

アプリケーションノート

臭化カリウム-臭素酸カリウム標準溶液の標定

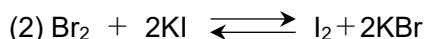
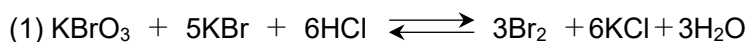
関連業種	石油
使用装置	電位差自動滴定装置
測定手法	酸化還元滴定
関連規格	ASTM D1159, ASTM D5776, JIS K2605

1. 概要

【注意】

本測定では人体に有害な試薬を用いるため、滴定装置は局所排気装置内に設置し、測定中は保護具を着用してください。

臭化カリウム-臭素酸カリウム標準溶液は、臭素価・臭素指数を測定する際の滴定液として ASTM 等、各種規格で使用されています。本アプリケーションノートでは ASTM D1159 の方法に従い、0.25mol/L 臭化カリウム-臭素酸カリウム標準溶液の標定を紹介します。標定の化学反応式は、下記の通りです((1)臭素の生成、(2)ヨウ化カリウムとの置換反応、(3)チオ硫酸ナトリウム溶液による滴定)。既知濃度のチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定することで、調製した臭化カリウム-臭素酸カリウム溶液の濃度を算出します。



2. 測定上の注意点

1日の測定の開始前には滴定液濃度の均一化のために試薬びん-ビュレット間で滴定液のパーズを数回行った後、ビュレット-滴定ノズル間の滴定液を約10mL排出してください。

3. 分析終了後の処置

電極および滴定ノズルを純水で洗浄し、純水に浸漬してください。滴定ノズルを空気中に放置すると滴定液成分が析出し、ノズルが閉塞します。

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 複合白金電極 (C-272)、温度補償電極 (T-171)

5. 試薬

滴定液 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液
試薬 35wt% 塩酸、氷酢酸
添加試薬 150 g/L ヨウ化カリウム溶液

6. 分析手順

- 1) 共栓つき100 mL三角フラスコに酢酸50mLと濃塩酸1mLを加え、0～5℃の氷浴中で10 分間冷却します。
- 2) 冷却した試薬に、0.25 mol/L 臭化カリウム-臭素酸カリウム標準溶液5mLを滴下して、直ちに栓をして振り混ぜ、反応させます。
- 3) 反応液を再度、0～5 ℃の氷浴中で5分間冷却後、150g/L ヨウ化カリウム溶液5 mLを加えて激しく振り混ぜます。
- 4) 200 mLトールビーカーに反応液を移し入れ、三角フラスコの内部や共栓を100 mLの純水で洗浄し、その洗液を反応液に合わせます。
- 5) 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定します。

7. 計算式

$$\text{ファクター} = \text{EP1} \times \text{C1} \times \text{FA} / \text{S}$$

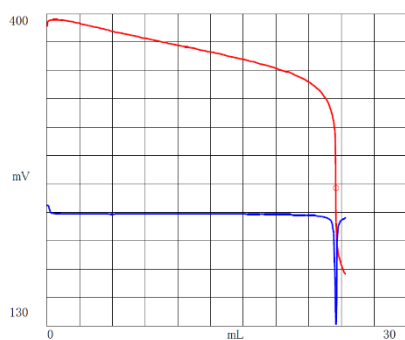
EP1 = 終点滴定量(mL)
 C1 = 濃度換算係数(0.2)
 FA = 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液のファクター(1.0430)
 S = 試料採取量(5mL)

8. 測定例

-測定パラメータ-

<滴定モード>	自動間欠	<制御パラメータ>	
<滴定様式>	自動終点停止	終点検出数	1
<滴定パラメータ>		終点判断方法	自動
最大滴定量(mL)	30	ゲイン	1
検出方法(制御用)	Ch1, mV	データ採取条件	自動
検出方法(参照用)	Off	制御速度モード	標準
pH入力電位	標準	その他の制御	標準
滴定の種類	チェックしない	自動間欠モード	標準
終点検出方向	自動	スターラスピード	4
滴定前の待ち時間(s)	0		
定量注入モード	しない		

-測定結果-



滴定曲線の一例

測定結果		
	滴定量 (mL)	ファクター
1	24.1015	1.0055
2	24.0938	1.0052
3	24.0993	1.0054
平均	-	1.00537
標準偏差	-	0.00015
相対標準偏差(%)	-	0.015

(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。機種によってはパラメータ項目が異なる場合があります。)

9. 補足

本測定のように滴定量が多い場合は、滴定液の定量注入を設定することで滴定時間の短縮が可能です。

10. 参考文献

- ・ ASTM D1159-07 Standard Test Method for Bromine Numbers of Petroleum Distillates and Commercial Aliphatic Olefins by Electrometric Titration
- ・ ASTM D5776 Standard Test Method for Bromine Index of Aromatic Hydrocarbons by Electrometric Titration
- ・ JIS K 2605 石油製品 一臭素価試験方法 一電気滴定法