

石油

バイオディーゼル燃料(BDF)のよう素価

電位差自動滴定装置

Automatic Potentiometric Titrator

酸化還元滴定

規格

JIS	K0070	K2390
ASTM	D1959	
ISO	3961	

1.概要

よう素価とは、試料100gと結合するハロゲンの量をよう素のグラム数で表したもので、油脂やバイオディーゼルなどの不飽和結合量の指標として用いられています。

バイオディーゼル燃料(BDF)のよう素価測定は、「JIS K 0070-1992 化学製品の酸価、けん化価、エステル価、よう素価、水酸基価及び不けん化物の試験方法」、「ASTM D1959-97 Standard Test Method for Iodine Value of Drying Oils and Fatty Acids」及び「ISO 3961:1996 Animal and vegetable fats and oils - Determination of iodine value」に基づきウィイス法により行います。

バイオディーゼル燃料(BDF)をシクロヘキサンに溶かしたものを試料にし、過剰量の一塩化よう素溶液(ウィイス液)を加え暗所で30分反応させた後、よう化カリウム溶液を加えて、電位差滴定法により0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液で余剰量の一塩化よう素を当量点まで滴定します。滴定曲線上の変曲点を終点とし、チオ硫酸ナトリウム溶液の滴定量からバイオディーゼル燃料(BDF)のよう素価を算出します。

2.参考文献

- 1) JIS K 0070-1992 化学製品の酸価、けん化価、エステル価、よう素価、水酸基価及び不けん化物の試験方法
- 2) ASTM D1959-97 Standard Test Method for Iodine Value of Drying Oils and Fatty Acids
- 3) ISO 3961:1996 Animal and vegetable fats and oils – Determination of iodine value
- 4) JIS K2390 自動車燃料-混合用脂肪酸メチルエステル(FAME)

3.測定上の注意点

- 1) ウィイス液(一塩化よう素溶液)の添加量は50~60%過剰量となるように加えてください。
- 2) ウィイス液は変化しやすいので適宜空試験を実施してください。
- 3) 試料とウィイス液を反応させる際に、よう素が揮散しやすいので、必ず共栓つき200mL三角フラスコ内で反応させてください。

4.分析終了後の処置

特になし

5.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 : オプション微量複合白金電極 C-778[№ 98100C778](内部液 3.33M-塩化カリウム溶液)

6.試薬

滴定液 : 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 (f=1.003)
混合溶剤 : シクロヘキサン
ウイス液 (三塩化よう素7.9gと、よう素8.9gを各々酢酸に溶解した後、
両者を混合して酢酸で全量1Lにしたもの)
100g/L よう化カリウム溶液

7.分析手順

—測定—

- 1) 試料0.3gを共栓付200mL三角フラスコに採取します。
- 2) シクロヘキサン約10mLを添加して溶解させます。
- 3) ウイス液を25mL添加してかくはんします。
- 4) 栓をして、常温、暗所で30分間放置します。
- 5) 放置後、100g/L よう化カリウム溶液約20mLと純水約100mLを添加します。
- 6) 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウムにて滴定を行い、よう素価を求めます。

※ 前もって同様の測定操作にて空試験を行い、ブランク値を求めておきます。

8.計算式

よう素価 (g/100g) = (BL1 - EP1) × TF × C1 / S

BL1 : ブランク値 (47.5850mL)
EP1 : 滴定量 (mL)
TF : 滴定液のファクタ (1.003)
C1 : 濃度換算係数 (1.269)
(0.1mol/L Na₂S₂O₃・5H₂O 1mLに相当するよう素の量 (mg))
S : 試料採取量 (g)

9.測定例

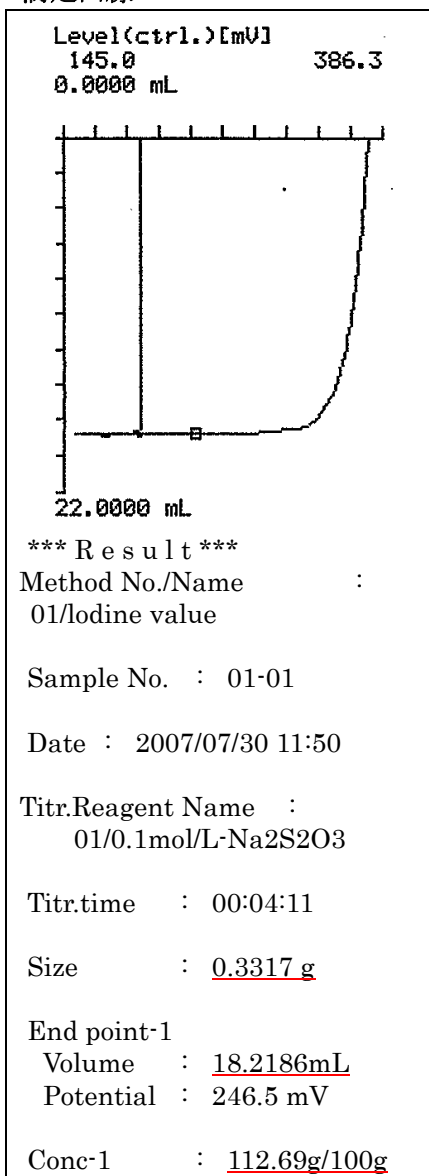
-測定環境-

室温 : 25 °C	湿度 : 61 %	天気 : 晴れ
------------	-----------	---------

-滴定パラメータ-

Model : AT-610	
Serial No. : AT-00001	
Method No./Name : 01/Iodine	[Calculation parameter]
value	Calc. type : Sample
Titr.mode : Auto Titr	CO1 : On
Titr.form : EP Stop	Unit : g/100g
	Formula : (BL1-EP1)*TF*CI/S
	EP position : EP1
	Decimal : 2
	Fraction : Half adjust
	Evaluation : Off
	Active constant
	C1 : 1.269
	[Reagent parameter]
	Burette No./Reagent name : 01/0.1mol/L Na ₂ S ₂ O ₃
	[Reagent info]
	No. : 1
	Reagent name : 01/0.1mol/L Na ₂ S ₂ O ₃
	TF : 1.003
	[Blank list]
	Blank1 : 47.58500
[Titration parameter]	
Burette No. : 1	
Max volume : 60.00 mL	
Channel,Unit	
Ctrl. : Ch1,mV	
Ref. : Off	
pH polarity :	
Standard	
Direction : Auto	
Wait time : 0 s	
Dose mode : None	
[Control parameter]	
Number of EP : 1	
End sense : Auto	
Gain : 1	
Data samplong : Std.	
Ctl.speed mode : Std.	
Other control : Std.	
Stir. speef : 4	

-滴定曲線-



(上記測定パラメータと滴定曲線は AT-610 の場合です)

《Titration parameter:滴定パラメータ》

Burette No.: 滴定に使用するビュレット No. / Max Volume: 最大滴定量
Channel,Unit: 電位検出する検出器番号と、検出する電位の単位を選択
pH polarity: pH の電位の方向 / Direction: 滴定方向 / Wait Time: 滴定前の待ち時間
Dose mode: 定量注入の方法

《Control parameter:制御パラメータ》

Number of EP: 終点検出数 / End sense: 終点判断方向 / Gain: 検出信号の感度
Data sampling: データを採取する条件 / Ctl.speed mode: 制御速度モード
Other control: その他の制御 / Stir. Speed: 滴定時のスターラースピード

《Calculation parameter:計算パラメータ》

Calc.Type: 測定内容 / CO1: 計算式 1 を設定 / Unit: 結果の単位
BL1: ブランク値 / EP1: 滴定量 / TF: 滴定液ファクタ値 / C1(mg/mL): 濃度換算係数 / K1: 単位換算係数
S: 試料採取量 / EP position: 計算を実行する終点位置 / Decimal: 計算結果の小数点以下の桁数
Fraction: 端数処理方法 / Evaluation: 計算値の判定機能

—測定結果—

n	採取量(g)	滴定量 (mL)	よう素価 (g/100g)
1	0.3317	<u>18.2186</u>	<u>112.69</u>
2	0.3117	20.0750	112.34
3	0.3160	19.5926	112.75
4	0.3239	19.2113	111.50
5	0.2902	21.8341	112.95

よう素価の統計計算結果	
平均値	112.44 g/100g
標準偏差	0.5722 g/100g
相対標準偏差	0.5089 %

* 上記結果は同一サンプルを 5 回測定した結果です。

* 赤のアンダラインのデータは 3/4 ページの測定結果のデータであることを示しています。

10.まとめ

よう素価は、油脂、炭化水素類の不飽和結合量に対応する指標です。対象となる物質100グラムに付加するハロゲンの量を、ヨウ素のグラム数に換算してあらわします。油脂やバイオディーゼルなどの性状評価に用いられています。

今回の測定では、測定値の相対標準偏差が0.5%と良好な繰返し性が得られました。

電位差自動滴定装置の使用により安定した測定が可能になります。