

洗剤・入浴剤
化粧品

塩化ベンゼトニウム標準液の標定

1. 測定の概要

陰イオン界面活性剤（アニオン）の定量法は、逆の電荷を持つ陽イオン界面活性剤（カチオン）を滴定用の標準液として測定します。アニオンとカチオンの反応によって、電荷的に中性となった点が終点となります。カチオンの標準液としては塩化ベンゼトニウムが使用されます。

本稿は、塩化ベンゼトニウム標準液の標定方法について紹介します。標定にはアニオンであるドデシル硫酸ナトリウム（別名；ラウリル硫酸ナトリウム）を使用します。まずドデシル硫酸ナトリウムに硫酸を加えて加熱還流したのち、水酸化ナトリウム標準液による中和滴定によって純度を求めます。次に純度を求めたドデシル硫酸ナトリウムを用いて標準液を調製し、塩化ベンゼトニウム標準液を標定します。なお、本手順は「JIS K 3362 家庭用合成洗剤試験方法」を参考にしました。

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	：	ガラス比較複合電極	GR-525B	（ドデシル硫酸ナトリウムの純度測定に使用）
		界面活性剤電極	SU-091	}（塩化ベンゼトニウムの標定に使用）
		比較電極	RE-201	

(2) 試薬

滴定液	：	0.004mol/L 塩化ベンゼトニウム標準液 市販の塩化ベンゼトニウム（化学式： $C_{27}H_{42}NO_2Cl$ 、分子量：448.08）0.896g を純水に溶解してメスフラスコで 500mL に調製します。
標準液	：	0.004mol/L ドデシル硫酸ナトリウム標準液 市販のドデシル硫酸ナトリウム（化学式： $CH_3(CH_2)_{10}CH_2OSO_3Na$ 、分子量： 288.38）1.154g を 0.1mg まで正しく量り採り、純水に溶解してメスフラスコ で 1L に調製します。
添加液	：	0.5mol/L 硫酸
滴定液	：	1mol/L 水酸化ナトリウム標準液
洗浄液	：	エタノール（99.5v/v%）

3. 測定手順

(1) ドデシル硫酸ナトリウムの純度測定

- ① 300mL 三角フラスコにドデシル硫酸ナトリウム約 5g を 0.1mg まで正しく量り採ります。
- ② 0.5mol/L 硫酸 25mL をホールピペットで加えます。
- ③ 冷却器を付けてホットプレートまたは砂浴上で還流します。発泡に注意し、ときどき三角フラスコを軽く振り動かしながら還流します。溶液が透明になり、発泡しなくなってから更に 2 時間還流します。

- ④ 冷却後、エタノール（99.5v/v%）30mL を用いて冷却器の内壁を洗い、次に適量の水で洗った後、冷却器を外します。純水を加えて約 100mL にします。
- ⑤ 電極（GR-525B）を浸漬し、1mol/L 水酸化ナトリウム標準液で滴定を行ないます。
- ⑥ 同様の手順で空試験を行ないます。

(2) 0.004mol/L ドデシル硫酸ナトリウムのファクター計算

前項の純度測定結果、および 0.004mol/L ドデシル硫酸ナトリウム標準液調製時の採取量より、下記計算式を用いてドデシル硫酸ナトリウム標準液のファクターを求めます。

$$F = (S \times (P / 100)) / (M \times 0.004) = (2.5 \times S \times P) / M$$

S：標準液調製時に採取したドデシル硫酸ナトリウムの質量 (g)

P：ドデシル硫酸ナトリウムの純度 (w/v%)

M：ドデシル硫酸ナトリウムの化学式量 (288.38*)

※ JIS K 3362 には、化学式量の定量法としてガスクロマトグラフによる測定法が記載されています。本実験では便宜的にドデシル硫酸ナトリウムの化学式量 (288.38) を使用します。

(3) 塩化ベンゼトニウム標準液の標定

- ① 0.004mol/L ドデシル硫酸ナトリウム標準液 10mL をホールピペットで採取し、100mL ビーカーに入れます。
- ② 純水を約 50mL 加えます。
- ③ 電極（SU-091、RE-201）を浸漬し、0.004mol/L 塩化ベンゼトニウム標準液で滴定を行ないます。

4. 測定条件例および測定結果

滴定条件例

ドデシル硫酸ナトリウムの純度測定 (ブランク)

コンディション No.	1	コンスタント No.	1	制御モード No.	4
メソッド	変曲点検出	S:試料量	0 g	山越タイム	0 秒
ビュレット No.	1	B:ブランク mL	0 mL	滴加係数	9
アンプ No.	1	M:滴定液濃度	1 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	pH	F:ファクタ	1.001	待ち時間	3 秒
スタートタイム	5 秒	K:係数 1	0	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	22 mL	L:係数 2	0	ビュレット速度	2
反応タイム	5 秒	結果単位	mL	最小滴加量	40
検出開始 mL	0 mL	計算式	mL		
検出感度	1000	小数点以下桁数	3		
過滴加 mL	0.3 mL	滴定液名			
最大滴加 mL	30 mL	電極名			
		自動入力先パラメータ	無し		

ドデシル硫酸ナトリウムの純度測定 (本測定)

コンディション No.	2	コンスタント No.	2	制御モード No.	4
メソッド	変曲点検出	S:試料量	5.5582 g	山越タイム	0 秒
ビュレット No.	1	B:ブランク mL	25.436 mL	滴加係数	9
アンプ No.	1	M:滴定液濃度	1 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	pH	F:ファクタ	1.001	待ち時間	3 秒
スタートタイム	5 秒	K:係数 1	288.38	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	30 mL	L:係数 2	0	ビュレット速度	2
反応タイム	5 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	1000	小数点以下桁数	3		
過滴加 mL	0.3 mL	滴定液名			
最大滴加 mL	40 mL	電極名			
		自動入力先パラメータ	無し		

塩化ベンゼトニウム標準液の標定

コンディション No.	3	コンスタント No.	3	制御モード No.	8
メソッド	変曲点検出	S:試料量	10 mL	山越タイム	0 秒
ビュレット No.	2	B:ブランク mL	0 mL	滴加係数	5
アンプ No.	2	M:滴定液濃度	0.004 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	mV	F:ファクタ ※1	0.9879	待ち時間	5 秒
スタートタイム	20 秒	K:係数 1	0	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
反応タイム	0 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	100	小数点以下桁数	3		
過滴加 mL	0.3 mL	滴定液名			
最大滴加 mL	20 mL	電極名			
		自動入力先パラメータ	無し		

※1 ファクタ(F)に 0.004mol/L ドデシル硫酸ナトリウム標準液のファクタを入力します。

測定結果

(1) ドデシル硫酸ナトリウムの純度測定結果

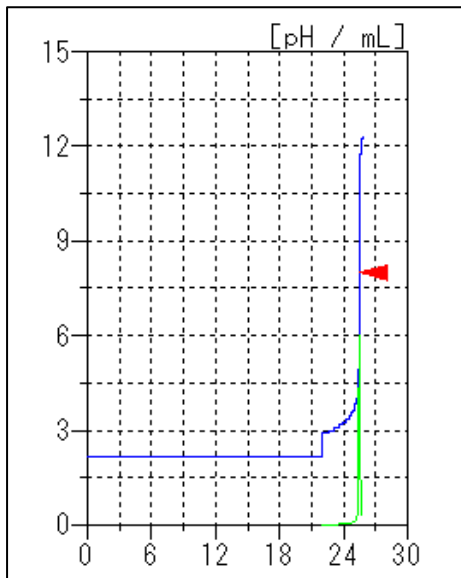
測定項目	測定回数	採取量(g)	滴定値(mL)	純度(%)	平均値
ブランク	1	—	25.444	—	25.436 mL
	2	—	25.427	—	
純度	1	5.5582	44.462	98.813	98.780 %
	2	5.2842	43.512	98.747	

(2) 0.004mol/L ドデシル硫酸ナトリウムのファクター計算結果

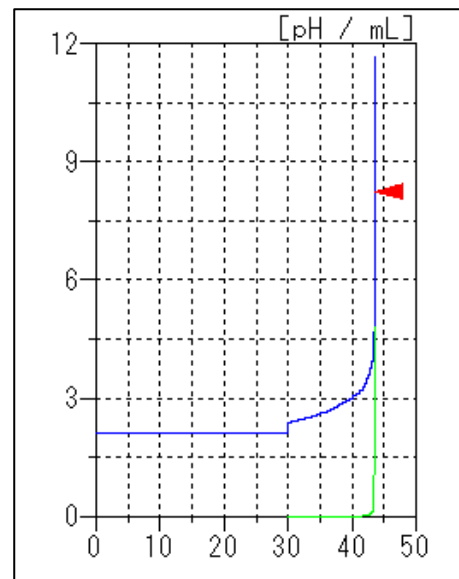
$$F = (2.5 \times 1.1536 \times 98.780) / 288.38 = \mathbf{0.9879}$$

(3) 塩化ベンゼトニウム標準液の標定結果

測定回数	採取量 (mL)	滴定値 (mL)	ファクター	統計計算
1		10.289	0.9602	平均値 : 0.9595
2	10	10.305	0.9587	標準偏差 : 0.00075
3		10.295	0.9596	変動係数 : 0.079

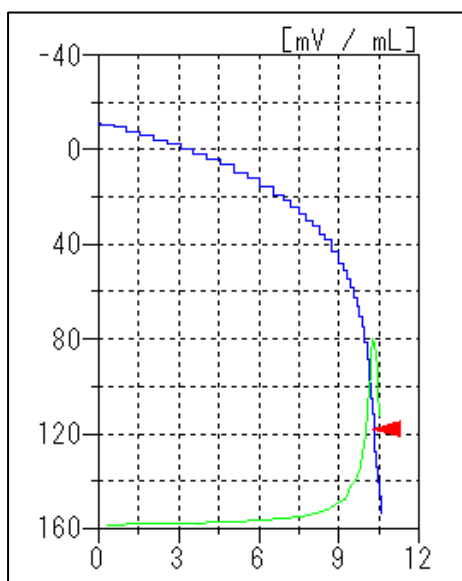


ブランク



本試験

ドデシル硫酸ナトリウムの純度測定



塩化ベンゼトニウム標準液の標定

滴定曲線例

5. 摘要

(1) 電極について

終点の検出法として、ドデシル硫酸ナトリウムの純度試験にはガラス比較複合電極を使用し、塩化ベンゼトニウムの標定には界面活性剤電極を使用しました。どちらも明瞭な変曲点終点を得ることができ、問題なく測定可能でした。

(2) 試験法について

本標定法は、「JIS K 3362 家庭用合成洗剤試験方法」を参考にしました。本規格の標定法にはメチレンブルーを指示薬とし、抽出溶媒としてクロロホルムを使用する分相滴定法が規定されています。本 JIS には本稿で紹介した電極を用いた電位差滴定法の規定はありませんが、JIS 規定のクロロホルムを使用しない利点があります。

キーワード：陰イオン界面活性剤、界面活性剤電極、ドデシル硫酸ナトリウム、
塩化ベンゼトニウム