

シート No.

GT-310-PE-029

エネルギー

0.1 mol/L 水酸化カリウムの 2-プロパノール 溶液の標定 (JIS K 2501)

-1/3

関連規格: JIS K 2501:2003 石油製品及び潤滑油—中和価試験方法 7.電位差滴定法(酸価)

測定概要

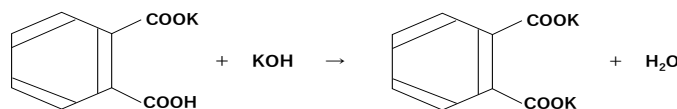
「中和価試験方法 7.電位差滴定法(酸価)」では滴定試薬として、0.1 mol/L 水酸化カリウムの 2-プロパノール溶液を使用します。規格には濃度変化が 0.0005 mol/L(ファクター換算で 0.005)以上にならない間隔で標定し直す旨が記載されています。

本シートでは電位差滴定法で標定を実施し、相対標準偏差 1 %以内の繰り返し精度で測定できました。

測定原理

フタル酸水素カリウムを水酸化カリウムで中和する。

滴定はガラス電極-参照電極間の電位差を記録しながら行う。当量点付近では急激な電位差の変化を生じるので、その点を終点として検出する。フタル酸水素カリウムの採取量と、終点までに滴下した 0.1 mol/L 水酸化カリウムの 2-プロパノール溶液の滴下量よりファクターを算出する。



装置構成

自動滴定装置 GT-310 *10 mL ビュレットを使用。

電極 ガラス電極 105

参照電極 105 (スリ可動型) (内部液: 3 mol/L 以上の塩化カリウム飽和溶液)

使用試薬

[滴定試薬] ■0.1 mol/L 水酸化カリウムの 2-プロパノール溶液(石油中和価試験用)

[試薬] ■フタル酸水素カリウム(認証標準物質)・・・105 °Cで 2 時間乾燥させたもの。

■飽和塩化カリウム溶液・・・純水に塩化カリウム(特級)を溶け残るまで加え、上澄みを使用した。

測定結果

試料名	試料採取量 (g)	滴定量 (mL)	濃度 (mol/L)	平均値 (mol/L)	相対標準偏差 (%)
フタル酸水素 カリウム	0.1146	5.6661	0.994	0.993	0.1
	0.1182	5.8471	0.994		
	0.1242	6.1550	0.992		

シート No.

GT-310-PE-029 0.1 mol/L 水酸化カリウムの 2-プロパノール溶液の標定(JIS K 2501) -2/3

実験手順

[空試験]

- 200 mL ビーカーに純水 100 mL を分取した。
- 滴定試薬で滴定した。

[本滴定]

- 200 mL ビーカーにフタル酸水素カリウム 0.1~0.15 g を 0.2 mg の桁まで量り取り、純水 100 mL を加え溶解した。
- 滴定試薬で滴定した。

計算式

$$\text{ファクター} = 1000 \times W / FW / (A1-B)/Q$$

1000 : L → mL への単位換算係数

W : フタル酸水素カリウムの量り取り量(g)

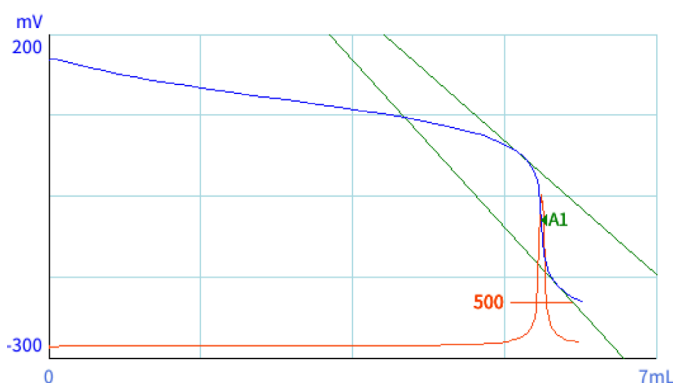
FW : フタル酸水素カリウムの式量(=204.23 g/mol)

A1 : 本滴定に要した滴定試薬の量(mL)

B : 空試験に要した滴定試薬の量(=0.02225 mL)

Q : 滴定試薬の濃度(=0.1 mol/L)

測定データ



サンプル名	: フタル酸水素カリウム		
滴定量	: 5.6661 mL	-86.3	mV
測定開始	: 0.000 mL	160.4	mV
測定終了	: 6.129 mL	-211.4	mV
測定時間	: 10分 14秒		

シート No.

GT-310-PE-029

0.1 mol/L 水酸化カリウムの 2-プロパノール溶液の標定(JIS K 2501) -3/3

滴定条件

■ 下記に記載のないパラメーターは初期設定の数値を使用しています。

		空試験	本滴定
検出器	: 2.5	: 2.5	: 2.5
検出器	: mV1	: mV1	: mV1
測定方法	: 一般滴定	: 一般滴定	: 一般滴定
滴定前待ち時間	: 30 s	: 10 s	: 10 s
滴下制御方法	: コンスタント [細かい*]	: 設定 [普通*]	: 設定 [普通*]
滴下量	最大滴定量 : 5 μ L	: 250 μ L	: 250 μ L
	最小滴定量 : 5 μ L	: 20 μ L	: 20 μ L
安定判断速度	: 設定 [遅い*]	: 設定 [遅い*]	: 設定 [遅い*]
安定判断基準電位差	: 1.5 mV	: 1.5 mV	: 1.5 mV
安定判断時間	: 5 s	: 5 s	: 5 s
終点 1	: 変曲点	: 変曲点	: 変曲点
終点 1 基準電位	: 0 mV	: 0 mV	: 0 mV
終点 1 電位幅	: 500 mV	: 500 mV	: 500 mV
終点 1 微分判定値	: 500 mV/mL	: 500 mV/mL	: 500 mV/mL
終点 1 終点判定数	: 3	: 10	: 10
最大滴定量	: 0.3 mL	: 10 mL	: 10 mL
過剰滴定量	: 0.03 mL	: 0.2 mL	: 0.2 mL

*: 設定以外のパラメーターも使用できます。

その他

- 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、充分注意して取扱ってください。
- 試薬の取扱い時には保護メガネや手袋などの保護具を着用ください。
- 定期的に参照電極の内部液の交換を行ってください。
- 滴定試薬が大気中の二酸化炭素を吸入するため、ソーダ石灰等の吸収剤を付属の吸収剤充填管に入れ、試薬瓶キャップに付けて使用してください。