

シート No.

GT-200-PE-052

エネルギー

ASTM D2710 による臭素指数の測定

関連規格： ASTM D2710

1/4

測定 の 概要

臭素指数とは、試験条件下で試料 100 g と反応する臭素の質量 (mg) を表す値で、試料の不飽和度の指標に用いられます。

石油系炭化水素の臭素指数を測定する ASTM D2710 に従って、模擬試料(シクロヘキセン/イソオクタン)の 0.1 w/w % 溶液)の測定を行い、相対標準偏差 0.55 % と再現性良く測定ができました。

装置 構成

自動滴定装置 GT-200 アナログバック PS 基板、自動ビュレット(10 mL、20 mL)、スターラ、冷却ジャケット、冷却水循環装置 (循環冷却水の温度は 5 °C に設定)

電極： 双白金電極

使用 試薬

- [滴定液] ■ 臭素溶液(0.05N)
- [滴定溶液] ■ 滴定溶剤(酢酸、ジクロロメタン、メタノール、硫酸(1+5)の混合液)
(調製方法) 特級 酢酸 714 mL、特級 ジクロロメタン 134 mL、特級 メタノール 134 mL、硫酸(1+5) 18 mL を調製。硫酸(1+5)は、特級 硫酸と純水を体積比 1:5 で混合。
- [滴定液の標定] ■ 特級 酢酸(規格では氷酢酸)
■ 特級 塩酸(規格では relative density 1.19 のもの)
■ 150 g/L ヨウ化カリウム溶液
■ 純水
■ 0.05 N チオ硫酸ナトリウム溶液
- [模擬試料] ■ シクロヘキセンをイソオクタンで希釈した 0.1 w/w % 溶液(臭素指数 約 200)

測定 結果

試料名	試料量 (g)	A1 (mL)	臭素指数	平均値 相対標準偏差 (%)
模擬試料	10.000	5.204	205.30	Ave. = 204 RSD (%) = 0.55
	10.000	5.156	203.58	
	10.000	5.146	203.18	

※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。

シート No.

GT-200-PE-052

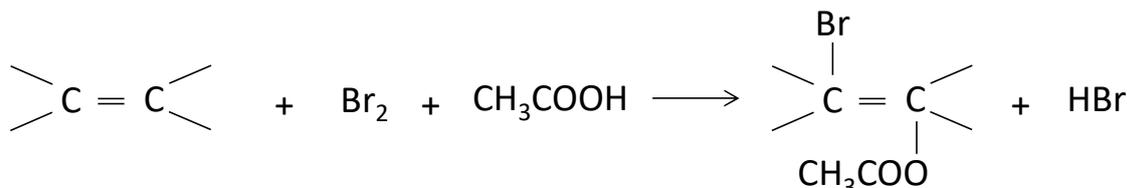
エネルギー

2/4

滴 定 原 理

臭素指数の滴定では下記の式の様な反応が起きる。まず、サンプル中の不飽和結合と臭素が反応する。酢酸溶媒中では臭素が反応した後、酢酸イオンが反応する。生成した HBr も同様の反応をするため、臭素 1 分子に対し不飽和結合 2 つと反応する。そのため、臭素の反応当量数は2となる。

ASTM D2710 の適用範囲は臭素指数 1000 未満である。



分 析 操 作

[滴定液の標定]

ASTM D2710 には分極滴定による滴定液の標定方法が記されていないため、ASTM D5776 を参考に、規格の方法を一部変更して行った。

- (1) 500 mL よう素フラスコに、酢酸 50 mL と塩酸 1mL を分取した。
- (2) 氷浴中で約 10 分間冷却した。
- (3) 40 mL (規格では 40 - 45 mL) の滴定液(臭素溶液)をビュレットの分取機能を用いて、よう素フラスコに添加した。規格では、50 mL ビュレットを用いることになっているが、滴定に使用した 10 mL を用いて滴下した。また、規格では全量を 90 - 120 s で滴下することになっているので、ビュレットの速度を 250 $\mu\text{L/s}$ に設定した。
- (4) 滴下終了後、すぐに栓をして、振り混ぜた。
- (5) 再度、氷浴につけ、栓上部の液溜りよう化カリウム溶液 5 mL を加えた。
- (6) 5 分後、氷浴から取り出し、栓をゆっくりとあけて、よう化カリウム溶液を添加した。
- (7) 栓をして、激しく振り混ぜた。
- (8) 純水 100 mL を用いて、300 mL ビーカーに洗い込んだ。この時、栓も洗い込んだ。
- (9) ビーカーに攪拌子を加え、0.05 N チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定を行った。(20ml ビュレット使用)

[ブランク測定]

ブランク測定は、次のように行った。

- (1) 滴定溶媒 110 mL を 200 mL トールビーカーに入れ、攪拌子を加え冷却ジャケットに設置した。(冷却ジャケットに循環する水の温度は 5 $^{\circ}\text{C}$ に設定した。ビーカーと冷却ジャケット間に水を入れ、熱伝導を確保した。) 規格には、「A jacketed glass vessel of approximately 150-mL capacity of such a form that can be conveniently maintained at 0 to 5 $^{\circ}\text{C}$ (32 to 41 $^{\circ}\text{F}$).」とある。
- (2) 0.05 N 臭素溶液で滴定した。終点は、電位差が大きく変化し 30 秒間維持される点とした。

[サンプル測定]

サンプル測定は、次のように行った。

- (1) 滴定溶媒 110 mL を 200 mL トールビーカーに入れた。規格には、「A jacketed glass vessel of approximately 150-mL capacity of such a form that can be conveniently maintained at 0 to 5 $^{\circ}\text{C}$ (32 to 41 $^{\circ}\text{F}$).」とある。
- (2) 試料を約 10 g 量り取った。

シート No.

GT-200-PE-052

エネルギー

3/4

量り取り量は、規格に次の様な基準が示されている。

Bromine Index	Sample Size, g
100 to 500	10 to 8
Over 500 to 1000	8 to 4

- (3) 攪拌子を加え冷却ジャケットに設置した。(冷却ジャケットに循環する水の温度は 5 °C に設定した。ビーカーと冷却ジャケット間に水を入れ、熱伝導を確保した。)
- (3) 0.05 N 臭素溶液で滴定した。終点は、電位差が大きく変化し 30 秒間維持される点とした。

計 算 式

[滴定液の標定]

$$\text{臭素溶液のファクター} = \frac{A1 \times f}{S}$$

A1 : 滴定量 (mL)

f : 滴定液(チオ硫酸ナトリウム溶液)のファクター

S : 臭素溶液の添加量 (40 mL)

[臭素指数]

$$\text{臭素指数} = \frac{(A1 - BL) \times M \times E \times f \times 7990}{S}$$

A1 : 滴定量 (mL)

BL : ブランク測定の滴定量 (0.09 mL)

M : 滴定液(臭素溶液)のモル濃度 (0.025 mol/L)

E : 滴定液(臭素溶液)の等量数 (2)

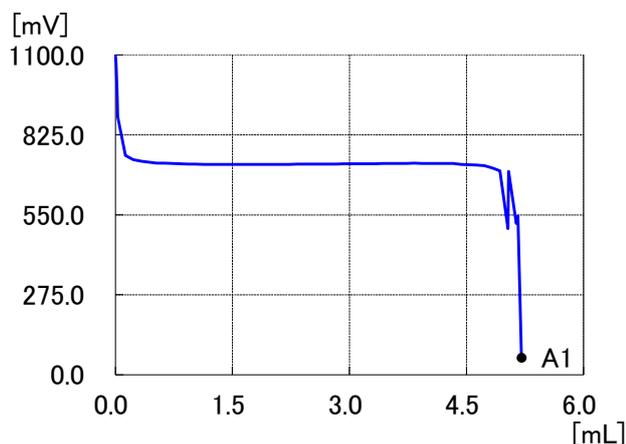
f : 滴定液(臭素溶液)のファクター (1.0059)

7990 : 臭素分子 (Br₂) の分子量 159.8 mol/g と試料 100g 中の 100 の積を当量数 2 で割ったもの

S : 試料量 (g)

測 定 デ ー タ

臭素指数 (ASTM D2710)



サンプル名	: シロキセン 0.1 w/w % イオカタン溶液
試料採取量 (S)	: 10.000 [g]
臭素指数 (G1)	: 205.30 []
滴定量 (A1)	: 58.4 [mV] 5.204 [mL]
測定開始電位 (Pi)	: 1098 [mV]
滴定開始 (Start)	: 1098 [mV] 0 [mL]
滴定終了 (End)	: 58.4 [mV] 5.204 [mL]
測定時間 (Time)	: 12' 25"

シート No.

GT-200-PE-052

エネルギー

4/4

滴 定 条 件

	滴定液の標定	ブランク測定	サンプル測定
滴定モード (Mode)	: R-TIME	R-TIME	R-TIME
検出器 (Detect)	: mV (P)	mV (P)	mV (P)
滴定前待ち時間 (WT _{int})	: 30 [s]	60 [s]	60 [s]
最大滴下量 (V _{up})	: 100 [μL]	10 [μL]	100 [μL]
最小滴下量 (V _{low})	: 10 [μL]	10 [μL]	10 [μL]
滴下ゲイン (Gain)	: 10	10	10
滴下周期 (Cont)	: 6 [s]	12 [s]	12 [s]
最大滴定量 (V _{max})	: 50 [mL]	20 [mL]	20 [mL]
終点待ち時間 (End time)	: 30 [s]	30 [s]	30 [s]
終点 1 (END1)	: 100 [mV]	500 [mV]	500 [mV]

そ の 他

- 規格に基づいた測定を行いました。規格に記載の内容がすべて転記されていません。規格を確認してから測定を実施してください。
- ASTM D2710 には、分極滴定による滴定液の標定方法は記載されておらず、滴定液の標定は ASTM D2710 に従ったものになっていません。
- 双白金電極の先端の白金線は、曲がりやすいので使用時にご注意ください。
- 冷却ジャケット使用時には、水漏れにご注意ください。
- 電極の取扱方法につきましては、電極に付属の取扱説明書をご参照下さい。
- 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。