

シート No.

GT200-PE026R エネルギー

ディーゼルエンジンオイルの塩基価分析 (過塩素酸法)

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、最適条件でご使用下さい

測定 の 概 要

ディーゼルエンジンオイルの塩基価(過塩素酸法)は、試料を酢酸とクロロベンゼンに溶かし、過塩素酸の酢酸溶液で滴定して求めます。滴定で求めた塩基価は油の中に含まれている塩基性成分(酸化防止剤や清浄剤など)の能力を判断する目安に用いられています。

滴定の種類 : 非水中和滴定

滴定モード : INF 検出:mV

参考規格・文献: **ASTM D2896 (B法)** Standard Test Method for Base Number of Petroleum Products by Potentiometric Perchloric 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: 過塩素酸ナトリウム・酢酸飽和溶液(上澄み液を充填)

使 用 試 薬

- [滴定液] ■ 0.1mol/L-過塩素酸・酢酸溶液 (非水滴定用)
- [調製試薬] ■ 過塩素酸ナトリウム・酢酸飽和溶液・・・過塩素酸ナトリウム一水和物(特級試薬)を酢酸中に飽和させる。必ず過剰の過塩素酸ナトリウムの結晶が残るようにする。
- [使用試薬] ■ クロロベンゼン(特級試薬) ■ 酢酸(特級試薬)

分 析 操 作

[空試験]

- (1) 100mlビーカーにクロロベンゼン40ml及び酢酸20mlを採取して入れます。
- (2) 0.1mol/L-過塩素酸・酢酸溶液で滴定します。

[本滴定]

- (1) 予期塩基価から求めたはかり採り量(今回は1g)のサンプルを200mlビーカーにはかり採ります。
- (2) クロロベンゼン40ml及び酢酸20mlを上記ビーカーに加えます。
- (3) 0.1mol/L-過塩素酸・酢酸溶液で滴定します。

シート No.

GT200-PE026R ディーゼルエンジンオイルの塩基価分析(過塩素酸法) 2/4

[計算式]

塩基価 (mgKOH/g) = (A1 - BL) × M × E × f × FW / S × R (固定式使用)

A1 : 本滴定における0.1mol/L-過塩素酸・酢酸溶液の滴定量(ml)

BL : 空試験における0.1mol/L-過塩素酸・酢酸溶液の滴定量(ml)

M : 0.1mol/l-過塩素酸・酢酸溶液のモル数 (0.1)

E : 0.1mol/l-過塩素酸・酢酸溶液の当量数 (1)

f : 0.1mol/L-過塩素酸・酢酸溶液のファクター

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

■測定前の電極の検査方法。①酢酸60mlにフタル酸水素カリウム(容量分析用標準物質)0.1gを溶解し、この液に電極を浸漬して電位を読み取ります。②クロロベンゼンにて電極を洗浄後、酢酸50mlに0.1mol/L-過塩素酸・酢酸溶液0.75mlを加えた液に電極を浸漬し、電位を読み取ります。得られた①と②の電位の差が0.3V(300mV)以上であることを確認します。

■測定後は電極を速やかにクロロベンゼンまたは滴定溶剤で洗浄し、必要に応じてペーパーなどで汚れを完全に除去します。その後純水に5分間浸漬して復極します。洗浄及び復極を怠りますと、電位の乱れや測定値のばらつき等の原因になります。

■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下さい。

■試薬の取り扱い時には保護めがねや手袋等の保護具を着用下さい。

測定結果

	試料採取量	滴定量(ml)	測定値(mgKOH/g)
1	1.0046g	0.7839	4.31
2	1.0051g	0.7795	4.28
3	1.0091g	0.7822	4.28

データ数 (n) 3

平均値 4.29

標準偏差 (SD) 0.016

相対標準偏差 (RSD%) 0.37

ディーゼルエンジンオイル(10W-30)の塩基価をGT-200にて測定致しました。

3回の測定の平均値は約4.29mgKOH/gでした。相対標準偏差(RSD%)は0.37%であり、再現性良く測定出来ています。

シート No.

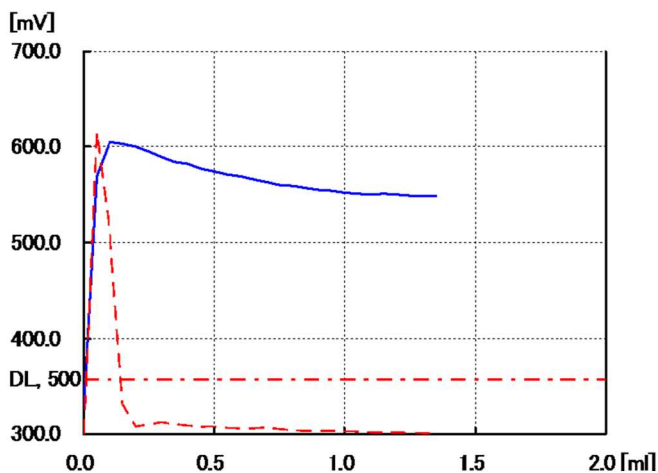
GT200-PE026R ディーゼルエンジンオイルの塩基価分析(過塩素酸法) 3/4

ID No. : 1R GT No.1

User : GT-200

測定日時 : 2014/09/12 10:32
サンプル名 : BLANK

測定の種類 : Sample Titr
サンプルサイズ(S) : 60 [ml]



測定開始電位(Pi) : 330 [mV]
 滴定開始(Start) : 0 [ml] 330 [mV]
 滴定終了(End) : 1.35 [ml] 549 [mV] 測定時間(Time) : 2' 0"

実行ファイル No. : 15 OIL/Base Number
 滴定ファイル No. : 43 Base Number B/Blank
 滴定モード(Mode) : INF 終点 1(End1) 電位幅(End1 Width) : 500 [mV] ± 1000 [mV]
 検出器(Detect) : mV1
 ビュレット番号(BRT No.) : 1
 滴定試薬番号(Reagent) : 9
 滴定前待ち時間(WTint) : 10 [sec]
 最大滴下量(Vup) : 50 [μl]
 最小滴下量(Vlow) : 50 [μl]
 安定待ち感度(dE) : 3 [mV]
 安定待ち時間(dT) : 3 [sec]
 微分判定値(DL) : 500 [mV/ml]
 終点判定数(DetCnt) : 1
 最大滴定量(Vmax) : 5 [ml] C1 : A1
 過剰滴定量(Vover) : 0.05 [ml] [ml]

試薬名(Reag) : 0.1M HClO4/AcOH 当量数(E): 1 モル濃度(M): 0.1 [Mol/l]
 ファクタ(f) : 0.9845

試薬注入速度(BuretInjectionSpeed) : 250 [ul/sec]

シート No.

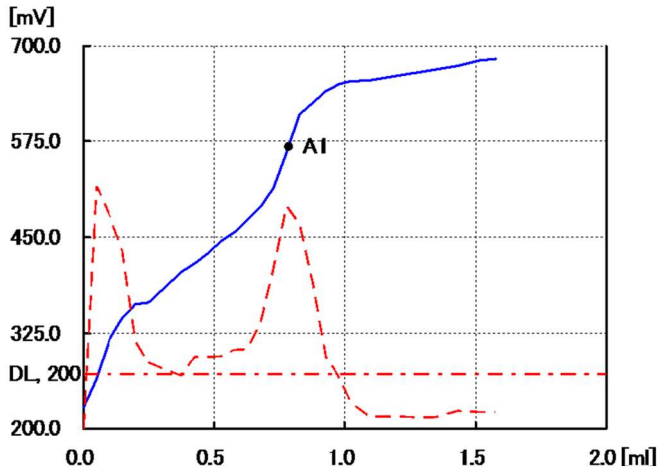
GT200-PE026R ディーゼルエンジンオイルの塩基価分析(過塩素酸法) 4/4

ID No. : 7 GT No.1

User : GT-200

測定日時 : 2014/09/12 15:15
サンプル名 : Diesel oil

測定の種類 : Sample Titr
サンプルサイズ(S) : 1.0046 [g]



C1 : 4.31 [mgKOH/g]

A1 : 0.7839 [ml] 568 [mV]

測定開始電位(Pi) : 228 [mV]
 滴定開始(Start) : 0 [ml] 228 [mV]
 滴定終了(End) : 1.575 [ml] 683 [mV] 測定時間(Time) : 3' 21"

実行ファイル No. : 15 OIL/Base Number
 滴定ファイル No. : 46 Base Number B
 滴定モード(Mode) : INF 終点 1(End1) 電位幅(End1 Width) : 600 [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) : 9
 滴定前待ち時間(WTint) : 30 [sec]
 最大滴下量(Vup) : 250 [μl]
 最小滴下量(Vlow) : 50 [μl]
 安定待ち感度(dE) : 3 [mV]
 安定待ち時間(dT) : 3 [sec]
 微分判定値(DL) : 200 [mV/ml]
 終点判定数(DetCnt) : 6
 最大滴定量(Vmax) : 20 [ml] C1 : (A1-BL)*M*E*f*FW/S*R
 過剰滴定量(Vover) : 0.5 [ml] [mgKOH/g]

試薬名(Reag) : 0.1M HClO4/AcOH 当量数(E) : 1 モル濃度(M) : 0.1 [Mol/l]
 ファクタ(f) : 0.9845 ブランク(BL) : 0 [ml]
 式量(FW) : 56.1 希釈率(R) : 1

試薬注入速度(BuretInjectionSpeed) : 250 [ul/sec]