

アプリケーションノート

潤滑油の塩基価

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 D2896, JIS K2501

1. 概要

「ASTM D2896 Standard Test Method for Base Number of Petroleum Products by Potentiometric Perchloric Acid Titration」に基づき、潤滑油の塩基価の測定を行います。

試料を酢酸とクロロベンゼンの混合溶媒に溶解させた後、電位差滴定法により0.1mol/L 過塩素酸 酢酸溶液で滴定します。滴定曲線上の変曲点を終点とし、過塩素酸 酢酸溶液の終点までの滴定量から塩基価を算出します。

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) 0.1mol/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°C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)」で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 : pHガラス電極
ダブルジャンクション型比較電極(内部液: 飽和過塩素酸ナトリウム 酢酸溶液)
温度補償電極

5. 試薬

滴定液 : 0.1mol/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200mLトールビーカーに採取します。
- 2) 0.1mol/L過塩素酸 酢酸溶液で滴定を行い、空試験値を求めます。

-測定-

- 1) 試料1gを200mL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) 0.1mol/L過塩素酸 酢酸溶液で滴定を行い、塩基価を求めます。

7. 計算式

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

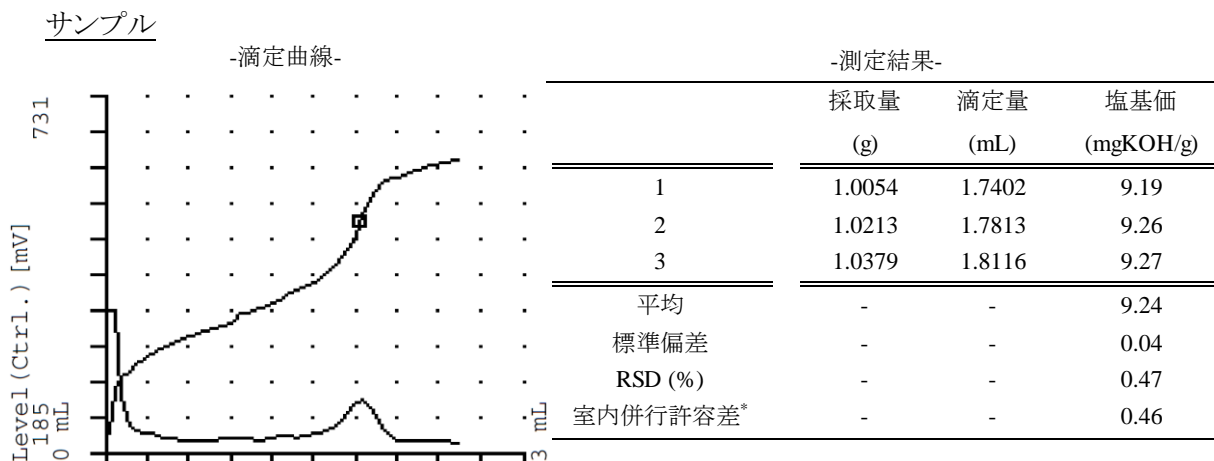
EP1	:	滴定量(mL)
BL1	:	ブランク値 = 0.0037mL
TF	:	滴定液のファクター = 0.9483
C1	:	濃度換算係数 = 5.611mg/mL
K1	:	単位換算係数 = 1
S	:	試料採取量(g)

8. 測定例

-滴定パラメータ-

<u>< 滴定モード ></u>	: 自動間欠	<u>< 制御パラメータ ></u>	
<u>< 滴定様式 ></u>	: 自動終点停止	終点検出数	: 1
<u>< 滴定パラメータ ></u>		終点判断方法	: 自動
最大滴定量	: 0.2 (mL) (空試験)	ゲイン	: 1
	: 20 (mL) (サンプル)	データ採取条件	: 自動
検出方法(制御用)	: Ch1, mV	制御速度モード	: 標準
検出方法(参照用)	: Off	その他の制御	: 標準
pH 入力電位	: 標準	自動間欠モード	: ブランク (空試験)
滴定の種類	: チェックしない		: 標準 (サンプル)
終点検出方向	: 自動	スターラースピード	: 3
滴定前の待ち時間	: 10 (s)		
定量注入モード	: しない		

(測定パラメータおよび滴定曲線は弊社電位差滴定装置の一例です。機種によってはパラメータ項目が異なったり、別の項目が追加されていたりする場合があります。)



*室内併行許容差 = 0.05X

X = 測定値の平均値

9. まとめ

今回の測定ではRSD(相対標準偏差)が0.47%と良好な繰り返し性が得られました。また、各測定値の差はJIS規格およびASTM規格で規定された室内併行許容差以内となりました。一般試料の測定可否については検証が必要な場合がありますので、その際は弊社までご相談ください。

10. 参考文献

- 1) ASTM D2896-11 Standard Test Method for Base Number of Petroleum Products by Potentiometric Perchloric Acid Titration
- 2) JIS K2501:2003 石油製品及び潤滑油—中和価試験方法