

アプリケーションノート 石油製品の全酸価

関連業種	石油
使用装置	電位差自動滴定装置
測定手法	電位差滴定法 / 中和滴定
関連規格	ASTM D664

1. 概要

石油製品の全酸価は、劣化の度合いの確認等、品質を評価するうえで重要です。本アプリケーションでは、ASTM D664に基づく、石油製品の全酸価の測定例を紹介します（9.補足）。測定試料としては、全酸価が既知の標準物質である鉱物油を用いました。

2. 測定上の注意点

- 1) ガラス電極の感度低下を防止するため、1回の滴定終了ごとに電極をpH4.5-5.5の塩酸水溶液に5分程度浸し、感度を復帰させる操作が必要です。
- 2) 水酸化カリウム 2-プロパノール溶液は、濃度の変化が0.0005mol/L以上にならない間隔で標定を行ってください。
- 3) 空気中の二酸化炭素の影響を抑制するため、スターラーによる攪拌は液面に渦ができない程度の回転速度で行ってください。
- 4) 測定結果の繰り返し性が悪い、または滴定曲線が不明瞭な場合は、空気中の二酸化炭素の影響が考えられます。窒素ガスを試料溶液の液面に吹付けて測定をすることを推奨します。

3. 分析終了後の処置

測定が終了した後はガラス電極の感度が低下している可能性があるため「2. 測定上の注意点 1)」に記載した感度復帰操作を行ってから電極を保管してください。

内部液の流出および濃縮を抑制するため、比較電極の内部液充填口をゴム栓で密栓してください。

- ・短期的な保管（一か月未満）…純水に浸漬させて保管。
- ・長期的な保管（一か月以上）…pH4 標準液と 3.3mol/L 塩化カリウム水溶液を 1:1 の体積比で混合した溶液に浸漬させて保管。

4. 装置構成

本体	電位差自動滴定装置（標準プリアンプリファイア STD-）
電極	非水滴定用複合ガラス電極（外筒内部液：1mol/L塩化リチウムエタノール溶液※ ※ASTM D664規格で規定される内部液の濃度は1～3mol/L

5. 試薬

滴定液	0.1 mol/L水酸化カリウム(2-プロパノール溶液)
滴定溶媒	トルエン 500mL、水 5mL、2-プロパノール 495mLを混合した溶液

6. 分析手順

-測定-

- 1) 酸価の値に応じ、ASTM D664で規定される量の試料をビーカーに採取し、質量を測定します。
- 2) 滴定溶媒60 mLを加え、0.1 mol/L水酸化カリウムの2-プロパノール溶液で滴定します。
- 3) 別途、空試験を行い試料測定時の滴定量を補正します。

7. 計算式

$$\text{全酸価(mgKOH/g)} = (\text{EP1} - \text{BL1}) \times \text{TF} \times \text{C1} \times \text{K1} / \text{S}$$

EP1	滴定量 (mL)
BL1	空試験時の滴定量(mL) = 0.0606
TF	滴定液のファクタ = 1.0837
C1	濃度換算係数 = 5.61 mg/mL
K1	単位換算係数 = 1
S	試料採取量 (g)

8. 測定例

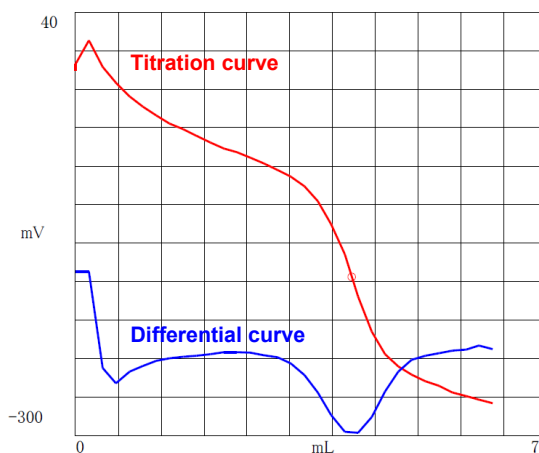
-滴定パラメータ-

(測定パラメータおよび滴定曲線は弊社電位差滴定装置の一例です。機種によってパラメータ項目が異なる。または、別の項目が追加される場合があります。)

<滴定モード>	間欠・連続等速
<滴定様式>	自動終点停止

<滴定パラメータ>		<制御パラメータ>	
ビュレットNo.	1	終点検出数	1
最大滴定量	10(mL)	終点判断方法	設定する
検出方法(制御用)	Ch1,mV	終点判断値(電位差)	20 (dE)
pH入力電位	標準	終点判断値(微分差)	100 (dE/dmL)
滴定の種類	チェックしない	自動再終点判断	する
終点検出方向	負方向	ゲイン	1
滴定前の待ち時間	10(s)	データ採取条件	自動
定量注入モード	しない	制御速度モード	設定する
		間欠時間	3(s)
		1回の注入量	0.2(mL)
		注入速度	1(s/mL)
		その他の制御	標準
		スターラースピード	2

-滴定曲線-



-測定結果-

	採取量 (g)	終点滴定量 (mL)	全酸価 (mgKOH/g)
1	5.0228	4.0973	4.89
2	5.0191	4.1074	4.90
3	5.0065	4.0809	4.88
平均值			4.89
標準偏差			0.01
RSD(%)			0.21

9. 補足

この規格では、滴定曲線に明瞭な変曲点が得られる場合はこれを終点とし、変曲点が得られない場合は規格に規定される非水緩衝溶液の示す電位に到達した点を終点とするよう規定しています。不明な点については弊社までご相談ください。

10. 参考文献

ASTM D664 Standard Test Method for Acid Number of Petroleum Products by Potentiometric Titration