

アプリケーションノート ポリエチレングリコール(AMW:2000)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。ポリエチレングリコールも同様の構造をもつため、この手法で測定することが可能です。ただし、重合度によってテトラフェニルホウ酸イオンとの反応モル比が変化します。そのため、純品もしくは濃度既知のポリエチレングリコールを用いて滴定液のファクタ(滴定液 1mL に相当する試料の mg 数)を求める必要があります。

本アプリケーションでは、濃度既知のポリエチレングリコールを滴定し、滴定液のファクタを求めた例を紹介します。なお、試料はポリエチレングリコール(平均分子量:2000)とし、その調製濃度は 1.9995g/L としました。

2. 測定上の注意点

その日の使用開始時は、測定値が安定しない場合があります。この際は、2～3回測定を行い、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-1)

電極 : 複合界面界面活性剤電極

: (部内部液: 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 (1.9995g/L)

K1 : 単位換算係数 (1)

S : 試料採取量 (10mL)

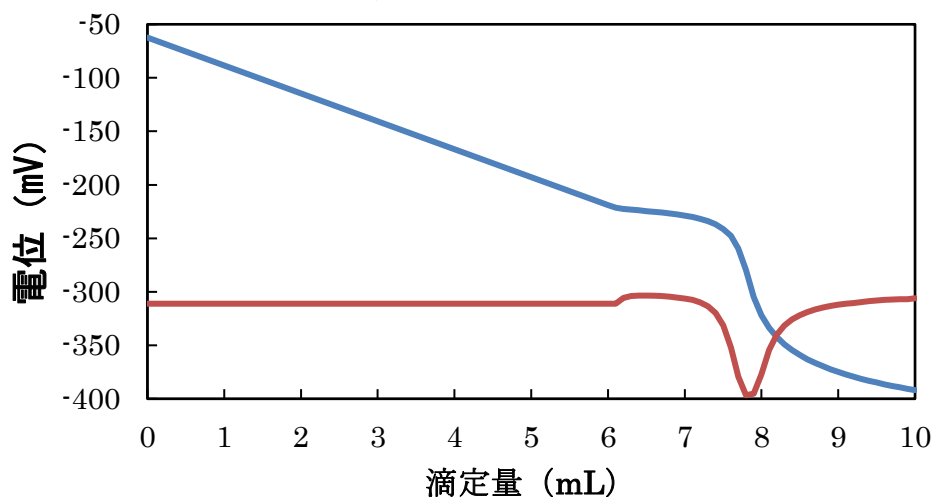
8. 測定例

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

(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	7.8466	2.5482
2	7.8611	2.5435
3	7.8573	2.5448
4	7.8557	2.5453
5	7.8496	2.5473
AVE	7.8541	2.5458
SD	0.0059	0.0019
RSD(%)	0.0749	0.0749

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。テトラフェニルほう酸イオン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。本結果では、この化学量論比は5.7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てポリエチレングリコール(平均分子量：2000)の測定が可能と考えられます。

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。弊社ではお客様の試料をお預かりして測定可否を検討するサービスを行っておりますので、是非ご活用下さい。

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ーテトラフェニルホウ素ナトリウム錯塩ー滴定法ー』、『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