

塗料, 接着剤

染料中のアミノ基含有率

電位差自動滴定装置

Automatic Potentiometric Titrator

酸化還元滴定

規格

1.概要

本アプリケーションでは染料中の芳香族第一アミンを亜硝酸で滴定しジアゾニウム塩を生成させて定量する方法を示します。試料に濃塩酸を加えた後、これを15℃以下の温度に保ちながら0.1mol/L亜硝酸ナトリウム溶液で当量点まで滴定します。当量点は、滴定曲線上の変曲点とし亜硝酸ナトリウム溶液の滴定量からアミノ基として存在する窒素の含有率を算出します。

2.参考文献

- 1) 「定量分析の実験と計算2 容量分析法」 高木誠司著 共立出版発行

3.測定上の注意点

- 1) 亜硝酸ナトリウムによる滴定は亜硝酸の揮発と分解を防ぐため、試料の温度を15℃以下に保って滴定を行ってください。

4.分析終了後の処置

電極は純水で洗浄した後、次の分析に備えてください。

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 白金電極
 オプション セラミック形比較電極

6.試薬

滴定液 : 0.1mol/L 亜硝酸ナトリウム (f=1.00)
添加試薬 : 純水, 濃塩酸

7.分析手順

—測定—

- 1) 試料を100mLビーカーに採り、濃塩酸10mLを加え溶解させます。
- 2) 純水40mLを加え、循環恒温槽を用いて液温を15℃以下に冷却させます。
- 3) 0.1mol/L 亜硝酸ナトリウム溶液を用いて滴定を行い、染料中のアミノ基含有率を求めます。

8.計算式

アミノ基含有率(%) = (EP1 - BL1) × FA1 × C1 × K1 / SIZE

EP1 : 滴定量(mL)
BL1 : ブランク値(0.00mL)
FA1 : 滴定液のファクタ(1.00)
C1 : 濃度換算値(1.4 mg/mL)
(0.1mol/L NaNO₂ 1mLに相当する窒素(N)の量 (mg))
K1 : 係数(0.1)
SIZE : 試料採取量(g)

9.測定例

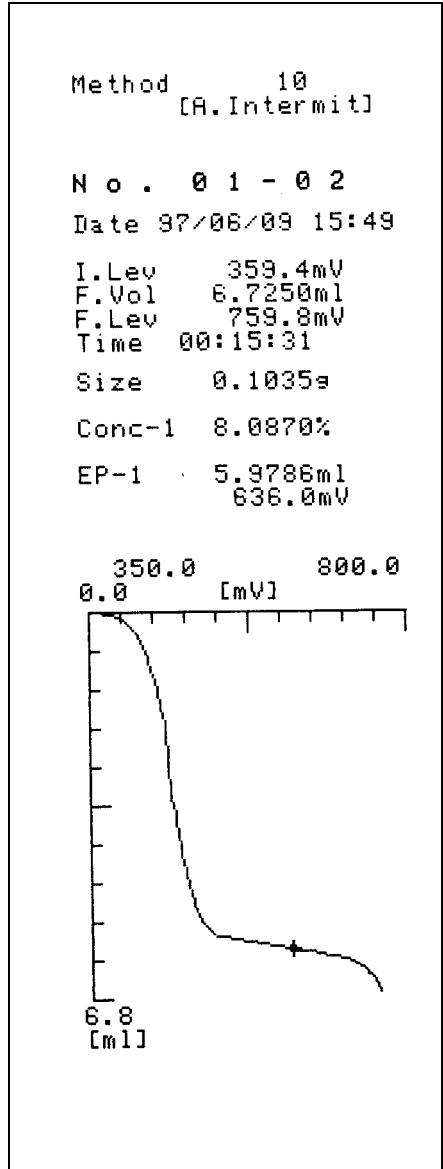
—測定環境—

室温 : 23 °C	湿度 : 59 %	天気 : くもり
------------	-----------	----------

-滴定パラメータ-

Model : AT-400	
Method No. : 10	
Titr.mode : Auto	
Intermit	
Titr.form : EP Stop	
[TITR. PARA]	[CALCU. PARA]
Form : EP Stop	Sample Measurement
Buret No. : 1	Conc1 CalcuNo. 2
Preamp : STD	Conc1 Dim. [%]
Detector No. : 2	Conc1 EP Position 1
Dimension : mV	Data [f(EP2-Blank)]
Max.Vol : 20.0mL	T.Type [Normal]
W.Time : 0s	Data [f(T.Vol)]
Direction : Auto	Local Blank
	Blank 0.00mL
	Common T.Factor
	K1 0.1
	C1 1.4mg/mL
	Temp.Comp. [Off]
[CTRL. PARA]	
End Point No. : 1	
S(dE) : 50	
S(E/mL) : 50	
O.Titr : 0mL	
Gain : 1	
S.Pot : 4.0mV	
Stab. : 0.5mV/s	
Delay Time : 20s	
L.Time : 60s	
M.Unit : 0.5mL	
Separation : Off	
A.Simulation : Off	

-滴定曲線-



(上記測定パラメータと滴定曲線は AT-400 の場合です)

《TITR. PARA:滴定パラメータ》

Form:滴定様式 / Buret No.:滴定に用いるビュレット No. / Detector No.:検出器 No.
Dimension:検出電位の単位 / Max.Vol:最大滴定量 / W.Time:滴定前の待機時間
Direction:滴定方向

《CTRL. PARA:制御パラメータ》

End Point No.:終点検出数 / S(dE):終点判断値(電位差) / S(E/mL):終点判断値(微分差)
O.Titr:滴定過剰量 / Gain:ゲイン / S.Pot:データ採取する電位 / Stab.:安定判断電位
Delay Time:安定判断チェック前の遅延時間 / L.Time:安定判断制限時間
M.Unit:データ採取する滴定量 / Separation:分離電位の設定 / A.Simulation:自動再終点判断

《CALCU. PARA:計算結果パラメータ》

Conc1 CalcuNo.:濃度1の計算式 No. / Conc1 Dim.:濃度1の単位 / Conc1 EP Position:濃度1の終点位置
Data:滴定量計算方法の選択 / T.Type:正滴定, 逆滴定の選択 / Blank:ブランク値
Common T.Factor:ファクタの選択 / K1:係数 / C1(mg/mL):第1終点濃度の濃度換算値
Temp.Comp.:滴定液の温度補正

—測定結果—

n	採取量 (g)	滴定量 (mL)	アミノ基 含有率(%)	アミノ基含有率の統計計算結果	
				平均値	標準偏差
1	0.1075	6.3061	8.2126	8.1900 %	0.0938 %
2	0.1035	5.9786	8.0870	8.1900 %	0.0938 %
3	0.1035	6.1142	8.2704	8.1900 %	1.1449 %

* 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

染料(せんりょう、英語 Dyestuff) とは、溶媒(普通は水である)に溶解させて布や紙などを染色するのに用いられる有色の物質をいいます。溶媒に溶解せず何らかの媒体に分散させて使用されるものは顔料と呼びます。

アンモニア、第一級あるいは第二級アミンから水素を除去した1価の官能基 (-NH₂, -NHR, -NRR') をアミノ基と呼称します。芳香環上のアミノ基は電子対供与基としての性質を示し、冷時亜硝酸を作用するとジアゾニウム塩を生成します。この反応をジアゾ化反応とよび、これを利用する滴定をジアゾ化滴定と呼びます。

本試験では相対標準偏差1.1%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。