

Bestimmung der Hydroxylzahl in Polyester (DIN EN ISO 4629-2)

Beschreibung

Die in dieser Applikationsvorschrift beschriebene Bestimmung basiert auf dem in der Norm DIN EN ISO 4629-2:2016 beschriebenen Verfahren. Dieses kann angewendet werden auf Harze, Bindemittel für Beschichtungsstoffe, primäre Alkohole, Glykole und Fette.

Bei Proben mit einer hohen Säurezahl ist es notwendig, diese bei der Berechnung des Ergebnisses mit zu berücksichtigen. Die Säurezahl kann z.B. nach DIN ISO 2114 bestimmt werden (s. Applikation „Säurezahl in Polyester DIN ISO 2114“). Die Angabe der Ergebnisse erfolgt in mg KOH/g Probe.

Geräte

Titration	TL 7000 oder höher
Wechseleinheiten	WA 50
Elektrode	N 6480 eth (Elektrolyt L 5034)
Kabel	L 1 A
Rührer	Magnetrührer TM 235
Titrationsspitze	TZ 1643
Laborgeräte	100 ml Bechergläser, hohe Form, ohne Ausguss
	Uhrgläser
	Magnetrührstäbchen

Reagenzien

1	KOH in Ethanol, 0,5 mol/L
2	Dest. Wasser
3	N-Methyl-2-Pyrrolidon
4	Essigsäureanhydrid
5	4-(Dimethylamino)-pyridin
6	N-Methyl-2-pyrrolidon
Alle Reagenzien sollten mindestens analysenrein sein	

Durchführung der Titration

Reagenzien

KOH 0,5 mol/L in Ethanol

0,5 mol/L KOH in Ethanol ist als fertige Maßlösung erhältlich.

Die Lösung muss mit einem CO₂-Absorptionsmittel wie Natronkalk vor CO₂ geschützt werden.

Die Titerbestimmung erfolgt wie in der Applikation „Titer KOH“ beschrieben.

Acetylierungsreagenz

500 mL N-Methyl-2-pyrrolidon werden in einen 1000 mL Messkolben vorgelegt, 110 mL Essigsäureanhydrid langsam zugegeben und gemischt. Anschließend wird mit N-Methyl-2-pyrrolidon auf 1000 mL aufgefüllt. Die Aufbewahrung der Lösung erfolgt in Braunglasflaschen.

Katalysatorlösung

25 g 4-(Dimethylamino)pyridin werden in 2,5 L N-Methyl-2-pyrrolidon gelöst. Die Aufbewahrung der Lösung erfolgt in Braunglasflaschen.

Reinigung der Elektrode

Die Elektrode kann mit Wasser oder Alkohol gereinigt werden.

Die Elektrode wird in einer Lösung von 1,5 mol/L LiCl in Ethanol gelagert (oder, falls ein anderer Elektrolyt verwendet wird, in dieser Elektrolytlösung).

Blindwert

Für die Blindwertbestimmung werden 25 ml Katalysatorlösung und 10 ml Acetylierungsreagenz in ein Becherglas gegeben und mit einem Uhrglas abgedeckt. Werden zum Lösen der Probe Lösevermittler zugegeben, müssen diese in gleicher Menge auch für die Blindwertbestimmung zugesetzt werden. Nach 15 Minuten Rühren werden 3 ml dest. Wasser zugeben, das Becherglas wieder abgedeckt und die Lösung für weitere 12 Minuten gerührt. Nach Ablauf der Reaktionszeit wird die Titration auf einen Äquivalenzpunkt gestartet.

Probenvorbereitung

Die Probe wird in ein Becherglas eingewogen. Die Höhe der Einwaage wird an die erwartete Hydroxylzahl angepasst.

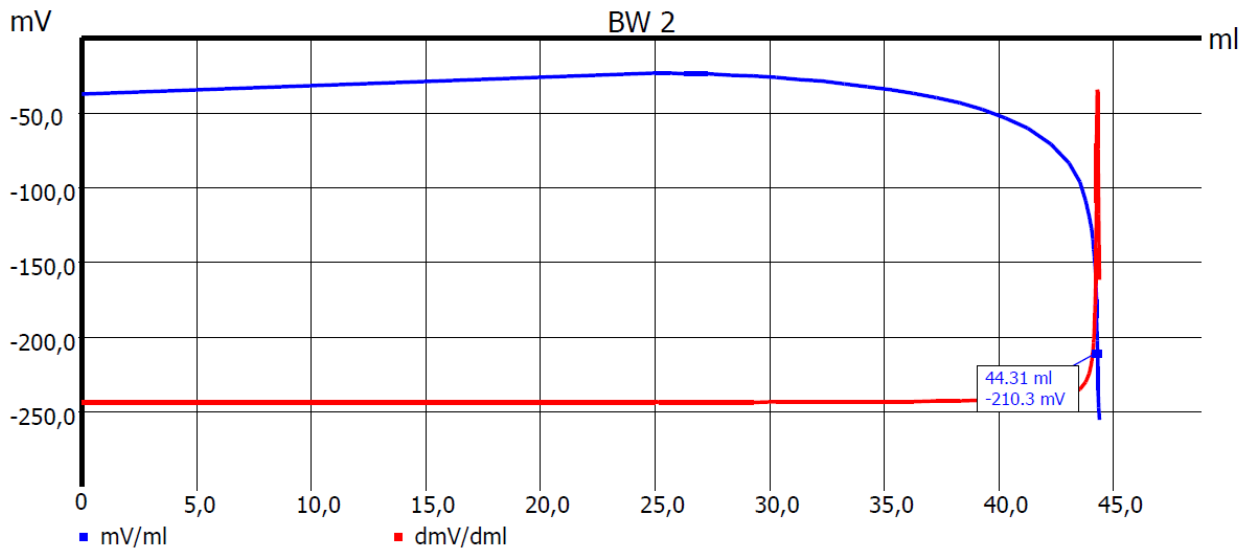
Erwartete Hydroxylzahl	Probeneinwaage [g]
0 – 15	10
15 – 20	6
20 – 25	5
25 – 30	4
30 – 40	3
40 – 50	2,5
50 – 100	2
100 – 200	1,2
200 – 300	0,6
300 – 400	0,4
400 – 500	0,3
500 – 750	0,2
750 – 1000	0,15
>1000	0,1

Zu der Probe werden 25 ml Katalysatorlösung und 10 ml Acetylierungsreagenz gegeben. Das Becherglas

wird mit einem Uhrglas abgedeckt und gerührt. Sollte sich die Probe nicht lösen, können zusätzlich Lösungsvermittler wie Dichlormethan oder Chloroform zugegeben werden. Sobald die Probe gelöst ist, beginnt eine Reaktionszeit von 15 Minuten. Nach der Reaktionszeit werden 3 ml dest. Wasser zugeben, das Becherglas wieder abgedeckt und die Lösung für weitere 12 Minuten gerührt. Nach Ablauf der Reaktionszeit wird die Titration gestartet.

Titrationparameter

Blindwert



Standardmethode	-		
Methodentyp	Automatische Titration		
Modus	Dynamisch		
Messwert	mV		
Messgeschwindigkeit / Drift	Benutzerdefiniert	Min. Wartezeit	3 s
		Max. Wartezeit	15 s
		Messzeit	2 s
		Drift	10 mV/min
Startwartezeit	0 s		
Dynamik	Steil	Max. Schrittweite	-
		Steigung bei max. ml	-
		Min. Schrittweite	-
		Steigung bei min. ml	-
Dämpfung	Mittel	Titrationsrichtung	Fallend
Vortitration	25 mL	Wartezeit	60 s
Endwert	Aus		
EQ	An(1)	Steigungswert	Steil
Max. Titrationsvolumen	50 mL		
Dosiergeschwindigkeit	100%	Füllgeschwindigkeit	30 s

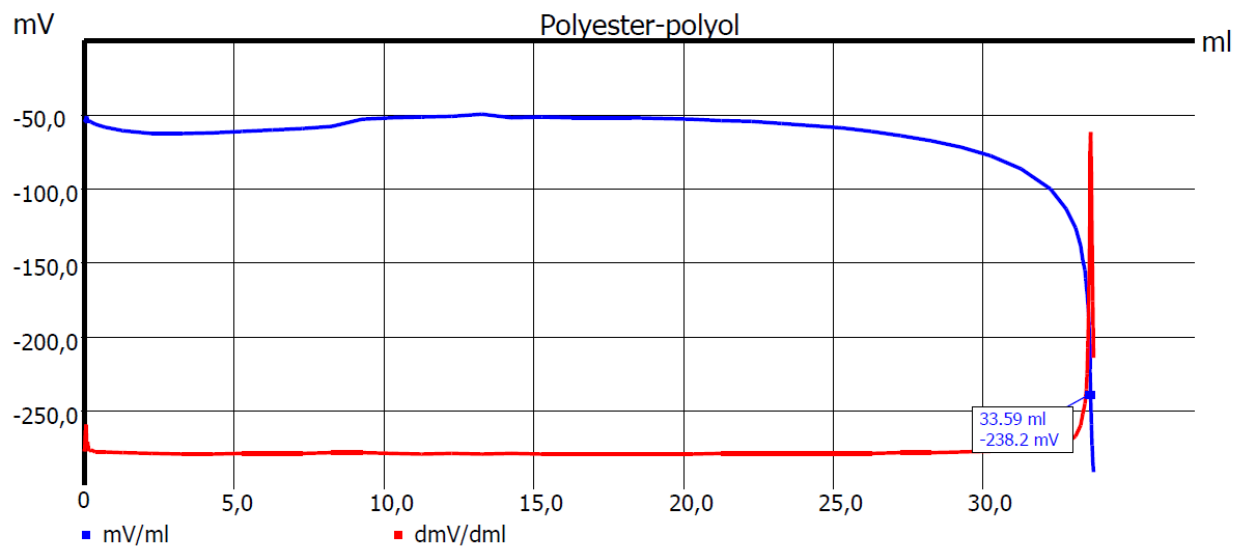
Berechnung:

$$Result\ mL = EQ1$$

EQ1		Verbrauch des Titrationsmittels am ersten EQ
-----	--	--

Die Blindwertbestimmung erfolgt als 3-fach Bestimmung, das Ergebnis wird als globale Variable (z.B. M01) gespeichert.

Probentitration



Standardmethode	-		
Methodentyp	Automatische Titration		
Modus	Dynamisch		
Messwert	mV		
Messgeschwindigkeit / Drift	Benutzerdefiniert	Min. Wartezeit	3 s
		Max. Wartezeit	15 s
		Messzeit	2 s
		Drift	10 mV/min
Startwartezeit	0 s		
Dynamik	Steil	Max. Schrittweite	-
		Steigung bei max. ml	-
		Min. Schrittweite	-
		Steigung bei min. ml	-
Dämpfung	Mittel	Titrationsrichtung	Fallend
Vortitration	Aus	Wartezeit	0 s
Endwert	Aus		
EQ	An(1)	Steigungswert	Steil
Max. Titrationsvolumen	50 mL		
Dosiergeschwindigkeit	100%	Füllgeschwindigkeit	30 s

Berechnung:

$$Result [mg KOH/g] = \frac{(B - EQ1) * T * M * F1}{W * F2} + F3$$

B	M01	Blindwert
EQ1		Verbrauch des Titrationsmittels am ersten EQ
T	WA	Exakte Konzentration des Titrationsmittels
M	56,1	Molekulargewicht
W	Man	Probeneinwaage in g
F1	1	Umrechnungsfaktor
F2	1	Umrechnungsfaktor
F3		Säurezahl in mg KOH/g, z.B. nach DIN ISO 2114

Für F3 kann entweder ein manueller Wert, ein fester Wert oder ein globaler Speicher verwendet werden. Bei Proben mit einer sehr kleinen Säurezahl kann auch mit F3 = 0 gerechnet werden.