

アプリケーションノート

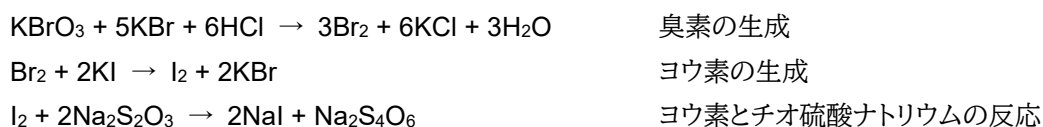
臭化カリウム-臭素酸カリウム溶液の標定

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	UOP Method 304, ASTM D1159, JIS K2605

1. 概要

各種規格で臭化カリウム-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規定されています。本アプリケーションノートでは一例として、UOP Method 304 が規定する 0.25mol/L 臭化カリウム-臭素酸カリウム標準溶液の標定方法を紹介します。

臭化カリウム-臭素酸カリウム溶液のファクターは発生する臭素をヨウ素に置換し、これをファクター既知のチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定して求めます。この測定における反応は下式で示されます。



2. 測定上の注意点

- ・最初の測定開始前に滴定液の均一化のため、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。
- ・複合白金電極の内部液は 2 週間に 1 度程度を目安に交換してください。

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	複合白金電極 内部液:3.3mol/L 塩化カリウム溶液

4. 試薬

滴定液	0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液
溶媒	酢酸、塩酸
添加試薬	15%ヨウ化カリウム溶液

5. 手順

- 1) 酢酸 50mL、塩酸 1mLを共栓付き三角フラスコに入れ、10分間氷浴で冷却します。
- 2) 三角フラスコを攪拌しながら、毎秒1, 2滴ずつ0.25mol/L 臭化カリウム-臭素酸カリウム溶液 5mLを加えます。
- 3) 共栓をして5分間氷浴で冷却します。
- 4) 15% ヨウ化カリウム溶液 5mLを加え、激しく振り混ぜます。
- 5) 溶液をビーカーに移し、100mLの純水でフラスコ内部と共栓を洗い、洗液も試料溶液に合わせて0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定します。

6. 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(1.0043)
 S = 試料採取量(5.000mL)

7. 測定例

-滴定装置の設定-

<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
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	容量停止		
停止注入量(mL)	20		
間欠時間	0		
注入速度(s/mL)	1		
注入前の待ち時間(s)	0		

(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。)

-測定結果-

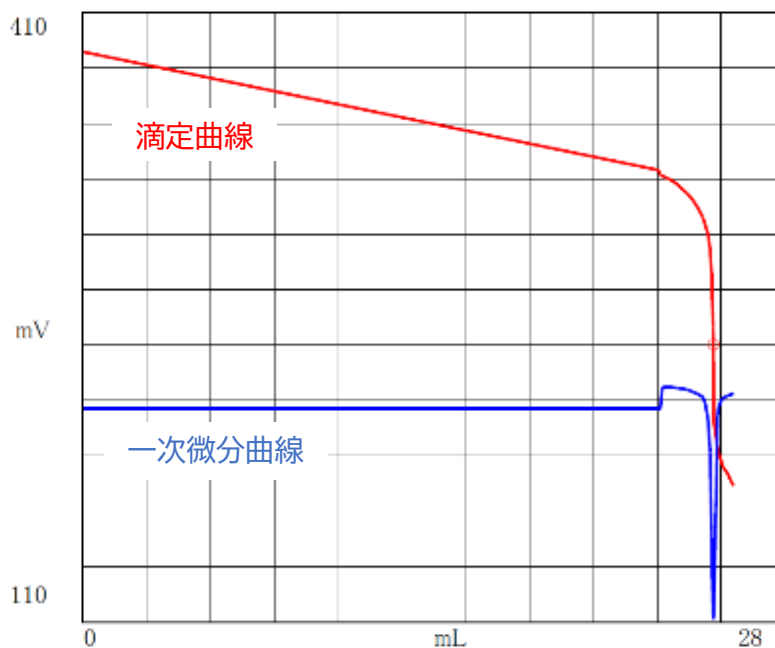


Table 1 0.25mol/L 臭化カリウム-臭素酸カリウム溶液 標定結果

	滴定量 (mL)	ファクター
1	25.1950	1.0121
2	25.1841	1.0117
3	25.1726	1.0112
平均	-	1.0117
標準偏差	-	0.0005
RSD (%)	-	0.05

8. 参考文献

UOP Method 304 BROMINE NUMBER AND BROMINE INDEX OF HYDROCARBONS BY POTENTIOMETRIC TITRATION