

本手順書は、JIS P8211「パルプー銅価試験方法」に準拠しています。
必ず、そちらを熟読のうえ、実験を行ってください。JIS 規格へのアクセス方法は末尾に記載してあります。

【心構え】

この実験は、トライ&エラーで何度も行う必要があります。
具体的には、まず適当なサンプル量（乾燥重量）で測定を行い、過マンガン酸塩の消費量が加えた量の 20-60%の範囲に収まるようにサンプル量を再調整する必要があります。
また、「d」を求めるためには、JIS 規格に記載してある「表」を閲覧する必要があります（閲覧方法は末尾参照）そして、銅価を求める実験なのに、用いる「表」は、銅価の大きさによって異なります。

【銅価とクラソンリグニン】

リグニン量の定量には、クラソンリグニン法もあります。
クラソンリグニン法は、木粉・チップなど多量にリグニンを含むサンプルが適しており、パルプのようなリグニン量の少ないサンプルは適していません。
銅価試験方法は、いずれのサンプルには適用可能です。
また銅価は、以下の式で「リグニン量」へと変換可能です。
$$\text{リグニン量 (\%)} = \text{銅価} \times 0.15$$

【過マンガン酸カリウム・硫酸混合液の準備】

0,02M 過マンガン酸カリウム 50mL（本試験 銅価 1-5 の場合は 25mL）、硫酸 50mL を混ぜ、25°Cに調整する。

【空試験】

1. サンプル無し蒸留水約 390mL を準備する
2. そこに、25°Cに調整した過マンガン酸カリウム・硫酸混合液を加え、反応混合液とする。
3. 蒸留水約 10mL で混合液ビーカーを洗浄し、この洗浄水を反応混合液に加えると同時に時計を始動させる（反応時間 10 分）。
4. さらに蒸留水を加え、反応混合液の全量を 500mL とする。
5. よう化カリウム溶液 10mL を加え、反応を停止させる。
6. 0.1M チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する。（この滴定量を **V1** とする）

【サンプル分散処理】

サンプルの乾燥重量を測定する。(この乾燥重量を m とする)

サンプルを蒸留水 390mL に投入し、ホモジナイザーで分散処理を行い、25°Cに調整する。
なおサンプル乾燥重量は、過マンガン酸塩の消費量が加えた量の 20-60%の範囲に収まるように、調整する必要がある。

【本試験 カッパー価 5-100 の場合】

1. 分散処理したサンプルを含む蒸留水 390mL を準備する
2. そこに、25°Cに調整した過マンガン酸カリウム・硫酸混合液を加えると同時に時計を始動させる (反応時間 10 分)。
4. さらに蒸留水を加え、反応混合液の全量を 500mL とする。
5. よう化カリウム溶液 10mL を加え、反応を停止させる。
6. 0.1M チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する。(この滴定量を $V2$ とする)。この際、滴定が終了に近づいたら、2g/L でんぷん指示薬を数滴加える。

【本試験 カッパー価 1-5 の場合】

1. 分散処理したサンプルを含む蒸留水 390mL を準備する
2. そこに、25°Cに調整した過マンガン酸カリウム・硫酸混合液を加えると同時に時計を始動させる (反応時間 10 分)。
4. さらに蒸留水を加え、反応混合液の全量を 500mL とする。
5. よう化カリウム溶液 10mL を加え、反応を停止させる。
6. 0.1M チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する。(この滴定量を $V2$ とする)。この際、滴定が終了に近づいたら、2g/L でんぷん指示薬を数滴加える。

【カッパー価の算出 カッパー価 5-100】

式 1 から、本試験で消費した過マンガン酸カリウム溶液の量を求める

$$\text{式 1 : } V_a = (V_1 - V_2) * c / 0.1$$

V_a (mL) : 本試験で消費した過マンガン酸カリウム溶液の量

V_1 (mL) : 空試験で滴定したチオ硫酸ナトリウム溶液の量

V_2 (mL) : 本試験で滴定したチオ硫酸ナトリウム溶液の量

c (mol/L) : チオ硫酸ナトリウム溶液の濃度、0.1M

式 2 から、温度補正前のカッパー価を求める

$$\text{式 2 : } X_1 = V_a * d / m$$

X_1 : 温度補正前のカッパー価

V_a (mL) : 本試験で消費した過マンガン酸カリウム溶液の量

m (g) : サンプル乾燥重量

d : 過マンガン酸カリウム 50% (質量/質量) 消費へ換算するための補正係数

なお、 d は、 V_a によって、JIS P8211 の表 3 から求める

【銅価の算出 銅価 1-5】

式 1 から、本試験で消費した過マンガン酸カリウム溶液の量を求める

$$\text{式 1 : } V_b = (V_1 / 2 - V_2) * c / 0.1$$

V_b (mL) : 本試験で消費した過マンガン酸カリウム溶液の量

V_1 (mL) : 空試験で滴定したチオ硫酸ナトリウム溶液の量

V_2 (mL) : 本試験で滴定したチオ硫酸ナトリウム溶液の量

c (mol/L) : チオ硫酸ナトリウム溶液の濃度、0.1M

式 2 から、温度補正前の銅価を求める

$$\text{式 2 : } X_1 = V_b * d / m$$

X_1 : 温度補正前の銅価

V_b (mL) : 本試験で消費した過マンガン酸カリウム溶液の量

m (g) : サンプル乾燥重量

d : 過マンガン酸カリウム 50% (質量/質量) 消費へ換算するための補正係数

なお、 d は、 V_b によって、JIS P8211 の表 4 から求める

「JIS P8211」の閲覧方法

ユーザー登録が必要 (無料)。閲覧のみ OK。ダウンロードや印刷不可

<https://www.jisc.go.jp/app/jis/general/GnrJISNumberNameSearchListtoGnrJISStandardDetailList>

または、

<https://www.jisc.go.jp/app/jis/general/GnrJISSearch.html>

上記 URL に、JIS 規格番号「P8211」を入力して、検索