standard deviation. For PEG 3000, which is analyzed

on both work stations in parallel, acceptable results with low standard deviations are obtained. Results are summarized in **Table 1**. An example titration curve is displayed in **Figure 2**.

Table 1. Results for the hydroxyl number determination according to ASTM E1899 on a fully automated OMNIS system equipped for the parallel analysis on two workstations.

Hydroxyl number (n = 6)	Mean in mg KOH/g sample	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

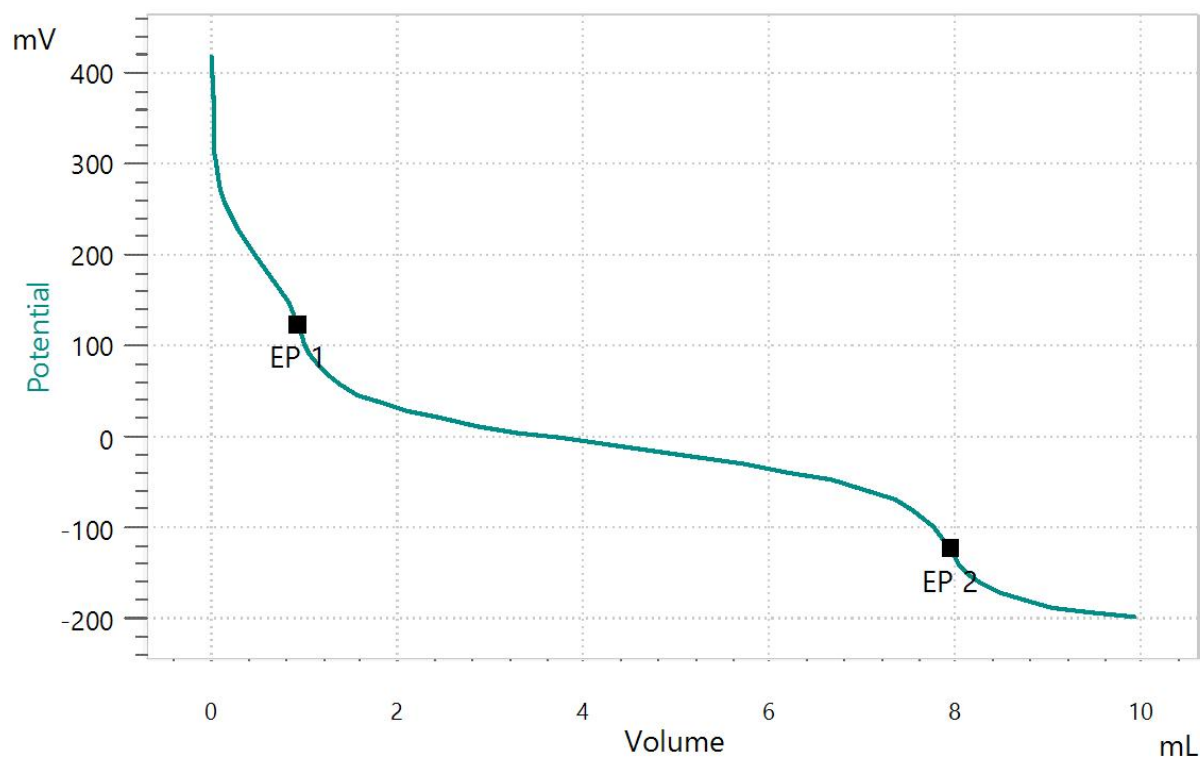


Figure 2. Titration curve of the determination of the hydroxyl number of 1-octanol.

CONCLUSION

Precise and reliable determination of the hydroxyl number according to **ASTM E1899**, **EN 15168**, and **DIN 53240-3** can be achieved using a fully automated OMNIS system. With the option to analyze up to four samples simultaneously, the productivity of a

laboratory can be significantly improved. Furthermore, the OMNIS system can be customized according to your needs and expanded for other titration applications required for quality control.

Internal reference: AW TI CH1-1274-042019

CONTACT

Metrohm France
 13, avenue du Québec - CS
 90038
 91978 VILLEBON
 COURTABOEUF CEDEX

info@metrohm.fr

CONFIGURATION



OMNIS Professional Titrator sans agitateur

OMNIS Titrator, innovant, modulaire, potentiométrique pour le titrage à point final et à point d'équivalence (monotone/dynamique). Grâce à la technologie 3S de l'adaptateur Liquid Adapter, la manipulation des produits chimiques est plus sûre que jamais. Avec des modules de mesure et des unités de cylindre, le titreur peut être librement configuré et il est possible au besoin d'y ajouter un agitateur. Licence fonctionnelle « Professional » incluse pour le titrage en parallèle avec d'autres modules de titrage ou de dosage.

- Commande via un PC ou un réseau local
- Possibilité de connecter jusqu'à quatre autres modules de titrage ou de dosage pour d'autres applications ou solutions auxiliaires
- Possibilité d'y ajouter un agitateur magnétique et/ou un agitateur à tige
- Différentes tailles de cylindre disponibles : 5, 10, 20 ou 50 mL
- Liquid Adapter avec la technologie 3S : manipulation de produits chimiques plus sûre, transfert automatique des données originales des réactifs provenant des fabricants

Modes de mesure et options logicielles :

- Titrage à point final : licence fonctionnelle « Basic »
- Titrage à point final et à point d'équivalence (monotone/dynamique) : licence fonctionnelle « Advanced »
- Titrage à point final et à point d'équivalence (monotone/dynamique) avec titrage en parallèle : licence fonctionnelle « Professional »



OMNIS Dosing Module sans agitateur

Module de dosage à connecter à un OMNIS Titrator pour ajout d'une burette supplémentaire pour titrage/dosage. Peut être utilisé avec un agitateur magnétique et/ou un agitateur à hélice pour une utilisation en tant que poste de titrage séparé. Unité de cylindre au choix de 5, 10, 20 ou 50 mL.



Module principal Pick and Place S

Module principal pour l'installation d'un OMNIS Sample Robot Pick&Place de la taille S. Ce module comprend le support de module et le porte-rack. Il est déjà équipé de l'élévateur et d'une pince. Pour l'extension en un Sample Robot opérationnel, des postes de travail comme le module Pick&Place ou un module de pompe sont nécessaires, en plus des racks d'échantillons et des doigts de pince. Ces composants sont choisis en fonction de l'application.



Module Pick and Place avec agitateur

Module à intégrer au support de module des OMNIS Sample Robots Pick&Place. Ce poste de travail accueille le bécher d'échantillon pour l'analyse. L'agitateur magnétique intégré permet d'analyser directement dans le Sample Robot des échantillons préparés sur un système à agitateur magnétique externe, sans qu'il soit nécessaire de retirer l'agitateur magnétique au préalable. Entre les analyses, les capteurs utilisés sont nettoyés ou rangés dans le bécher de rangement du module Pick&Place.



Module de pompe péristaltique (4 canaux)

Module à intégrer au support de module des OMNIS Sample Robots Pick&Place. Ce poste de travail est équipé de deux pompes de rinçage et de deux pompes d'aspiration. Elles sont utilisées pour nettoyer les capteurs dans deux modules Pick&Place et vider le bécher d'échantillon après l'analyse, avant qu'il ne soit replacé dans le rack.



dSolvotrode

Électrode pH combinée numérique pour OMNIS pour tous les titrages acide-base en milieu non aqueux. La membrane de verre est optimisée pour les solutions peu conductrices et, grâce au diaphragme rodé flexible, cette électrode est également adaptée à des échantillons contaminés.

Cette électrode peut être utilisée avec des électrolytes de référence non aqueux (chlorure de lithium ou bromure de tétraéthylammonium).

Conservation dans l'électrolyte de référence correspondant.

Les dTodes peuvent être utilisées sur les OMNIS Titrator.