

Bestimmung der Hydroxylzahl (DIN EN ISO 4692-2) und Säurezahl (DIN EN ISO 2114)

Beschreibung

Die in dieser Applikationsvorschrift beschriebene Bestimmung basiert auf den in den Normen DIN EN ISO 4629-2:2016 (Hydroxylzahl) und DIN EN ISO 2114:2002-06 (Säurezahl) beschriebenen Verfahren. Dieses kann angewendet werden auf Harze, Bindemittel für Beschichtungsstoffe, primäre Alkohole, Glykole und Fette. Die Angabe der Ergebnisse erfolgt in mg KOH/g Probe.

Geräte

Titration	TL 7000 oder höher
Wechseleinheiten	WA 10 (Säurezahl) und WA 50 (OH-Zahl)
Elektrode	N 6480 eth (Elektrolyt L 5034)
Kabel	L 1 A
Rührer	Magnetrührer TM 235
Titrationsspitze	Längere Version TZ 1643 (2 x) ist hier notwendig
Laborgeräte	150 ml Bechergläser, hohe Form, ohne Ausguss
	Uhrgläser
	Magnetrührstäbchen

Reagenzien

1	KOH in Ethanol, 0,1 mol/L (Titrationsmittel Säurezahl)
2	KOH in Ethanol, 0,5 mol/L (Titrationsmittel Hydroxylzahl)
3	Toluol
4	Ethanol
5	Dest. Wasser
6	N-Methyl-2-Pyrrolidon
7	Essigsäureanhydrid
8	4-(Dimethylamino)-pyridin
9	N-Methyl-2-pyrrolidon
Alle Reagenzien sollten mindestens analysenrein sein	

Durchführung der Titration

Reagenzienherstellung

Säurezahl

Zur Herstellung des Lösungsmittels werden 2 Teile Toluol mit 1 Teil Ethanol gemischt.

Hydroxylzahl

Acetylierungsreagenz

500 ml N-Methyl-2-pyrrolidon werden in einen 1000 ml Messkolben vorgelegt. 110 ml Essigsäureanhydrid werden langsam zugegeben und gemischt. Anschließend wird der Kolben mit N-Methyl-2-pyrrolidon bis zur Marke 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.

Probenvorbereitung

Säurezahl

Die Probe wird in ein 150 ml Becherglas eingewogen (hohe Form, ohne Ausguss). Die Höhe der Einwaage wird an die erwartete Säurezahl angepasst.

Erwartete Säurezahl	Probenmenge [g]
0 – 5	≥16
5 – 10	8
10 – 25	4
25 – 50	2
50 – 100	1
>100	0,7

Zu der eingewogenen Probe werden 50 ml Lösungsmittel gegeben und anschließend gerührt. Sollte die Probe sich nicht lösen, können zusätzlich ca. 25 ml Lösungsvermittler wie Aceton oder Chloroform zugegeben werden. Nach Lösen der Probe kann die Titration gestartet werden.

Hydroxylzahl

Die Probe wird in ein 150 ml 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

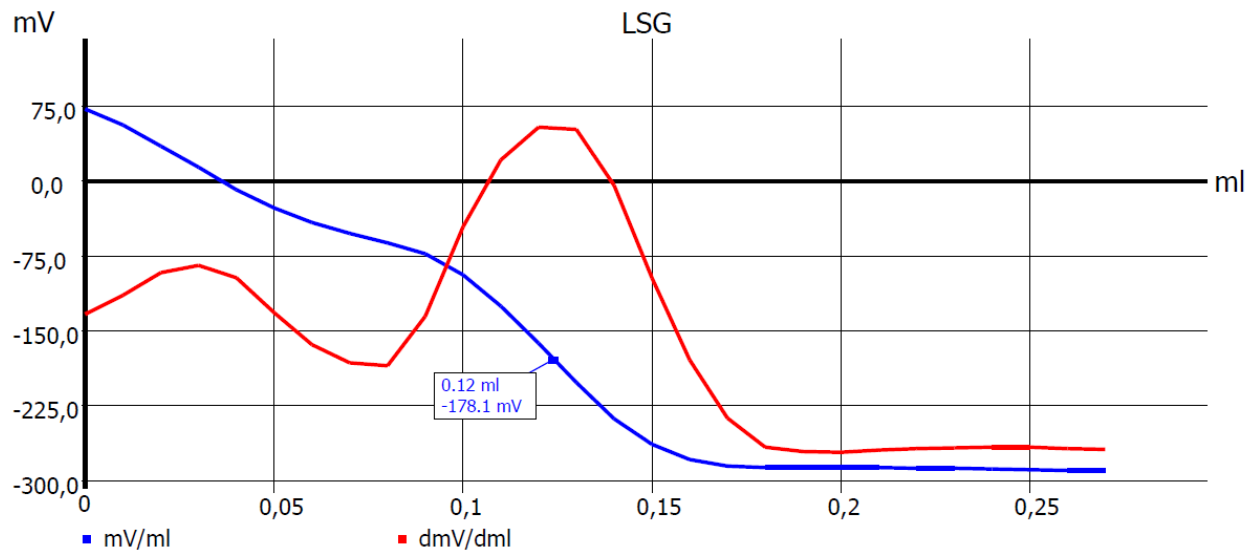
Zu der Probe werden 25 ml Katalysatorlösung und 10 ml Acetylierungsreagenz gegeben. Das Becherglas wird mit einem Uhrglas abgedeckt und gerührt. Sollte sich die Probe nicht lösen, können zusätzlich Lösungsvermittler wie Dichlormethan oder Chloroform zugegeben werden. Sobald die Probe gelöst ist, beginnt eine Reaktionszeit von 15 Minuten. Nach den 15 Minuten 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.

Blindwert

Sowohl die Hydroxylzahl, als auch die Säurezahl erfordert eine Blindwertbestimmung des Lösungsmittels. Die Durchführung erfolgt analog zu der oben beschriebenen Vorgehensweise, jedoch ohne Einwaage der Probe. Eine Doppelbestimmung wird empfohlen (Statistik: 2)

Titrationsparameter

Blindwert Säurezahl



Standardmethode	-		
Methodentyp	Automatische Titration		
Titrimationsmodus	Linear		
Messwert	mV		
Messgeschwindigkeit / Drift	15 s	Min. Wartezeit	-
		Max. Wartezeit	-
		Messzeit	-
		Drift	-
Startwartezeit	10 s		
Lineare Schrittweite	0,01 ml		
Dämpfung	stark	Titrimationsrichtung	fallend
Vortitration	Aus	Wartezeit	0 s
Endwert	Aus		
EQ	Aus	Steigungswert	-
Max. Titrimationsvolumen	0,3 ml		
Dosiergeschwindigkeit	100%	Füllgeschwindigkeit	30 s

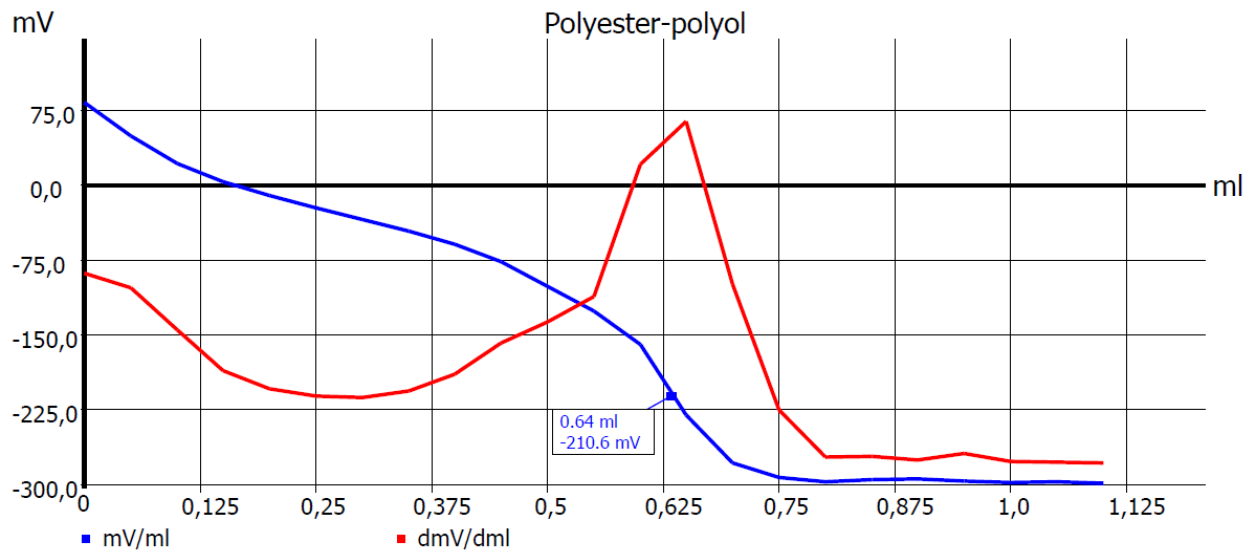
Berechnung:

$$Result\ ml = EQ1$$

EQ1		Verbrauch des Titrimationsmittels am ersten EQ
-----	--	--

Das Ergebnis wird als globale Variable M01 gespeichert

Probentitration Säurezahl



Standardmethode	-		
Methodentyp	Automatische Titration		
Titrimationsmodus	Linear		
Messwert	mV		
Messgeschwindigkeit / Drift	Benutzerdefiniert	Min. Wartezeit	10 s
		Max. Wartezeit	20 s
		Messzeit	6 s
		Drift	5 mV/min
Startwartezeit	10 s		
Lineare Schrittweite	0,04 ml		
Dämpfung	stark	Titrimationsrichtung	fallend
Vortitration	Aus	Wartezeit	0 s
Endwert	Aus		
EQ	Aus	Steigungswert	-
Max. Titrimationsvolumen	3 ml		
Dosiergeschwindigkeit	100%	Füllgeschwindigkeit	30 s

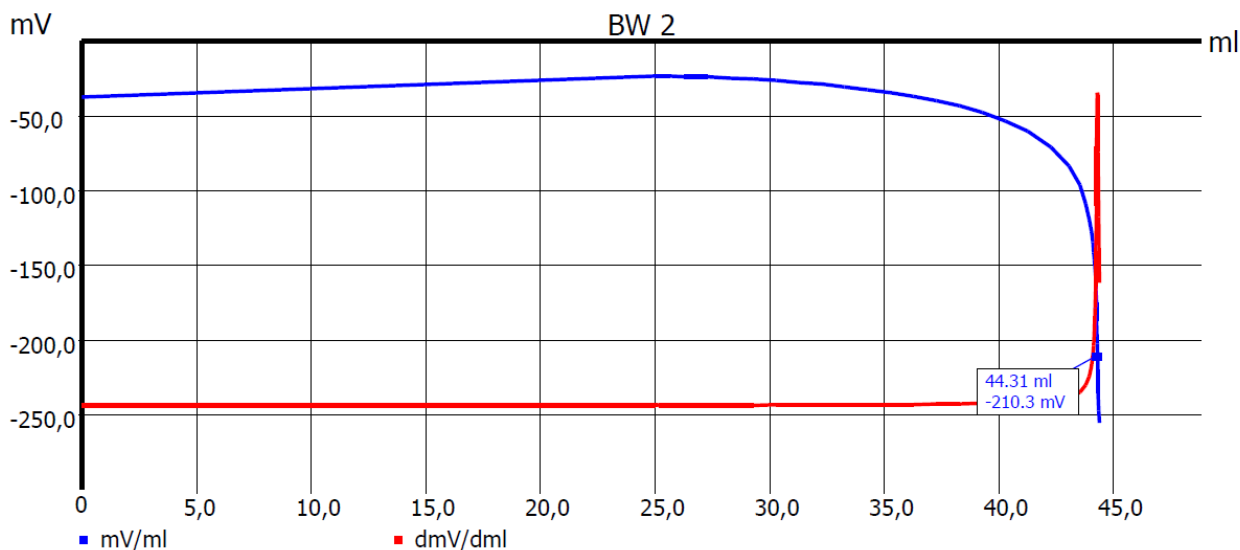
Berechnung:

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

B	M01	Blindwert
EQ1		Verbrauch des Titrimationsmittels am ersten EQ
T	WA	Exakte Konzentration des Titrimationsmittels
M	56,1	Molekulargewicht
W	man	Probeneinwaage in g
F1	0.1	Umrechnungsfaktor 1
F2	1	Umrechnungsfaktor 2

Das Ergebnis wird als globale Variable M02 gespeichert

Blindwert Hydroxylzahl



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	Titationsrichtung	Fallend
Vortitration	25 ml	Wartezeit	60 s
Endwert	Aus		
EQ	An(1)	Steigungswert	Steil
Max. Titrationsvolumen	50 ml		
Dosiergeschwindigkeit	100%	Füllgeschwindigkeit	30 s

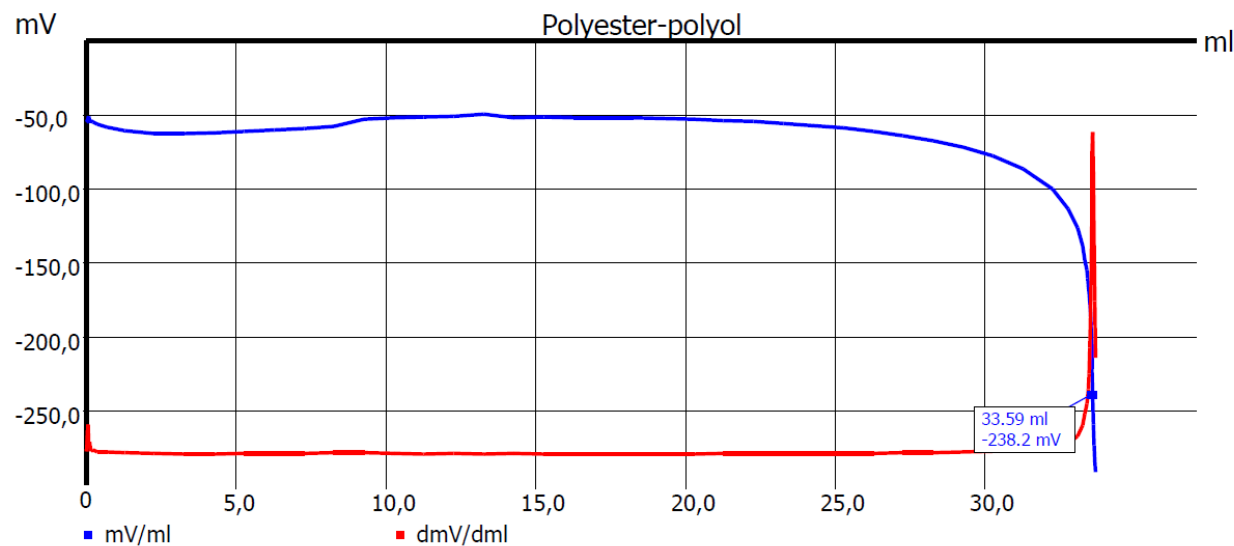
Berechnung:

$Result\ ml = EQ1$

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

Das Ergebnis wird als globale Variable M03 gespeichert

Probentitration Hydroxylzahl



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	Titationsrichtung	Fallend
Vortitration	Aus	Wartezeit	0 s
Endwert	Aus		
EQ	An(1)	Steigungswert	Steil
Max. Titrationsvolumen	50 ml		
Dosiergeschwindigkeit	100%	Füllgeschwindigkeit	30 s

Berechnung:

$$Result [mg KOH/g] = \frac{(B - EQ1) * T * M}{W} + M02$$

B	M03	Blindwert
EQ1		Verbrauch des Titrationsmittels am ersten EQ
T	WA	Exakte Konzentration des Titrationsmittels
M	56,1	Molekulargewicht
W	Man	Probeneinwaage in g
M02		Säurezahl

Xylem Analytics Germany Sales GmbH & Co. KG,
SI Analytics
Erich-Dombrowski-Straße 4 • D-55127 Mainz

Tel+ 49 6131 894-5111
TechInfo.xags@xylem.com
xylemanalytics.com