

シート No.

GT200-PE027 エネルギー

ディーゼルエンジンオイルの塩基価分析 (塩酸法・設定電位)

1/4

※ 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 の 概要

塩酸法による塩基価の測定は、新油又は劣化油をトルエン、2-プロパノール、クロロホルム及び少量の水を含む滴定溶剤に溶かし、塩酸の2-プロパノール溶液で滴定して求めます。明確な変曲点が得られない場合はpH3の緩衝液に電極を浸漬した時の電位を終点電位とします。

滴定の種類:非水中和滴定 (滴定モード:SET-P 検出:mV)

◆参考規格・文献

ASTM D4739-11 Standard Test Method for Base Number Determination by Potentiometric Hydrochloric Acid Titration

装置 構成

自動滴定装置 GT-200 電極: スリ可動型参照電極・ガラス電極

参照電極内部液: 3mol/L-塩化リチウム・エタノール溶液 5mlビュレット

使用 試薬

- [滴定液] ■0.1mol/L-塩酸・2-プロパノール溶液 (石油製品中和価試験用)
- [調製試薬] ■滴定溶剤・・・トルエン1L、2-プロパノール1L、クロロホルム1Lに純水10mlを混合したもの。
■3mol/L-塩化リチウム・エタノール溶液・・・塩化リチウム(特級試薬)12.7gをエタノール(特級試薬)に溶解し、100mlに定容する。
■pH3 緩衝液

分析 操作

[空試験]

- (1) 滴定溶剤75mlをメスシリンダーにて採取し、100mlビーカーに入れます。
- (2) 1mol/L-塩酸・2-プロパノール溶液で滴定します。

[終点電位の決定]

pH3の緩衝液に電極を浸漬し、この時の電位(mV)を終点電位(END1)とします。

[本滴定]

- (1) 試料の推定塩基価から計算で求めた試料のはかり採り量(今回の試料は1g)を、200mlビーカーにはかり採ります。
- (2) 滴定溶剤75mlをメスシリンダーにて採取し、上記ビーカーに加えます。
- (3) 0.1mol/L-塩酸・2-プロパノール溶液で滴定します。

シート No.

GT200-PE027 ディーゼルエンジンオイルの塩基価分析(塩酸法・設定電位) ————— 2/4

[計算式]

$$\text{塩基価 (mgKOH/g)} = (A1 - BL) \times M \times E \times f \times FW / S \times R \quad (\text{固定式使用})$$

A1 : 本滴定における0.1mol/L-塩酸・2-プロパノール溶液の滴定量 (ml)

BL : 空試験における0.1mol/L-塩酸・2-プロパノール溶液の滴定量 (ml)

M : 0.1mol/L-塩酸・2-プロパノール溶液のモル数 (0.1)

E : 0.1mol/L-塩酸・2-プロパノール溶液の当量数 (1)

f : 0.1mol/L-塩酸・2-プロパノール溶液のファクター

FW : 水酸化カリウムの式量 (56.1)

S : 試料採取量 (g)

R : 希釈倍率 (1)

その他

- 測定前にpH標準液3点 (pH7、4、11) を用いて3点校正 (任意) のpH校正を行ってください。pH校正時の電極の選択では『スリ可動型 内部液3.3M KCl (GTRS10B)』を選択してください。
- 5mlビュレットを使用する際は、ビュレット駆動部の『セッテイ』でビュレット容量の設定を行ってください。
- 測定後は電極を滴定溶剤で洗浄し、その後純水に5分間浸漬して復極を行ってください。
- 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

	試料採取量	滴定量 (ml)	測定値 (mgKOH/g)
1	8.0044g	1.3620	0.95
2	8.0051g	1.3668	0.96
3	8.0072g	1.3958	0.98

データ数 (n) 3

平均値 0.96

標準偏差 (SD) 0.012

相対標準偏差 (RSD%) 1.31

ディーゼルエンジンオイル (5W-30) の塩基価を GT-200 にて測定致しました。

明確な変曲点が検出されない試料の為、緩衝液の電位を終点として塩基価を測定致しました。

3回の測定の平均値は約0.96mgKOH/gでした。

シート No.

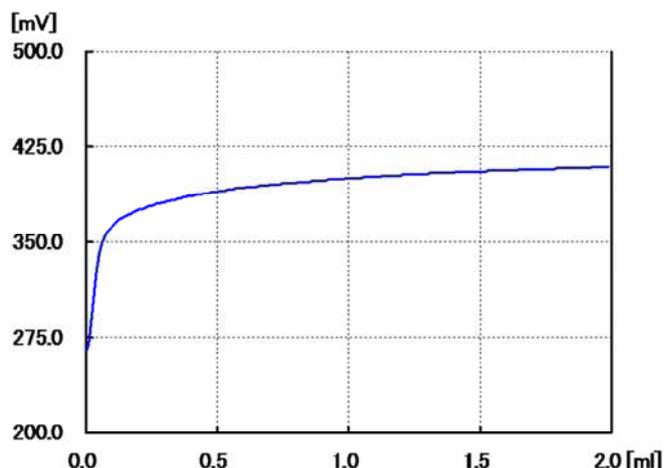
GT200-PE027 ディーゼルエンジンオイルの塩基価分析(塩酸法・設定電位) ————— 3/4

ID No. : 1 GT No.1

User : GT-200

測定日時 : 2014/09/30 09:45
サンプル名 : BLANK

測定の種類 : Sample Titr
サンプルサイズ(S) : 75 [ml]



測定開始電位(Pi) : 264 [mV]
 滴定開始(Start) : 0 [ml] 3264 [mV]
 滴定終了(End) : 1.99 [ml] 409 [mV] 測定時間(Time) : 4 2

実行ファイル No. : 17
 滴定ファイル No. : 41 Base Number/Blank
 滴定モード(Mode) : SET-P 終点 1(End1) : 211.2 [mV]
 検出器(Detect) : mV1
 ビュレット番号(BRT No.) : 1
 滴定試薬番号(Reagent) : 8
 滴定前待ち時間(WTint) : 30 [sec]
 最大滴下量(Vup) : 10 [μ l]
 最小滴下量(Vlow) : 10 [μ l]
 安定待ち感度(dE) : 200 [mV]
 安定待ち時間(dT) : 12 [sec]
 最大滴定量(Vmax) : 10 [ml]
 過剰滴定量(Vover) : 0.05 [ml]

C1 : A1

[ml]

試薬名(Reag) : 0.1M HCl/IPA 当量数(E) : 1 モル濃度(M) : 0.1 [Mol/l]
 ファクタ(f) : 1

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

シート No.

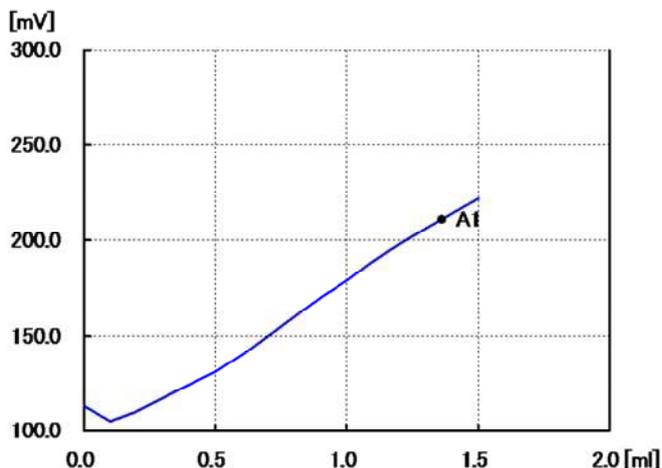
GT200-PE027 ディーゼルエンジンオイルの塩基価分析(塩酸法・設定電位) 4/4

ID No. : 2 GT No.1

User : GT-200

測定日時 : 2014/09/30 10:57
 サンプル名 : Diesel oil 2

測定の種類 : Sample Titr
 サンプルサイズ(S) : 8.0044 [g]



C1 : 0.95 [mgKOH/g]

A1 : 1.362 [ml] 211 [mV]

測定開始電位(Pi) : 113 [mV]
 滴定開始(Start) : 0 [ml] 113 [mV]
 滴定終了(End) : 1.5 [ml] 222 [mV] 測定時間(Time) : 2

実行ファイル No. : 15 OIL/Base Number
 滴定ファイル No. : 42 Base Number
 滴定モード(Mode) : SET-P 終点 1(End1) : 211.2 [mV]
 検出器(Detect) : mV1
 ビュレット番号(BRT No.) : 1
 滴定試薬番号(Reagent) : 8
 滴定前待ち時間(WTint) : 60 [sec]
 最大滴下量(Vup) : 100 [μl]
 最小滴下量(Vlow) : 100 [μl]
 安定待ち感度(dE) : 200 [mV]
 安定待ち時間(dT) : 90 [sec]
 最大滴定量(Vmax) : 50 [ml]
 過剰滴定量(Vover) : 0.05 [ml]

$$C1 : (A1 - BL) * M * E * f * FW / S * R \quad [mgKOH/g]$$

試薬名(Reag) : 0.1M HCl/IPA 当量数(E) : 1 モル濃度(M) : 0.1 [Mol/l]
 ファクタ(f) : 1 ブランク(BL) : 0 [ml]
 式量(FW) : 56.1 希釈率(R) : 1

試薬注入速度(BuretInjectionSpeed) : 125 [ul/sec]