

8-12① 残留塩素濃度の試験方法（化成箔1／2）

1. 適用範囲

全ての化成箔

2. 原理

箔の塩素イオンを水酸化ナトリウム水溶液で抽出する。

この抽出液を硝酸添加加熱、および遠心分離で清澄化したのち硝酸銀の水溶液を加えて塩化銀として白濁させる。試料液の残留塩素濃度は標準液と比濁法で比較することにより定量される。

3. 試薬

1) 水酸化ナトリウム水溶液

JIS K 8576に規定の水酸化ナトリウム（試薬特級）2gを純水1ℓに溶かした溶液で、ポリエチレン製容器に保管する。

2) 硝酸銀水溶液

JIS K 8550に規定の硝酸銀（試薬特級）2.5gを純水500mlに溶かした溶液で褐色ビンに保管する。

3) 硝酸60%溶液

JIS K 8541に規定の試薬特級（0.5ppm塩素濃度以下）のもの。

4) 1ppm塩素イオン基準液

JIS K 8150に規定の塩化ナトリウム（試薬特級）1.65gを純水に溶かして1ℓとし、この液1mlを1ℓに希釈した溶液とする。

4. 試験片

面積（投影） $125 \pm 5 \text{cm}^2$ の箔を約 1cm^2 にはさみで切断したものの全てを試験片とする。

5. 器具

- 1) 遠心分離機 : 50s⁻¹以上の回転数が得られるものとする
- 2) 温水浴槽 : 80±10℃及び30±2℃に温度制御できる約2ℓの水槽
- 3) 蛍光灯付比濁装置 : 暗箱のものとする
- 4) 遠心分離管 : 容積50mlのものとする
- 5) 温度計器 : JIS B 7411で規定の温度計で100℃以下の各目盛りでの確度が±1℃のものとする
- 6) 比濁試験管 : 標線付きで容積50mlの同質同形のもの6本
- 7) 三角フラスコ : 容積100mlのものとする
- 8) メスフラスコ : 容積100mlのものとする
- 9) メスピペット : 容積5mlのものとする
- 10) 冷却槽 : 3ℓのステンレス製ビーカー又は同等の機能を持つものとする
- 11) ピンセット
- 12) はさみ

8-12① 残留塩素濃度の試験方法（化成箔2／2）

6. 試験手順

6-1. 水酸化ナトリウムによる抽出

- 1) 試験片をピンセットで100mlの三角フラスコに入れる。
- 2) 三角フラスコに水酸化ナトリウム水溶液を60ml加え、1、2回かくはんした後室温で約7分間放置し抽出する。

6-2. 抽出液の清澄化

- 1) 100mlメスフラスコに6-1.2) で抽出した液と試験片表面を純水10mlで洗浄（2回実施する）した液を入れ、さらに硝酸60%溶液3mlを加える。
- 2) 1) のメスフラスコを $80 \pm 10^\circ\text{C}$ に制御した温水浴に約20分間放置する。
- 3) 室温まで冷却し、純水をメスフラスコの標線まで入れてよく振り混ぜたものを抽出液とする。

6-3. 抽出液の分取

抽出液を遠心分離管に30～40ml移し、回転数 50s^{-1} で約15分間分離した後上澄み液20mlを比濁用試験管に分取し、これを試験液とする。

6-4. 比濁定量

比濁定量は次の手順による。

- 1) 比濁用試験管2本に1ppm塩素イオン基準液をそれぞれメスピペットで一定量入れ、さらに純水を加えて全量を20mlに調整し標準液をつくる。

標準液A : 1ppm塩素イオン基準液 2.5ml

標準液B : 1ppm塩素イオン基準液 4.0ml

- 2) 試験液及び標準液に硝酸60%溶液約1mlずつ加えて振り混ぜ、試験管を $30 \pm 2^\circ\text{C}$ に制御した温水浴槽中に5分間放置する。
- 3) 試験管を温水浴槽中に入れたまま硝酸銀水溶液約2ml滴下し、ただちに光のあたらない状態で良く振り混ぜ、15分間放置する。
- 4) 試験管を温水浴槽中から暗箱に移し、標準液と試験液の濁度比較により、試験液の塩素濃度 (mg/m^2) を求める。

7. 箔の残留塩素濃度の算出方法

- 1) 試験液の濁度が標準液Aの濁度以下であるならば、箔の残留塩素濃度は $1.0\text{mg}/\text{m}^2$ 以下である。
- 2) 試験液の濁度が標準液Bの濁度以下であるならば、箔の残留塩素濃度は $1.6\text{mg}/\text{m}^2$ 以下である。

8-12② 残留塩素濃度の試験方法（エッチド箔 1/2）

1. 適用範囲

全てのエッチド箔

2. 原理

試験片をアルゴン/酸素気流中で燃焼し、生成した塩化水素を滴定セルに導く。ここで電気分解により発生させた銀イオンで滴定する。滴定に要した電気量からファラデーの法則に基づき塩素量を算出する。

3. 装置

装置は試料ボードに採取した試験片を電気炉に導き燃焼させるオートボードコントローラー部と抽出された塩化水素を、電気分解で発生させた銀イオンで滴定し、終点は設定された最終電位で検出する滴定部で構成される自動滴定装置。

適用装置 塩素分析装置TOX-100、TOX-2100H 等
株式会社ダイアインストルメンツ製など

4. 試薬

1) 85%酢酸溶液（電解液）

純水約150mlに、JIS K 6503に規定のゼラチン（一級）0.8gを入れ、加温・攪拌した後放冷。その後JIS K 8372に規定の無水酢酸ナトリウム(試薬特級)1.35gを精秤し、JIS K 8355に規定の酢酸(試薬特級)を加え1000mlにする。

さらに、その液にJIS K 8001に規定の0.01mol/L塩酸溶液を1ml加える。

（使用期限：6ヶ月 冷暗所密閉保存）

2) 1mol/L塩化カリウム溶液（参照電極内部液）

JIS K 8121に規定の塩化カリウム(試薬特級)7.46gを精秤し、純水100mlに溶解する。

3) 1mol/L硝酸カリウム溶液（参照電極外部液）

JIS K 8548に規定の硝酸カリウム（試薬特級）10.1gを精秤し、純水100mlに溶解する。

4) 10%硝酸カリウム溶液（銀発生電極対極液）

JIS K 8548に規定の硝酸カリウム（試薬特級）50gを純水500mlに溶解する。

5) 濃硫酸（脱水浴）

JIS K 8951に規定の98%硫酸(試薬特級)を使用する。

6) 0.01mol/L塩酸溶液（塩酸標準液）

JIS K 8001の5(塩酸)に準拠した市販の容量分析用 0.01mol/L塩酸を使用する。

5. 試験片

面積（投影）10cm²の箔

6. 器具

- 1) 薬さじ
- 2) 化学天秤
- 3) 25 μ lマイクロシリンジ
- 4) メスフラスコ
- 5) メスシリンダー
- 6) 塩素用銀発生電極 塩素用発生対極
- 7) 塩素用銀検出電極
- 8) 参照電極

8-12② 残留塩素濃度の試験方法（エッチド箔 2/2）

7. 測定

1) 燃焼温度

アルゴン気流中：850℃ 酸素気流中：900℃

2) テスト滴定

滴定の終点電位と滴定量係数の設定を行う。

終点電位：290～315mV、滴定量係数：0.5～5.0の範囲に入れる。

3) 電量滴定収率（精度）の確認1

電解セルに直接、マイクロシリンジにて塩酸標準溶液10 μ lを入れ、滴定を行う。

収率：95～105%であることを確認する。

4) 電量滴定収率（精度）の確認2

サンプルボードに、マイクロシリンジにて塩酸標準溶液10 μ lを入れ、実サンプルと同様に燃焼、塩素ガス発生、脱水、滴定を行う。

収率：93～103%であることを確認する。

5) 測定

3)、4) 項で収率（精度）が範囲内に入っている事を確認後、測定を開始する。

8. 残留塩素濃度の算出

10cm³の試料の塩素分析値が、 μ g標示で分析される。

分析値は μ g/10cm³をそのまま mg/m³ と読む。

分析値は有効数字 2桁 とする。

9. 判定

低圧エッチド箔 $\leq 2.0\text{mg/m}^3$ を合格とする。

中高圧エッチド箔 $\leq 1.0\text{mg/m}^3$ を合格とする。

陰極エッチド箔 $\leq 1.0\text{mg/m}^3$ を合格とする。