

Bestimmung von Carboxyl-endgruppen nach ASTM D7409-15: Potentiometrische Titration

Beschreibung

Die PET Kunststoffprobe wird in einem geeigneten Lösungsmittel bei 80 °C gelöst. Nach Verdünnung mit einem weiteren Lösungsmittel werden die vorliegenden Carboxylendgruppen gegen methanolische KOH titriert. Die Indikation des Endpunktes erfolgt potentiometrisch oder mittels photometrischer Titration unter Verwendung eines Farbindikators. Die vorliegende Applikationsvorschrift beschreibt die potentiometrische Titration.

Geräte

Titратор	TL 7000 oder höher mit WA 10
Elektrode	N 6480 eth
Kabel	L 1 A
Rührer	Magnetrührer TM 235
Laborgeräte	Bechergläser 100 ml
	Uhrgläser
	Magnetrührstab
	Heizplatte

Reagenzien

1	KOH in Methanol 0,005 mol/L
2	Ortho-Kresol
3	Dichlormethan
Alle Reagenzien sollten mindestens analysenrein sein	

Durchführung der Titration

Reinigung der Elektrode

Nach jeder Titration wird die Elektrode in einer Lösungsmittelmischung (20 ml o-Kresol + 40 ml Dichlormethan) für ca. 5 Minuten gereinigt. Im Anschluss wird die Elektrode und Titrierspitze mit Ethanol abgespült. Die Glasmembran der Elektrode wird ein weiteres Mal mit Wasser und anschließend Ethanol abgespült. Nach einer Trocknungszeit von ca. 2 Minuten kann die nächste Titration gestartet werden.

Probenvorbereitung

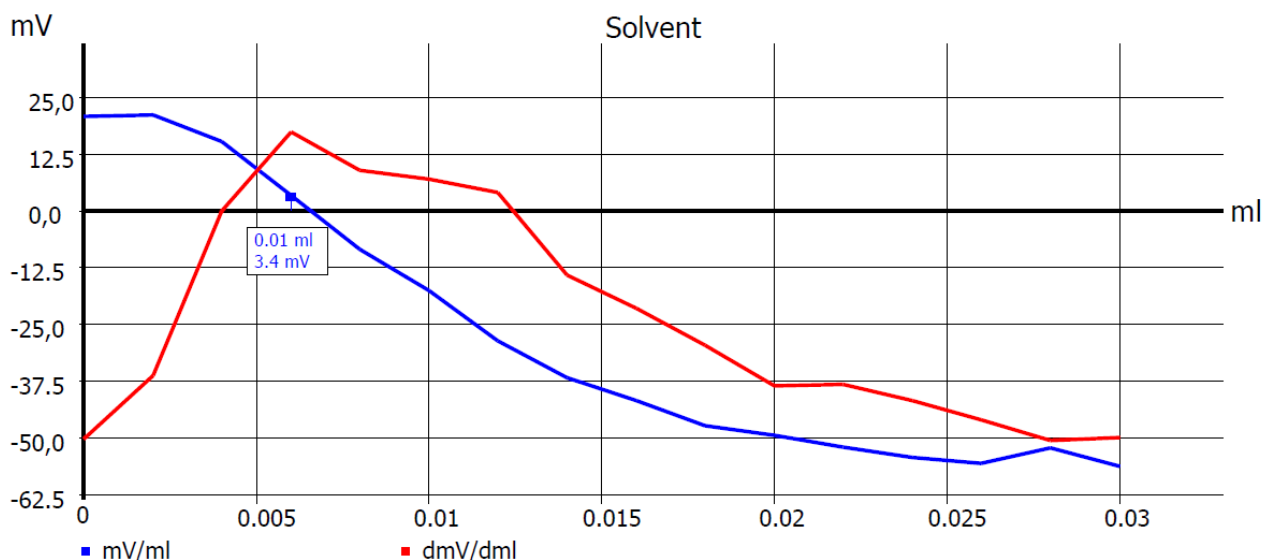
Zur Bestimmung werden ca. 0,25 g der Probe in ein 100 ml Becherglas eingewogen. Zu der Probe werden 15 ml o-Kresol gegeben. Das Becherglas wird mit einem Uhrglas abgedeckt und die Probe unter Rühren auf 80 °C auf der Heizplatte erhitzt. Die Temperatur wird gehalten, bis sich die Probe vollständig gelöst hat.

Sobald sich die Probe gelöst hat werden 60 ml Dichlormethan hinzugegeben und die Mischung für weitere 5 Minuten gerührt. Anschließend wird die Probe mit 0,005 molarer methanolischer KOH durchgeführt.

Eine Blindwertbestimmung wird durchgeführt. Die Durchführung erfolgt wie beschrieben, jedoch ohne Zugabe der Probe.

Titrationsparameter

Blank



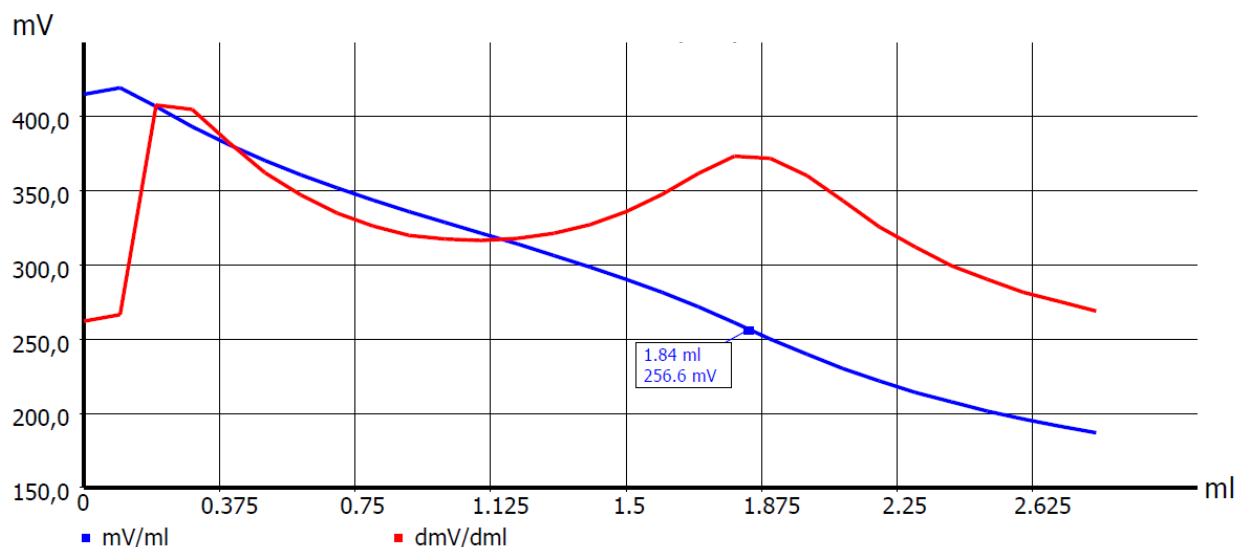
Standardmethode	---		
Methodentyp	Automatische Titration		
Modus	linear		
Messwert	mV		
Messgeschwindigkeit / Drift	Benutzerdefiniert	Feste Wartezeit	35 s
Startwartezeit	0 s		
Lineare Schrittweite	0,002 ml		
Dämpfung	stark	Titrationsrichtung	fallend
Vortitration	Aus	Wartezeit	0 s
Endwert	Aus		
EQ	Aus	Steigungswert	---
Max. Titrationsvolumen	0,1 ml		
Dosiergeschwindigkeit	100%	Füllgeschwindigkeit	30 s

Berechnung:

$$ml = EQ1$$

Das Ergebnis wird im globalen Speicher als z.B. M01 hinterlegt. Eine Dreifachbestimmung des Blindwertes ist empfehlenswert.

Probentitration



Standardmethode	---		
Methodentyp	Automatische Titration		
Modus	linear		
Messwert	mV		
Messgeschwindigkeit / Drift	Benutzerdefiniert	Feste Wartezeit	35 s
Startwartezeit	0 s		
Lineare Schrittweite	0,05 – 0,1 ml		
Dämpfung	stark	Titrationsrichtung	fallend
Vortitration	Aus	Wartezeit	0 s
Endwert	Aus		
EQ	Aus	Steigungswert	---
Max. Titrationsvolumen	3 ml (Abhängig von der Probe)		
Dosiergeschwindigkeit	100%	Füllgeschwindigkeit	30 s

Berechnung:

$$COOH - R [mmol/kg] = \frac{(EQ1 - B) * T * M * F1}{W * F2}$$

B	M01	Verbrauch des Titrationsmittels bei der Blindwertbestimmung
EQ1		Verbrauch des Titrationsmittels am ersten EQ
T	WA	Exakte Konzentration des Titrationsmittels [mol/l]
M	1	Molekulargewicht (Aufgrund der Einheit mmol/kg hier 1)
W	man	Probenmenge [g]
F1	0,1	Umrechnungsfaktor 1
F2	1	Umrechnungsfaktor 2