

アプリケーションノート

ポリオキシエチレン(80)アルキルエーテル(アルキル基:C16-18)の測定

| | | |
|------|---|----------------|
| 関連業種 | : | 化学 |
| 使用装置 | : | 電位差自動滴定装置 |
| 測定手法 | : | 電位差滴定法/イオン会合滴定 |
| 関連規格 | : | - |

1. 概要

エチレンオキシド鎖 $-(CH_2CH_2O)_n-$ を有するポリオキシエチレン付加型非イオン界面活性剤は、バリウムイオンを取り込んで陽イオン錯体を形成します。これを陰イオン性のテトラフェニルホウ酸ナトリウムで滴定することにより、非イオン界面活性剤を測定することができます。非イオン界面活性剤の陽イオン錯体とテトラフェニルホウ酸イオンの反応モル比はエチレンオキシド鎖長に依存するため、一定ではありません。おおよその反応モル比は、エチレンオキシド単位 $-(CH_2CH_2O)_n-$ 、5~6mol に対して、テトラフェニルホウ酸イオン 1mol とされています。そのため、一般的には測定対象物質の純品、または濃度既知の試料を基準として滴定液のファクタ(滴定液 1mL に相当する非イオン性界面活性剤の mg 数)を求めます。

本アプリケーションでは、濃度既知のポリオキシエチレン付加型非イオン界面活性剤を滴定し、滴定液のファクタを求めた例を紹介いたします。なお、試料はポリオキシエチレン(80)アルキルエーテル(アルキル基:C16-18)とし、その調製濃度は 2.1416g/L としました。

2. 測定上の注意点

比較電極内部液には 1mol/L 塩化ナトリウム水溶液を使用して下さい。滴定液はカリウムイオンと反応するため、カリウム塩は内部液には使用できません。

測定開始時は、測定値が安定しない場合があります。このような際は、2~3回測定を繰り返し、これを電極のコンディショニングとしてください。

また、本アプリケーションで使用する検出電極は、水溶液系のみ適用可能であり、有機溶媒中では使用できません。感応部が有機溶媒に弱いからです。

3. 分析終了後の処置

測定終了の度に検出電極の感応部を純水で洗い流し、ペーパーウェス等で拭き取ってください。

4. 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 : 界面活性剤測定用電極 (比較電極内部液: 1mol/L 塩化ナトリウム水溶液)

5. 試薬

- 滴定液 : 0.01mol/L テトラフェニルホウ酸ナトリウム
- 添加試薬 : 1mol/L 塩化バリウム水溶液

6. 分析手順

- 1) 試料10mLを正確にビーカーに採取し、メスシリンダで純水50mLを加える。
- 2) 1mol/L 塩化バリウム水溶液1mLを正確に添加し、0.01mol/Lテトラフェニルホウ酸ナトリウム溶液で滴定する。

7. 計算式

滴定液のファクタ (mg/mL) = $C1 \times K1 \times S / (EP1 - BL1)$

EP1 : 終点までに要した滴定量 (mL)

BL1 : 空試験時の滴定量 (0mL)

C1 : 濃度換算係数 (2.1416g/L)

K1 : 単位換算係数 (1)

S : 試料採取量 (10mL)

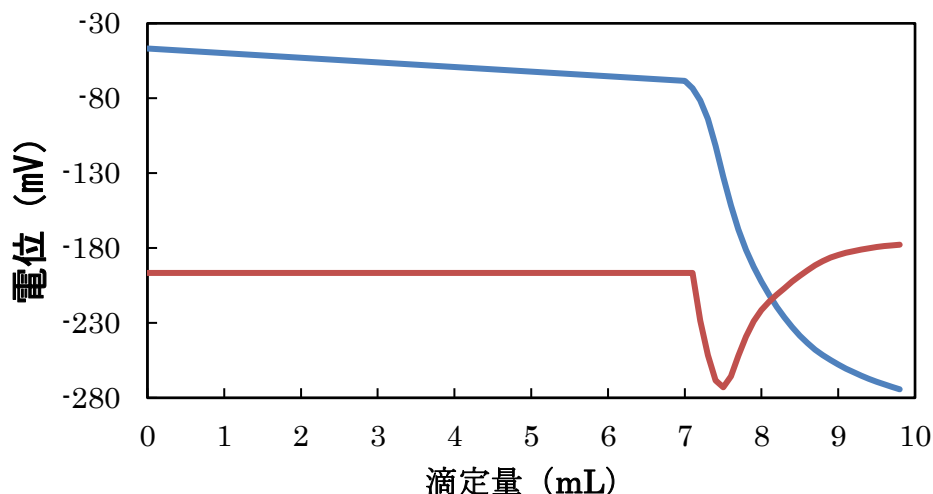
8. 測定例

-滴定パラメータ-

| | | | |
|------------------------|-----------|------------------------|---------|
| <u><滴定モード></u> | : 間欠・連続等速 | <u><制御パラメータ></u> | |
| | | 終点検出数 | : 1 |
| <u><滴定様式></u> | : 自動終点停止 | 終点判断方法 | : 自動 |
| | | ゲイン | : 2 |
| <u><滴定パラメータ></u> | | スターラースピード | : 4 |
| ビュレット No. | : 1 | データ採取条件 | : 設定する |
| 最大滴定量 | : 20 (mL) | データ採取電位 | : 999mV |
| 検出方法 (制御用) | : Ch1, mV | データ採取滴定量 | : 0.1mL |
| 検出方法 (参照用) | : Off | 制御速度モード | : 設定する |
| pH 入力電位 | : 標準 | 間欠時間 | : 10s |
| 滴定の種類 | : チェックしない | 一回の注入量 | : 0.1mL |
| 終点検出方向 | : 自動 | 注入速度 | : 1s/mL |
| 滴定前の待ち時間 | : 60 (s) | その他の制御 | : 標準 |
| 定量注入モード | : しない | | |

(上記測定パラメータおよび滴定曲線は弊社電位差滴定装置の一例です。)

-滴定曲線および測定結果-



測定結果

| 測定回数 | 滴定量(mL) | ファクタ(mg/mL) |
|--------|---------|-------------|
| 1 | 7.4968 | 2.8567 |
| 2 | 7.4783 | 2.8638 |
| 3 | 7.5495 | 2.8367 |
| 4 | 7.5760 | 2.8268 |
| 5 | 7.5192 | 2.8482 |
| AVE | 7.5240 | 2.8464 |
| SD | 0.0394 | 0.0149 |
| RSD(%) | 0.5235 | 0.5230 |

9. まとめ

滴定曲線には明瞭な変曲点が観測され、終点付近では十分な電位変化が得られました。5回の測定における繰り返し性はRSD値で1%未満となり、良好な精度で測定が可能でした。テトラフェニルホウ酸イオン1molにつき反応するエチレンオキシドの物質量は5.0～6.0molとされています。本測定では、この反応比は6.0となり、既報の結果と一致しました。以上より、本電極および電位差滴定装置を用いるポリオキシエチレン(80)アルキルエーテル(アルキル基：C16-18)の測定が可能と考えます。

ただし、実試料の測定の際は共存成分の影響を受けるため、測定可否の検討が必要な場合があります。

10. 参考文献

笠井幸郎ら(1969) POE系非イオン界面活性剤の定量—テトラフェニルホウ素ナトリウム錯塩滴定法—, 工業化学雑誌, 72(4), pp. 912-917.

Milan Sak-Bosnar et al. (2007) Nonionic surfactant-selective electrode and its application for determination in real solutions , Analytica Chimica Acta 581, pp. 355-363

以上