

セメント・
コンクリート

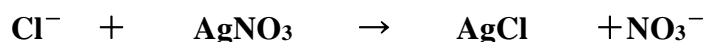
セメント中の塩化物イオンの定量

1. 測定の概要

セメント中に含まれる塩化物イオン(Cl^-)を定量する例を紹介します。

本測定法は、「JIS R 5202 セメントの化学分析方法」の「塩素の定量方法」に掲載されています。

試料を硝酸で溶解し、塩化物イオン標準液および過酸化水素水を加えて加熱処理したのち、硝酸銀標準液を用いた沈殿滴定によって測定を行ないます。終点検出用の電極として塩化物イオン電極を使用した電位差滴定によって測定が行われます。



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	:	塩化物イオン電極	CLi-081
		比較電極	MS-231

注) 一般に用いられる比較電極 (RE-201) を使用すると塩化カリウム内部液が流出し測定の誤差となるため使用できません。

なお、MS-231 は内部極に水銀 (硫酸第一水銀) を使用しています。廃棄するときは専門の産業廃棄物処理業者に依頼してください。

(2) 試薬

滴定液	:	0.005mol/L 硝酸銀標準液
添加液	:	硝酸 (比重 1.38)
		過酸化水素水 (約 30%)
		塩化物イオン標準液 (0.005mol/L)

3. 測定手順

- ① 200mL ビーカーに試料約 5g を 0.1mg まで正しく量り採ります。
- ② 純水を 20mL 加え、攪拌しながら硝酸 (比重 1.38) 12mL を加えて試料を溶解します。
- ③ 温水を加えて 100mL とします。
- ④ 塩化物イオン標準液 (0.005mol/L) を正確に 2mL 加えます。
- ⑤ 過酸化水素水 (約 30%) 2mL を加えます。
- ⑥ 時計皿でふたをし、加熱して 1~2 分間煮沸後、室温まで冷却します。
- ⑦ 電極を浸漬し、0.005mol/L 硝酸銀標準液で滴定を行ないます。
- ⑧ 空試験として、200mL ビーカーに塩化物イオン標準液 (0.005mol/L) を正確に 2mL 入れ、温水を加えて 100mL としたものを準備し、⑥以降の操作を行ないます。

4. 測定条件例および測定結果

滴定条件例

ブランクの測定

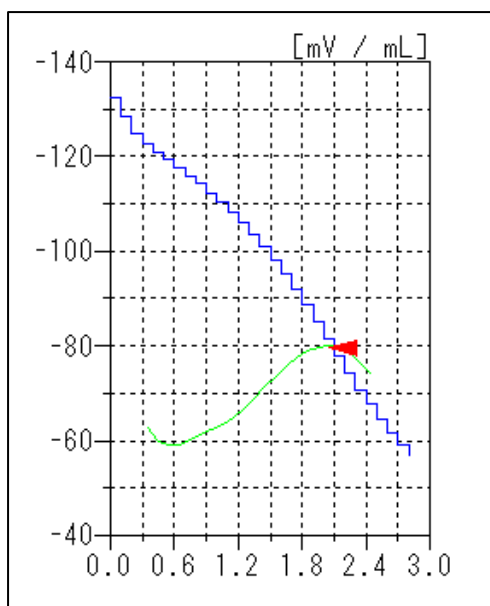
コンディション No.	1	変曲点検出	コンスタント No.	6	制御モード No.	20
メソッド			S:試料量	0 g	山越タイマ	0 秒
ビュレット No.	1		B:ブランク mL	0 mL	滴加係数	2
アンプ No.	2		M:滴定液濃度	0.005 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	mV		F:ファクタ	1.001	待ち時間	5 秒
スタートタイマ	5 秒		K:係数 1	0	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	0 mL		L:係数 2	0	ビュレット速度	2
反応タイマ	0 秒		結果単位	mL	最小滴加量	80
検出開始 mL	0.2 mL		計算式	D		
検出感度	200		小数点以下桁数	3		
過滴加 mL	0.5 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		

試料の測定

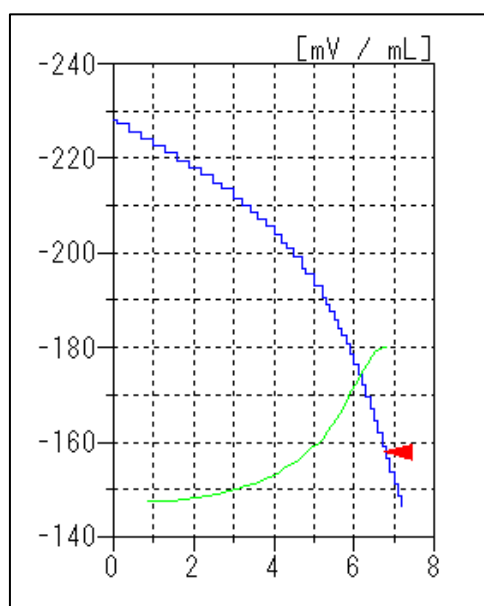
コンディション No.	2	変曲点検出	コンスタント No.	7	制御モード No.	20
メソッド			S:試料量	5.0233 g	山越タイマ	0 秒
ビュレット No.	1		B:ブランク mL	2.062 mL	滴加係数	2
アンプ No.	2		M:滴定液濃度	0.005 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	mV		F:ファクタ	1.001	待ち時間	5 秒
スタートタイマ	5 秒		K:係数 1	0	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	0 mL		L:係数 2	0	ビュレット速度	2
反応タイマ	0 秒		結果単位	%	最小滴加量	80
検出開始 mL	0.1 mL		計算式	(D-B)*F*0.01773/S		
検出感度	150		小数点以下桁数	4		
過滴加 mL	0.5 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		

測定結果

測定名	測定回数	試料量 (g)	滴定値 (mL)	塩化物イオン 濃度(%)	統計計算
ブランク	1		2.055		平均値 : 2.062 mL
	2	—	2.078	—	標準偏差 : 0.014 mL
	3		2.052		変動係数 : 0.69 %
試料	1	5.0098	6.749	0.0166	平均値 : 0.0168 %
	2	5.0152	6.825	0.0169	標準偏差 : 0.0002 %
	3	5.0233	6.836	0.0169	変動係数 : 1.03 %



ブランクの測定



試料の測定

滴定曲線例

5. 摘要

指示電極について

本測定の指示電極として塩化物イオン電極を使用しました。

本測定は上記電極以外に、塩化銀を皮膜した銀電極（型式：AG-311A）も使用可能です。ただし、塩化銀皮膜した銀電極は長期間の使用によって劣化しますので、滴定曲線の終点近傍における電位変化が低下した場合には、塩化銀皮膜の再生処理が必要になります。一方、塩化物イオン電極は感度が劣化した場合、感応膜をサンドペーパーで軽く研磨することによって簡単に感度を回復させることができる利点があります。

キーワード：塩化物イオン、沈殿滴定、セメント、JIS R 5202