



Application Note AN-T-246

硝酸銀滴定溶液を用いた沈殿滴定法によるカチオン性界面活性剤の純度測定

近赤外(NIR)定量モデルを含む、硝酸銀による TEGO®trant の高精度な純度測定

このアプリケーションノートでは、広く知られ、頻繁に使用される陽イオン界面活性剤(TEGOtrant、別名:塩化1,3-ジデシル-2-メチルイミダゾリウム)の純度測定を説明します。

化学量論的な塩化物を硝酸銀滴定溶液で沈殿滴定することにより、極めて正確な定量が可能になります。したがって、得られた結果は界面活性剤の総含有

量に相当し、陽イオン界面活性剤濃度を正確に算出することができます。

さらに、電位差滴定法に加えて NIR(近赤外分光法)測定を利用する定量モデルが開発されました。これにより、NIR (近赤外分光法)のみでカチオン性界面活性剤の含有量を迅速に測定することが可能となります。

はじめに

陰イオン性および陽イオン性界面活性剤の滴定や有効成分含量の測定には、一次標準法または二次標準法は存在しません。陽イオン性滴定液は陰イオン性滴定液を用いて標準化され、逆に陰イオン性滴定液は陽イオン性滴定液を用いて標準化されます。要するに、この滴定の結果は「界面活性剤総含量」として通常示される総和パラメータとなります。この値

をもとに、実際のサンプル中の界面活性剤含量を算出しています。

この種の標準化の主な欠点は、受け入れなければならない誤差の幅が大きい点です。厳密には、滴定液の正確な濃度が不明であるため、分析対象サンプルについての界面活性剤濃度は、限定的な精度でしか導くことができません。

サンプルと準備

本アプリケーションの検証は、25バッチの TEGOtrant A100(塩化1,3-ジデシル-2-メチルイミダ

ゾリウム)で実証されています。測定前に、サンプルは微粉末に粉碎されました。

測定

本測定は、OMNIS サンプル ロボット S – WSM、OMNIS ドージングモジュールを装備した OMNIS タイトレーター(プロフェッショナル)、さらに dAg Titrode および OMNIS NIR Analyzer Solid(図1)を用いて行われました。

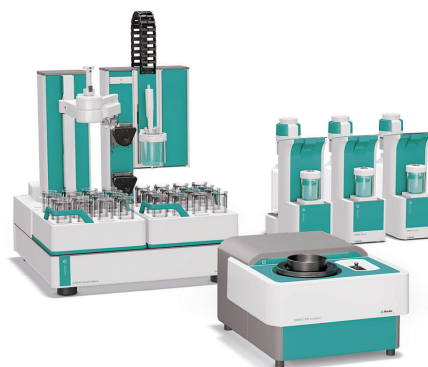


図 1. OMNIS サンプル ロボット S – WSM、OMNIS タイトレーター (プロフェッショナル)、OMNIS ドージングモジュール、dAg Titrode、および OMNIS NIR Analyzer Solid.

電位差滴定法

適量のサンプルを滴定ビーカーに秤量し、純水および硝酸溶液を添加します。その後、硝酸銀滴定溶液

を用いて最初の終点を超えるまで滴定を行います。

近赤外 (NIR) 分光法

十分な量のサンプルを小型カップ型 NIR アクセサリーに添加します。これを、すでに OMNIS NIR Analyzer Solid に取り付けられている対応するホル

ダーにセットします。
各近赤外線(NIR)測定に対して、5回の測定が自動的に3回実行されました。

測定結果

本手法は、表1に示すように非常に正確な結果をもたらします。

表2にまとめたサンプルの比較測定では、電位差滴定とNIRによる測定値の差はわずか0.5%であること

が示されています。

TEGOtrantの電位差滴定とNIR測定の実例をそれぞれ図2と図3に示します。

表 1. TEGOtrant の電位差滴定法による代表的な測定結果

サンプル (n = 3), パッチナンバー	純度 (平均値) [%]	変動係数 SD(rel) [%]
20780065	96.16	0.3
11020053	94.11	0.1
11070002	95.65	0.3
00470397	95.19	0.1
00530513	93.71	0.3

表 2. 電位差滴定法および 近赤外(NIR)分光法 による TEGOtrant 「対照試料」 の純度測定結果の概要

対照サンプル, パッチナンバー	純度 (平均値) [%]	変動係数 SD(rel) [%]
20650022 (電位差滴定法)(n = 6)	97.61	0.2
20650022 (近赤外(NIR)分光法)(n = 15)	98.13	0.3
差	0.52%	—

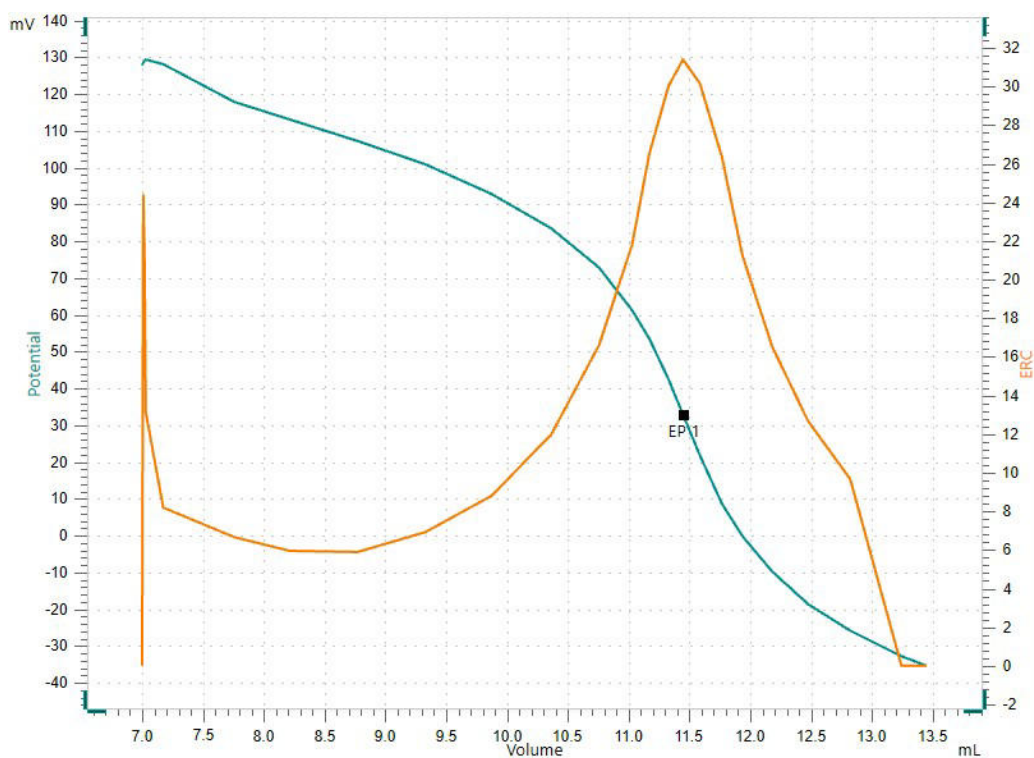


図 2. 硝酸銀滴定溶液および dAg Titrode を用いた TEGOtrant の滴定曲線

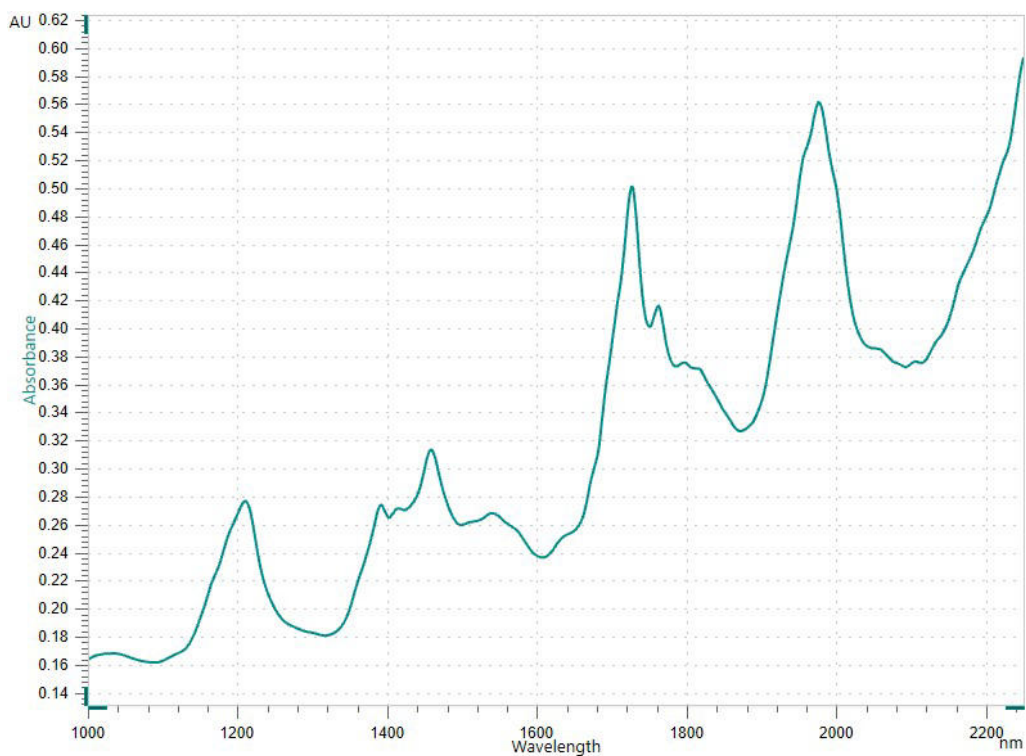


図 3. 波長 1000 nm ～ 2250 nm の範囲における TEGOtrant の近赤外（NIR） スペクトル

結論

電位差滴定法は、陽イオン性界面活性剤である TEGOtrant を標準化するために用いることができる、正確かつ精密な手法です。

本検証で使用した OMNIS システムは完全自動化されており、陽イオン性界面活性剤の滴定標準化を迅速かつ信頼性高く実施することが可能です。デジタル Ag Titrode を用いた硝酸銀滴定溶液による沈殿滴定は非常に高い精度を示します。さらに、Ag2S

コーティングされた銀リングにより感度が向上し、さらに優れた測定結果が得られます。

対応する OMNIS NIR Analyzer Solid と併用すると、OMNIS ソフトウェアは単一のプラットフォーム上で簡単に定量化モデルを作成できるため、ユーザーに TEGOtrant 標準化の真の付加価値を提供いたします。

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

装置構成



OMNIS Professional Titrator

終点滴定および当量点滴定 (等量/変動) のための革新的なモジュール式の電位差 OMNIS Titrator です。3S OMNIS Liquid Adapter テクノロジーにより、化学薬品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、必要に応じてスターラーで拡張することも可能です。他の滴定モジュールまたはドージングモジュールによる並行滴定のためのファンクションライセンス「Professional (プロフェッショナル)」を含みます。

- コンピューター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またはドージングモジュールを 4 つまで接続可能
- マグネチックスターラおよび/またはロッドスターラによる拡張が可能
- 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 OMNIS Liquid Adapter: 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転送

測定モードおよびソフトウェアオプション:

- 終点滴定: ファンクションライセンス「Basic (ベーシック)」
- 終点滴定および当量点滴定 (等量/変動): ファンクションライセンス「Advanced (アドバンス)」
- 5 つの並行滴定を伴う終点滴定および当量点滴定 (等量/変動): ファンクションライセンス「Professional (プロフェッショナル)」



OMNIS

滴定/ドージング用追加ビュレットによって拡張するためのOMNIS滴定装置への接続のためのドージングモジュールです。別個の滴定スタンドとして用いるためのマグネチックスターラもしくはプロペラスターラによって拡張可能です。5、10、20、50 mLのシリンダーユニットが自由に選択可能です。



OMNIS

滴定/ドージング用追加ビュレットによって拡張するためのOMNIS滴定装置への接続のためのドージングモジュールです。別個の滴定スタンドとして用いるためのマグネチックスターラもしくはプロペラスターラによって拡張可能です。5、10、20、50 mLのシリンダーユニットが自由に選択可能です。



OMNIS

滴定/ドージング用追加ビュレットによって拡張するためのOMNIS滴定装置への接続のためのドージングモジュールです。別個の滴定スタンドとして用いるためのマグネチックスターラもしくはプロペラスターラによって拡張可能です。5、10、20、50 mLのシリンダーユニットが自由に選択可能です。



OMNIS Sample Robot S – WSM (1T/2P)

OMNIS Sample Robot S – WSM には、センサーとサンプル容器の洗浄および吸引のためのポンプ 2 台、ワークステーション 1 台、ロッドスターラ、ならびに多様な付属品が装備されており、全自動滴定をすぐに開始できます。このシステムでは 2 つのサンプルラックにおいて、120 mL のサンプルビーカー 32 個分のスペースが設けられており、モジュール式のシステムは、完全に組み立てられた状態で納品されるため、最短時間で運転開始できます。ご要望に応じて、システムは更に 2 台のペリスタリックポンプおよび追加のワークステーションでの拡張が可能ですので、スループットを倍増することができます。更なるワークステーションが必要な場合、Sample Robot S は L サイズまでの OMNIS Sample Robot に拡張することで最高 4 台までのワークステーションで 7 つのラックのサンプルを並行して処理し、スループットを 4 倍に増やすことができます。



Ag₂S dAg Titrode

参照電極としての、pH ガラスメンブランを有する OMNIS 用デジタル複合銀リング電極。シルバーリングは、感度を高めるため、またより優れた検出限界のために硫化物 (Ag₂S) でコーティングされています。

このメンテナンスフリーの電極は、例えば以下のような一定した pH 値 (滴定試薬硝酸銀) での沈殿滴定に適しています:

- 塩化物、臭化物、ヨウ化物
- 硫化物
- 硫化水素
- メルカプタン
- シアン化物

この電極は蒸留水で保管されます。

dTrobe は OMNIS Titrator にて使用できます。



OMNIS NIR Analyzer Solid

Near-infrared spectrometer for solid and viscous samples. Developed and produced in accordance with Swiss quality standards, the OMNIS NIR Analyzer is the near-infrared spectroscopy (NIRS) solution for routine analysis along the entire production chain. Its application of the latest technologies and its integration in the modern OMNIS Software are reflected in its speed, operability and flexible utilization of this NIR spectrometer. Overview of the advantages of the OMNIS NIR Analyzer Solid: Measurements of solids and viscous samples in less than 10 seconds; Automated multi-position measurements for reproducible results, even with nonhomogeneous samples; Simple integration in an automation system or link with additional analysis technologies (titration); Supports numerous sample vessels;