



Application Note AN-T-178

Indice di ossidrile nel glicole polietilenico

Determinazione priva di piridina, completamente automatica secondo le norme ASTM E1899, EN 15168 e DIN 53240-3

Il numero ossidrile (HN) è un parametro di somma importante per quantificare la presenza di gruppi ossidrile. Come parametro di qualità chiave, viene regolarmente determinato in resine, vernici, poliesteri, grassi e solventi. A differenza di altri standard, ASTM E1899 è privo di piridina e non richiede il riflusso di campioni ad alte temperature per periodi prolungati. Viene eseguito a temperatura ambiente, richiede solo una piccola dimensione del campione, è applicabile a HN estremamente basso e può essere eseguito in modo completamente automatico.

Questa Application Note descrive la determinazione potenziometrica di HN in 1-ottanolo e polietilenglicole secondo ASTM E1899, EN 15168 e DIN 53240-3. Utilizzando la tecnica OMNIS Dis-Cover, tutte le fasi di preparazione del campione possono essere completamente automatizzate. Inoltre, l'uso di un OMNIS Sample Robot consente l'analisi parallela di più campioni, riducendo il tempo di analisi per un campione da circa 24 minuti a 12 minuti e aumentando notevolmente la produttività in laboratorio.

CAMPIONE E PREPARAZIONE CAMPIONE

Questa applicazione è dimostrata su 1-ottanolo (HN teorico di 430,08 mg KOH/g) e polietilenglicole (PEG

3000.
Non è richiesta alcuna preparazione del campione.

ANALISI

Le determinazioni vengono eseguite su un sistema automatizzato costituito da un OMNIS Sample Robot S dotato di Dis-cover, un OMNIS Professional Titrator dotato di due dSolvotrodi e più moduli di dosaggio OMNIS per l'aggiunta delle soluzioni ausiliarie. Si pesa una quantità adeguata di campione nel becher di titolazione, si aggiunge acetonitrile e si chiude il becher con il coperchio Dis-Cover. Dopo la dissoluzione del campione, si aggiunge la soluzione TSI, si copre il becher e si agita la soluzione per il tempo stabilito. Quindi si aggiunge acqua deionizzata e, dopo breve agitazione, si aggiunge acetonitrile. La soluzione viene titolata fino a dopo il secondo punto di equivalenza con tetrabutylammonio idrossido standardizzato in isopropanolo.

RISULTATI

Per i campioni testati si ottengono curve di titolazione ben definite. Il risultato per 1-ottanolo rientra ampiamente nel limite accettabile per lo standard con una deviazione standard bassa. Per PEG 3000, che viene analizzato su entrambe le stazioni di lavoro in

parallelo, si ottengono risultati accettabili con scarse deviazioni standard. I risultati sono riassunti nella **Tabella 1**. Viene visualizzata una curva di titolazione di esempio **Figura 2**.



Figure 2. Campione Robot S con Dis-cover, moduli di dosaggio OMNIS e OMNIS Titrator Professional dotato di due dSolvotrodi.

Tabella 1. Risultati per la determinazione del numero di ossidrilie secondo ASTM E1899 su un sistema OMNIS completamente automatizzato attrezzato per l'analisi parallela su due stazioni di lavoro.

Numero idrossile (n = 6)	Media in mg KOH/g campione	SD(rel) in %
1-ottanolo	435,63	0,3
PEG 3000 (WS 1)	36,56	0,3
PEG 3000 (WS 2)	36,22	0,5

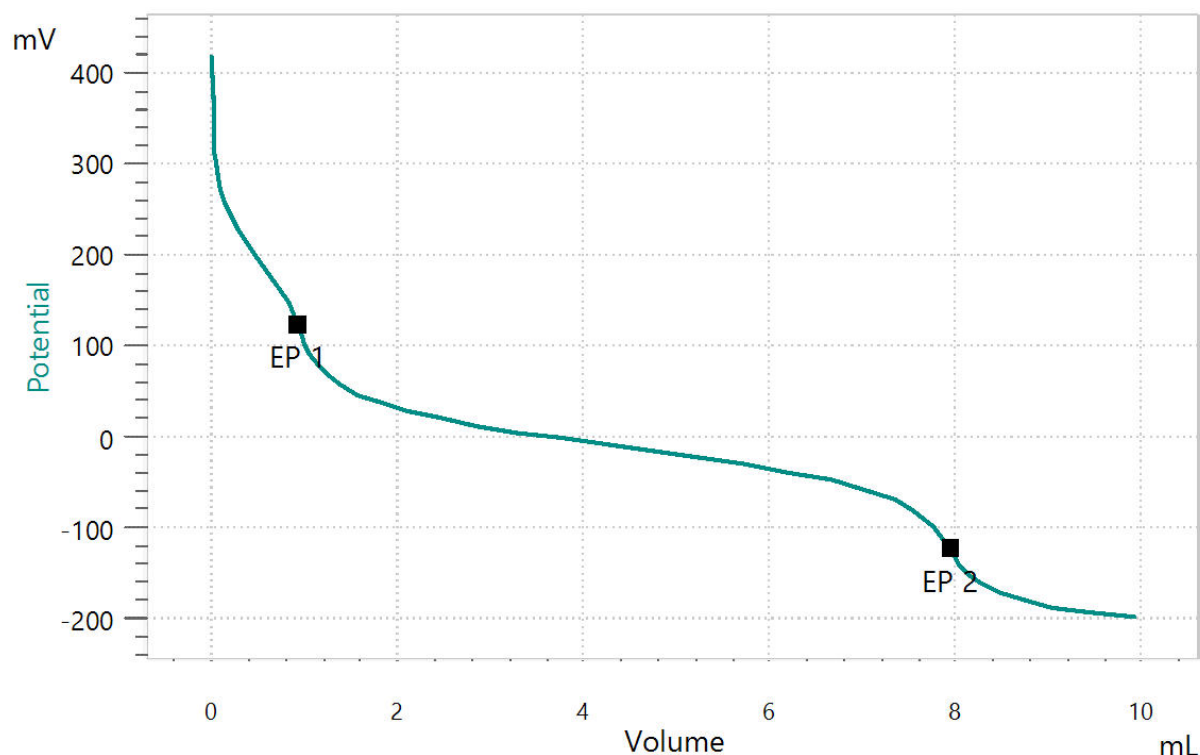


Figure 2. Curva di titolazione della determinazione del numero ossidrilico di 1-ottanolo.

CONCLUSIONE

Determinazione precisa e affidabile del numero di ossidrilico secondo **ASTM E1899**, **EN 15168**, e **DIN 53240-3** può essere ottenuta utilizzando un sistema OMNIS completamente automatizzato. Con la possibilità di analizzare fino a quattro campioni contemporaneamente, la produttività di un

laboratorio può essere notevolmente migliorata. Inoltre, il sistema OMNIS può essere personalizzato in base alle vostre esigenze ed ampliato per altre applicazioni di titolazione richieste per il controllo qualità.

Internal reference: AW TI CH1-1274-042019

CONTACT

Metrohm Italiana Srl
Via G. Di Vittorio, 5
21040 Origgio (VA)

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



OMNIS Professional Titrator senza agitatore

Titolatore OMNIS potenziometrico, innovativo e modulare per la titolazione a punto finale e la titolazione dinamica a punto di equivalenza (monotonica/dinamica). Grazie a Liquid Adapter con tecnologia 3S, la gestione delle sostanze chimiche è più sicura che mai. Il titolatore è configurabile liberamente con moduli di misura e unità cilindro e, in caso di necessità, può essere ampliato con un agitatore. Inclusa la licenza di funzionamento "Professional" per la titolazione parallela con ulteriori moduli di titolazione e dosaggio.

- Comando tramite PC o rete locale
- Possibilità di collegare fino ad altri quattro moduli di dosaggio e titolazione per ulteriori applicazioni o soluzioni ausiliarie
- Ampliabile con agitatore magnetico e/o a elica
- Disponibili varie grandezze del cilindro: 5, 10, 20 o 50 mL
- Liquid Adapter con tecnologia 3S: gestione sicura delle sostanze chimiche, trasferimento automatico dei dati del reagente originale del produttore

Modalità di misura e opzioni del software:

- Titolazione a punto finale: licenza di funzionamento "Basic"
- Titolazione a punto finale e titolazione dinamica a punto di equivalenza (monotonica/dinamica): licenza di funzionamento "Advanced"
- Titolazione a punto finale e titolazione dinamica a punto di equivalenza (monotonica/dinamica) con titolazione parallela quintupla: licenza di funzionamento "Professional"



OMNIS Dosing Module senza agitatore

Modulo di dosaggio per il collegamento a un titolatore OMNIS per l'ampliamento di un'ulteriore buretta per titolazione/dosaggio. Ampliabile con un agitatore magnetico o a elica per l'utilizzo come stand di titolazione separato. Unità cilindriche a scelta libera da 5, 10, 20 o 50 mL.



Modulo principale Pick and Place S

Modulo principale per l'ampliamento di un OMNIS SampleRobot Pick&Place della misura S. Questo modulo include supporto per moduli e rack. È già equipaggiato con il sollevamento principale e una pinza. Per l'ampliamento a un SampleRobot funzionale, oltre a rack dei campioni e dita di presa, sono necessarie anche delle postazioni di lavoro, come il modulo Pick&Place o un modulo pompa. La scelta di questi componenti viene effettuata in base all'applicazione.



Modulo Pick and Place con agitatore

Modulo per l'installazione nel supporto moduli dell'OMNIS Sample Robots Pick&Place. Questa stazione di lavoro preleva il beaker per campioni per l'analisi. L'agitatore magnetico integrato consente che i campioni preparati su un agitatore magnetico esterno vengano analizzati direttamente nel Sample Robot senza rimuovere prima l'agitatore. Tra le analisi, i sensori utilizzati vengono puliti o parcheggiati nel beaker di stoccaggio del modulo Pick&Place.



Modulo pompa peristaltico (4 canali)

Modulo per l'installazione nel supporto moduli dell'OMNIS Sample Robots Pick&Place. Questa stazione di lavoro è dotata di due pompe di lavaggio e di aspirazione. Vengono utilizzate per pulire i sensori in due moduli Pick&Place e per svuotare il beaker per campioni dopo l'analisi prima di rimetterli sul rack.



dSolvotrode

Elettrodo per pH combinato digitale per OMNIS per tutte le titolazioni acido/basiche non acquose. La membrana di vetro è ottimizzata per le soluzioni cattive conduttrici e, grazie al diaframma flessibile a smeriglio, l'elettrodo è adatto anche a campioni sporchi.

L'elettrodo può essere usato con elettroliti di riferimento non acquosi (cloruro di litio o bromuro di tetraetilammonio).

Conservazione nel relativo elettrolita di riferimento. Gli elettrodi dTrobe possono essere utilizzati con i titolatori OMNIS.