

塗料・接着剤

接着剤の塩素イオン

電位差自動滴定装置

Automatic Potentiometric Titrator

沈殿滴定

規格

## 1.概要

本アプリケーションでは、以下の手法で接着剤中の塩素イオン濃度を測定しました。

試料を溶媒に溶解させ塩素イオンを抽出後、一定過量の硝酸銀溶液を添加して塩化銀を沈殿させます。過剰の銀イオンをチオシアン酸カリウム溶液で逆滴定します。終点は滴定曲線上の変曲点とします。

予めブランク測定を行い、ブランク値と試料測定時の滴定量の差から塩素イオン濃度を算出します。

## 2.参考文献

- 1) JIS K 0050-2005 化学分析方法通則
- 2) JIS K 8001-1998 試薬試験方法通則

## 3.測定上の注意点

- 1) 比較電極は、塩素流出による測定誤差を避けるため、硫酸水銀比較電極を用いるか、一般的な塩化銀電極の内部液を1mol/L 硝酸カリウム溶液に置換えたものを使用してください。
- 2) 銀電極の先端は、使用前に専用のポリッシュ用紙で磨いてください。

## 4.分析終了後の処置

すべての測定が終了した後は、「3.測定上の注意点」で記載したとおりに、電極の先端をポリッシュ用紙で磨いてください。

## 5.装置構成

本体 : 電位差自動滴定装置(標準プリアンプリファイア STD-)  
電極 : オプション 複合銀電極 (内部液 1mol/L-硝酸カリウム溶液)

## 6.試薬

滴定液 : 0.02mol/L チオシアン酸カリウム溶液 (f=1.063)  
溶媒 : 2-プロパノール, メタノール, トルエン  
添加薬 : 硝酸, 0.02mol/L 硝酸銀溶液

## 7.分析手順

—前処理—

1) 0.02mol/L硝酸銀溶液 25.0mLを0.02mol/L チオシアン酸カリウム溶液で滴定し、その滴定量からブランク値を求めます。

—測定—

- 1) 試料2.5gを200mLビーカーに採取します。
- 2) 試料を採取したビーカーに、2-プロパノール10mL, メタノール5mLとトルエン25mLを加え、密閉した後、15分間攪拌し試料を溶解します。
- 3) 試料を溶解した溶液を分液漏斗に移し、純水25mLを加えて、1分間振り混ぜて水相に塩素イオンを抽出します。
- 4) 塩素イオンを抽出した溶液を200mLビーカーに移します。
- 5) 3)、4)の操作を2回行います。
- 6) 塩素イオンの抽出液に、硝酸5mLと0.02mol/L 硝酸銀溶液25.0mLを順次加え、試料中の塩素イオンを塩化銀として沈殿させます。
- 7) 0.02mol/L チオシアン酸カリウム溶液にて過剰の銀イオンを逆滴定し、前処理にて求めたブランク値との差から塩素イオン濃度を求めます。

## 8.計算式

塩素イオン濃度(%) = (BL1 - EP1) × TF × C1 × K1 / SIZE

EP1 : 滴定量(mL)  
BL1 : ブランク値(24.774mL)  
TF : 滴定液のファクタ(1.063)  
C1 : 濃度換算係数(0.709mg/mL)  
(0.02mol/L AgNO<sub>3</sub> 1mLに相当する 塩素イオンの量 (mg))  
K1 : 単位換算係数(0.1)  
SIZE : 試料採取量(g)

## 9.測定例

### —測定環境—

室 温 : 27 °C	湿 度 : 69 %	天 気 : 晴れ
-------------	------------	----------

### -滴定パラメータ-

Model : AT-510 Method No. : 01 Titr.mode : Auto Titration Titr.form : EP Stop	
[Titration parameter]	[Result parameter]
Form : EP Stop APB No. : 1 Unit No. : 1 Detector No. : 1 Unit : mV Max.Volume : 40.0mL Wait Time : 7s Direction : Auto	<Calculation> Calc.Type : Sample Conc.1 : Set CO1= (BL1-EP1)*TF*C1*K1/SIZE  Unit : % EP No. : 1 Temp.Comp. : Off
[Control parameter]	<Constant>
End Point No. : 1 End sense : Auto End Point Area : Off Separation : Off Over Titr.Vol. : 0mL Gain : 1 Data samp.Pot. : 4.0mV Data samp.Vol. : 0.5mL Control Speed : Medium	C1(mg/mL) : 0.709 K1 : 0.1  [Titr. constant] Factor : 1.063  [Blank list] Blank1 : 24.774

### -滴定曲線-

*** Result ***  Sample No. : 01-01 Date : 2007/09/03 14:14 Sample ID :  Method No. : 01 <Auto Titration> Method Name :  Titr.Time : 00:04:20  Size : <u>2.5067g</u>  Conc-1 : <u>0.2149%</u>  End point-1 Volume : <u>17.6251mL</u> Potential : 202.0mV  100 [mV] 400 0.000   32.000 [mL]  No. dE dE/dmL St 56 1.67E 2 6.07E 2 3
---

(上記測定パラメータと滴定曲線は AT-510 の場合です)

#### 《Titration:滴定パラメータ》

Form:滴定様式 / APB No.:滴定電動ビュレットの装置番号 / Unit No.:滴定に使用する APB Unit File の番号  
Detector No.:滴定に使用する検出器番号 / Max Volume.:最大滴定量 / Wait Time:滴定前の遅延時間  
Direction.:滴定方向

#### 《Control:制御パラメータ》

End Point No.:終点検出数 / End sense:終点判断方向 / End Point Area:終点の検出範囲機能  
Separation:分離電位機能 / Over Titr.Vol.:滴定過剰量 / Gain:検出信号の感度  
Data samp.Pot.:検出信号をサンプリングする電位変化量 / Data samp.Vol.:検出信号をサンプリングする滴定量  
Control Speed:制御速度モード

#### 《Result:計算結果パラメータ》

Calc.Type:計算式の分類 / Conc.1:計算式 1 の設定(計算式の入力) / Unit:結果の単位  
EP No.:計算を実行する終点番号 / Temp.Comp.:滴定液の温度補償機能 / C1(mg/mL):濃度換算係数  
K1:単位換算係数 / Factor:滴定液ファクタ値 / Blank1:ブランク値

—測定結果—

n	採取量 (g)	滴定量 (mL)	塩素イオン 濃度(%)
1	<u>2.5067</u>	<u>17.6251</u>	<u>0.2149</u>
2	2.5063	17.6350	0.2147
3	2.5067	17.3587	0.2229

塩素イオン濃度の統計計算結果	
平均値	0.2175 %
標準偏差	0.0047 %
相対標準偏差	2.1506 %

\* 上記結果は同一サンプルを3回測定した結果です。

\*       赤のアンダラインのデータは 3/4 ページの測定結果のデータであることを示しています。

## 10.まとめ

接着剤の種類によっては塩素イオン濃度がある一定以下であることが好ましく、そのために塩素イオン濃度の管理が求められています。

本測定では相対標準偏差2.1%と良好な繰返し性が得られました。

電位差自動滴定装置を使用することによって、安定した測定が可能になります。