



Application Note AN-T-239

過塩素酸による弱塩基の非水滴定

Fast and accurate determination of the amine value with perchloric acid by nonaqueous titration

アミンは弱塩基であり、医薬品と同様に工業用化学プロセスに使用されています。重要なパラメータおよび品質指標は、アミン価 (mg KOH/g サンプルで表される) です。アミンなどの弱塩基は、非常に強い酸を滴定溶液として用いれば、非プロトン性溶媒で高い精度で滴定できます。非水性溶媒で最も強い酸は、氷酢酸 (高純度酢酸) 中の過塩素酸です。使用する溶媒も分析中に重要な役割を果たします。水分含

有量が 1% 未満の酢酸は、弱塩基滴定の優れた溶媒です。このアプリケーションノートでは、アミンの非水過塩素酸滴定について説明します。具体的には、トリエタノールアミン (TEA) の濃度は、ソルボトロード・イージークリーン (Solvotrode easyClean) と塩化リチウム-エタノールを電解液 (電極内部液) として用い、過塩素酸-氷酢酸溶媒で滴定することによって測定されます。

サンプルとサンプル前処理

この応用をトリエタノールアミンについて実証しま

した。試料調製は不要です。

実験

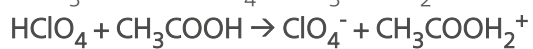
測定は、Pt1000温度センサー付きソルボトロード・イージークリーン (Solvotrode easyClean)を装備し

たEcoタイトレーターで行います(図1)。

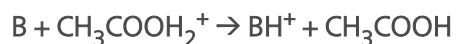


図1. 図1. Pt1000温度センサー付きソルボトロード・イージークリーン (Solvotrode easyClean) を装備したEcoタイトレーター

過塩素酸(HClO₄)は酢酸(CH₃COOH)と反応し、この式に示すように強酸性イオンを形成します: HClO₄ + CH₃COOH → ClO₄⁻ + CH₃COOH₂⁺



弱塩基(B)は、次の中和反応メカニズムを介して反応します。



強酸性イオンは弱塩基を滴定する場合でも、明確な電位のジャンプと終点検出を保証します。適量のサンプルを滴定ビーカーに秤量した後、氷酢酸溶媒を加えます。その後、過塩素酸-酢酸溶媒滴定溶液を用いて最初の終点以降まで滴定します。

結果

この方法では、表1に示すように、非常に正確な結果が得られます。TEA と HClO₄ の典型的な滴定曲

線を図2に示します。この曲線では、終点付近で電位の急激な上昇が示されています。

表1: トリエタノールアミン TEA(n=6)の電位差自動滴定の測定結果

サンプル (n=6)	アミン値 (mg KOH/g)	回収率 (%)
平均値	375.42	99.83
標準偏差 SD(abs)	2.79	0.74
変動係数 SD(rel) in %	0.7	0.7

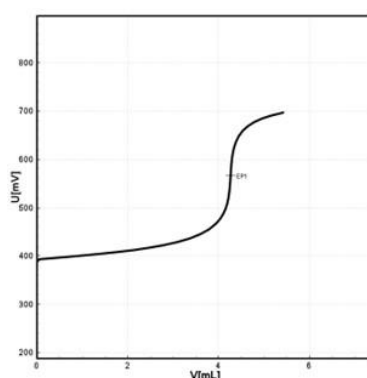


図2. 1つの終点を持つ過塩素酸-酢酸溶媒の滴定曲線

結論

水性溶媒で弱酸または塩基を正確に滴定することは、必ずしも可能というわけではありません。サンプルは水に溶けないことが多く、終点付近の電位差が小さすぎて明確な終点検出ができないことがあります。そのような場合は、非水滴定が推奨されます。その一例は、過塩素酸-酢酸溶媒を滴定溶液とした弱塩基性物質の滴定です。

マグネチックスターラーとタッチセンサーユーザーインターフェイスを内蔵したコンパクトな Ecoタイ

トレーターは、弱塩基の過塩素酸-酢酸溶媒滴定溶液による非水滴定に最適です。このシステムは、魅力的な価格でユーザーフレンドリーな操作性を提供します。Ecoタイトレーターはコンパクトで、ラボでの設置スペースを最小限に抑えます。事前にインストールされたメソッドにより、滴定の経験が少ないユーザーでも、正確で信頼性の高いGLP準拠の測定結果をすばやく、簡単に得られます。

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

装置紹介



Eco Titrator Acid/Base

The compact Eco Titrator with integrated magnetic stirrer and touch-sensitive user interface is ideal for routine analysis. It provides GLP-compliant results with minimum space requirements at all times (approx. DIN A4). The Eco Titrator Acid/Base offers you the complete package for acid-base titration in aqueous solutions. Included in the package are titrators, a 20 mL cylinder unit, and a combined Ecotrode plus pH electrode.



Solvotrode easyClean (1.2 m)

あらゆる酸/塩基の非水滴定のための、フレキシブルなeasyCleanダイヤフラムおよび固定式ケーブル (1.2 m) 付き複合pH 電極。

ガラスメンブランは導電性の低い溶液のために最適化されており、洗浄の容易なeasyCleanダイヤフラムにより、この電極は汚れの酷いサンプル (たとえば廃油) にも適しています。

この電極は、非水系参照内部液(塩化リチウムまたは臭化テトラエチルアンモニウム)を使用することができます。適切な参照内部液で保管してください。

Solvotrode easyCleanについては、製品番号 6.0229.020の固定ケーブル長2.0mも入手可能です。