

アプリケーションノート

バイオエタノール中の無機硫酸塩の定量

関連業種	化学
使用装置	電位差自動滴定装置
測定手法	沈殿滴定
関連規格	ASTM D7318

1. 概要

燃料用バイオエタノールには硫酸イオンが含まれる場合があります、エンジンの劣化や大気汚染の原因となります。そのため、硫酸イオンが規定量以下であることを確認する必要があります。本アプリケーションノートはASTM D7318が規定する方法でエタノール中の硫酸イオン濃度を測定した事例を紹介します。

同規格の定量法の概要を以下に示します。

硫酸塩を含まないエタノール100gに0.01mol/L 硫酸イオン標準溶液0.20mLを添加し、この溶液の滴定量を空試験値とします。試料のエタノール100gにも同量の硫酸イオン標準溶液を添加して滴定し、両者の滴定量差が試料中の硫酸塩濃度に対応するとして濃度を算出します。

2. 測定上の注意点

- 1) 最初の測定開始前には滴定液濃度の均一化のため試薬びん-ビュレット間を滴定液で数回パージしてください。その後、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。
- 2) 本測定では人体に有害な試薬を用いるため、測定中は保護具を着用してください。

3. 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	鉛イオン電極 ダブルジャンクション型比較電極 外筒内部液:1mol/L 塩化リチウム溶液 (エタノール溶媒)

4. 試薬

滴定液	0.0025mol/L 硝酸鉛標準溶液
添加試薬	0.01mol/L 硫酸イオン標準溶液 0.1mol/L 過塩素酸溶液 エタノール(空試験用) 硫酸塩を含まない試薬レベルのもの

5. 分析手順

-空試験-

- 1) 硫酸塩を含まないエタノールを採取し、質量を測定します。
- 2) 0.01mol/L 硫酸イオン標準溶液を0.20mL添加します。
- 3) 0.1mol/L 過塩素酸溶液を1mL添加します。pH試験紙でpH 3～5であることを確認します。pH 5を超える場合は0.1mol/L 過塩素酸溶液を適宜添加し、pH 3～5に調節します。
- 4) 0.0025mol/L 硝酸鉛標準溶液で滴定します。

-試料測定-

- 1) エタノール試料を採取し、質量を測定します。
- 2) 0.01mol/L 硫酸イオン標準溶液を0.20mL添加します。
- 3) 0.1mol/L 過塩素酸溶液を1mL添加します。pH試験紙でpH 3～5であることを確認します。pH 5を超える場合は0.1mol/L 過塩素酸溶液を適宜添加し、pH 3～5に調節します。
- 4) 0.0025mol/L 硝酸鉛標準溶液で滴定します。

6. 計算式

$$\text{硫酸イオン濃度(mg/kg)} = (\text{EP1}-\text{BL1}) \times \text{TF} \times \text{C1} \times \text{K1} / \text{S}$$

EP1	=	試料測定時の終点滴定量 (mL)
BL1	=	空試験時の終点滴定量(0.7955mL)
TF	=	滴定液のファクタ(1.0259)
C1	=	濃度換算係数(0.24014)
K1	=	単位換算係数(1000)
S	=	試料採取量(g)

7. 測定例

-測定装置の設定-

<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
検出方法(制御用)	Ch1, mV	ゲイン	3
検出方法(参照用)	Off	データ採取条件	標準
pH入力電位	標準	制御速度モード	標準
滴定の種類	チェックしない	その他の制御	標準
終点検出方向	自動	自動間欠モード	標準(試料測定)
滴定前の待ち時間	30(s)	スターラスピード	4
定量注入モード	しない		

(上記の設定は一例です。機種によっては設定項目が異なる場合があります。)

-滴定曲線の一例-

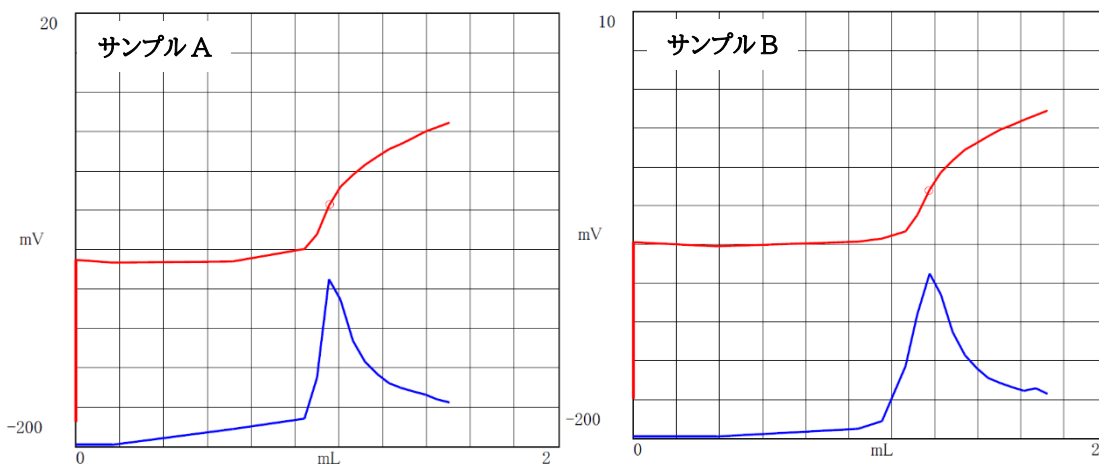


Table 1 サンプルA

	採取量(g)	滴定量(mL)	濃度(mg/kg)
1	100.0141	1.0527	0.63
2	100.0755	1.0303	0.58
3	100.0451	1.0490	0.62
平均	-	-	0.61
標準偏差	-	-	0.03
RSD(%)	-	-	4.3

Table 2 サンプルB

	採取量(g)	滴定量(mL)	濃度(mg/kg)
1	100.0603	1.2495	1.12
2	100.0008	1.2220	1.05
3	100.0255	1.2469	1.11
平均	-	-	1.09
標準偏差	-	-	0.04
RSD(%)	-	-	3.5

8. 参考文献

ASTM D7318-19 Standard Test Method for Existent Inorganic Sulfate in Ethanol by Potentiometric Titration