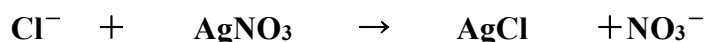


HIRANUMA APPLICATION DATA		滴定データ COMシリーズ	データNo	M10	24/9/9
樹脂、油脂、ゴム 接着材、塗料		エポキシ樹脂中の塩化物イオンの測定			

1. 測定の概要

エポキシ樹脂中に含まれる塩化物イオンを定量した例をご紹介します。

本測定は「JIS K 7243-1 エポキシ樹脂の塩素含有量の求め方 ー 第1部：無機塩素」に準じて行いました。試料をアセトンなどに溶解したのち、銀電極および比較電極を浸漬し、2-プロパノール性硝酸銀標準液によって滴定します。



2. 装置構成および試薬

(1) 装置構成

本体	:	自動滴定装置	COM シリーズ
電極	:	銀電極	AG-312 (非水滴定用)
	:	比較電極	RE-241

※ 比較電極として MS-231 も使用可能ですが、内部極に水銀（塩化第一水銀）を使用しているため、廃棄時等にご注意ください。

(2) 試薬

滴定液	:	0.002 mol/L 2-プロパノール性硝酸銀標準液 0.1mol/L 硝酸銀標準液 10mL をホールピペットで採取し 500mL メスフラスコに入れ、2-プロパノールを標線まで加えて調製
標準物質	:	塩化ナトリウム容量分析用標準物質（硝酸銀標準液の標定に使用）
滴定溶剤	:	アセトン（またはメチルエチルケトン、THF など、樹脂を溶解するもの）
添加液	:	酢酸

3. 測定手順

(1) 2-プロパノール性硝酸銀標準液の力価標定

- ① 500～600℃で乾燥した塩化ナトリウム標準物質 115～120mg を 0.1mg の精度で秤量し、メスフラスコに入れて 1L に希釈調製します。
- ② ①を正確に 5mL 採取し、200mL ビーカーに入れます。
- ③ アセトンを 100mL、酢酸を 2mL 加えます。
- ④ 電極を浸漬し、0.002mol/L2-プロパノール性硝酸銀標準液で滴定を行います。また、同様の操作で空試験を行ってブランクを求めます。

(2) 試料の塩化物イオンの測定

- ① 200 mL ビーカーに試料 10g を 0.1mg の精度で秤量します。
- ② アセトン（または試料を溶解する溶剤）100 mL を加え、攪拌子を入れて攪拌して試料を完全

に溶解します。

- ③ 純水を 2mL、および酢酸を 1mL 加えます。
- ④ 電極を浸漬し、0.002 mol/L 2-プロパノール性硝酸銀標準液で滴定を行います。また、同様の操作で空試験を行ってブランクを求めます。

4. 測定条件例および測定結果

(1) 2-プロパノール性硝酸銀標準液の力価標定

滴定条件例

ブランクの測定

コンディション No.	1	コンスタント No.	1	制御モード No.	17
メソッド	変曲点検出	S : 試料量	0 g	山越タイマ	0 秒
ビュレット No.	1	B : ブランク mL	0 mL	滴加係数	0
アンプ No.	2	M : 滴定液濃度	0 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	mV	F : ファクタ	0	待ち時間	5 秒
スタートタイマ	10 秒	K : 係数 1	0	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	0 mL	L : 係数 2	0	ビュレット速度	2
反応タイマ	0 秒	結果単位	mL	最小滴加量	16
検出開始 mL	0 mL	計算式	D		
検出感度	500	小数点以下桁数	3		
過滴加 mL	0 mL				
最大滴加 mL	1				

力価標定

コンディション No.	2	コンスタント No.	2	制御モード No.	8
メソッド	変曲点検出	S : 試料量 ※1	0.1194 g	山越タイマ	0 秒
ビュレット No.	1	B : ブランク mL	0.01 mL	滴加係数	5
アンプ No.	2	M : 滴定液濃度	0.002 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	mV	F : ファクタ ※2	1.0000	待ち時間	5 秒
スタートタイマ	10 秒	K : 係数 1	58.45	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	0 mL	L : 係数 2 ※3	0.005	ビュレット速度	2
反応タイマ	0 秒	結果単位	Fact	最小滴加量	40
検出開始 mL	0 mL	計算式	$L * S * F * 1000 / (K * M * (D - B))$		
検出感度	500	小数点以下桁数	4		
過滴加 mL	0.2 mL				
最大滴加 mL	20				

※1 S には塩化ナトリウム標準物質の秤量値(g)を入力

※2 F には塩化ナトリウム標準物質の純度の 1/100 を入力 (例 : 100.00% ⇒ 1.0000)

※3 L には採取率 (5mL/1000mL=0.005) を入力

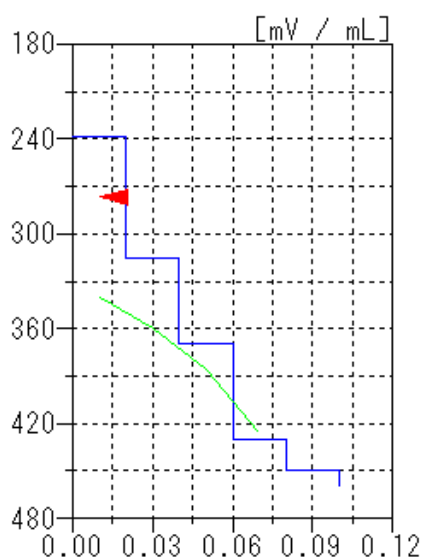
力価標定結果

ブランクの測定

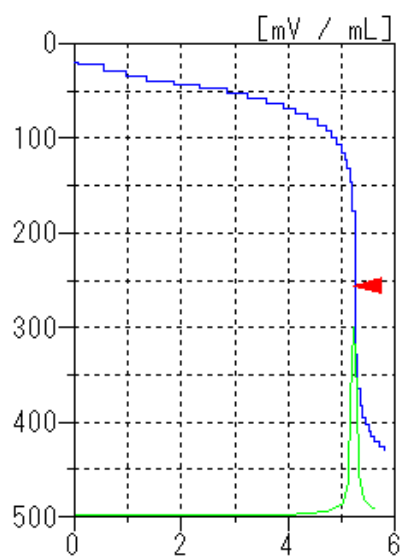
測定回数	試料量 (g)	滴定値 (mL)
1	—	0.010
2	—	0.010
平均値：		0.010 mL

力価標定

測定回数	試料量 (g)	滴定値 (mL)	ファクタ
1	0.1194	5.226	0.9791
2	0.1194	5.220	0.9802
平均値：		0.9797	



ブランクの測定



力価標定

滴定曲線例

(2) 試料の塩化物イオンの測定

滴定条件例

ブランクの測定

コンディション No.	3	コンスタン No.	3	制御モード No.	17
メソッド	変曲点検出	S：試料量	0 g	山越タイマ	0 秒
ビュレット No.	1	B：ブランク mL	0 mL	滴加係数	0
アンプ No.	2	M：滴定液濃度	0 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	mV	F：ファクタ	0	待ち時間	5 秒
スタートタイマ	60 秒	K：係数 1	0	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	0 mL	L：係数 2	0	ビュレット速度	2
反応タイマ	0 秒			最小滴加量	16
検出開始 mL	0 mL				
検出感度	1000	結果単位	mL		
過滴加 mL	0	計算式	D		
最大滴加 mL	1	小数点以下桁数	3		

試料の測定

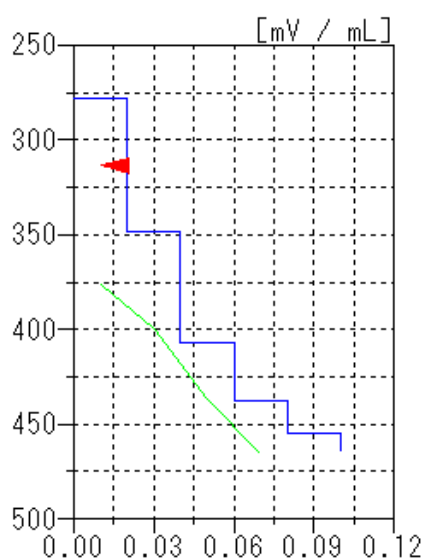
コンディション No.	4	コンスタント No.	4	制御モード No.	20
メソッド	変曲点検出	S：試料量 ※4	9.9800 g	山越タイマ	0 秒
ビュレット No.	1	B：ブランク mL	0.01 mL	滴加係数	0
アンプ No.	2	M：滴定液濃度	0.002 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	mV	F：ファクタ ※5	0.9797	待ち時間	5 秒
スタートタイマ	60 秒	K：係数 1	35.5	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	0 mL	L：係数 2	0	ビュレット速度	2
反応タイマ	0 秒	結果単位	mg/kg	最小滴加量	16
検出開始 mL	0 mL	計算式	$(D-B) * K * F * M * 1000 / S$		
検出感度	1000	小数点以下桁数	4		
過滴加 mL	0 mL				
最大滴加 mL	20				

※4 S には試料の秤量値(g)を入力

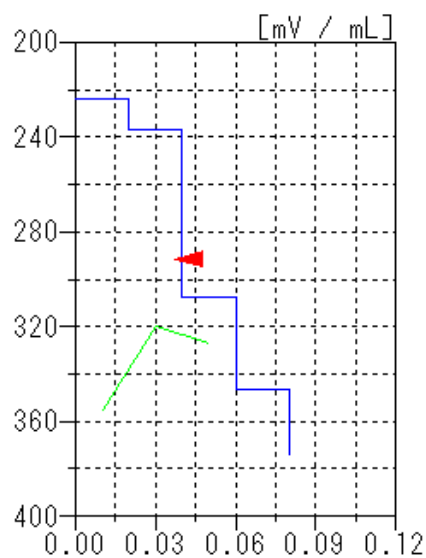
※5 F には前項で求めた力価を入力

測定結果

ブランクの測定			試料の測定			
測定回数	試料量 (g)	滴定値 (mL)	測定回数	試料量 (g)	滴定値 (mL)	塩化物イオン (mg/kg)
1	—	0.010	1	9.9800	0.037	0.1882
2	—	0.010	2	10.0808	0.034	0.1656
平均値： 0.010 mL			平均値： 0.177 mg/kg			



ブランクの測定



試料の測定

滴定曲線例

5. 摘要

(1) 電極について

本滴定は非水滴定のため、銀電極は有機溶剤に耐性のある AG-312 を使用します。

一方、比較電極は RE-241 を使用しました。この電極はダブルジャンクション構造で、内筒に塩化カリウム内部液を、外筒に飽和硝酸カリウム内部液を使用しています。塩化カリウム内部液が試料溶液に直接流出しないため、本測定のような塩化物イオンの測定に適した電極です。

キーワード：エポキシ樹脂、塩化物イオン、沈殿滴定、電位差滴定、硝酸銀、JIS K 7243-1