

シート No.

GT-310-PE-033

エネルギー

0.1 mol/L 酢酸ナトリウムの酢酸溶液の標定^{1/4} (JIS K 2501)

関連規格: JIS K 2501:2003 石油製品及び潤滑油—中和価試験方法 9.電位差滴定法(塩基価・過塩素酸法)

測定概要

「中和価試験方法 9.電位差滴定法(塩基価・過塩素酸法)」では逆滴定の滴定試薬として、0.1 mol/L 酢酸ナトリウムの酢酸溶液を使用します。規格には少なくとも週に 1 回再標定をする旨が記載されています。0.1 mol/L 過塩素酸の酢酸溶液との中和滴定により標定します。滴定溶剤の量により A 法(120 mL)と B 法(60 mL)に分けられます。本シートでは B 法を自動滴定法で実施し、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

本滴定では過塩素酸を酢酸ナトリウムで中和する。空試験により滴定溶剤に消費される過塩素酸の量を補正する。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。

滴定試薬(0.1 mol/L 酢酸ナトリウムの酢酸溶液)を毎分 1.0 mL 以下で滴下し、変曲点を終点として検出する。0.1 mol/L 過塩素酸の酢酸溶液の採取量と、終点までに滴下した滴定試薬の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

電極 ガラス電極 105

参照電極 105(スリ可動型) (内部液:過塩素酸ナトリウム電極液)

温度センサー付ビュレットカセット 20 mL

使用試薬

- [滴定試薬] ■0.1 mol/L 酢酸ナトリウムの酢酸溶液(非水滴定用)
■0.1 mol/L 過塩素酸の酢酸溶液(非水滴定用)
- [試薬] ■滴定溶剤・・・酢酸(特級) 1 容とクロロベンゼン(特級) 2 容を混合したもの。
■過塩素酸ナトリウム電極液・・・過塩素酸ナトリウム一水和物(特級)を酢酸(特級)に過剰に入れて飽和させたもの。

測定結果

試料名	試料採取量 (mL)	滴定量 (mL)	ファクター	平均値	相対標準偏差 (%)
0.1 mol/L 過塩素酸の酢酸溶液	4	3.9629	1.0033	1.0031	0.0
		3.9631	1.0033		
		3.9646	1.0029		

シート No.

GT-310-PE-033

0.1 mol/L 酢酸ナトリウムの酢酸溶液の標定(JIS K 2501)

——2/4

実験手順

[空試験]

1. 150 mL トールビーカーに滴定溶剤 60 mL を分取した。
2. 0.1 mol/L 過塩素酸の酢酸溶液で滴定した。*

[本滴定]

1. 150 mL トールビーカーに 0.1 mol/L 過塩素酸の酢酸溶液 4.00 mL を GT-310BRT の分注操作で分取し、滴定溶剤 60 mL に溶かした。
2. 0.1 mol/L 酢酸ナトリウムの酢酸溶液で滴定した。*

*今回は GT-310BRT を 2 台使用しました。1 台の場合、試薬カセットを入れ替えて使用してください。

計算式

$$\text{ファクター} = (4-B) \times X1 / A1$$

温度補正時^{*1}

$$\text{ファクター} = [4 \times \{1+0.001 \times (X2-X3)\} - B \times \{1+0.001 \times (X2-X4)\}] \times X1 / A1$$

- 4 : 0.1 mol/L 過塩素酸の酢酸溶液の採取量 (mL)
B : 空試験に要した 0.1 mol/L 過塩素酸の酢酸溶液の量 (=0mL)
X1 : 0.1 mol/L 過塩素酸の酢酸溶液のファクター (=0.994)^{*2}
A1 : 本滴定に要した 0.1 mol/L 酢酸ナトリウムの酢酸溶液の量 (mL)

X2 : 0.1 mol/L 過塩素酸の酢酸溶液の標定時温度 (°C)
X3 : 0.1 mol/L 過塩素酸の酢酸溶液 4 mL 滴下時の温度 (°C)
X4 : 0.1 mol/L 過塩素酸の酢酸溶液の空試験時の温度 (°C)

*1: 標定時と使用時で滴定前の温度差が 5 °C を超える場合に使用します。

今回は、5 °C 以内のため、温度補正時の計算式は使用していません。

*2: JIS K2501 に従い標定を行った(アプリケーションシート No:GT-310-PE-033 参照)

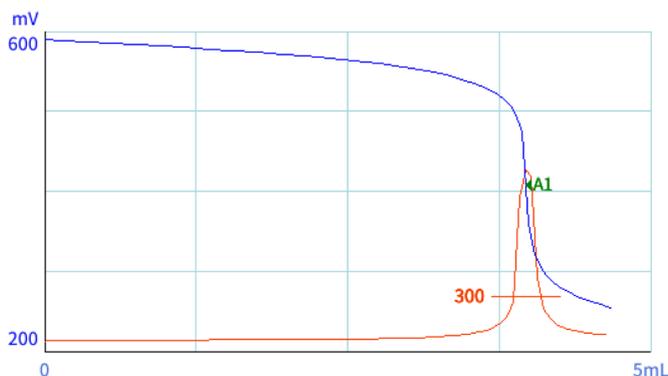
シート No.

GT-310-PE-033

0.1 mol/L 酢酸ナトリウムの酢酸溶液の標定(JIS K 2501)

3/4

測定データ



サンプル名	: 0.1 mol/L 過塩素酸の酢酸溶液		
滴定量	: 3.9629 mL	408.3	mV
測定開始	: 0.000 mL	589.7	mV
測定終了	: 4.662 mL	256.0	mV
測定時間	: 15 分 07 秒		
開始温度	: 22.3 °C		

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	
スターラー回転速度	: 2.5	: 2.5	
検出器	: mV1	: mV1	
滴定試薬	: 0.1mol/L HClO4/AcOH	: 0.1mol/L AcONa/AcOH	
測定方法	: 石油中和価(公定法)	: 石油中和価(公定法)	
ビュレット番号	: 1	: 2	
滴定前待ち時間	: 60 s	: 60 s	
滴下制御方法	: 設定	: 設定	
最大滴下量	: 50 µL	: 200 µL	
最小滴下量	: 10 µL	: 50 µL	
安定判断速度	: 設定	: 設定	
安定判断基準電位差	: 1 mV	: 1 mV	
安定判断時間	: 12 s	: 12 s	
終点 1	: 変曲点/設定電位	: 変曲点/設定電位	
終点 1 基準電位	: 500 mV	: 500 mV	
終点 1 電位幅	: 250 mV	: 250 mV	
終点 1 微分判定値	: 300 mV/mL	: 300 mV/mL	
終点 1 終点判定数	: 3	: 5	
最大滴定量	: 10 mL	: 20 mL	
終了変化率	: 50 mV/mL	: 50 mV/mL	

*: 変曲点が検出できない場合、終点 1 基準電位が終点として検出されます。滴定量(A1)の電位が終点 1 基準電位と同値の場合、滴定量を 0 としてください。

シート No.

GT-310-PE-033

0.1 mol/L 酢酸ナトリウムの酢酸溶液の標定(JIS K 2501)

———4/4

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めがねや手袋などの保護具を着用ください。
- 定期的(少なくとも週1回)に参照電極の内部液の交換を行ってください。
- 使用前に温度センサー付ビュレットの正確度が $20\text{mL} \pm 0.02\text{ mL}$ であることを確認しました。