

シート No.

GT-310-PE-043

エネルギー・石油製品

0.1 mol/L 過塩素酸・酢酸溶液の標定 (ASTM D2896)

1/3

関連規格: ASTM D2896-15 Standard Test Method for Base Number of Petroleum Products by Potentiometric Perchloric Acid Titration

測定概要

規格では、滴定試薬として 0.1 mol/L 過塩素酸・酢酸溶液を使用します。標定の方法は、使用する溶媒量により手順 A (120 mL) と手順 B (60 mL) に分けられます。また、ビュレットを用いる手動滴定と、電動ビュレットを用いる自動滴定があります。

本シートでは手順 B の自動滴定で実施し、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

フタル酸水素カリウムを過塩素酸で中和する。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。滴定試薬(0.1 mol/L 過塩素酸・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。フタル酸水素カリウムの採取量と、終点までに滴下した滴定試薬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

電極 ガラス電極 105

スリ可動参照電極 105 (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 (標定時と使用時に滴定試薬の温度差がある場合、補正が必要なので温度を記録する)

使用試薬

[滴定試薬] ■ 0.1 mol/L 過塩素酸・酢酸溶液(非水滴定用)

[試薬] ■ フタル酸水素カリウム(認証標準物質)・・・120 °C で 2 時間加熱し、放冷したもの

■ 酢酸(特級)

■ クロロベンゼン(特級)

■ 過塩素酸ナトリウム電極液・・・過塩素酸ナトリウム(特級)を酢酸に飽和させたもの

シート No.

GT-310-PE-043

エネルギー・石油製品

— 2/3

測定結果

試料名	試料採取量 (g)	滴定量 (mL)	ファクター	平均値	相対標準偏差 (%)
フタル酸水素 カリウム	0.0852	4.2029	0.993	0.993	0.1
	0.0855	4.2218	0.992		
	0.0903	4.4480	0.994		

実験手順

[空試験]

- 150 mL トールビーカーに酢酸 20 mL を分取し、クロロベンゼン 40 mL を加えた。
- 0.1 mol/L 過塩素酸・酢酸溶液で滴定した。

[本滴定]

- 150 mL トールビーカーにフタル酸水素カリウム 0.05-0.1 g を 0.1 mg の桁まではかり取り、温酢酸* 20 mL を加えて溶かし、クロロベンゼン 40 mL を加えた。
- 室温まで冷却後、0.1 mol/L 過塩素酸・酢酸溶液で滴定した。

* warm glacial acetic acid と記載されているので、約 50°C の酢酸を用いました。

計算式

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

1000: mL あたり → L あたりへの単位換算係数

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)

A1: 本滴定に要した 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム・酢酸溶液の量 (mL)

B: 空試験に要した 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム・酢酸溶液の量 (= 0 mL)

Q: 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム・酢酸溶液の濃度 (= 0.1 mol/L)

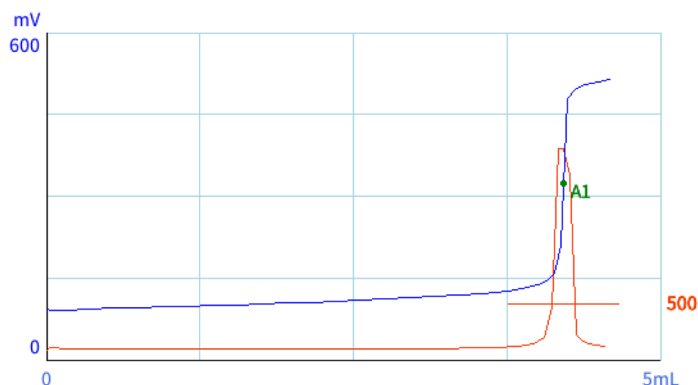
シート No.

GT-310-PE-043

エネルギー・石油製品

3/3

測定データ



サンプル名: フタル酸水素カリウム
 滴定量: 4.2029 mL 324.0 mV
 測定開始: 0.000 mL 95.5 mV
 測定終了: 4.576 mL 514.0 mV
 測定時間: 9分42秒
 開始温度: 22.8 °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
測定方法:	石油中和価(公定法)	石油中和価(公定法)
検出器:	mV1	mV1
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 μ L	200 μ L
最小滴下量:	10 μ L	50 μ L
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*1	変曲点/設定電位*1
終点1基準電位:	460 mV	460 mV
終点1電位幅:	250 mV	250 mV
終点1微分判定値:	500 mV/mL	500 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

*1: 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、変曲点を検出していないため滴定量を0としてください。

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。
- 試薬の取り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が規格内である ± 0.02 mLの正確度であることを確認しました。
- 滴定の都度、電極を洗浄し純水に5分以上浸漬させることを推奨します。