

塗料, 接着剤

染料中の塩化物イオン

電位差自動滴定装置

Automatic Potentiometric Titrator

沈殿滴定

規格

1.概要

染料中の塩化物イオンの定量は、電位差滴定法により0.01mol/L 硝酸銀溶液で当量点まで滴定を行います。濃度が微量な場合は塩化ナトリウム溶液を用いた添加法で滴定します。当量点は、滴定曲線上の変曲点です。

硝酸銀溶液の滴定量から塩化物イオン濃度を算出します(添加した塩化ナトリウム溶液の量は、事前に求めた結果を用いて差引きます)。

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
- 2) JIS K 8150-2006 塩化ナトリウム(試薬)
- 3) 日本薬局方 第15局 「塩化ナトリウム」の定量法

3.測定上の注意点

- 1) 硝酸銀溶液で滴定を行う前の溶液が酸性を示さない場合は、硝酸を添加してください。

4.分析終了後の処置

銀電極は、附属のポリッシングペーパー(電極研磨用紙)にて検出部分を磨いてください。

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 銀電極
 オプション 硫酸水銀形比較電極

6.試薬

滴定液 : 0.01mol/L 硝酸銀溶液 (f=1.00)
添加試薬 : 純水, 0.01mol/L 塩化ナトリウム溶液

7.分析手順

—前準備—

- 1) 0.01mol/L 塩化ナトリウム溶液10.0mLに純水50mLを加えます。
- 2) 0.01mol/L 硝酸銀溶液を用いて滴定し、0.01mol/L 塩化ナトリウム溶液10.0mLに対する硝酸銀の滴定量を求めます。
(0.01mol/L NaCl 10mL≒0.01mol/L AgNO₃ 10.790mL)

—測定—

- 1) 試料0.5gを100mLビーカーに秤量します。
- 2) 0.01mol/L 塩化ナトリウム10.0mL、純水50mLを加えます。
- 3) 0.01mol/L 硝酸銀溶液を用いて滴定を行い、染料中の塩素を求めます。

8.計算式

塩化物イオン(ppm) = (EP1 - BL1) × FA1 × C1 × K1 / SIZE

EP1 : 滴定量(mL)

BL1 : ブランク値(10.790mL)

FA1 : 滴定液のファクタ(1.00)

C1 : 濃度換算値(0.355 mg/mL)

(0.01mol/L AgNO₃ 1mLに相当するCl⁻ (mg))

K1 : 係数(1000)

SIZE : 試料採取量(g)

9.測定例

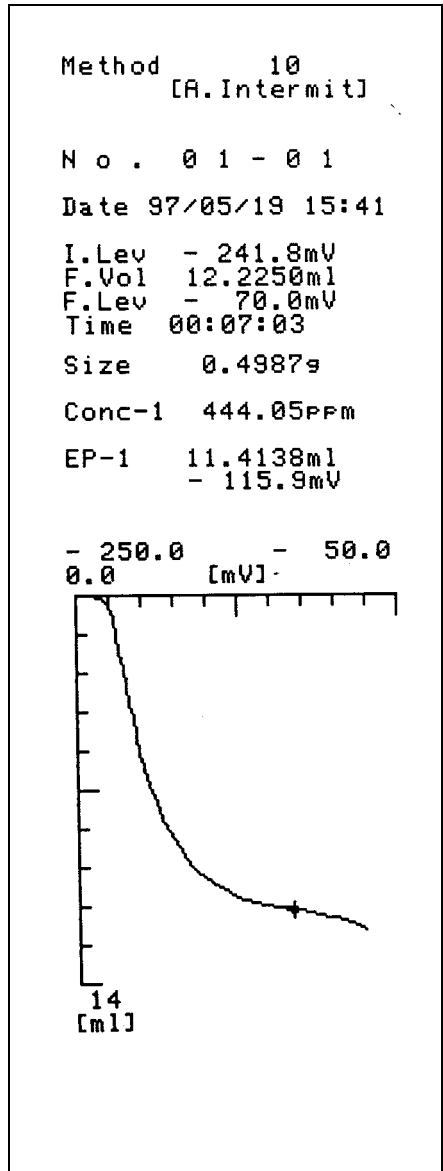
—測定環境—

室温 : 22 °C	湿度 : 44 %	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. [ppm]
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 10.790mL
	Common T.Factor
	K1 1000
	C1 0.355mg/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 : 1s	
L.Time : 30s	
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)	塩化物 (ppm)	塩化物の統計計算結果	
				平均値	440.99 ppm
1	<u>0.4987</u>	<u>11.4138</u>	<u>444.05</u>	標準偏差	5.19 ppm
2	0.4890	11.3892	435.00	相対標準偏差	1.18 %
3	0.5039	11.4201	443.91		

* 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。

今回の測定では相対標準偏差1.2%と良好な繰返し性が得られました。

電位差自動滴定装置の使用により安定した測定が可能になります。