

Bestimmung der Säurezahl in Polyester (DIN EN ISO 2114)

Beschreibung

Die in dieser Applikationsvorschrift beschriebene Bestimmung basiert auf dem in DIN EN ISO 2114:2002-06 beschriebenen Verfahren. Dieses kann angewendet werden auf Harze, Bindemittel für Beschichtungstoffe, primäre Alkohole, Glykole und Fette. Die Angabe der Ergebnisse erfolgt in mg KOH/g Probe.

Geräte

Titration	TL 7000 oder höher
Wechseleinheiten	WA 10
Elektrode	N 6480 eth (Elektrolyt L 5034)
Kabel	L 1 A
Rührer	Magnetrührer TM 235
Titrationsspitze	TZ 1643
Laborgeräte	100 ml Bechergläser
	Magnetrührstäbchen

Reagenzien

1	KOH in Ethanol 0,1 mol/L
2	Toluol
3	Ethanol
4	Dest. Wasser
Alle Reagenzien sollten mindestens analysenrein sein	

Durchführung der Titration

Reagenzien

KOH 0,1 mol/L in Ethanol

0,1 mol/L KOH in Ethanol ist als fertige Maßlösung erhältlich. KOH in Methanol oder Isopropanol kann ebenfalls verwendet werden.

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

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

Lösemittel

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

Reinigung der Elektrode

Zur Reinigung und Konditionierung der Elektrode sind 3 Schritte erforderlich:

Zuerst wird die Elektrode mit dem Lösungsmittelgemisch oder reinem Toluol gespült, um Rückstände der Probe zu entfernen.

Danach wird die Elektrode für 60s in Wasser konditioniert.

Nach dem Konditionierungsschritt wird die Elektrode mit dem Lösungsmittelgemisch abgespült, um das Wasser zu entfernen.

Die Elektrode wird in einer Lösung von 1,5 mol/L LiCl in Ethanol gelagert. Wird ein anderer Elektrolyt verwendet, wird dieser Elektrolyt auch zur Lagerung verwendet.

Blindwert

Für die Blindwertbestimmung werden 50 mL Lösemittel in ein Becherglas gegeben und mit 0,1 mol/L KOH auf einen Äquivalenzpunkt titriert. Werden zum Lösen der Probe Lösevermittler zugegeben, müssen diese in gleicher Menge auch für die Blindwertbestimmung zugesetzt werden. Der Blindwert sollte kleiner als 0,3 mL sein.

Probenvorbereitung

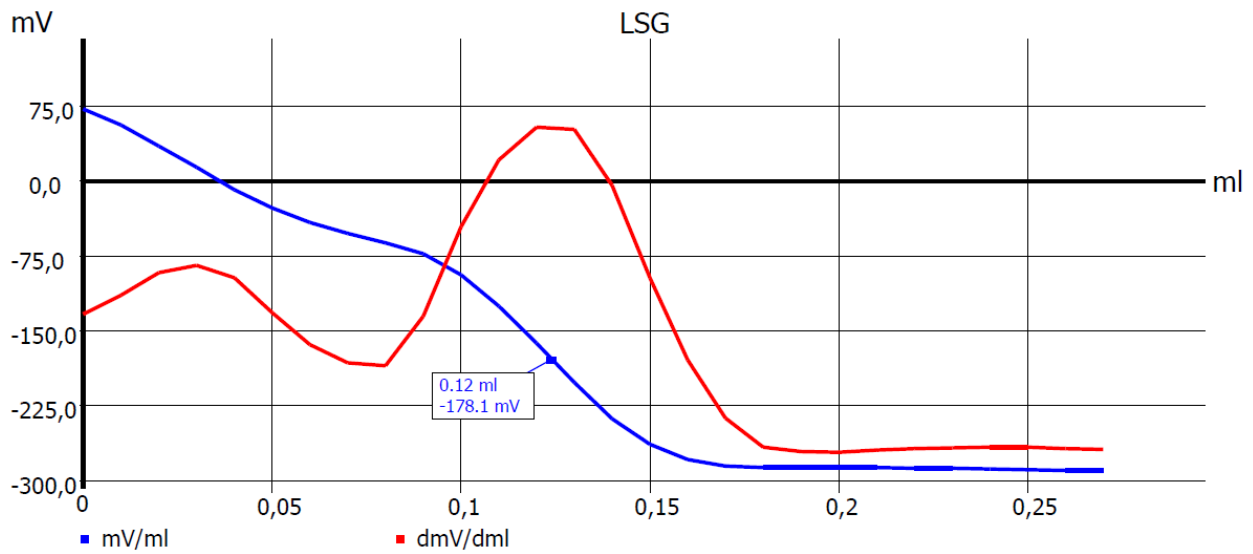
Die Probe wird in ein Becherglas eingewogen. Die Höhe der Einwaage wird an die erwartete Säurezahl angepasst.

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 bis zu 25 mL Lösungsvermittler wie Aceton oder Chloroform zugegeben werden. Nach Lösen der Probe kann die Titration gestartet werden.

Titrationparameter

Blindwert



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

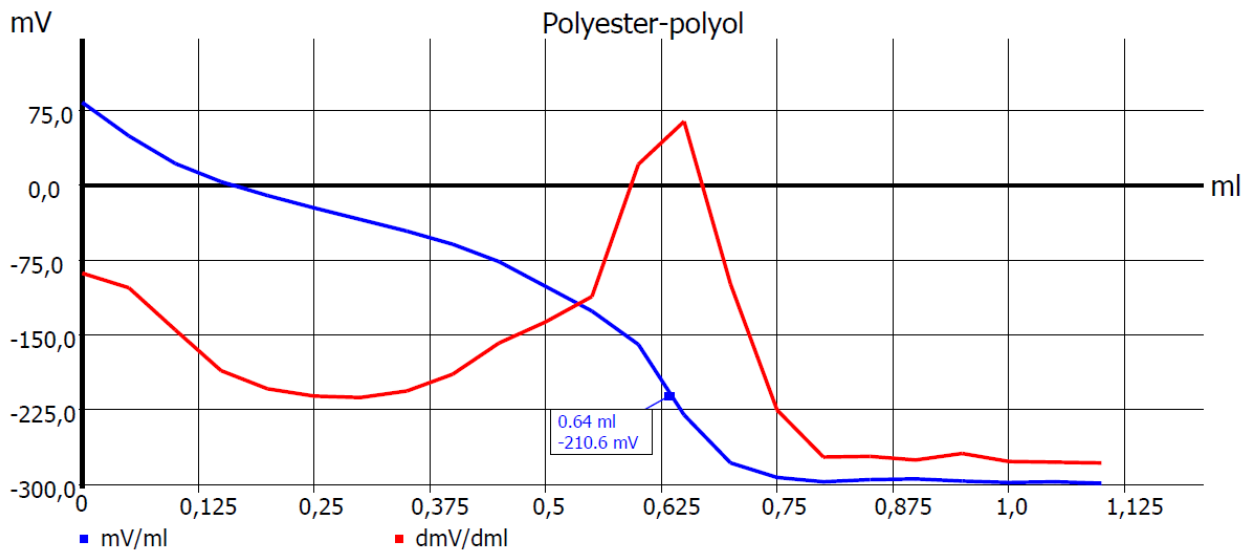
Berechnung:

$$Result\ mL = EQ1$$

EQ1	Verbrauch des Titrationmittels 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		
Titrimodus	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	Titrimodus	fallend
Vortitration	Aus	Wartezeit	0 s
Endwert	Aus		
EQ	Aus	Steigungswert	-
Max. Titrationvolumen	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 Titrimittels am ersten EQ
T	WA	Exakte Konzentration des Titrimittels
M	56,1	Molekulargewicht
W	man	Probeneinwaage in g
F1	0.1	Umrechnungsfaktor 1
F2	1	Umrechnungsfaktor 2

Fragen? Bitte kontaktieren Sie unser Applikationsteam:

Xylem Analytics Germany Sales GmbH & Co. KG, SI Analytics

Hattenbergstraße 10

D-55122 Mainz, Germany

Telefon: + 49 6131 66 5126

Fax: + 49 6131 66 5101

E-Mail: titration@si-analytics.com

SI Analytics
a xylem brand

Xylem Analytics Germany Sales GmbH & Co. KG · Hattenbergstr. 10 · D-55122 Mainz · Germany
Telefon: +49 6131.66. 5111 · E-Mail: Info.si-analytics@Xyleminc.com · **www.si-analytics.com**

Alle Namen sind eingetragene Handelsnamen oder Warenzeichen der Xylem Inc. oder eines seiner Tochterunternehmen. Technische Änderungen vorbehalten.
© 2018 Xylem Analytics Germany Sales GmbH & Co. KG.