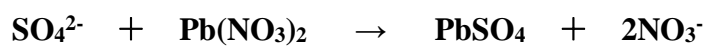


HIRANUMA APPLICATION DATA	滴定データ COMシリーズ	データNo	C6	18/1/26
洗剤・入浴剤 化粧品	入浴剤中の硫酸ナトリウムの定量			

1. 測定の概要

硫酸イオンの滴定は、鉛イオン電極を用いた沈殿滴定により測定を行うことが可能です。硫酸イオンに硝酸鉛を加えると硫酸鉛が生成されます。鉛イオン電極は被滴定液中の硫酸イオン濃度に応じて電位が変化し、鉛イオンとの当量に達したときに最大の電位変化を示します。この変曲点までに要した滴定値から、硫酸イオンの濃度を求めます。



本稿では、鉛イオン電極を使用し、入浴剤中の硫酸ナトリウムを測定した事例を紹介します。

2. 装置構成および試薬

(1) 装置構成

本体：	平沼自動滴定装置	COM シリーズ
電極：	鉛イオン電極	PBi-081
：	ガラス-比較複合電極	GR-501B

(2) 試薬

- 滴定液： 0.01mol/L 硝酸鉛標準液
硝酸鉛(II)1.6560g を採取し、500mL に調製した。
- 標定液： 0.01mol/L 硫酸標準液 10mL
- 滴定溶媒： メタノール(4+1) 50mL
メタノール 400mL に、純水 100mL を加えて調製した。
- 添加液： 硝酸(1+9) 適量
硝酸 10mL を純水で 100mL に調製した。

3. 測定手順

(1) 0.01mol/L 硝酸鉛標準液の標定

- ① 100mL ビーカーに 0.01mol/L 硫酸標準液をホールピペットで 10mL 採取します。
- ② ビーカーに攪拌子およびメタノール(4+1)50mL を加えます。
- ③ 電極を浸漬し、0.01mol/L 硝酸鉛溶液で滴定を行います。

※装置のオプション構成によっては、測定できない場合があります。

(2) 入浴剤中の硫酸ナトリウムの測定

- ① 入浴剤約 0.4g を 0.1mg の値まで精秤し、200mL メスフラスコに入れ、純水を標線まで加え、よく振り混ぜます。
- ② 100mL ビーカーに①の試料をホールピペットで 5mL 採取します。
(実試料量は秤量値の 1/40 となります。)
- ③ ビーカーに攪拌子およびメタノール(4+1)50mL を加えます。
- ④ 電極を浸漬し、GR-501B で pH を読み取りながら、硝酸(1+9)をスポイトで数滴加え、約 pH4 に調整し、0.01mol/L 硝酸鉛溶液で滴定を行います。

4. 測定条件例および測定結果

滴定条件例

(1) 0.01mol/L 硝酸鉛標準液の標定

コンディション No.	1	コンスタント No.	1	制御モード No.	8
メソッド	変曲点検出	S:試料量	10 mL	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	5
アンプ No.	2	M:滴定液濃度	0.01 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	mV	F:ファクタ	0.997	待ち時間	5 秒
スタートタイマ	0 秒	K:係数 1	0	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	8 mL	L:係数 2	0	ビュレット速度	2
反応タイマ	10 秒	結果単位	Fact1	最小滴加量	40
検出開始 mL	0 mL	計算式	S/(D-B)*F		
検出感度	50	小数点以下桁数	3		
過滴加 mL	0.30 mL	滴定液名	0.01mol/L 硝酸鉛		
最大滴加 mL	20 mL	電極名			
		自動入力先パラメータ	無し		

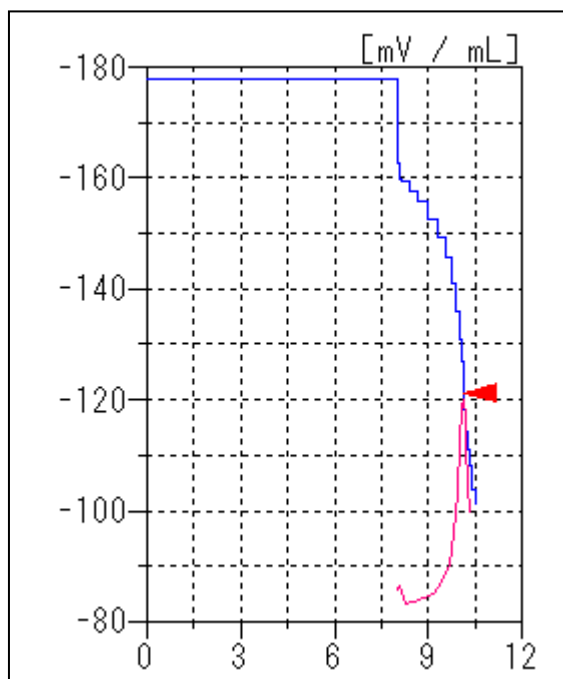
(2) 硝酸鉛による硫酸ナトリウムの滴定

コンディション No.	1	コンスタント No.	1	制御モード No.	8
メソッド	変曲点検出	S:試料量	0.01 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	5
アンプ No.	2	M:滴定液濃度	0.01 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	mV	F:ファクタ	0.9849	待ち時間	5 秒
スタートタイマ	0 秒	K:係数 1	142.04	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	%	最小滴加量	40
検出開始 mL	0 mL	計算式	(D-B)*K*F*M/(S*10)		
検出感度	50	小数点以下桁数	3		
過滴加 mL	0.30 mL	滴定液名	0.01mol/L 硝酸鉛		
最大滴加 mL	20 mL	電極名			
		自動入力先パラメータ	無し		

※装置のオプション構成によっては、測定できない場合があります。

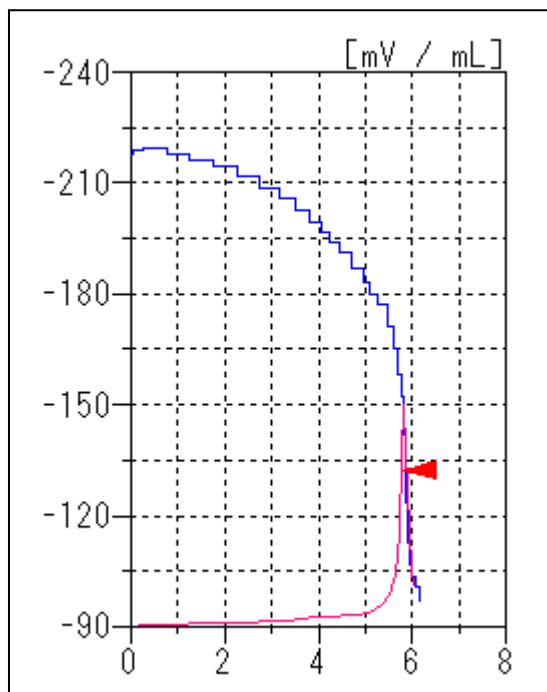
測定結果

(1) 0.01mol/L 硝酸鉛標準液の標定



測定回数	試料量(mL)	滴定値(mL)	ファクタ
1	10	10.118	0.9854
2		10.129	0.9843
平均値			0.9849

(2) 硝酸鉛による硫酸ナトリウムの滴定



測定回数	実試料量(g)	滴定値(mL)	濃度(%)
1	0.0100	5.826	81.503
2		5.832	81.587
3		5.867	82.077
4		5.841	81.713
5		5.834	81.615
統計計算		平均値 :	81.70%
		標準偏差 :	0.22%
		変動係数 :	0.27%

滴定曲線例

※装置のオプション構成によっては、測定できない場合があります。

5. 摘要

- ① 沈殿滴定においては、生成した沈殿物が電極に付着し、電極の感度が低下する場合があります。その際は、目の細かい紙やすり（#800 番以上）を用いて鉛イオン電極の表面を研磨することで、電極のコンディションを改善することができます。
- ② 本測定では、試料に含まれる共存物の影響で、鉛イオン電極の応答性が著しく低下し、測定不能になる場合があります。めっき液など複数の成分が混在している試料においては、本測定を適用できない場合があります。
- ③ 硫酸ナトリウムと硫酸マグネシウムが混合されている場合は含量となります。硫酸マグネシウムはマグネシウムイオンを、光度滴定を行うことによって定量が可能です。硫酸マグネシウム成分を本法の測定値から減算することによって、硫酸ナトリウム濃度を求めることができます。

キーワード：硫酸イオン、沈殿滴定、鉛イオン電極、入浴剤