

## アプリケーションノート

# 界面活性剤電極および流動電位検出ユニットを用いる 台所用洗剤中の陰イオン性界面活性剤の測定

関連業種	:	化粧品・石鹸
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

界面活性剤は分子内に疎水性部分と親水性部分を有する化合物です。親水性部分の性状によって、陽イオン性界面活性剤、陰イオン性界面活性剤、両性界面活性剤、非イオン性界面活性剤に分類されます。このうち、陽イオン性界面活性剤はイオン解離後の親水基が正の電荷を持ち、陰イオン性界面活性剤は負の電荷を持ちます。両者は反応して会合体を形成します。これによって電荷を失い、疎水性が増加するため、水に不溶となって沈殿します。電位差滴定では、この性質を利用して、イオン性界面活性剤を直接滴定することができます。

本アプリケーションでは、2種類の検出器(界面活性剤電極および流動電位検出ユニット)を用い、台所用洗剤中に含まれる陰イオン性界面活性剤を測定した例を紹介します。

## 2. 測定上の注意点

界面活性剤電極の感応部は有機溶剤に対する耐性が高くありません。そのため、感応部を有機溶剤で洗浄しないでください。測定終了後は、電極を純水で洗浄し、感応部の水分をペーパーウェス等で拭き取ってください。

流動電位検出ユニットを用いる場合、測定が終わるたびにプローブ部をエタノールに浸漬し、1分間程度ピストンを駆動させて洗浄してください。その後、純水洗浄によってエタノールを完全に除去してから、次の測定を実施してください。

## 3. 分析終了後の処置

界面活性剤電極の場合、スポイト等を用いて内部液を排出後、純水で内部を複数回洗浄してください。可能な限り、内部の純水を排出した後、感応部に付属の保護キャップを取り付け、乾燥状態で保管してください。純水中に浸漬して保管した場合、性能の低下が促進されます。これは、感応膜中の成分が液中へ溶出するためです。

流動電位検出ユニットの場合、プローブ部をエタノールに浸漬し、1分間程度ピストンを駆動させて洗浄してください。純水による洗浄でエタノールを除去し、ペーパーウェス等で拭き取ってください。プローブ部は乾燥状態で保管してください。

## 4. 装置構成

- 電位差自動滴定装置(標準プリアンプリファイアSTD-)
- 複合界面活性剤電極(比較電極内部液:3.3mol/L 塩化カリウム水溶液)
- 流動電位検出ユニット

## 5. 試薬

滴定液:0.004mol/L 塩化ベンゼトニウム溶液  
 (塩化ベンゼトニウム約1.8gを純水に溶解し、全量を1Lとしたもの。)  
 溶媒:純水

## 6. 分析手順

- 1)台所用洗剤2.5gをビーカーに精秤しました。
- 2)純水を加えて溶解し、全量を正確に500mLとしました。
- 3)この溶液5mLを正確にビーカーに採取し、純水を100mL加えました。
- 4)0.004mol/L塩化ベンゼトニウム溶液で滴定し、滴定曲線の変曲点を終点としました。

## 7. 計算式

界面活性剤電極での測定結果 (%) =  $EP1 \times TF \times C1 \times K1 / (S/R)$

流動電位検出ユニットによる測定結果(%) =  $EP2 \times TF \times C1 \times K1 / (S/R)$

EP1	・・・第一終点までに要した滴定量(mL)
EP2	・・・第二終点までに要した滴定量(mL)
TF	・・・滴定液のファクタ(0.9819)※
C1	・・・滴定液 1mL に相当する陰イオン性界面活性剤の mg 数(1.496)
K1	・・・単位換算係数(0.1)
S	・・・試料採取量(g)
R	・・・純度・希釈係数(100)

※滴定液を調製する際の塩化ベンゼトニウムの質量および純度よりファクタを求めました。

## 8. 測定例

— 滴定装置の設定 —

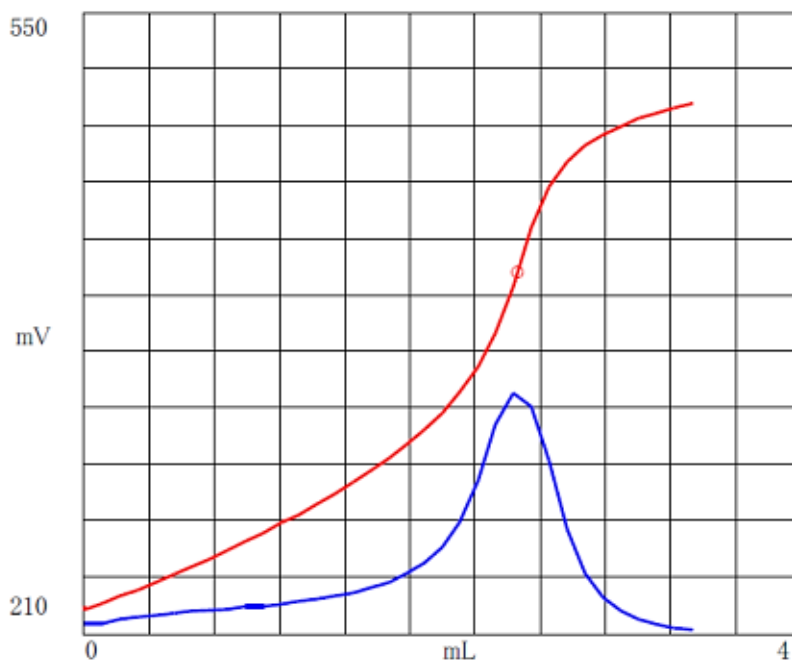
※界面活性剤電極を適用した場合の設定

〈滴定モード〉	: 間欠・連続等速	〈制御パラメータ〉	
〈滴定様式〉	: 自動終点停止	終点検出数	: 1
〈滴定パラメータ〉		終点判断方法	: 標準
最大滴定量	: 20mL	ゲイン	: 1
検出方法	: ch1, mV	データ採取条件	: 設定する
滴定前の待ち時間	: 10s	データ採取電位	: 999mV
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	: 7s
		一回の注入量	: 0.1mL
		注入速度	: 1s/mL
		その他の制御	: 標準
		スターラスピード	: 4

(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 —

※界面活性剤電極を適用した場合の滴定曲線



## —滴定装置の設定—

## ※流動電位検出ユニットを適用した場合の設定

〈滴定モード〉	: 間欠・連続等速	〈制御パラメータ〉	
〈滴定様式〉	: 自動終点停止	終点検出数	: 2
〈滴定パラメータ〉		終点判断方法	: 標準
最大滴定量	: 20mL	ゲイン	: 1
検出方法	: ch2, mV	データ採取条件	: 設定する
滴定前の待ち時間	: 30s	データ採取電位	: 999mV
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	: 7s
		一回の注入量	: 0.1mL
		注入速度	: 1s/mL
【PCD-500 の設定】		その他の制御	: 標準
ピストンスピード	: 7	スターラスピード	: 4
スターラスピード	: 4		

(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—

## ※流動電位検出ユニットを適用した場合の滴定曲線

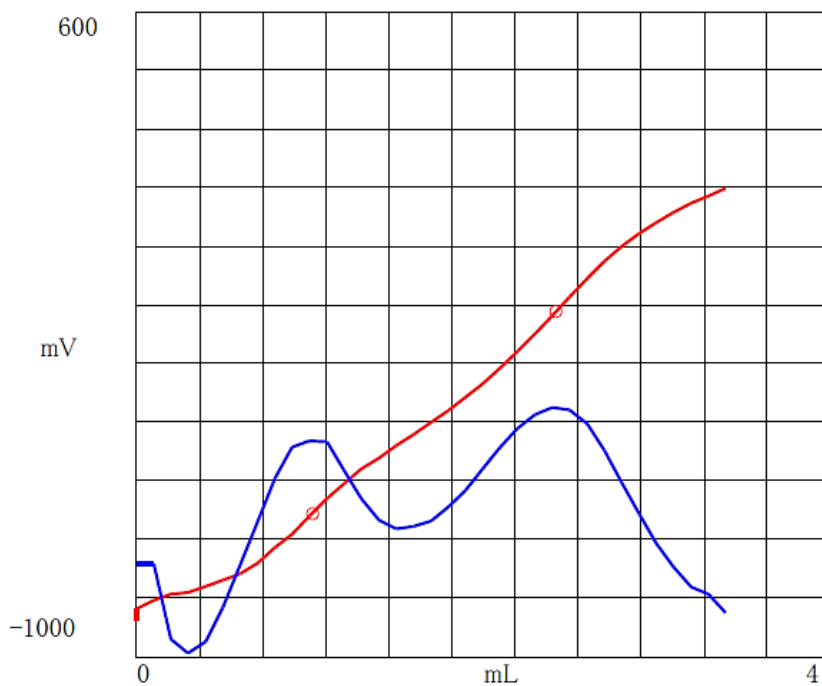


Table1 台所用洗剤中の陰イオン性界面活性剤の測定結果

	界面活性剤電極			流動電位検出ユニット		
	採取量(g)	滴定量(mL)	濃度(%)	採取量(g)	滴定量(mL)	濃度(%)
1	2.5397	2.4231	14.01	2.5397	2.4209	14.00
2	2.5397	2.4361	14.09	2.5397	2.3877	13.81
3	2.5397	2.4418	14.12	2.5397	2.3763	13.74
平均	-	2.4337	14.08	-	2.3950	13.85
標準偏差	-	0.0096	0.06	-	0.0232	0.13
RSD(%)	-	0.3938	0.39	-	0.9675	0.97

## 9. まとめ

台所用洗剤に含まれる陰イオン性界面活性剤の濃度を、2つの検出器(界面活性剤電極、流動電位検出ユニット)を用いて測定しました。滴定に伴う電位変化は、両検出器で異なる挙動を示しました。界面活性剤電極の場合は滴定曲線に一か所の変曲点が現れたのに対し、流動電位検出ユニットでは二か所の変曲点が現れました。流動電位検出ユニットにおいては、二か所目の変曲点を終点として濃度を算出しました。このような相違は、両検出器の検出原理の違いによるものと考えられます。

両検出器ともに、測定結果のRSD値は1%未満となり、良好な精度が得られました。また、両検出器における測定値に大きな差異は見られませんでした。

両検出器の特徴を次に説明します。界面活性剤電極は流動電位検出ユニットよりも安価ですが、一般的な寿命は3~6か月程度です。流動電位検出ユニットは界面活性剤電極よりも高価ですが、プローブ部は化学的に安定であり、本体部の電氣的・機械的な故障がない限り、継続して使用可能です。ただし、界面活性剤の構造等により、測定できる試料に制限があります。

手分析で界面活性剤を測定するには、有害なクロロホルムを用いる必要があります。また、分相滴定であるために操作が煩雑であるというデメリットがあります。自動滴定では、クロロホルムを用いる必要はなく、試料を直接滴定できるため、簡易的かつ迅速に測定を行うことができます。