

シート No.

GT-310-PE-032

エネルギー

# 0.1 mol/L 過塩素酸の酢酸溶液の標定 (JIS K 2501)

1/3

関連規格: JIS K 2501:2003 石油製品及び潤滑油—中和価試験方法 9.電位差滴定法(塩基価・過塩素酸法)

## 測定概要

「中和価試験方法 9.電位差滴定法(塩基価・過塩素酸法)」では滴定試薬として、0.1 mol/L 過塩素酸の酢酸溶液を使用します。規格には少なくとも週に 1 回再標定をする旨が記載されています。標定の方法は、使用する滴定溶剤の量により、A 法(120 mL)と B 法(60 mL)に分けられます。

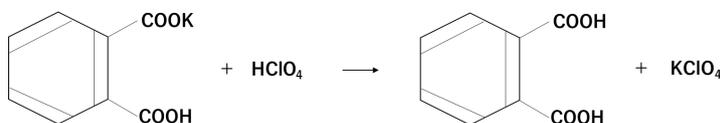
本シートでは B 法の自動滴定法で標定を実施、相対標準偏差 1 %以内の繰り返し精度で測定できました。

## 測定原理

フタル酸水素カリウムを過塩素酸で中和する。滴定はガラス電極-参照電極間の電位差を記録しながら行う。

0.1 mol/L 過塩素酸の酢酸溶液を毎分 1.0 mL 以下で滴下し、変曲点を終点として検出する。

フタル酸水素カリウムの採取量と、終点までに滴下した 0.1 mol/L 過塩素酸の酢酸溶液の滴下量よりファクターを算出する。



## 装置構成

自動滴定装置 GT-310

電極 ガラス電極 105

参照電極 105 (スリ可動型) (内部液: 過塩素酸ナトリウム電極液)

温度センサー付ビュレットカセット 20 mL

## 使用試薬

[ 滴定試薬 ] ■0.1 mol/L 過塩素酸の酢酸溶液(非水滴定用)

[ 試薬 ] ■フタル酸水素カリウム(認証標準物質)・・・120 °Cで 2 時間加熱し、放冷したもの。

■酢酸(特級)

■クロロベンゼン(特級)

■過塩素酸ナトリウム電極液・・・過塩素酸ナトリウム一水和物(特級)を酢酸中に過剰に入れて飽和させたもの。過剰の結晶が残っていること。

シート No.

GT-310-PE-032 0.1 mol/L 過塩素酸の酢酸溶液(JIS K 2501)

2/3

## 測定結果

試料名	試料採取量 (g)	滴定量 (mL)	ファクター	平均値	相対標準偏差 (%)
フタル酸水素	0.0875	4.2933	0.998	0.997	0.1
カリウム	0.0864	4.2477	0.996		
	0.0922	4.5286	0.997		

## 実験手順

## [ 空試験 ]

- 150 mL トールビーカーに酢酸 20 mL を分取し、クロロベンゼン 40 mL を加えた。
- 0.1 mol/L 過塩素酸の酢酸溶液で滴定した。

## [ 本滴定 ]

- 150 mL トールビーカーにフタル酸水素カリウム 0.05-0.1 g を 0.1 mg の桁まではかり取り、温酢酸\*20 mL を加えて溶かし、クロロベンゼン 40 mL を加えた。
- 室温まで冷却後、0.1 mol/L 過塩素酸の酢酸溶液で滴定した。

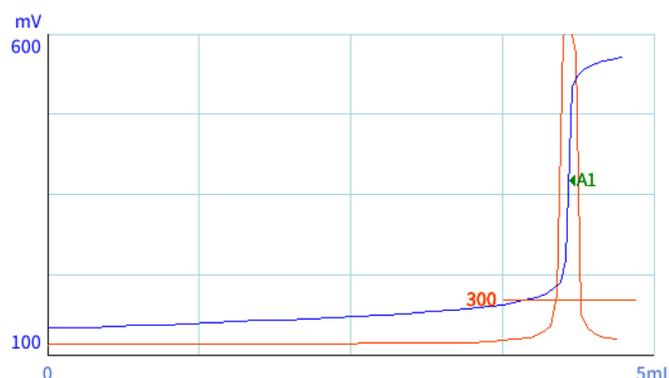
\*JIS K 0050 では 40 ~ 60 °C の水が温水とされており、今回は 50 °C の酢酸を用いました。

## 計算式

$$\text{ファクター} = 1000 \times W / FW / (A1 - B) / Q$$

- 1000 : mL あたりから L あたりへの単位換算係数  
 W : フタル酸水素カリウムの量り取り量 (g)  
 FW : フタル酸水素カリウムの式量 (=204.23 g/mol)  
 A1 : 本滴定に要した 0.1 mol/L 過塩素酸の酢酸溶液の量 (mL)  
 B : 空試験に要した 0.1 mol/L 過塩素酸の酢酸溶液の量 (=0 mL)  
 Q : 0.1 mol/L 過塩素酸の酢酸溶液の濃度 (=0.1 mol/L)

## 測定データ



サンプル名	: フタル酸水素カリウム		
滴定量	: 4.2933 mL	375.5	mV
測定開始	: 0.000 mL	143.6	mV
測定終了	: 4.724 mL	564.0	mV
測定時間	: 13 分 11 秒		
開始温度	: 22.6 °C		

シート No.

GT-310-PE-032

0.1 mol/L 過塩素酸の酢酸溶液(JIS K 2501)

3/3

### 滴定条件

■ 下記に記載のないパラメーターは初期設定の数値を使用しています。

空試験*		本滴定*	
スターラー回転速度	: 2.5	: 2.5	
検出器	: mV1	: mV1	
測定方法	: 石油中和価(公定法)	: 石油中和価(公定法)	
滴定前待ち時間	: 60 s	: 60 s	
滴下制御方法	: 設定	: 設定	
最大滴下量	: 50 $\mu$ L	: 200 $\mu$ L	
最小滴下量	: 10 $\mu$ L	: 50 $\mu$ L	
安定判断速度	: 設定	: 設定	
安定判断基準電位差	: 1 mV	: 1 mV	
安定判断時間	: 12 s	: 12 s	
終点 1	: 変曲点/設定電位	: 変曲点/設定電位	
終点 1 基準電位	: 500 mV	: 500 mV	
終点 1 電位幅	: 250 mV	: 250 mV	
終点 1 微分判定値	: 300 mV/mL	: 300 mV/mL	
終点 1 終点判定数	: 3	: 5	
最大滴定量	: 10 mL	: 20 mL	
終了変化率	: 50 mV/mL	: 50 mV/mL	

\* 変曲点が検出できない場合、終点 1 基準電位が終点として検出されます。滴定量(A1)の電位が終点 1 基準電位と同値の場合、滴定量を 0 としてください。

### その他

- 測定に使用する薬品のラベル表示や安全データシートを必ず確認し、充分注意して取扱ってください。
- 試薬の取扱い時には保護めがねや手袋などの保護具を着用ください。
- 定期的(少なくとも週 1 回)に参照電極の内部液の交換を行ってください。
- 使用前に温度センサー付ビュレットの正確度が 20mL $\pm$ 0.02 mL であることを確認しました。