

アプリケーションノート 石油製品の全酸価

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 D664

1. 概要

石油製品の全酸価は、劣化により生じた有機酸の確認等、品質を評価するうえで重要です。本アプリケーションでは、ASTM D664に基づく、石油製品の全酸価の測定例を紹介します(9.補足)。測定試料として、全酸価が既知の標準物質を用いました。

2. 測定上の注意点

- 1) ガラス電極の感度低下を防止するため、感度を復帰させる操作が必要です。1回の滴定終了ごとに電極を純水に5分程度浸してください。
- 2) 水酸化カリウム 2-プロパノール溶液は、濃度の変化が0.0005 mol/L以上にならない間隔で標定を行ってください。
- 3) 測定結果の繰り返し性が悪い場合、変曲点が不明瞭な場合は空気中の二酸化炭素の影響が考えられるため窒素パージを行うことを推奨します。
- 4) 空気中の二酸化炭素の影響を抑制するため、スターラーによる攪拌は液面に渦がでない程度の回転速度で行ってください。
- 5) 空気中の二酸化炭素の影響を抑制するため、滴定溶媒は測定直前に加えてください。

3. 分析終了後の処置

測定が終了した後はガラス電極の感度が低下している可能性があるため「2. 測定上の注意点 1)」に記載した感度復帰操作を行ってから電極を保管してください。

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(外筒内部液:1 mol/L塩化リチウムエタノール溶液※ ※ASTM D664規格で規定される内部液の濃度は1~3 mol/L)

5. 試薬

滴定液	0.1 mol/L水酸化カリウム(2-プロパノール溶液)
滴定溶媒	トルエン 500 mL、水 5 mL、2-プロパノール 495 mLを混合した溶液

6. 分析手順

-空試験-

- 1) 滴定溶媒 125 mLまたは60mLを 200 mLトールビーカーに採取します。
- 2) 0.1 mol/L 水酸化カリウムの2-プロパノール溶液で滴定を行い、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) 予想酸価の値に応じ、ASTM D664で規定される量の試料をビーカーに採取し、質量を測定します。
- 2) 滴定溶媒 125 mLまたは60 mLを加え、窒素パージを行い、0.1 mol/L水酸化カリウムの2-プロパノール溶液で滴定します。
- 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。

7. 計算式

$$\text{全酸価(mgKOH/g)} = (\text{EP1} - \text{BL1}) \times \text{TF} \times \text{C1} \times \text{K1} / \text{S}$$

EP1	滴定量 (mL)	
BL1	空試験時の滴定量(mL)	測定結果のTableに記述
TF	滴定液のファクタ	測定結果のTableに記述
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>	自動間欠
<滴定様式>	自動終点停止

<滴定パラメータ>		<制御パラメータ>	
ビュレットNo.	1	終点検出数	1
最大滴定量	10(mL)	終点判断方法	自動
検出方法(制御用)	Ch1,pH	ゲイン	1
pH入力電位	標準	データ採取条件	自動
滴定の種類	チェックしない	制御速度モード	標準*
終点検出方向	自動	1回の注入量(mL)	第1滴定量:0.2 第2滴定量:0.1 第3滴定量:0.075 第4滴定量:0.05
滴定前の待ち時間	0(s)	第1切替微分値	20 (dE/dmL)
定量注入モード	しない	第2切替微分値	60 (dE/dmL)
		第3切替微分値	100 (dE/dmL)
		その他の制御	標準
		スターラスピード	2

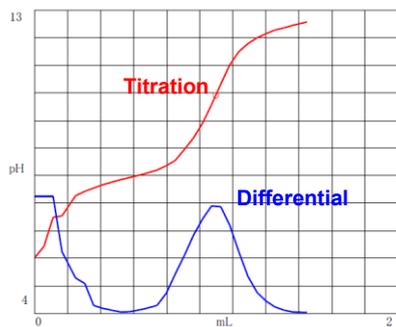
*) ラベル値 0.11 mg KOH/g、溶媒量60 mLの場合のみ 制御速度モード;設定する、第4滴定量; 0.02 mL (上記の設定は一例です。機種によって設定項目が異なる場合があります。)

-測定結果-

<滴定液 125mL>

・ラベル値:1.03 mg KOH/g

-滴定曲線-



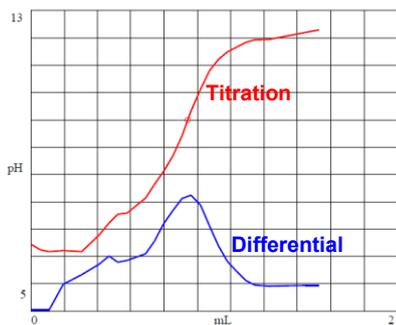
-測定結果-

	採取量 (g)	空試験 (mL)	終点滴定量 (mL)	全酸価 (mgKOH/g)
1	5.0028	0.1131	1.0011	1.03
2	5.0123	0.0975	0.9979	1.04
3	5.0080	0.0975	0.9959	1.04
平均値				1.04
標準偏差				0.01
RSD(%)				1.0

* 滴定液の Factor = 1.0297

・ラベル値:0.11 mg KOH/g

-滴定曲線-



-測定結果-

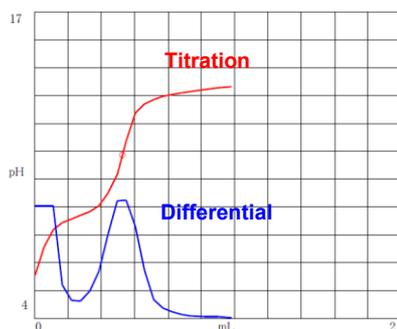
	採取量 (g)	空試験 (mL)	終点滴定量 (mL)	全酸価 (mgKOH/g)
1	40.0393	0.0657	0.8578	0.12
2	40.0491	0.0657	0.8313	0.11
3	40.0144	0.0561	0.8596	0.12
平均値				0.12
標準偏差				0.01
RSD(%)				8.3

* 滴定液の Factor = 1.0297

<滴定液 60mL>

・ラベル値:1.03 mg KOH/g

-滴定曲線-



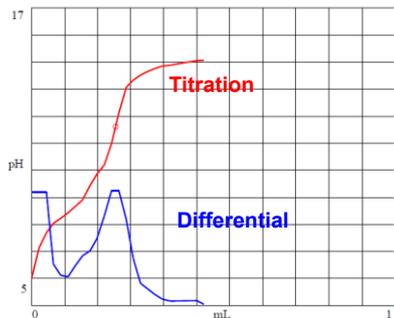
-測定結果-

	採取量 (g)	空試験 (mL)	終点滴定量 (mL)	全酸価 (mgKOH/g)
1	2.5073	0.0657	0.4792	0.95
2	2.5086	0.0657	0.4615	0.91
3	2.5027	0.0561	0.4585	0.93
平均値				0.93
標準偏差				0.02
RSD(%)				2.2

* 滴定液の Factor = 1.0297

・ラベル値:0.11 mg KOH/g

-滴定曲線-



-測定結果-

	採取量 (g)	空試験 (mL)	終点滴定量 (mL)	全酸価 (mgKOH/g)
1	10.0261	0.0662	0.2310	0.10
2	10.0432	0.0662	0.2233	0.09
3	10.0050	0.0662	0.2088	0.08
平均値				0.09
標準偏差				0.01
RSD(%)				11.1

* 滴定液の Factor = 1.0543

9. 参考文献

ASTM D664 Standard Test Method for Acid Number of Petroleum Products by Potentiometric Titration