

シート No.

GT200-M 037 鋼鉄・金属

## ポルトランドセメント認証物質の塩素分析 ——— 1/5

※本シートはご参考として提供するものであり、分析値を保証するものではありません。  
分析環境などによる外的要因や試料の性状を考慮し、最適条件でご使用ください。

## 測定概要

セメントは水と混ぜ合わせるにより硬化する性質を持ち、コンクリートやモルタルの材料として利用されています。セメント中の塩素の含有量が多いと鉄筋などの腐食の原因となる為、ポルトランドセメントやエコセメントでは品質基準が定められています。

滴定の種類 : 沈殿滴定  
滴定モード : 変曲点(INF) 検出:mV  
参考規格 : 日本工業規格 JIS R5202 セメントの化学分析  
塩素の定量方法 電位差滴定法 許容差 0.003%

## 装置構成

自動滴定装置 GT-200 ホットスターラー  
電極 : ダブルジャンクション型参照電極【GTRE10】 塩素イオン電極【GTCl1B】  
参照電極内部液 : 1mol/L-塩化カリウム溶液  
参照電極外部液 : 1mol/L-硝酸カリウム溶液

## 使用試薬

- [ 試料 ] ■211Rポルトランドセメント (社団法人セメント協会)  
[ 滴定液 ] ■0.005 mol/L-硝酸銀溶液  
[ 試薬 ] ■塩化ナトリウム(容量分析用標準物質・JIS K8005)  
■硝酸(比重 1.38)  
■硝酸(約2mol/L) … 硝酸(比重 1.38)145mlを純水で希釈して 1000ml とする。  
■過酸化水素水(約30%)  
■0.005 mol/L- 塩化物イオン標準液 … 塩化ナトリウム(600℃ で 60 分間加熱し、デシケーター内で放冷したもの)0.2922g を純水に溶解して 1000ml とする。

シート No.

GT200M 037 ポルトランドセメント認証物質の塩素分析

2 / 5

## 分析操作

[ 0.005mol/L-硝酸銀溶液の力価標定 ]

- 0.005mol/L-塩化物イオン標準液10mlを採取し、200mlビーカーに入れます。
- 純水を加えて約100mlとします。
- 硝酸(約2mol/L)を5ml加え、0.005mol/L-硝酸銀溶液で滴定します。

[ 計算式 ]

$$0.005\text{mol/L-硝酸銀溶液の力価}(f) = S/A1$$

S : 試料採取量(ml)

A1 : 0.005mol/L-硝酸銀溶液の滴定量(ml)

小数点以下4けたに丸めます。

[ 空試験 ]

- ビュレットを使用して0.005mol/L-塩化物イオン標準液2.00mlを200mlビーカーに採取します。
- 温水(40℃以上60℃未満)を加えて100mlとします。
- 時計皿で蓋をし、ホットスターラー上で1～2分間静かに煮沸します。
- 室温になるまで冷却し、時計皿を純水で洗いながら取り除きます。
- 0.005mol/L-硝酸銀溶液で滴定します。

[ 本滴定 ]

- よく乾燥した200mlビーカーに試料約5gを0.1mgまで精秤します。
- 純水20mlを加え、ガラス棒でかき混ぜながら硝酸(比重1.38)12mlを加えて試料を溶解します。  
(試料が溶けにくい場合には加熱して溶解します。)
- 温水(40℃以上60℃未満)を加えて100mlとします。
- ビュレットを使用して0.005mol/L-塩化物イオン標準液2.00mlを加えます。
- 過酸化水素水(約30%)2mlを加えます。
- 時計皿で蓋をし、ホットスターラー上で1～2分間静かに煮沸します。
- 室温になるまで冷却し、ガラス棒と時計皿を純水で洗いながら取り除きます。
- 0.005mol/L-硝酸銀溶液で滴定します。

[計算式]

$$\text{塩素}(\%) = (A1 - BL) \times f \times 0.0001773 / S \times 100$$

A1 : 本滴定における0.005mol/L-硝酸銀溶液の滴定量(ml)

BL : 空試験における0.005mol/L-硝酸銀溶液の滴定量(ml)

f : 0.005mol/L-硝酸銀溶液のファクター

0.0001773 : 0.005mol/L-硝酸銀溶液1mlに相当する塩素量(0.1773mg) ÷ 1000(単位変換係数m g→g)

S : 試料採取量(g)

100 : 単位変換係数(百分率に変換)

シート No.

GT200M 037 ポルトランドセメント認証物質の塩素分析

3 / 5

## その他

- 塩素イオン電極は1mg/Lー塩化物イオン標準液に1時間以上浸漬してエージングしてください。
- 測定に使用する薬品のラベル表示や安全データシートを必ず確認し、充分注意して取り扱ってください。
- 試薬の取り扱い時には保護メガネや手袋等の保護具を着用ください。

## 測定結果

認証値 塩素:0.009%

	試料採取量(g)	滴定量(ml)	測定値(%)
1	5.0133	4.6891	0.0095
2	5.0210	4.8087	0.0098
3	5.0461	4.7717	0.0096

データ数 (n) 3  
平均値 0.010  
標準偏差 (SD) 0.0002  
相対標準偏差 (RSD%) 2

ブランク 2.0169

ポルトランドセメント認証物質中の塩素を測定致しました。このサンプルをGT-200で測定した結果は0.010%であり、認証値にほぼ一致しました。3点のばらつきはJIS法の許容差0.003%以内を満たしています。相対標準偏差(RSD%)は2%であり、再現性良く測定出来ています。

シート No.

GT200M 037 ポルトランドセメント認証物質の塩素分析

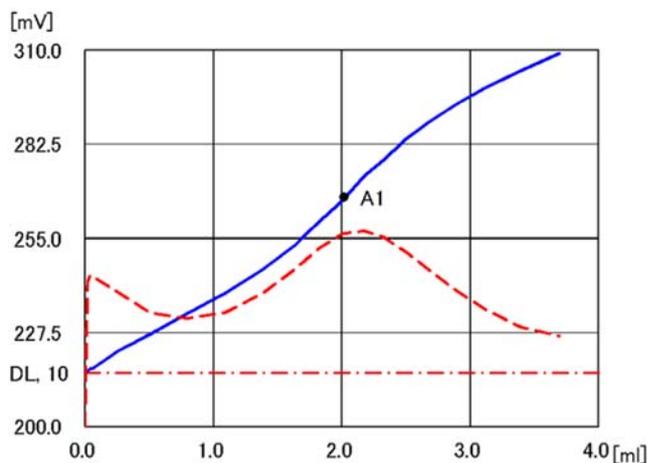
4 / 5

ID No. : 2 GT No.1

User : GT-200

測定日時 : 2016/02/17 14:04  
サンプル名 : 空試験

測定の種類 : Sample Titr  
サンプルサイズ(S) : 2 [ml]



C1 : 2.0169 [ml]

A1 : 2.0169 [ml] 267 [mV]

測定開始電位(Pi) : 216 [mV]  
 滴定開始(Start) : 0 [ml] 216 [mV]  
 滴定終了(End) : 3.696 [ml] 309 [mV] 測定時間(Time) : 1' 29"

滴定ファイル No. : 60 セメントの塩素  
 滴定モード(Mode) : INF 終点 1(End1) 電位幅(End1 Width) : 350 [mV] ± 200 [mV]  
 検出器(Detect) : mV1  
 ビュレット番号(BRT No.) : 1  
 滴定試薬番号(Reagent) : 21  
 滴定前待ち時間(WTint) : 10 [sec]  
 最大滴下量(Vup) : 300 [μl]  
 最小滴下量(Vlow) : 20 [μl]  
 安定待ち感度(dE) : 2 [mV]  
 安定待ち時間(dT) : 3 [sec]  
 微分判定値(DL) : 10 [mV/ml]  
 終点判定数(DetCnt) : 6  
 最大滴定量(Vmax) : 20 [ml] C1 : A1  
 過剰滴定量(Vover) : 0.5 [ml] [ml]

試薬名(Reag) : AgNO3 当量数(E) : 1 モル濃度(M) : 0.005 [Mol/l]  
 ファクタ(f) : 1

試薬注入速度(BuretInjectionSpeed) : 500 [ul/sec]

シート No.

GT200M 037 ポルトランドセメント認証物質の塩素分析

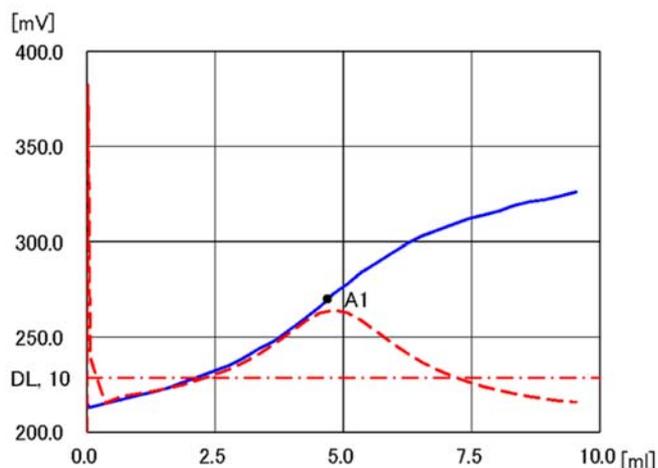
5/5

ID No. : 3 GT No.1

User : GT-200

測定日時 : 2016/02/17 16:32  
サンプル名 : セメント処理液

測定の種類 : Sample Titr  
サンプルサイズ(S) : 5.0133 [g]



C1 : 0.0095 [%]

A1 : 4.6891 [ml] 270 [mV]

測定開始電位(Pi) : 215 [mV]  
 滴定開始(Start) : 0 [ml] 215 [mV]  
 滴定終了(End) : 9.538 [ml] 326 [mV] 測定時間(Time) : 2' 33"

滴定ファイル No. : 59 セメントの塩素  
 滴定モード(Mode) : INF 終点 1(End1) 電位幅(End1 Width) : 350 [mV] ± 100 [mV]  
 検出器(Detect) : mV1  
 ビュレット番号(BRT No.) : 1  
 滴定試薬番号(Reagent) : 21  
 滴定前待ち時間(WTint) : 10 [sec]  
 最大滴下量(Vup) : 300 [μl]  
 最小滴下量(Vlow) : 20 [μl]  
 安定待ち感度(dE) : 2 [mV]  
 安定待ち時間(dT) : 3 [sec]  
 微分判定値(DL) : 10 [mV/ml]  
 終点判定数(DetCnt) : 15 C1 : (A1-BL)\*f\*0.0001773/S\*100  
 最大滴定量(Vmax) : 20 [ml] [%]  
 過剰滴定量(Vover) : 0.5 [ml]

試薬名(Reag) : AgNO3 当量数(E) : 1 モル濃度(M) : 0.005 [Mol/l]  
 ファクタ(f) : 1 ブランク(BL) : 2.0169 [ml]

試薬注入速度(BuretInjectionSpeed) : 500 [ul/sec]