

## アプリケーションノート

# 電量滴定式カールフィッシャー水分計を用いる臭素指数の測定 一液型内筒の適用

関連業種	石油
使用装置	カールフィッシャー水分計
測定手法	電量滴定法/直接法
関連規格	

## 1. 概要

臭素指数は石油製品成分中の不飽和結合量の指標です。試料 100g に付加する臭素のミリグラム数と定義されます。本アプリケーションノートでは、一液型内筒の電量滴定式カールフィッシャー水分計を用いる臭素指数の測定例を紹介します。

試料は溶媒に溶かし、電解酸化によって臭素イオンを臭素に変化させて反応させます。電量滴定(クーロメトリー)では、この電解酸化に必要な電気量(クーロン)から、反応した臭素の量を求めます。

本試験では、同一の標準溶液試料について二液型内筒と一液型内筒を用いる測定を実施し、一液型内筒の場合も問題なく測定可能であることを確認しました。

## 2. 測定上の注意点

測定中、試薬が白濁した場合は新しいものにしてください。

臭素指数測定に使用した測定セルおよび内筒を水分測定に用いる際は十分な洗浄、乾燥を行ってください。臭素指数測定用の内筒はこの目的専用とすることを推奨します。

## 3. 分析終了後の処置

滴定フラスコから試薬を排出し、滴定フラスコ、電解電極(内筒)、双白金電極をメタノールで洗浄してください。

## 4. 装置構成

本体	電量滴定式カールフィッシャー水分計
電極	双白金電極、電解電極(一液型内筒)

## 5. 試薬

陽極液 酢酸 600mL、メタノール 260mL、1mol/L 臭化カリウム水溶液 140mL の混合溶液

陰極液(比較試験に使用) 0.2mol/L 塩化カリウム水溶液

測定試料 模擬試料としてシクロヘキセンをトルエンで希釈し 0.051wt% 溶液を調製(臭素指数 約 99)

## 6. 分析手順

-準備-

- 1) 滴定フラスコに試薬約100mLを充填します。
- 2) シリンジを用いて測定試料20～100  $\mu$ Lを投入した後、予備滴定を行います。

-測定-

- 1) シリンジに試料を採取し、シリンジの質量を測定します。
- 2) 滴定セルの注射器用側栓から試料を投入し測定を開始します。
- 3) 試料投入後のシリンジの質量を測定します。
- 4) 試料投入前後のシリンジの質量差を試料採取量とします。

試料採取量は下表に従ってください。

臭素指数(mgBr <sub>2</sub> /100g)	採取量(g)
10 未満	10～15
10～50	5～10
50～100	3～5
100～200	1～3
200 以上	～1

## 7. 計算式

$$\text{臭素指数(mgBr}_2\text{/100g)} = \text{FA} \times (\text{Data} - \text{Drift} \times \text{t} - \text{Blank}) / (\text{Wt1} - \text{Wt2}) \times \text{D} \times 0.1$$

FA	補正係数(1.0)
Data	総臭素量( $\mu$ g)
Drift	初期ドリフト値( $\mu$ g/s)
t	測定時間(s)
Blank	空試験値(0 $\mu$ g)
Wt1	試料投入前のシリンジの質量(g)
Wt2	試料投入後のシリンジの質量(g)
D	希釈係数(1.0)

## 8. 測定例

-装置の設定-

<滴定パラメータ>

滴定モード	臭素指数
滴定開始遅延時間	0s
終点判断禁止時間	30s
滴定制限時間	0s
ドリフト停止モード	相対値
相対ドリフト値	1.0 $\mu\text{g/s}$

<制御パラメータ>

安定判断値	0.5 $\mu\text{g/min}$
電解速度係数	5.0
電解モード	標準
終点電位	300mV
滴定開始モード	自動
データ採取時間	5s
スターラスピード	3

(上記の設定は一例です。機種によって設定項目が異なる場合があります。)

-滴定曲線の一例-

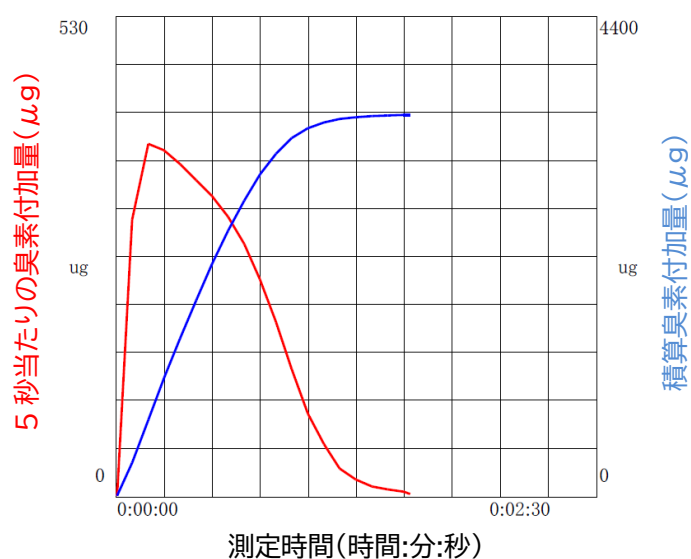


Table 1 臭素指数の測定結果(一液内筒)

	採取量 (g)	臭素量 ( $\mu\text{g}$ )	臭素指数 ( $\text{mgBr}_2/100\text{g}$ )	滴定時間 (時:分:秒)
1	3.5181	3507.2	99.69	0:01:08
2	3.3560	3353.0	99.91	0:01:09
3	3.3394	3333.1	99.81	0:01:12
平均			99.80	
標準偏差			0.11	
RSD(%)			0.11	

Table 2 臭素指数の測定結果(二液内筒)

	採取量 (g)	臭素量 ( $\mu\text{g}$ )	臭素指数 ( $\text{mgBr}_2/100\text{g}$ )	滴定時間 (時:分:秒)
1	3.4962	3489.2	99.80	0:01:32
2	3.5591	3549.4	99.73	0:01:40
3	3.4951	3473.4	99.38	0:01:46
平均			99.64	
標準偏差			0.23	
RSD(%)			0.23	