

アプリケーションノート

重油の塩基性窒素

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	：	UOP Method 269

1. 概要

「UOP Method 269 Nitrogen Bases in Hydrocarbons by titration」に基づき、重油中の塩基性窒素の測定を行いました。

試料をトルエンに溶解させた後、酢酸を加え、0.02 mol/L 過塩素酸 酢酸溶液で滴定しました。滴定曲線上の変曲点を終点とし、過塩素酸 酢酸溶液の滴定量から塩基性窒素の含有量を算出しました。

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) 0.02 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。
- 4) 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。
- 5) 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(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)

5. 試薬

- 0.02mol/L 過塩素酸 酢酸溶液
- トルエン
- 酢酸

6. 分析手順

-空試験-

- 1) トルエン50 mL、酢酸75 mLを200 mLトルビーカーに採取し、攪拌します。
- 2) 0.02 mol/L過塩素酸 酢酸溶液で滴定を行います。

-測定-

- 1) 試料10 gを200 mLトルビーカーに採取し、質量を測定します。
- 2) トルエン50 mLを添加し、試料を溶解させます。
- 3) 酢酸75 mLを添加します。
- 4) 0.02 mol/L過塩素酸 酢酸溶液で滴定を行います。

7. 計算式

$$\text{塩基性窒素 (mass\%)} = (\text{EP1} - \text{BL1}) \times \text{TF} \times \text{C1} \times \text{K1} / \text{S}$$

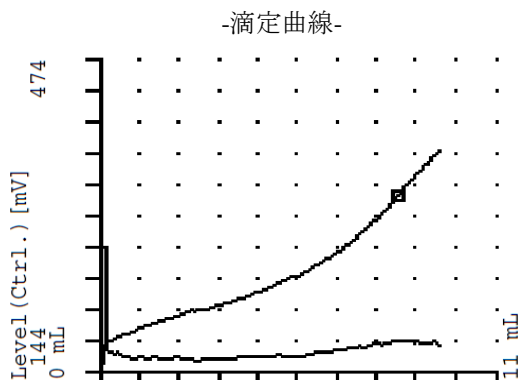
EP1	:	滴定量(mL)
BL1	:	空試験値 = 0.0037 mL
TF	:	滴定液のファクター = 0.8993
C1	:	濃度換算係数 = 0.28 mg/mL
K1	:	単位換算係数 = 0.1
S	:	試料採取量(g)

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(空試験)
最大滴定量	: 0.2 (mL) (空試験)		: 設定する(サンプル)
	: 20 (mL) (サンプル)	電位差	: 50.0(dE)
検出方法(制御用)	: Ch1, mV	微分値差	: 30.0(dE/dmL)
検出方法(参照用)	: Off	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	その他の制御	: 標準
滴定前の待ち時間	: 0 (s)	自動間欠モード	: ブランク (空試験)
定量注入モード	: しない		: 標準 (サンプル)
		スターラースピード	: 4

(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。)



-測定結果-

	採取量 (g)	滴定量 (mL)	塩基性 窒素 (mass%)
1	10.0094	8.2569	0.0208
2	10.0376	8.6826	0.0218
3	10.0143	8.1876	0.0206
平均	-	-	0.0211
標準偏差	-	-	0.0006
RSD (%)	-	-	3.0518

9. まとめ

本測定ではRSD(相対標準偏差)が約3%と良好な繰り返し性が得られました。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) UOP Method 269-10 Nitrogen Bases in Hydrocarbons by titration