



Application Note AN-T-203

揮発性溶媒および化学中間体の酸度

ASTM D1613に準拠した客観的かつ信頼性の高い測定

揮発性溶媒中の酸性成分の存在は、溶媒の汚染や保管・流通・製造過程での分解によるものです。溶媒中の酸性度が高まると、保管安定性の低下や化学的腐食など、さまざまな問題が発生し、企業の高価な設備に損傷を与え、操業停止につながる恐れがあります。

光電滴定用センサーであるオプトロードを用い、ASTM D1613に準拠して酸度を測定します。滴定には水酸化ナトリウムを滴定溶液、フェノールフタレインを指示薬として用いる光度滴定法を採用しています。オプトロードは終点の客観的な認識を可能にし、測定結果の精度向上に寄与します。

サンプルと前処理

測定は、4-メチル-2-ペンタノン(MIBK)、2-エトキシエチルアセテート、および2-エトキシエタノール

を対象として実施されました。

測定

本分析は、OMNISサンプルロボット、OMNISアドバンスドタイトレーター、およびOMNISドージングモジュールから構成されるOMNISシステム上で完全自動的に実施されました。終点検出にはオプトロードが用いられました。

水溶性サンプル(例:2-エトキシエタノール)の場合、適量のサンプルをビーカーに正確に分取します。攪拌しながら純水を加え、フェノールフタレイン指示薬液をビーカーに加えます。その後、水酸化ナトリウム滴定溶液を用いて終点を超えるまで滴定を行います。滴定後は、滴定された溶液を吸引除去し、ビュレットチップおよびセンサーをビーカー内の純水で洗浄します。

水に完全に混和しないサンプル(例:MIBKや2-エトキシエチルアセテート)については、水溶性サンプルと同様の手順を適用しますが、純水の代わりに二酸化炭素を除去したエタノールを用います。

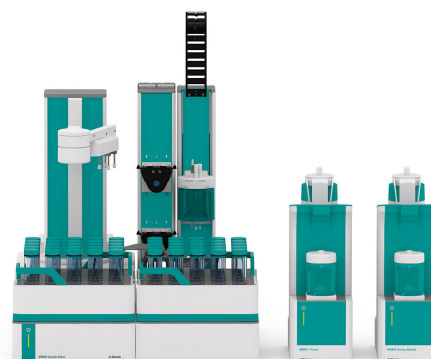


図 1. OMNISサンプルロボット、OMNISアドバンスドタイトレーター、OMNISドージングモジュールから構成されるOMNISシステム

測定結果

色の変化が生じ、それがオプトロードにより検出され、OMNISソフトウェアによって確実に評価されます。

表 1. 4-メチル-2-ペンタノン(MIBK)、2-エトキシエチルアセテート、および2-エトキシエタノールの測定結果の概要 (n = 6).

サンプル	平均値[%]	標準偏差SD(abs)[%]	変動係数SD(rel)[%]
4-メチル-2-ペンタノン(MIBK)	0.0151	$6.0 \cdot 10^{-5}$	
2-エトキシエチルアセテート	0.012	$8.0 \cdot 10^{-5}$	0.7
2-エトキシエタノール	0.0003	$1.6 \cdot 10^{-5}$	5.2

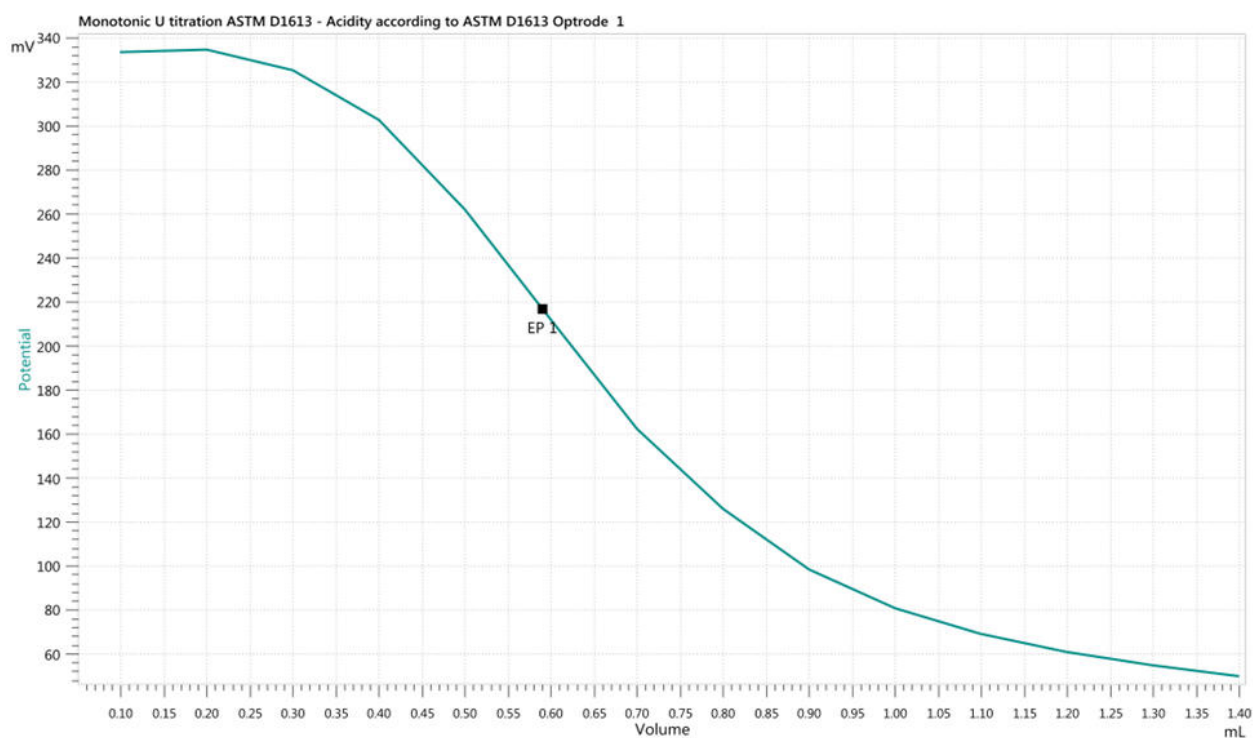


図 2. ASTM D1613に準拠した揮発性溶媒中の酸度測定を示す滴定曲線

結論

測定は、ASTM D1613に準拠して非常に低い酸度を測定できる可能性を示しています。オプトロードによる色変化の客観的かつ再現性の高い検出により、極めて低い酸度においても標準偏差は許容範囲内に収まっています。

8種類の波長を簡単に切り替えることができるため、オプトロードは他の用途にも対応可能です。完全自動化されたOMNISシステムにより、分析の処理能力が向上し、最良の測定結果を得ることが可能となります。

Internal reference: AW TI CH1-1254-112018

CONTACT

メトロームジャパン株式会社
143-0006 東京都大田区平和島6-1-1
null 東京流通センター アネックス9階

metrohm.jp@metrohm.jp

装置構成



OMNIS Advanced

スタンドアローン稼働またはOMNIS滴定システムのメインパートとしての、革新的なモジュール式の終点滴定および当量点滴定（等量/変動）のためのOMNIS電位差滴定装置です。3Sリキッドアダプタテクノロジーにより、化学物質の取り扱いに関してはこれまでにないほどの安全性を誇ります。滴定装置は測定モジュールおよびシリンダーユニットによって自由にコンフィグレーションすることができ、必要に応じてプロペラスターラで拡張することも可能です。必要に応じてOMNIS Advanced滴定装置を、対応するソフトウェア機能ライセンスによって並行滴定用に装備することができます。

- パソコンまたはローカルネットワークを介した制御
- 他のアプリケーションまたは補助溶液のための他の滴定モジュールもしくはドージングモジュールが4つまで接続可
- プロペラスターラの接続可
- 様々なシリンダーサイズに対応: 5、10、20、50 mL
- 3Sテクノロジーによるリキッドアダプター: 化学物質の安全な取り扱い、メーカーのオリジナル試薬データの自動伝送

測定モードおよびソフトウェアオプション:

- 終点滴定: 機能ライセンス「Basic (ベーシック)」
- 終点滴定および当量点滴定 (等量/変動): 機能ライセンス「Advanced (アドバンスド)」
- 並行滴定を伴う終点滴定および当量点滴定 (等量/変動): 機能ライセンス「Professional (プロフェッショナル)」



Optrode

使用可能な8つの波長を有する光度滴定のための光学センサー。波長の切り替えは、ソフトウェア制御 (tiamo 2.5以降) またはマグネットで行えます。ガラスシャフトは完全な耐溶剤性を有し、洗浄が簡単です。省スペースのセンサーは以下のような用途に適しています:

- USPまたはEPに則した非水滴定
- カルボキシル末端基の測定
- ASTM D974に則したTAN/TBN
- 硫酸塩の測定
- セメント中のFe、Al、Ca
- 水の硬度
- USPに則したコンドロイチン硫酸

センサーは、色の強度の測定 (比色法) による濃度の測定には適していません。