



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.

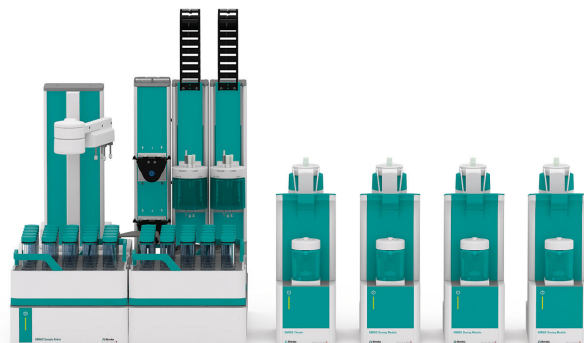


Figure 2. Sample Robot S with Dis-cover, OMNIS Dosing Modules and OMNIS Titrator Professional equipped with two dSolvotrodes.

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

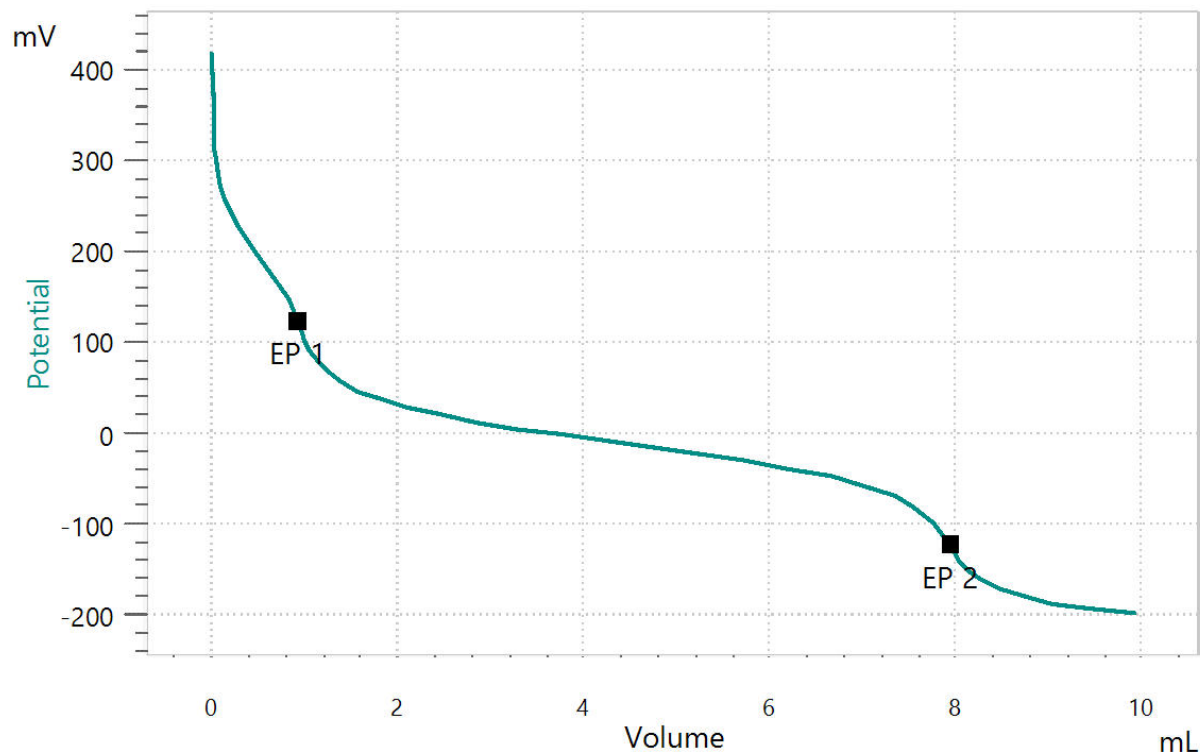


Figure 2. Titration curve of the determination of the hydroxyl number of 1-octanol.

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

メトロームジャパン株式会
社
143-0006 東京都大田区平
和島6-1-1
null 東京流通センター アネ
ックス9階

metrohm.jp@metrohm.jp

CONFIGURATION



OMNIS Professional Titrator

終点滴定および当量点滴定 (等量/変動) のための革新的なモジュール式の電位差 OMNIS Titrator です。3S OMNIS Liquid Adapter テクノロジーにより、化学薬品の取り扱いに関してはこれまでにないほどの安全性を誇ります。滴定装置は測定モジュールおよびシリンダーユニットによって自由にコンフィグレーションすることができ、必要に応じてスターラで拡張することも可能です。他の滴定モジュールまたはドージングモジュールによる並行滴定のためのファンクションライセンス「Professional (プロフェッショナル)」を含みます。

- コンピューターまたはローカルネットワークを介した制御
- 他のアプリケーションまたは補助溶液のための他の滴定モジュールまたはドージングモジュールを 4 つまで接続可能
- マグネチックスターラおよび/またはロッドスターラによる拡張が可能
- 様々なシリンダーサイズに対応: 5、10、20、50 mL
- 3S テクノロジーによる OMNIS Liquid Adapter: 化学物質の安全な取り扱い、メーカーのオリジナル試薬データの自動転送

測定モードおよびソフトウェアオプション:

- 終点滴定: ファンクションライセンス「Basic (ベーシック)」
- 終点滴定および当量点滴定 (等量/変動): ファンクションライセンス「Advanced (アドバンス)」
- 5 つの並行滴定を伴う終点滴定および当量点滴定 (等量/変動): ファンクションライセンス「Professional (プロフェッショナル)」



OMNIS

滴定/ドージング用追加ビュレットによって拡張するためのOMNIS滴定装置への接続のためのドージングモジュールです。別個の滴定スタンドとして用いるためのマグネチックスターラもしくはプロペラスターラによって拡張可能です。5、10、20、50 mLのシリンダーユニットが自由に選択可能です。



Pick and Place S

サイズ S の OMNIS Sample Robot Pick&Place を組み立てるためのメインモジュールです。このモジュールにはモジュールキャリアおよびラックキャリアが含まれます。これには既にメインリフトとグリップパーが装備されています。完全動作する Sample Robot に拡充するためには、サンプルラックとグリップパーフィンガーに加えて、Pick&Place モジュールやポンプモジュールなどのワークステーションが必要となります。このコンポーネントの選択は、アプリケーションに合わせて行われます。



Pick and Place

OMNIS Sample Robots Pick&Place のモジュールキャリアへの取り付けのためのモジュール。このワークステーションに、分析用のサンプルビーカーが収容されます。ビルトインのマグネチックスターラーにより、マグネチックスターラーを事前に取り外さなくても、外部でマグネチックスターラー機構上に準備されたサンプルを Sample Robot にて直接分析することができます。分析の合間に、使用されたセンサーはPick&Placeモジュールの保管用ビーカーにて洗浄、または保管されます。



Peristaltik (4)

OMNIS Sample Robots Pick&Place のモジュールキャリアへの取り付けのためのモジュール。このワークステーションには、洗浄ポンプおよび排液ポンプが各々2つずつ装備されています。これは、2つの Pick&Place モジュール内のセンサーを洗浄したり、分析後のサンプルビーカーをラックに戻す前に空にするために使用されます。



dSolvotrode

あらゆる酸/塩基の非水滴定のための OMNIS 用デジタル複合pH 電極。ガラスメンブランは導電性の低い溶液のために最適化されており、フレキシブルなグラウンドジョイントダイアフラムにより、この電極は汚染されたサンプルにも適しています。

電極は、非水性参照内部液（塩化リチウムまたは TEABr）と共に用いることができます。

対応する参照内部液にて保管します。

dTrode は OMNIS Titrator にて使用できます。