



Application Note AN-T-178

Indice d'hydroxyle dans le polyéthylène glycol

Détermination entièrement automatisée, sans pyridine, selon ASTM E1899, EN 15168 et DIN 53240-3

L'indice d'hydroxyle (HN) est un paramètre important pour quantifier la présence de groupes hydroxyles. En tant que paramètre de qualité clé, il est régulièrement déterminé dans les résines, les peintures, les polyesterols, les graisses et les solvants. Contrairement à d'autres normes, l'ASTM E1899 ne contient pas de

pyridine et ne nécessite pas le reflux d'échantillons à des températures élevées pendant de longues périodes. Elle est réalisée à température ambiante, ne nécessite qu'une petite taille d'échantillon, s'applique à des HN extrêmement faibles et peut être réalisée de manière entièrement automatique.

Cette note d'application décrit la détermination potentiométrique de HN dans le 1-octanol et le polyéthylène glycol conformément aux normes ASTM E1899, EN 15168 et DIN 53240-3. Grâce à la technique OMNIS Dis-Cover, toutes les étapes de préparation des échantillons peuvent être

entièrement automatisées. De plus, l'utilisation d'un robot d'échantillonnage OMNIS permet l'analyse parallèle de plusieurs échantillons, réduisant le temps d'analyse d'un échantillon d'environ 24 minutes à 12 minutes, et augmentant considérablement la productivité du laboratoire.

ÉCHANTILLON ET PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON

Cette application est démontrée sur le 1-octanol (HN théorique de 430,08 mg KOH/g) et le polyéthylène

glycol (PEG) 3000.

Aucune préparation d'échantillon n'est nécessaire.

EXPERIMENTAL

Les déterminations sont effectuées sur un système automatisé composé d'un Sample Robot S OMNIS équipé d'un Dis-cover, d'un titrateur professionnel OMNIS équipé de deux dSolvotrodes et de plusieurs modules de dosage OMNIS pour l'ajout des solutions auxiliaires.

Une quantité appropriée d'échantillon est pesée dans le bécher de titrage, de l'acétonitrile est ajouté et le bécher est fermé avec le couvercle Dis-Cover. Après dissolution de l'échantillon, la solution TSI est ajoutée, le bécher est couvert et la solution est agitée pendant le temps stipulé. On ajoute ensuite de l'eau désionisée et, après une brève agitation, de l'acétonitrile. La solution est titrée jusqu'au deuxième point d'équivalence avec de l'hydroxyde de tétrabutylammonium normalisé dans de l'isopropanol.

RÉSULTATS

Des courbes de titrage bien définies sont obtenues pour les échantillons testés. Le résultat pour le 1-octanol se situe bien dans la limite acceptable pour l'étalon avec une faible déviation standard. Pour le PEG 3000, qui est analysé sur les deux stations de

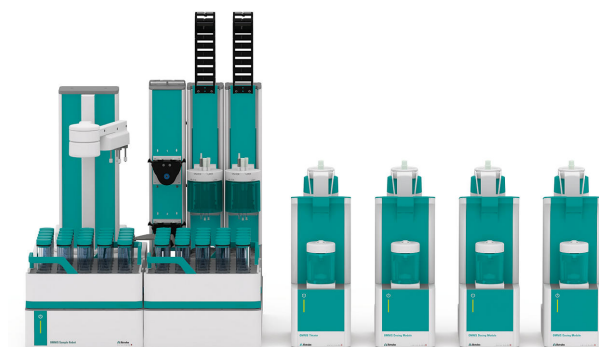


Figure 2. Sample Robot S avec Dis-cover, OMNIS Dosing Modules et OMNIS Titrator Professional équipé de deux dSolvotrodes.

travail en parallèle, des résultats acceptables avec de faibles écarts types sont obtenus. Les résultats sont résumés dans le **tableau 1**. Un exemple de courbe de titrage est présenté à la **figure 2**.

Tableau 1. Résultats de la détermination de l'indice d'hydroxyle conformément à la norme ASTM E1899 sur un système OMNIS entièrement automatisé, équipé pour l'analyse parallèle sur deux postes de travail.

Indice d'hydroxyle (n = 6)	Moyenne en mg KOH/g d'échantillon	SD(rel) en %
1-Octanol	435.63	0.3
PEG 3000 (WS 1)	36.56	0.3
PEG 3000 (WS 2)	36.22	0.5

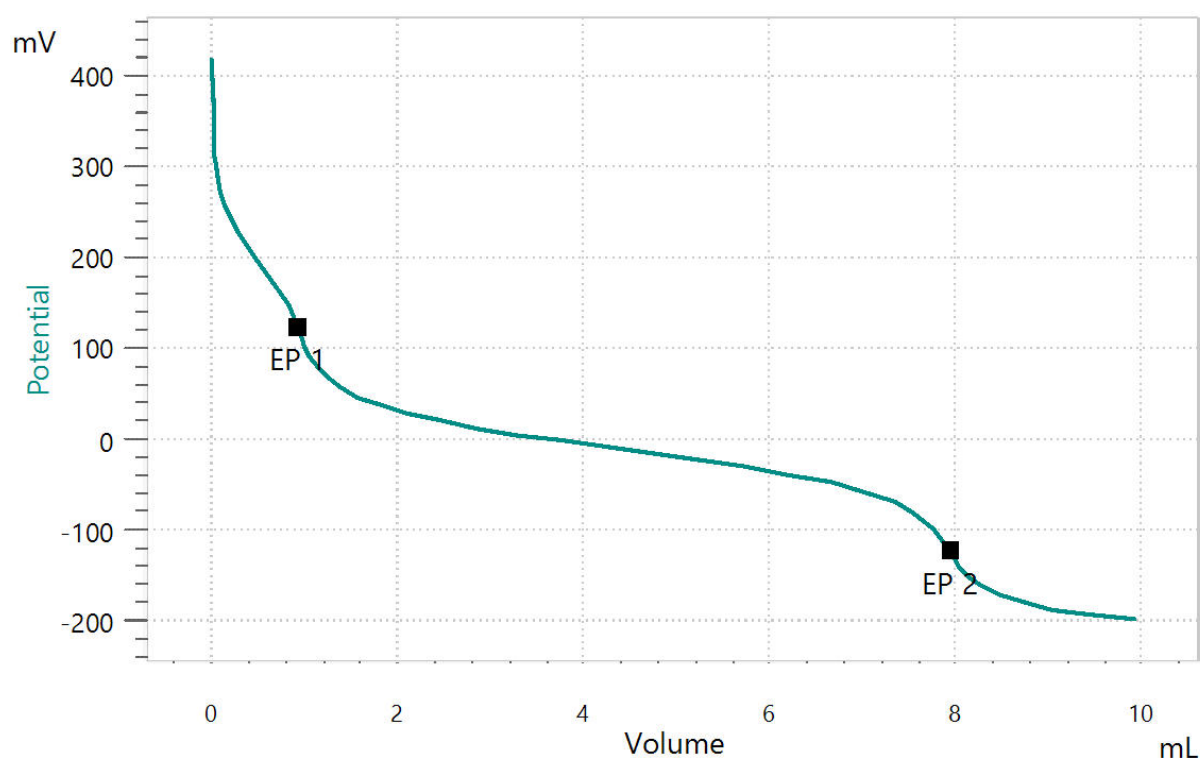


Figure 2. Courbe de titrage de la détermination de l'indice d'hydroxyle du 1-octanol.

CONCLUSION

La détermination précise et fiable de l'indice d'hydroxyle conformément aux normes **ASTM E1899**, **EN 15168** et **DIN 53240-3** peut être réalisée à l'aide d'un système OMNIS entièrement automatisé. La possibilité d'analyser jusqu'à quatre échantillons

simultanément permet d'améliorer considérablement la productivité d'un laboratoire. En outre, le système OMNIS peut être personnalisé en fonction de vos besoins et étendu à d'autres applications de titrage nécessaires au contrôle de la qualité.

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 hélice
- 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 5 fois : 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 dTrodes peuvent être utilisées sur les OMNIS Titrator.