

シート No.

GT-310-PE-044

エネルギー・石油製品

0.1 mol/L 酢酸ナトリウム・酢酸溶液の標定 (ASTM D2896)

1/4

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

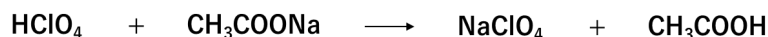
測定概要

規格では、逆滴定の滴定試薬として 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム・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

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

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

使用試薬

- [滴定試薬] ■ 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム・酢酸溶液(非水滴定用)
- 0.1 mol/L 過塩素酸・酢酸溶液(非水滴定用)
- [試薬] ■ 滴定溶媒・・・クロロベンゼン(特級) 2 容と酢酸(特級)1 容を混合したもの
- 過塩素酸ナトリウム電極液・・・酢酸(特級)に過塩素酸ナトリウム(特級)を飽和させたもの

シート No.

GT-310-PE-044

エネルギー・石油製品

— 2/4

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・ 酢酸溶液	4	3.9646	1.002	1.002	0.1
		3.9654	1.002		
		3.9564	1.004		

実験手順

[空試験]

- 150 mL トールビーカーに滴定溶媒 60 mL を採取した。
- 0.1 mol/L 過塩素酸・酢酸溶液で滴定した。

[本滴定]*

- 150 mL トールビーカーに滴定溶媒 60 mL を採取した。
- GT-310 で 0.1 mol/L 過塩素酸・酢酸溶液 4.00 mL を加え、0.1 mol/L 酢酸ナトリウム・酢酸溶液で滴定した。*

* 今回は GT-310BRT を 2 台使用して本滴定の手順 2 を自動で実施しました。

GT-310BRT 1 台の場合は、0.1 mol/L 過塩素酸・酢酸溶液の分注操作で 4 mL 加えた後、0.1 mol/L 酢酸ナトリウム・酢酸溶液のカセットと交換して滴定してください。

計算式

$$\text{ファクター} = (4 - B) \times fp1 / A1$$

温度補正時 *1

$$\text{ファクター} = [4 \times \{1 + 0.001 \times (X2 - t)\} - B \times \{1 + 0.001 \times (X2 - X3)\}] \times fp1 / A1$$

- 4: 0.1 mol/L 過塩素酸・酢酸溶液の採取量 (= 4 mL)
 B: 空試験に要した 0.1 mol/L 過塩素酸・酢酸溶液の量 (= 0 mL)
 fp1: 0.1 mol/L 過塩素酸・酢酸溶液のファクター (= 0.993) *2
 A1: 本滴定に要した滴定試薬の量 (mL)

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

*1: 0.1 mol/L 過塩素酸の酢酸溶液の標定時と、今回滴定時の温度差が 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: ASTM D2896 に従い標定を行いました(アプリケーションシート No: GT-310-PE-043 参照)

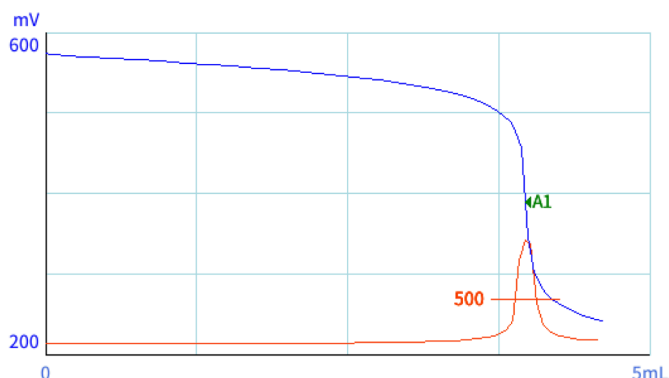
シート No.

GT-310-PE-044

エネルギー・石油製品

— 3/4

測定データ



サンプル名: 0.1 mol/L 過塩素酸・酢酸溶液
 滴定量: 3.9646 mL 389.2 mV
 測定開始: 0.000 mL 573.7 mV
 測定終了: 4.597 mL 242.6 mV
 測定時間: 12分30秒
 開始温度: 25.3 °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
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
プリセット1:	なし	容量*1
P1 ビュレット番号:		1
P1 滴定試薬:		0.1M HClO4/AcOH
P1 注入量:		4 mL
滴定試薬:	0.1M HClO4/AcOH	0.1M AcONa/AcOH
ビュレット番号:	1	2
滴定前待ち時間:	60 s	120 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*2	変曲点/設定電位*2
終点1 基準電位:	450 mV	450 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: GT-310 BRT を2台使用して手順2を自動化しているため設定しています。

*2: 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、変曲点を検出できていないので滴定量を0 mLとしてください。

シート No.

GT-310-PE-044

エネルギー・石油製品

— 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。
- 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。