

アプリケーションノート 石油製品の全塩基価（過塩素酸法）

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 D2896, JIS K 2501

1. 概要

石油製品の全塩基価は、製品の品質を評価するうえで重要な指標です。本アプリケーションでは、ASTM D2896 Procedure Bに基づく、石油製品の全塩基価の測定例を紹介いたします。測定試料として、全塩基価が既知の標準物質を用いました。

2. 測定上の注意点

- 1) 繰り返し測定する場合、測定毎に電極の感度を復帰させる操作が必要となります。測定終了後、電極を滴定溶媒で洗浄し、表示される電位が安定するまで純水に浸してください。次の測定を行う前に電極をもう一度滴定溶媒で洗浄してください。
- 2) 電極を滴定溶媒に浸した状態で放置しないでください。
- 3) ガラス電極が汚染された場合、冷クロム酸あるいはその代替物に5分間浸漬し洗浄してください。
- 4) 0.1 mol/L 過塩素酸 酢酸溶液は、週に1回以上再標定をしてください。
- 5) 有機溶媒の膨張係数は比較的大きいため滴定液の標定時温度と使用時温度との差は5℃以内になるようにしてください。
- 6) 試薬の取り扱いには十分に喚気できる場所かドラフト内で行ってください。

3. 分析終了後の処置

すべての測定が終了した後は電極の感度が悪くなっていますので、必ず「2. 測定上の注意点, 1)」に記載した操作を行ってください。

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(内部液:飽和過塩素酸ナトリウム 酢酸溶液)

5. 試薬

滴定液	0.1 mol/L過塩素酸 酢酸溶液
滴定溶媒	酢酸:クロロベンゼン = 1:2

6. 分析手順

-空試験-

- 1) 滴定溶媒 60 mLを 200 mLトールビーカーに採取します。
- 2) 0.1 mol/L過塩素酸 酢酸溶液で滴定を行い、空試験値を求めます。
- 3) 測定後、電極は滴定溶剤で洗浄を行い、純水に5分間浸けます。

-測定-

- 1) 予想塩基価により試料3 gまたは10 gを200 mLトールビーカーに採取します。
- 2) 滴定溶媒 60 mLを添加します。
- 3) 0.1 mol/L過塩素酸 酢酸溶液で滴定します。
- 4) 測定後、電極は滴定溶剤で洗浄を行い、純水に5分間浸けます。

7. 計算式

$$\text{全塩基価 (mgKOH/g)} = (\text{EP1} - \text{BL1}) \times \text{TF} \times \text{C1} \times \text{K1} / \text{S}$$

EP1	滴定量 (mL)
BL1	空試験値 = 0.0063 mL
TF	滴定液のファクター = 0.9604
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-

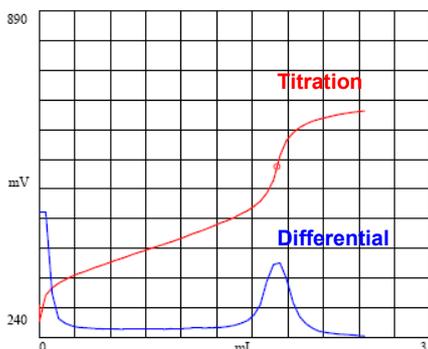
<滴定モード>		<制御パラメータ>	
<滴定様式>	自動間欠	終点検出数	1
	自動終点停止	終点判断方法	自動
		ゲイン	1
<滴定パラメータ>		データ採取条件	自動
最大滴定量	0.2 (mL) (空試験)	制御速度モード	標準
	20 (mL) (サンプル)	その他の制御	標準
検出方法(制御用)	Ch1, mV	自動間欠モード	ブランク (空試験)
検出方法(参照用)	Off		標準 (サンプル)
pH 入力電位	標準	スターラスピード	4
滴定の種類	チェックしない		
終点検出方向	自動		
滴定前の待ち時間	0 (s)		
定量注入モード	しない		

(上記の設定は一例です。機種によって設定項目が異なる場合があります。)

-測定結果-

- Total base number ラベル値:3.03 mg KOH/g

-滴定曲線-

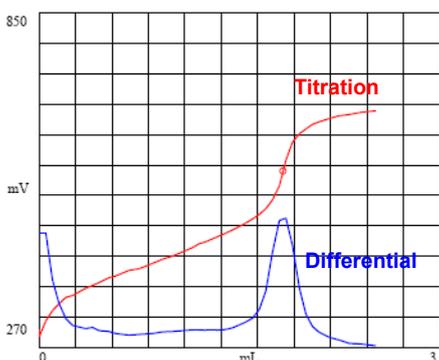


-測定結果-

	採取量 (g)	滴定量 (mL)	塩基価 (mgKOH/g)
1	3.3018	1.8257	3.04
2	3.3063	1.8279	3.02
3	3.3066	1.8300	3.02
平均	-	-	3.03
標準偏差	-	-	0.01
RSD (%)	-	-	0.3

- Total base number ラベル値:1.00 mg KOH/g

-滴定曲線-



-測定結果-

	採取量 (g)	滴定量 (mL)	塩基価 (mgKOH/g)
1	10.0001	1.8287	1.01
2	10.0087	1.8309	1.00
3	10.0022	1.8306	1.00
平均	-	-	1.00
標準偏差	-	-	0.01
RSD (%)	-	-	1.0

9. 参考文献

- 1) ASTM D2896 Standard Test Method for Base Number of Petroleum Products by Potentiometric Perchloric Acid Titration
- 2) JIS K2501 石油製品及び潤滑油－中和価試験方法