

Bestimmung der OH-Zahl nach ASTM E 1899

Beschreibung

Polyurethane werden durch eine Polyadditionsreaktion von Diisocyanaten und Di- oder Polyolen hergestellt. Neben der NCO-Zahl, die den Anteil der Isocyanatgruppen beschreibt, ist die Hydroxyl- oder OH-Zahl (OHZ) ein wichtiger Parameter bei der Herstellung von Polyurethanen. Auch bei der Herstellung von Farben, Lacken und Harzen spielt der Gehalt an reaktiven OH-Gruppen eine wichtige Rolle für die Produkteigenschaften.

In dieser Applikationsschrift ist die Bestimmung der OHZ durch Titration mit einer alkoholischen Tetrabutylammoniumhydroxid-Lösung nach der Umsetzung der OH-Gruppen mit p-Toluolsulfonyl-isocyanat (TSI) zu einem sauren Carbamat beschrieben. Dabei wird auf 2 Äquivalenzpunkte titriert, aus der Differenz wird die OH-Zahl berechnet. Mit dieser Methode werden nur primäre und sekundäre OH-Gruppen erfasst. Die Berechnung erfolgt als $\text{mg}_{(\text{KOH})}/\text{g}$.

Geräte

Titration	TL 7000 oder höher
Elektrode	N 6480 eth
Kabel	L 1 A
Rührer	Magnetrührer TM 235 oder ähnliche
Laborgeräte	Becherglas ohne Auslauf 100 ml
	Uhrglas
	Magnetrührstab 30 mm

Reagenzien

1	Tetrabutylammoniumhydroxid 0,1 mol/l in Isopropanol/Methanol
2	p-Toluolsulfonyl-isocyanat (TSI)
3	Acetonitril
4	Destilliertes Wasser
Alle Reagenzien sollten mindestens analysenrein sein	

Durchführung der Titration

Reagenzien

TSI – Reagenz

40,0ml TSI werden in ca. 300 ml Acetonitril gegeben und auf 0,5l aufgefüllt.

Das Reagenz ist empfindlich gegenüber Feuchtigkeit und ist nur etwa 4 Wochen verwendbar.

Reinigung der Elektrode

Die Elektrode wird mit Ethanol oder Aceton gereinigt und anschließend mit Wasser abgespült.

Probenvorbereitung

Die Probe wird in ein 100 ml Becherglas eingewogen und in 10ml Acetonitril gelöst. Um die Löslichkeit der Probe zu verbessern, kann etwas Chloroform oder Toluol zugesetzt werden.

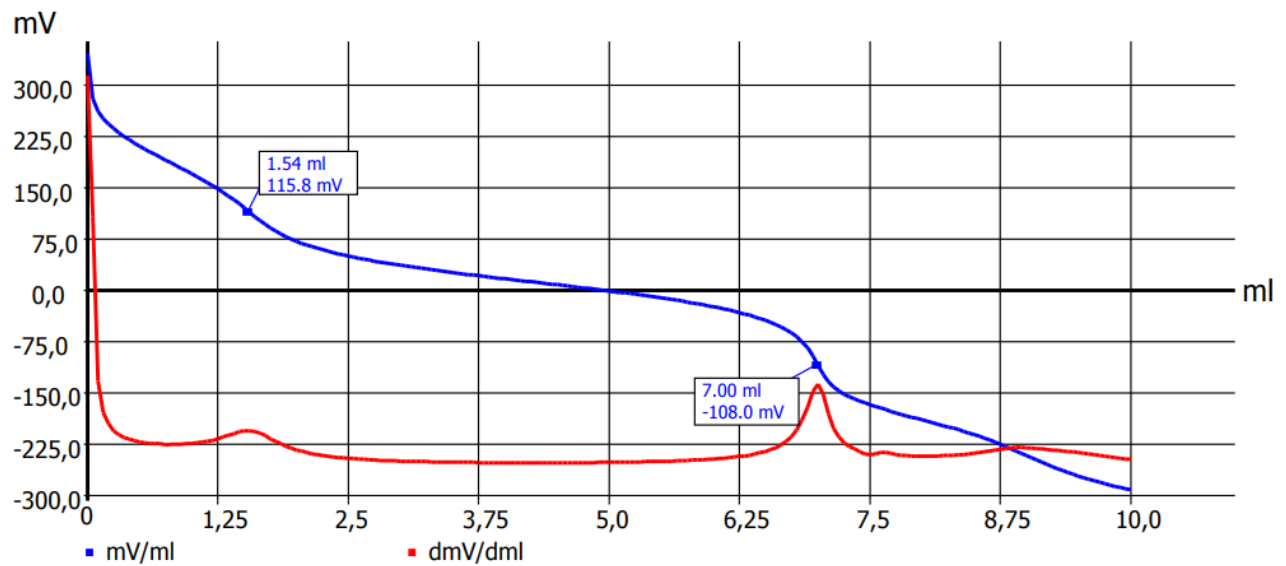
10ml des TSI Reagenz werden zugegeben, das Becherglas mit einem Uhrglas abgedeckt und auf dem Magnetrührer schwach gerührt. Nach 5 min Reaktionszeit werden 0,5 ml Wasser zugesetzt, um überschüssiges TSI zu zerstören.

Nach einer weiteren Minute wird die Lösung mit Acetonitril auf 50-60 ml aufgefüllt und mit TBA-OH 0,1 mol/l auf 2 Äquivalenzpunkte titriert.

Die nötige Probenmenge kann nach dieser Faustformel abgeschätzt werden:

$$W(g) = \frac{40}{\text{erwartete OH} - \text{Zahl}}$$

Titrationsparameter



Standardmethode	--		
Methodentyp	Automatische Titration		
Modus	Linear		
Messwert	mV		
Messgeschwindigkeit / Drift	Benutzerdefiniert	Min. Wartezeit	7 s
		Max. Wartezeit	20 s
		Messzeit	3 s
		Drift	20 mV/min
Startwartezeit	0 s		
lineare Schrittweite	0.05 ml		
Dämpfung	stark	Titrationsrichtung	fallend
Vortitration	aus	Wartezeit	0 s
Endwert	Aus		
EQ	An(2)	Steigungswert	60
Max. Titrationsvolumen	10 ml		
Dosiergeschwindigkeit	100%	Füllgeschwindigkeit	30 s

Berechnung:

$$OHZ [mg/g] = \frac{(EQ2 - EQ1) * T * M * F1}{V * F2}$$

EQ1		Verbrauch des Titrationsmittels am ersten EQ
EQ2		Verbrauch des Titrationsmittels am zweiten EQ
T	WA	Exakte Konzentration des Titrationsmittels [mol/l]
M	56,11	Molekulargewicht von KOH
W	man	Probenmenge [g]
F1	1	Umrechnungsfaktor 1
F2	1	Umrechnungsfaktor 2