

アプリケーションノート

ラテックス粒子表面のカルボキシ基

関連業種	:	化学
使用装置	:	電位差自動滴定装置
測定手法	:	伝導度滴定法/中和滴定
関連規格	:	

1. 概要

ラテックス表面にカルボキシ基を導入すると、多様な物質への結合性および機械的安定性が向上します。

本アプリケーションでは、ラテックス(エマルジョン)を試料とし、ラテックス粒子表面に結合したカルボキシ基を定量した例を紹介します。測定手法として、伝導度滴定を採用しました。伝導度滴定では、滴定に伴う導電率の変化をモニタします。滴定の進行によって伝導性の高いイオンが減少すると導電率は直線的に減少していき、伝導性の高いイオンが増加すると導電率が直線的に増加していきます。この2直線の屈曲部が当量点となり、これを終点とします。

本試験では、試料溶液に水酸化ナトリウム水溶液を加えてカルボキシ基をナトリウム塩とした後、硫酸水溶液で滴定しました。屈曲部は3か所に観測され、第一終点は過剰の水酸化ナトリウム、第二終点は粒子表面のカルボキシ基、第三終点は溶液に溶解しているカルボン酸の中和にそれぞれ対応します。そのため、第二終点と第一終点の滴定量の差から、ラテックス粒子表面のカルボキシ基を求めることができます。

2. 装置構成

- ・電位差自動滴定装置(電気伝導度滴定用プリアンプリファイアCMT)
- ・導電率セル

3. 試薬

滴定液:0.02mol/L 硫酸水溶液

添加試薬:0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液

4. 分析手順

- 1) 試料をビーカに採取し、精秤します。
- 2) 純水50mLを加えます。
- 3) 0.1mol/L 水酸化ナトリウム水溶液を添加し、pHを10～11に調節します。
- 4) 0.02mol/L 硫酸水溶液で滴定し、滴定曲線の屈曲部を終点とします。

5. 計算式

$$\text{表面カルボキシ基}(\mu\text{mol/g}) = (\text{EP2}-\text{EP1}) \times \text{TF} \times \text{C1} / \text{S} / \text{K1}$$

EP2	・・・第二終点滴定量(mL)
EP1	・・・第一終点滴定量 (mL)
TF	・・・滴定液のファクタ(0.9767)
C1	・・・濃度換算係数(4000)
S	・・・試料採取量(g)
K1	・・・試料中のラテックス濃度(%)

6. 測定例

—滴定装置の設定—

〈滴定モード〉	: 間欠・連続等速	〈制御パラメータ〉	
〈滴定様式〉	: 自動交点検出	終点検出数	: 3
〈滴定パラメータ〉		終点判断方法	: 設定する
		終点回転方向	: 両方向
		終点判断値(角度差)	: 15°
最大滴定量	: 20mL	ゲイン	: 4
検出方法	: ch3, 1000 μ S	データ採取条件	: 設定する
滴定前の待ち時間	: 5s	データ採取電位	: 999.0mV
定量注入モード	: しない	データ採取滴定量	: 0.1mL
		制御速度モード	: 設定する
		間欠時間	: 5s
		1回の注入量	: 0.1mL
		注入速度	: 1s/mL
		その他の制御	: 標準
		スターラスピード	: 3

(上記の設定は一例です。機種によっては設定項目が異なる場合があります。)

—滴定曲線の一例—

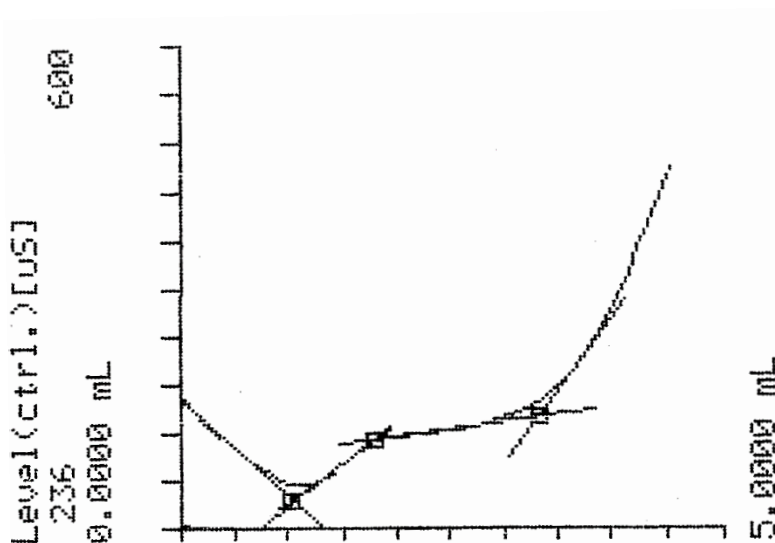


table 1 測定結果(ラテックス濃度 10.3%)

	試料採取(g)	第一終点滴定量 (mL)	第二終点滴定量 (mL)	表面カルボキシ基 (μ mol/g)
1	7.5686	1.3230	2.0900	38.44
2	8.0252	1.2618	2.0766	38.51
3	7.5074	1.0050	1.7569	37.99
平均値	-	-	-	38.31
標準偏差	-	-	-	0.28
RSD(%)	-	-	-	0.73

7. まとめ

繰り返し性はRSD値で1%未満となり、良好な精度が得られました。
 本試験では、終点検出方法として”自動交点検出”を適用しました。これは滴定曲線の屈曲部に2接線を引き、その交点を終点として検出する機能です。
 電位差滴定装置により、ラテックス表面のカルボキシ基の測定が可能です。

8. 参考文献

John Hen, Determination of surface carboxyl groups in styrene/itaconic acid copolymer latexes Journal of colloid and interface science, Vol.49, No.3, Dec.1974