

石油製品及び潤滑油—中和価試験方法 K 2501-1992

Petroleum products and lubricants — Determination
of neutralization number

1. 適用範囲 この規格は、石油製品及び潤滑油の中和価を指示薬滴定法及び電位差滴定法によって、測定する方法について規定する。

備考1. 中和価とは、酸価及び塩基価の総称をいう。

2. この規格の引用規格を付表1に示す。

3. この規格の対応国際規格を次に示す。

ISO 3771 : 1977 Petroleum products—Total base number—Perchloric acid potentiometric titration method

ISO 6618 : 1987 Petroleum products and lubricants—Neutralization number—Colour-indicator titration method

ISO 6619 : 1988 Petroleum products and lubricants—Neutralization number—Potentiometric titration method

4. この規格の関連外国規格を付表2に示す。

2. 用語の定義 この規格で用いる主な用語の定義は、次のとおりとする。

(1) 全酸価 試料1 g中に含まれる全酸性成分を中和するのに要する水酸化カリウムのミリグラム (mg) 数。

(2) 強酸価 試料1 g中に含まれる強酸性成分を中和するのに要する水酸化カリウムのミリグラム (mg) 数。

(3) 全塩基価 試料1 g中に含まれる全塩基性成分を中和するのに要する塩酸又は過塩素酸と当量の水酸化カリウムのミリグラム (mg) 数。

備考 グラム当たりの水酸化物のミリ当量で表すこともある。

(4) 強塩基価 試料1 g中に含まれる強塩基性成分を中和するのに要する塩酸又は過塩素酸と当量の水酸化カリウムのミリグラム (mg) 数。

3. 試験方法の種類 試験方法の種類は、表1による。

表1 試験方法の種類

試験方法	試験項目	(参考) 特徴	簡条番号
指示薬滴定法	全酸価 強酸価	1. 指示薬による色の変化によって判定するため、淡色油及び比較的添加剤の少ない油に適している。 2. 簡単な器具で、しかも短時間で測定できる。 (ISO 6618に対応)	4.
	強塩基価		
電位差滴定法 (酸価)	全酸価 強酸価	1. 新油及び使用油並びに淡色油及び濃色油の広範囲の油種に適用できる。 2. 非水溶液の電位差測定のため、応答が遅く測定に時間を要する。 3. 電位差計を用いるため自動化が容易である(手動滴定法及び自動滴定法を規定)。 (ISO 6619に対応)	5.
電位差滴定法 (塩基価)	全塩基価 強塩基価	1. 新油及び使用油並びに淡色油及び濃色油の広範囲の油種に適用できる。 2. 非水溶液の電位差測定のため、応答が遅く測定に時間を要する。 3. 過塩素酸法に比べ低い値を示すことが多い。 4. 電位差計を用いるため自動化は容易である(手動滴定法及び自動滴定法を規定)。	6.
電位差滴定法 (塩基価・過塩素酸法)	全塩基価	1. 塩基性添加剤を加えた新油及び使用油の全塩基価に適している。 2. 短時間で、しかも精度よく測定ができる。 3. 電位差計を用いるため自動化は容易である(手動滴定法及び自動滴定法を規定)。しかし、毒性及び刺激性の溶剤を用いるので注意が必要である。 (ISO 3711に対応)	7.

参考 この規格のほかに全酸価試験方法としては、次のものが規定されている。

- (1) 電気絶縁油のJIS C 2101
- (2) 航空タービン燃料油のJIS K 2276
- (3) タービン油酸化安定度試験のJIS K 2514

4. 指示薬滴定法

4.1 試験の原理 全酸価又は強塩基価を試験するには、試料をトルエン、2-プロパノール及び少量の水の混合溶剤に溶かし、*p*-ナフトールベンゼインを指示薬として室温で、水酸化カリウム標準2-プロパノール液又は塩酸標準2-プロパノール液で滴定する。強酸価を試験するには、試料中の強酸成分を熱水で抽出し、メチルオレンジを指示薬として水酸化カリウム標準2-プロパノール液で滴定する。

備考1. この規格は、石油製品及び潤滑油中のトルエンと2-プロパノール混合液に溶解する酸性成分又は塩基性成分を指示薬滴定法によって測定するものである。これは水中の解離定数が 10^{-9} より小さい極度の弱酸性成分又は弱塩基性成分は測定されず、水中の解離定数が 10^{-9} より大きい酸性成分又は弱塩基性成分の測定に適している。もし塩の加水分解定数が 10^{-9} より大きい場合には、塩と反応する。

2. 新油及び使用油中の酸性を示す成分としては、有機酸、無機酸、エステル、フェノール化合物、ラクトン、レジン、重金属塩及び酸化防止剤、清浄剤のような添加剤などがある。

また、塩基性を示す成分としては、有機塩基、無機塩基、アミノ化合物、弱酸塩（せっけん）、多酸塩基の塩基性塩、重金属塩及び酸化防止剤、清浄剤などの添加剤がある。

3. この規格は、塩基性添加剤を加えた油の塩基性成分の測定には多くの場合不適当であり、これに対しては電位差滴定法を用いるとよい。

参考1. この規格は、使用中における油の酸化状態の相対的な変化を示すのに用いることができる。滴定は明確な平衡状態で実施されるが、油の使用状態の性能を予測するための酸性又は塩基性の絶対値を測定するものではない。

また、腐食性と酸価又は塩基価との間には、一般的な関係は知られていない。

2. 多くの切削油、さび止め油、混成油又は濃暗色の油のように指示薬による終点のはっきりしないものは、電位差滴定法を用いるとよい。この指示薬滴定法によって得られる値は、電位差滴定法で得られる値と一致するとは限らない。

4.2 試薬

- (1) 0.1 mol/l塩酸標準2-プロパノール液（以下、0.1 mol/lHCL液という。）

(1.1) 調製 2-プロパノール1 lにJIS K 8180に規定する塩酸9 mlを加えて混合する。

(1.2) 標定 標定は、次の操作によって行う。

- (a) 塩酸の2-プロパノール溶液約8 mlを正しく量り採り、二酸化炭素を含まない水125 mlで薄める。
 (b) 0.1 mol/lKOH液を用いてフェノールフタレインを指示薬として滴定するか、又は電位差滴定する。
 (c) 塩酸の2-プロパノール溶液のモル濃度は、次の式によって小数点以下4けたまで求める。

$$c_{\text{HCL}} = \frac{c_{\text{KOH}} \times v_1}{v_2}$$

ここに、 c_{HCL} : 0.1 mol/lHCL液のモル濃度 (mol/l)

c_{KOH} : 0.1 mol/lKOH液のモル濃度 (mol/l)

v_1 : 終点までの滴定に要した0.1 mol/lKOH液の量 (ml)

v_2 : 塩酸の2-プロパノール溶液の量り採り量 (ml)

- (d) 0.1 mol/lHCL液のモル濃度が0.0005 mol/l以下であるように時々標定する。

- (2) メチルオレンジ指示薬溶液 JIS K 8893に規定するメチルオレンジ0.1 gを水100 mlに溶解したもの。

- (3) *p*-ナフトールベンゼイン指示薬溶液 ISO 6618 Annex A. Bに規定する*p*-ナフトールベンゼイン1.0 gを滴定溶剤100 mlに溶解したもの。

参考 *p*-ナフトールベンゼインは、コダック社のCAS # 145-50-6がこの規格に適合している。

- (4) 0.1 mol/l水酸化カリウム標準2-プロパノール液（以下、0.1 mol/lKOH液という。）

(4.1) 調製 2 lの三角フラスコに2-プロパノール約1 lを採り、これにJIS K 8574に規定する水酸化カリウム6 gを加え、底にかたまりができないようにかき混ぜながら、15～20分間静かに煮沸させる。この溶液を二酸化炭素を遮り数日間放置した後、その上澄液をポリエチレン瓶などに入れ、ソーダ石灰及び乾燥剤などを満たした保護管を付けて保存する。

(4.2) 標定 フタル酸水素カリウムによる標定は、次による。

- (a) JIS K 8809に規定するフタル酸水素カリウムを120 °Cで2時間乾燥し、その0.1～0.2 gを0.1 mgのけたまで量り採り、二酸化炭素を含まない水125 mlに溶かし、水酸化カリウムの2-プロパノール溶液を用いて電位差滴定する。
 (b) 水125 mlについて (a) の操作によって空試験を行う。
 (c) 水酸化カリウムの2-プロパノール溶液のモル濃度は、次の式によって小数点以下4けたまで求める。

$$c\text{KOH} = \frac{1000 \cdot W}{204.230 \times (v_1 - b)}$$

ここに、 $c\text{KOH}$: 0.1 mol/l KOH液のモル濃度 (mol/l)

W : フタル酸水素カリウムの量り採り量 (g)

v_1 : 終点までの滴定に要した水酸化カリウムの2-プロパノール溶液の量 (ml)

b : 空試験における v_1 に相当する量 (ml)

(d) 0.1 mol/l KOH液のモル濃度が0.0005 mol/l以下であるように時々標定する。

備考1. アミド硫酸による標定は、次による。

(a) JIS K 8005に規定するアミド硫酸の結晶粉末を真空デシケータ中で約48時間乾燥し、その2.0~2.5 gを0.1 mgのけたまで量り採り、二酸化炭素を含まない水に溶解し、250 mlのメスフラスコに移し、水を標線まで加える。

(b) その25 mlを全量ピペットを用いて量り採り、水100 mlを加える。JIS K 8001によって調製したブロムチモールブルーを指示薬として水酸化カリウムの2-プロパノール溶液で滴定する。

(c) 水125 mlを用いて空試験を行う。

$$c\text{KOH} = \frac{100 \cdot W}{97.093 \times (v_1 - b)}$$

ここに、 $c\text{KOH}$: 0.1 mol/l KOH液のモル濃度 (mol/l)

W : アミド硫酸の量り採り量 (g)

v_1 : 終点までの滴定に要した水酸化カリウムの2-プロパノール溶液の量 (ml)

b : 空試験における v_1 に相当する量 (ml)

2. 2-プロパノールのような有機溶剤の膨脹係数は、比較的大きいので、0.1 mol/l KOH液の標定は試料の測定温度に近い温度で行う。

(5) 2-プロパノール JIS K 8839に規定するもの。

(6) フェノールフタレイン指示薬溶液 JIS K 8799に規定するフェノールフタレイン1.0 gをJIS K 8102に規定するエタノール100 mlに溶解したもの。

(7) 滴定溶剤 JIS K 8680に規定するトルエン500 ml及び水5 mlを2-プロパノール495 mlに加えたもの。

4.3 試験器

ビュレット 0.1 ml目盛付きの50 ml容量又は0.05 ml目盛付きの10 ml容量のもの。

備考 これと同等の性能をもつ電動ビュレットを用いてもよい。

また、ガラス製ビュレットはJIS K 2839に規定する図99又は図100のものがこれに相当する。

4.4 使用油の試料の調製 使用油の試料の調製は、次による。

(1) 試料中に沈殿物があるときは、沈殿物自体が酸性若しくは塩基性であるか、又はそれが試料中の酸性若しくは塩基性の物質を吸着していることがあるから、このような沈殿物を含む試料を量り採るには、試料全体を代表するようによくかき混ぜてとることが重要である。

備考1. 試験用試料は、JIS K 2251に規定する2次試料の採取・調製方法、又はそれに準じた方法によって採取する。

2. 使用油は保存中に変質することがあるので、採取後、できるだけ速やかに測定する。

(2) 試料を 60 ± 5 °Cに加熱し、沈殿物を均一にする。

なお、沈殿物が含まれていない場合は加温をしなくともよい。

- (3) すべての沈殿物を完全に懸濁させた後、試料を目の開き149 μm (100メッシュ) のふるいでろ過し、大きな異物を除去する。

4.5 試験の手順

4.5.1 全酸価

- (1) 250 mlの三角フラスコに表2に従って試料を量り採り、滴定溶剤100 mlと*p*-ナフトールベンゼイン指示薬溶液0.5 mlとを加え、試料が完全に溶剤に溶けるまで、栓をしないで振り混ぜる。混合液の色が黄とう色を呈したならば、(2)に従い操作を進める。もし混合液の色が緑又は暗緑色を呈したならば、4.5.2に従って強塩基価の測定を行う。

表2 試料の量り採り量

試料の種類	全酸価又は全塩基価 mgKOH/g	試料の量り採り量 g	量り採り最小目盛 g
新油又は淡色油	0を超え 3以下	20 $\pm$ 2	0.05
	3を超え25以下	2 $\pm$ 0.2	0.01
	25を超えるもの	0.2 $\pm$ 0.02	0.001
使用油又は濃色油	0を超え25以下	2 $\pm$ 0.2	0.01
	25を超えるもの	0.2 $\pm$ 0.02	0.001

備考 酸価の低い淡色の試料では、正確な結果を期するために20 gをとってもよい。濃色の試料では、できるだけ色の濃さによる影響を受けないように規定量をとる。

- (2) 直ちに30 $^{\circ}\text{C}$ 以下の温度で0.1 mol/l KOH液を使用し滴定する。終点に近づいたならば溶液中に二酸化炭素を溶解しないように十分に振とうする。酸性の油の場合は、終点に近づくとつれて黄とう色が緑又は暗緑色に変化する。終点であるかどうかは、色が15秒間変わったままであるか、又は0.1 mol/l HCl液を2滴加え、色が元にもどるかどうかで判断する。

備考 濃色の油では激しく振とうして泡を立たせるか、又は蛍光灯をあてるかして、滴定による色の変化を見る。

- (3) 空試験は、滴定溶剤100 mlに*p*-ナフトールベンゼイン指示薬溶液0.5 mlを加え、0.1 mol/l KOH液を0.05 ~ 0.1 mlずつ滴加して行う。

4.5.2 強塩基価

- (1) 4.5.1 (1) で混合液の色が緑色又は暗緑色を呈したときは、4.5.1 (2) の操作に準じ、0.1 mol/l KOH液の代わりに0.1 mol/l HCl液を用いて溶液の色が黄とう色に変化するまで滴定する。
- (2) 空試験は、4.5.1 (3) に従って行う。

備考 滴定溶剤は試料の強塩基性成分と反応する弱酸性の不純物を含んでいるのが普通であるから、試料の強塩基価を求めるには溶剤中の弱酸性成分の量を測定することが必要である。

4.5.3 強酸価

- (1) 試料約25 gを250 mlの分液漏斗に0.05 gのけたまで量り採り、100 mlの沸騰水を加え、十分に振とうした後、水層を分離し、500 mlのピーカにとっておく。更に2回、沸騰水50 mlで油中の酸性成分を抽出し、分離した水層を同じピーカに加える。この抽出液にメチルオレンジ指示薬0.1 mlを加え、ピンク色又は赤色を呈したならば0.1 mol/l KOH液で色が黄褐色になるまで滴定する。

ピンク色又は赤色でない場合は、強酸価は0とする。

- (2) 空試験は、(1) で使用した沸騰水200 mlを250 mlの三角フラスコに採り、メチルオレンジ指示薬溶液0.1 ml

を加え、指示薬の色が黄とう色を呈したならば、試料の滴定の際に得られた同一の色の濃さまで0.1 mol/l HCl液で滴定する。もし指示薬の色がピンク色又は赤色を呈したならば、試料の滴定に用いた同一の終点まで0.1 mol/l KOH液で滴定する。

4.6 結果

4.6.1 計算方法 次の式によって全酸価、強酸価、強塩基価を算出し、JIS Z 8401によって有効数字3けたに丸める。ただし、1 mgKOH/g未満の場合は小数点以下2けたに丸める。

(1) 全酸価

$$AN = \frac{56.1 \times cKOH (V_1 - V_0)}{m}$$

ここに、AN：全酸価 (mgKOH/g)

V_1 ：試料の滴定に要した0.1 mol/l KOH液の量 (ml)

V_0 ：空試験の滴定に要した0.1 mol/l KOH液の量 (ml)

$cKOH$ ：0.1 mol/l KOH液のモル濃度 (mol/l)

m ：試料の量り採り量 (g)

(2) 強酸価

(a) 空試験を0.1 mol/l HCl液で行った場合

$$SAN = \frac{56.1 (V_2 \cdot cKOH + V_3 \cdot cHCl)}{m}$$

ここに、SAN：強酸価 (mgKOH/g)

V_2 ：4.5.3 (2) で得られた抽出液の滴定に要した0.1 mol/l KOH液の量 (ml)

$cKOH$ ：0.1 mol/l KOH液のモル濃度 (mol/l)

V_3 ：空試験の滴定に要した0.1 mol/l HCl液の量 (ml)

$cHCl$ ：0.1 mol/l HCl液のモル濃度 (mol/l)

m ：試料の量り採り量 (g)

(b) 空試験を0.1 mol/l KOH液で行った場合

$$SAN = \frac{56.1 \times cKOH (V_2 - V_4)}{m}$$

ここに、SAN：強酸価 (mgKOH/g)

V_2 ：4.5.3 (2) で得られた抽出液の滴定に要した0.1 mol/l KOH液の量 (ml)

V_4 ：空試験の滴定に要した0.1 mol/l KOH液の量 (ml)

$cKOH$ ：0.1 mol/l KOH液のモル濃度 (mol/l)

m ：試料の量り採り量 (g)

(3) 強塩基価

$$SBN = \frac{56.1 (V_5 \cdot cHCl + V_0 \cdot cKOH)}{m}$$

ここに、SBN：強塩基価 (mgKOH/g)

V_5 ：試料の滴定に要した0.1 mol/l HCl液の量 (ml)

$cHCl$ ：0.1 mol/l HCl液のモル濃度 (mol/l)

V_0 ：空試験の滴定に要した0.1 mol/l KOH液の量 (ml)

$cKOH$ ：0.1 mol/l KOH液のモル濃度 (mol/l)

m : 試料の量り採り量 (g)

4.6.2 精度 指示薬滴定法によって得られた試験結果の許容差 (確率0.95) は、次による。

備考1. この精度は試料の色が非常に濃すぎるものや、指示薬の色の変化が不明確のものには適用しない。

2. この精度を外れた場合は、JIS Z 8402によって処理する。

(1) 繰返し精度 同一試験室において、同一人が同一試験器で日又は時間を変えて同一試料を2回試験したとき、試験結果の差の許容差を、表3に示す。

表3 繰返し精度

試料の種類	中和価 mgKOH/g	繰返し許容差 mgKOH/g
新油又は淡 色油	0.0を超え0.1以下	0.03
	0.1を超え0.5以下	0.05
	0.5を超え1.0以下	0.08
	1.0を超え2.0以下	0.12

(2) 再現精度 異なる試験室において、別人が別の試験器で同一試料をそれぞれ1回ずつ試験したとき、2個の試験結果の差の許容差を、表4に示す。

表4 再現精度

試料の種類	中和価 mgKOH/g	再現許容差 mgKOH/g
新油又は淡 色油	0.0を超え0.1以下	0.04
	0.1を超え0.5以下	0.08
	0.5を超え2.0以下	平均値の15%

4.7 試験結果の報告 試験結果には、次の事項を記載する。

- (1) 試料名、採取場所及び採取年月日
- (2) このJISの規格番号
- (3) 全酸価、強酸価又は強塩基価の試験項目と、4.6.1によって得られた結果
- (4) 特記事項

5. 電位差滴定法 (酸価)

5.1 試験の原理 試料をトルエン、2-プロパノール及び少量の水の混合溶剤に溶かし、ガラス電極と比較電極を用いて、水酸化カリウム標準2-プロパノール液で電位差滴定する。メータ (電位差計又はpH計) の読みと、これに対応する標準液の滴定量との関係を作図し、滴定曲線に得られた変曲点を終点とする。明確な変曲点が得られない場合は、非水酸性又は非水塩基性緩衝液で得られるメータの読みを終点とする。

備考1. この規格は、石油製品及び潤滑油中に含まれる酸性成分で、トルエンと2-プロパノール混合液に溶解するか、又はほとんど溶解するものを電位差滴定法によって測定するものである。これは水中の解離定数が 10^{-9} より大きい酸性成分の測定に適し、解離定数が 10^{-9} より小さい極度の弱酸性成分は測定されない。もし塩の加水分解定数が 10^{-9} より大きい場合には、塩と反応する。

2. 新油及び使用油中の酸性を示す成分としては、有機酸、無機酸、エステル、フェノール化合物、ラクトン、レジン、重金属塩、アンモニア塩及び他の弱酸成分、多塩基酸の酸塩及び酸化防止剤、清浄剤などの添加剤がある。

参考1. この規格は、使用油の酸化状態の相対的な変化を示すのに用いることができる。滴定は明確な平衡状態で実施されるが、油の使用状態における性能を予測するための酸性又は塩基性の絶対値を測定する

ものではない。

また、腐食性と酸価又は塩基価との間には、一般的な関係は知られていない。

2. この電位差滴定法によって得られる値と指示薬滴定法で得られる値と一致するとは限らない。
3. 新油及び使用油の石油製品中には、添加剤や使用油中に生成した酸化物などの酸性成分が含まれている。これらの物質の相対的な量は塩基で滴定することによって測定される。この酸価は、測定条件における油中の酸性物質質量である。この酸価は、潤滑油製造の品質管理の指標として使用され、また時として使用油における油の酸化変化を示すのに用いられるが、使用限界を決めるものではない。

各種の酸化物が酸価に関連し、また有機酸は腐食性に対して大きく変動するので、酸価を腐食性の目安として用いてはならない。酸価と金属の腐食性との間には一般的な関係は知られていない。

5.2 試薬

- (1) 非水酸性緩衝液 緩衝貯蔵溶液A 10 mlを滴定溶剤100 mlに加えて混合したもので、1時間以内に用いる。
- (2) 非水塩基性緩衝液 緩衝貯蔵溶液B 10 mlを滴定溶剤100 mlに加えて混合したもので、1時間以内に用いる。
- (3) 緩衝貯蔵溶液A 2,4,6-トリメチルピリジン (γ -コリジン) 24.2 $\pm$ 0.1 gを量り、2-プロパノール100 mlを入れたメスフラスコ1 lに移し、0.2 mol/l HCL液150/M1 $\pm$ 5 ml (M1は0.5 mol/l HCL液のモル濃度)を加えた後、全量を2-プロパノールで1 lにしたもので、褐色瓶に入れて保存し、1か月以内に使用する。

2,4,6-トリメチルピリジン (γ -コリジン) の性状を、次に示す。

沸点 168~170 °C

屈折率 (n_D^{20}) 1.4982 $\pm$ 0.0005

色 無色

- (4) 緩衝貯蔵溶液B *m*-ニトロフェノール27.8 $\pm$ 0.1 gを量り、2-プロパノール100 mlを入れたメスフラスコ1 lに移し、0.2 mol/l KOH液50/M2 $\pm$ 1 ml (M2は0.5 mol/l KOH液のモル濃度)を加えた後、全量を2-プロパノールで1 lにしたもので、褐色瓶に入れて保存し、1か月以内に使用する。

m-ニトロフェノールの性状を、次に示す。

融点 96~97 °C

色 淡黄色

- (5) 0.1 mol/l塩酸標準2-プロパノール液 (以下、0.1 mol/l HCL液という。)
- (5.1) 調製 2-プロパノール1 lにJIS K 8180に規定する塩酸9 mlを加えて混合する。
- (5.2) 標定 標定は、次の操作によって行う。
 - (a) 塩酸の2-プロパノール溶液約8 mlを正しく量り採り、二酸化炭素を含まない水125 mlで薄める。
 - (b) 0.1 mol/l KOH液を用いてフェノールフタレインを指示薬として滴定するか、又は電位差滴定する。
 - (c) 塩酸の2-プロパノール溶液のモル濃度は、次の式によって小数点以下4けたまで求める。

$$c_{\text{HCL}} = \frac{c_{\text{KOH}} \times v_1}{v_2}$$

ここに、 c_{HCL} : 0.1 mol/l HCL液のモル濃度 (mol/l)

c_{KOH} : 0.1 mol/l KOH液のモル濃度 (mol/l)

v_1 : 終点までの滴定に要した0.1 mol/l KOH液の量 (ml)

v_2 : 塩酸の2-プロパノール溶液の量り採り量 (ml)

- (d) 0.1 mol/l HCL液のモル濃度が0.0005 mol/l以下であるように時々標定する。
- (6) 0.2 mol/l塩酸標準2-プロパノール液 (以下、0.2 mol/l HCL液という。) 2-プロパノール1 lにJIS K 8180に規定する塩酸18 mlを加えて混合調製し (5.2) によって標定したもの。
- (7) 2-プロパノール JIS K 8839に規定するもの。

- (8) 塩化カリウム電極液 (以下、KCl液という。) JIS K 8121に規定する塩化カリウムを水に溶かした3 mol/l以上の濃厚液を用いる。
- (9) 0.1 mol/l水酸化カリウム標準2-プロパノール液 (以下、0.1 mol/lKOH液という。)
- (9.1) 調製 2 lの三角フラスコに2-プロパノール約1 lを採り、これにJIS K 8574に規定する水酸化カリウム6 gを加え、底にかたまりができないようにかき混ぜながら、15~20分間静かに沸騰させる。この溶液を二酸化炭素を遮り数日間放置した後、その上澄液をポリエチレン瓶などに入れ、ソーダ石灰及び乾燥剤などを満たした保護管を付けて保存する。
- (9.2) 標定 フタル酸水素カリウムによる標定は、次による。
- (a) JIS K 8809に規定するフタル酸水素カリウムを120 °Cで2時間乾燥し、その0.1~0.2 gを0.1 mgのけたまで量り採り、二酸化炭素を含まない水125 mlに溶かし、水酸化カリウムの2-プロパノール溶液を用いて電位差滴定する。
- (b) 水125 mlについて(a)の操作によって空試験を行う。
- (c) 水酸化カリウムの2-プロパノール溶液のモル濃度は、次の式によって小数点以下4けたまで求める。

$$c\text{KOH} = \frac{1000 W}{204.230 \times (v_1 - b)}$$

ここに、 $c\text{KOH}$: 0.1 mol/lKOH液のモル濃度 (mol/l)

W : フタル酸水素カリウムの量り採り量 (g)

v_1 : 終点までの滴定に要した水酸化カリウムの2-プロパノール溶液の量 (ml)

b : 空試験における v_1 に相当する量 (ml)

- (d) 0.1 mol/lKOH液のモル濃度が0.0005 mol/l以下であるように時々標定する。

備考1. アミド硫酸による標定は、次による。

- (a) JIS K 8005に規定するアミド硫酸の結晶粉末を真空デシケータ中で約48時間乾燥し、その2.0~2.5 gを0.1 mgのけたまで読み、二酸化炭素を含まない水に溶解し、250 mlのメスフラスコに移し、水を標線まで加える。
- (b) その25 mlを全量ピペットを用いて量り、水100 mlを加える。JIS K 8001によって調製したブロムチモールブルーを指示薬として水酸化カリウムの2-プロパノール溶液で滴定する。
- (c) 水125 mlを用いて空試験を行う。

$$c\text{KOH} = \frac{100 W}{97.093 \times (v_1 - b)}$$

ここに、 $c\text{KOH}$: 0.1 mol/lKOH液のモル濃度 (mol/l)

W : アミド硫酸の量り採り量 (g)

v_1 : 終点までの滴定に要した水酸化カリウムの2-プロパノール溶液の量 (ml)

b : 空試験における v_1 に相当する量 (ml)

2. 2-プロパノールのような有機溶剤の膨脹係数は、比較的大きいので、0.1 mol/lKOH液の標定は試料の測定温度に近い温度で行う。

- (10) 0.2 mol/l水酸化カリウム標準2-プロパノール液 (以下、0.2 mol/lKOH液という。) JIS K 8574に規定する水酸化カリウム12 gを2-プロパノール約1 lに溶かし、(9)に従って調製、標定したもの。
- (11) 滴定溶剤 JIS K 8680に規定するトルエン500 ml及び水5 mlを2-プロパノール495 mlに加えたもの。

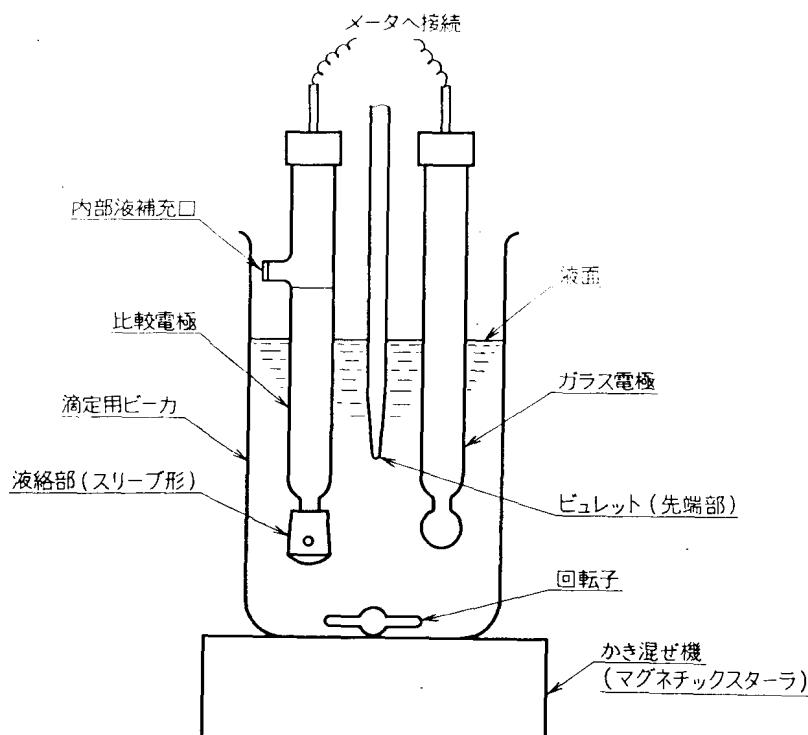
備考 重質残さ油又はアスファルト物質を十分に溶かすには、トルエンの代わりにクロロホルムを用いた溶剤

を使用してもよい。

5.3 中和価試験器 電位差滴定法の試験器の一例を図1に示す。

備考 試験器の絶縁性能は、電気回路が閉の状態、電源端子と外箱との間の絶縁抵抗を測定したとき5 MΩ以上とする。

図1 中和価試験器（電位差滴定法）（一例）



備考 試験器によっては、静電気に敏感なものがあり、人間が近づくとメータの指針又は記録用ペンが誤った動きをすることがある。このような場合には、銅製の金網を円筒にして滴定用ビーカーに巻き、電気的に接地する。

5.3.1 手動試験器 手動試験器は、次による。

- (1) **メータ** (2) 及び (3) に規定するガラス電極と比較電極を用いたとき、少なくとも1 V又は12 pHまで読むことができるもので、次のいずれかとする。
 - (a) **電位差計** JIS K 0113に規定する補償式電位差計、直示式電位差計又はデジタル式電位差計で、最小目盛5 mV以下のもの。
 - (b) **pH計** JIS Z 8802に規定する形式II以上の性能のpH計で、最小目盛0.1 pH以下のもの。
- (2) **ガラス電極** pH測定範囲0～14のもの。
- (3) **比較電極** 内部電極として銀・塩化銀電極、飽和カロメル電極などをもち、内部液補充口（栓付き）及び液絡部をもち、5.2 (8) に規定する塩化カリウム電極液を満たしたもの。

備考1. 通常、液絡部がスリーブ形（図1参照）のものをを用いるが、試料の性状によってはファイバー形、フリット形などを用いてもよい。

2. ガラス電極と比較電極を1本の形にまとめた複合形電極（例えば、ガラス電極/銀・塩化銀電極）は、応答が遅く高い値を示すことがあるので注意しなければならない。

- (4) **かき混ぜ機** マグネチックスターラなどで、かき混ぜの強さを任意に変えることのできるもの。かき混ぜ機

は、あらかじめ接地しておき、滴定操作中にメークの読みに狂いが生じないようにする。

- (5) ビュレット 0.05 ml目盛付きの10 ml容量のもので、 ± 0.02 mlの正確度に補正したもの。

備考 これと同等の性能をもつ電動ビュレットを用いてもよい。

また、ガラス製ビュレットは、JIS K 2839に規定する図101のものがこれに相当する。

- (6) 滴定用ビーカー ガラス製で容量250 mlのもの。

備考 JIS K 2839に規定する図102のものがこれに相当する。

- (7) 滴定支持台 ビーカー、電極、かき混ぜ機及びビュレットを支持するのに適切なもの。電極、かき混ぜ機及びビュレットに障害なく、ビーカーが取り出せるような配置が望ましい。

5.3.2 自動試験器 自動試験器は、5.3.1に従うもので、次の特性をもつもの。

- (1) 連続滴定において1分間に0.2 mlの滴定速度、また変曲点及び緩衝液による終点付近において1分間に0.05 mlの滴定速度で、滴定曲線に対応して滴下速度を自動調節できるもの。
- (2) 電動ビュレットは、 ± 0.01 mlの正確度のもの。
- (3) 滴定量と電位の変化の読みを連続的に記録できるもの。

5.4 使用油の試料の調製 使用油の試料の調製は、次による。

- (1) 試料中に沈殿物があるときは、沈殿物自体が酸性若しくは塩基性であるか、又はそれが試料中の酸性若しくは塩基性の物質を吸着していることがあるから、このような沈殿物を含む試料を量り採るには、試料全体を代表するようによくかき混ぜてとることが重要である。

備考1. 試験用試料は、JIS K 2251に規定する2次試料の採取・調製方法、又はそれに準じた方法によって採取する。

2. 使用油は保存中に変質することがあるので、採取後、できるだけ速やかに測定する。

- (2) 試料を 60 ± 5 °Cに加熱し、沈殿物を均一にする。

なお、沈殿物が含まれていない場合は加熱をしなくともよい。

- (3) すべての沈殿物を完全に懸濁させた後、試料を目の開き $149 \mu\text{m}$ (100メッシュ) のふるいでろ過し、大きな異物を除去する。

5.5 電極系の準備

5.5.1 電極の維持

- (1) ガラス電極は、時々(連続使用しているときは週1回以上)適切な洗剤及び水の順で洗浄した後、水に浸しておく。
- (2) 比較電極はKCL液を少なくとも毎週新しいものと取り換える。KCL液面は常に滴定用ビーカー中の液面より上方に保っておく。

備考 スリーブ形比較電極では塩化カリウム電極液の流出量がスリーブを取り付けたまま垂直に電極を大気中につるしたとき、10分間に1滴の割合を超えない量とする。

- (3) 電極を使用しないときは、両電極ともその下半分を水に浸しておく。滴定後は電極を滴定溶剤中に浸したままにしておいてはならない。電極はこわれやすいから、その取扱いは十分注意を要する。

5.5.2 電極の準備

- (1) 使用の前には水に浸してあった両電極を取り出し、水ですすぎ、清浄な布又は柔らかな薄い紙でぬぐい、余分の水分をふき取った後、用いる。
- (2) 使用後は両電極とも溶剤で十分に洗浄し、水で十分にすすいだ後、水に浸しておく。特に比較電極が汚れた場合はスリーブを緩めて、すり合わせ面を溶剤で、次いで水で十分洗い、汚れなどの付着物を洗い落とす。次いで、すり合わせ面にKCL液が十分にしみわたったら、スリーブをしっかりと締め水ですすぐ。
- (3) 繰り返し同種類の試料を測定する場合も滴定の都度溶剤で両電極を洗浄し、使用前少なくとも5分間水に浸し

てから用いるとよい。

備考 測定を始めてからは、液間電位差の変化を防ぐため、比較電極の液絡部のスリーブを動かさないようにする。

5.5.3 電極の検査

- (1) 電極を最初を使用する場合又は取り換えた場合は、メータと電極との組合せを次のように検査し、その後も、時々検査を行う。
- (2) 電極を滴定溶剤100 mlと0.1 mol/l KOH液1.0~1.5 mlとの混合液に浸したときのメータの読みと、同じ電極を非水酸性緩衝液中に浸したときのメータの読みとの差は、0.480 V又は8.0 pH以上でなければならない。

備考 電極が汚れていると電位の再現性に影響するから、電極の清浄、スリーブ接続部の異物除去及び電極の検査は、十分に注意して行わなければならない。これらのことは、非水緩衝液によって終点を決める場合、特に重要である。

5.6 試験器の調整 試験器の調整は、次による。

- (1) 非水緩衝液によるメータの読みの決定 多くの場合、明確な変曲点が滴定曲線に得られないから、酸及び塩基の終点に相当するメータの読みを決定するため、非水酸性及び非水塩基性緩衝液でメータの読みを滴定に先立って求めておく。

備考 異なったガラス電極では、水素イオン活量に対する感度、不斎電位差、比較電極の液間電位差などが同じではない。したがって、それぞれの電極系について非水酸性及び非水塩基性緩衝液に相当するメータの読みを求めておかなければならない。

- (2) メータの読み及び終点 電極を5.5に従って準備し、非水緩衝液の温度を、滴定時の液温 ± 1 ℃に保ちながらメータの読みの変化が1分間に0.005 V又は0.1 pH目盛よりも小さくなった後、メータを読み取る。このメータの読みを、変曲点が明確でないときの終点とする。

5.7 試験の手順

5.7.1 試験の準備

- (1) 滴定用ビーカーに表5に示す量の試料を量り採り、滴定溶剤125 mlを加え、滴定用ビーカーを滴定用指示台の上に置き、5.5に従って準備した電極の位置を、その長さ約 $\frac{1}{2}$ が溶液に浸るように調整する。かき混ぜ機を始動し、ビーカーの内容物を飛散させないように、また空気が入らない程度に、激しく滴定の終わるまでかき混ぜる。

表5 試料の量り採り量

全酸価又は強酸価 mgKOH/g	試料の量り採り量 g	量り採り最小目盛 g
0.05を超え 1.0以下	20.0 $\pm$ 2.0	0.1
1.0 を超え 5.0以下	5.0 $\pm$ 0.5	0.02
5.0 を超え 20 以下	1.0 $\pm$ 0.1	0.005
20 を超え100 以下	0.25 $\pm$ 0.02	0.001
100 を超え250 以下	0.10 $\pm$ 0.01	0.0005

- (2) ビュレットに0.1 mol/l KOH液を採り、その先端を滴定用ビーカーの溶液中に深さ約25 mm浸るようにビュレットの位置を定め、メータの読みの変化が毎分0.005 V又は0.1 pH目盛よりも小さくなったとき、ビュレット及びメータの読みを記録する。

5.7.2 手動滴定法

- (1) 0.1 mol/l KOH液を適当に少量ずつ加え、メータの読みが一定となるのを待ってから再びビュレット及びメー

タの読みを記録する。

備考 メータの読みの変化が毎分0.005 V又は0.1 pH目盛より小さい場合は、メータの読みは一定とみなす。

- (2) 滴定の開始時及びその後、0.1 mol/L KOH液0.1 mlの滴下によるメータの読みの変化が一様に0.03 V又は0.5 pH目盛以上を示すような部分(変曲点)においては、0.1 mol/L KOH液を0.05 mlずつ加える。
- (3) 0.1 mol/L KOH液0.1 mlの滴下によるメータの読みの変化が0.03 V又は0.5 pH目盛未満を示すような部分(平坦部)においては、メータの読みの変化が0.03 V又は0.5 pH目盛を超えないで、ほぼ等しくなるように、0.1 mol/L KOH液の滴下量を0.1 mlよりも多く加える。
- (4) このように滴定を続け、メータの読みの変化が0.1 ml当たり0.005 V又は0.1 pH目盛を超えることなく、またメータの読みが非水塩基性緩衝液よりも塩基性を示すようになったら滴定をやめる。
- (5) 滴定終了後溶剤を取り除き、電極及びビュレットの先端を滴定溶剤、2-プロパノール、水の順ですすいだ後、水に浸しておく。次の試料を測定する場合は、電極は少なくとも5分間水に浸してから用いるとよい。電極は使用しない場合は水に浸しておく。もし電極が汚れているような場合には5.5の操作を行う。

5.7.3 自動滴定法

- (1) 5.7.2に規定した滴定条件によって自動滴定を行う。

参考 詳細については、各装置の取扱説明書による。

- (2) 自動滴定によって、滴定曲線を記録する。
- (3) この方法で、メータの読みの変化が0.1 ml当たり0.005 V又は0.1 pH目盛を超えることなく、またメータの読みが非水塩基性緩衝液よりも塩基性を示すまで滴定を続ける。
- (4) 滴定終了後、5.7.2 (5)に従って電極を洗浄する。

5.7.4 空試験 試験ごとに滴定溶剤125 mlについて、次のように空試験を行う。全酸価の場合は、0.1 mol/L KOH液、強酸価の場合は0.1 mol/L HCl液を0.05 mlずつ加え、各滴下ごとにメータの読みが一定になったら、メータの読み及びビュレットの読みを記録して空試験を行う。

5.8 結果

5.8.1 手動滴定法

- (1) メータの読みに対応する0.1 mol/L KOH液の滴定量をプロットし、図2に示す滴定曲線を作図して非水酸性及び非水塩基性緩衝液が示すメータの読みの付近に起こる変曲点を終点として印を付ける。

なお、この終点の測定には、JIS K 0113の終点決定方法を用いるが、図2の記号説明A~Dを参照すること。滴定曲線上に変曲点が見いだせない場合は、非水酸性及び非水塩基性緩衝液が示すメータの読みを終点とする。

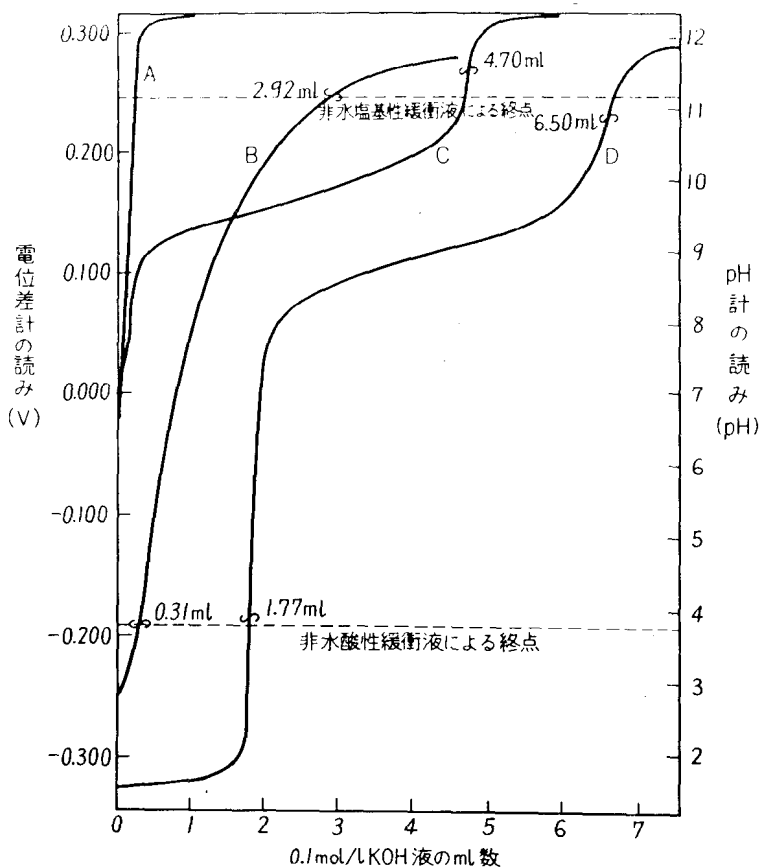
備考 最初のメータの読みが非水酸性及び非水塩基性緩衝液のメータの読みの間にある場合には、試料は弱酸価と弱塩基価との両方をもつ。最初のメータの読みが非水塩基性緩衝液よりも塩基性が高いことを示す場合又は非水酸性緩衝液よりも酸性が高いことを示す場合には、試料はそれぞれ強塩基・弱塩基の混合物又は強酸・弱酸の混合物を含んでいる。

- (2) 使用油は、原則として非水酸性及び非水塩基性緩衝液が示すメータの読みを終点とする。

備考1. 変曲点は、滴定液を続けて0.05 mlずつ滴下したときメータの読みが0.015 mV目盛以上の変化を示したとき、又は滴下前の目盛よりも30 %以上の変化を示した点を確認する。一般には明確な変曲点は、同じ量を滴下することによって得ることができる。

2. この結果では、新油及び添加剤は明確な変曲点が得られるが、使用油では変曲点が得られない場合が多い。

図2 滴定曲線 (一例)



記号説明

- A: 滴定溶剤についての滴定曲線 (空試験)
 B: 明確な変曲点を示さない試料の滴定曲線, 両非水緩衝液で得られたメータの読みを終点とする。
 C: 弱酸性成分を含む試料の滴定曲線, 変曲部の最も垂直に近い点を終点とする。
 D: 弱酸及び強酸性成分を含む試料の滴定曲線, 二つの変曲部の最も垂直に近い点を終点とする。

5.8.2 自動滴定法 5.8.1に従って自動的に操作を行い, 5.7.3で得られる滴定曲線によって終点を求める。

5.8.3 計算方法 次の式によって全酸価及び強酸価を算出し, JIS Z 8401によって有効数字3けたに丸める。ただし, 1 mgKOH/g未満の場合は小数点以下2けたに丸める。

(1) 全酸価

$$AN = \frac{56.1 \times c_{\text{KOH}} (V_1 - V_0)}{m}$$

ここに, AN: 全酸価 (mgKOH/g)

V_1 : 試料の滴定に要した0.1 mol/L KOH液の量 (ml)

V_0 : 空試験の滴定に要した0.1 mol/L KOH液の量 (ml)

c_{KOH} : 0.1 mol/L KOH液のモル濃度 (mol/l)

m : 試料の量り採り量 (g)

(2) 強酸価

$$SAN = \frac{56.1 (V_2 \cdot c_{\text{KOH}} + V_3 \cdot c_{\text{HCl}})}{m}$$

ここに, SAN: 強酸価 (mgKOH/g)

V_2 : 試料の滴定に要した0.1 mol/L KOH液の量 (ml)

c_{KOH} : 0.1 mol/L KOH液のモル濃度 (mol/l)

V_3 : 空試験の滴定に要した0.1 mol/L HCl液の量 (ml)

c_{HCl} : 0.1 mol/L HCl液のモル濃度 (mol/l)

m : 試料の量り採り量 (g)

5.9 精度 電位差滴定法によって得られた試験結果の許容差 (確率0.95) は、次による。

なお、この精度は、強酸価については規定しない。

備考 この精度を外れた場合は、JIS Z 8401によって処理する。

- (1) 繰返し精度 同一試験室において、同一人が同一試験器で日又は時間を変えて同一試料を2回試験したとき、試験結果の差の許容差を、表6に示す。
- (2) 再現精度 異なる試験室において、別人が別の試験器で同一試料をそれぞれ1回ずつ試験したとき、2回の試験結果の差の許容差を、表6に示す。

表6 全酸価の精度

試料の種類	新油・添加剤		使用油	
終点の求め方	変曲点		緩衝液	
滴定操作	手動	自動	手動	自動
繰返し許容差 mgKOH/g	0.07 X	0.06 X	0.05 X	0.12 X
再現許容差 mgKOH/g	0.20 X	0.28 X	0.39 X	0.44 X

ここに、Xは試験結果の平均値 (mgKOH/g)

参考 表6で示す以外の試料の精度は、次を目安にするとよい。

- (1) 新油・添加剤の緩衝液による終点の場合：新油・添加剤の変曲点の許容差
- (2) 使用油の変曲点による終点の場合：使用油の緩衝液の許容差

5.10 試験結果の報告 試験結果には、次の事項を記載する。

- (1) 試料名、採取場所及び採取年月日
- (2) このJISの規格番号
- (3) 全酸価、強酸価の試験項目と、5.8によって得られた結果
- (4) 特記事項

6. 電位差滴定法 (塩基価)

6.1 試験の原理 試料をトルエン、2-プロパノール及び少量の水の混合溶剤に溶かし、ガラス電極と比較電極を用いて、塩酸標準2-プロパノール液で電位差滴定する。メータ (電位差計又はpH計) の読みと、これに対応する標準液の滴定量との関係を作図し、滴定曲線に得られた変曲点を終点とする。明確な変曲点が得られない場合は、非水酸性又は非水塩基性緩衝液で得られるメータの読みを終点とする。

備考1. この規格は、石油製品及び潤滑油中に含まれる塩基性成分で、トルエンと2-プロパノール混合液に溶解するものを電位差滴定法によって測定するものである。この方法によれば、塩基性の強い化合物類の解離定数が、塩基性が一段弱い化合物類の解離定数の1000倍以上である場合には、塩基性成分を弱塩基と強塩基のイオン化性をもつグループに区別することができる。

2. この方法は、過塩素酸法と区別するために塩酸法と呼ぶことがある。

3. 新油及び使用油中の塩基性を示す成分としては、有機塩基、無機塩基、アミノ化合物、弱酸塩 (せっけん)、多酸塩基の塩基性塩、重金属塩及び酸化防止剤、清浄剤のような添加剤などがある。

参考 この規格は、使用中における油の酸化などによる全塩基価及び強塩基価の変化を色又は他の性質に関係なく適用できる。測定を綿密な条件で実施しても、油の使用状態における性能を予測するための塩基性の絶対値を測定するものではない。例えば、エンジンの腐食性又は腐食摩耗と塩基価との間には、一般

的な関係は知られていない。

6.2 試薬

- (1) 非水酸性緩衝液 緩衝貯蔵溶液A 10 mlを滴定溶剤100 mlに加えて混合したもので、1時間以内に用いる。
- (2) 非水塩基性緩衝液 緩衝貯蔵溶液B 10 mlを滴定溶剤100 mlに加えて混合したもので、1時間以内に用いる。
- (3) 緩衝貯蔵溶液A 2,4,6-トリメチルピリジン(γ -コリジン) 24.2 $\pm$ 0.1 gを量り、2-プロパノール100 mlを入れたメスフラスコ1 lに移し、0.2 mol/l HCl液150/M1 $\pm$ 5 ml (M1は0.5 mol/l HCl液のモル濃度)を加えた後、全量を2-プロパノールで1 lにしたもので、褐色瓶に入れて保存し、1か月以内に使用する。

2,4,6-トリメチルピリジン(γ -コリジン)の性状を、次に示す。

沸点 168~170 °C

屈折率(n_D^{20}) 1.498 2 $\pm$ 0.000 5

色 無色

- (4) 緩衝貯蔵溶液B *m*-ニトロフェノール27.8 $\pm$ 0.1 gを量り、2-プロパノール100 mlを入れたメスフラスコ1 lに移し、0.2 mol/l KOH液50/M2 $\pm$ 1 ml (M2は0.5 mol/l KOH液のモル濃度)を加えた後、全量を2-プロパノールで1 lにしたもので、褐色瓶に入れて保存し、1か月以内に使用する。

m-ニトロフェノールの性状を、次に示す。

融点 96~97 °C

色 淡黄色

- (5) 0.1 mol/l塩酸標準2-プロパノール液 (以下、0.1 mol/l HCl液という。)

- (5.1) 調整 2-プロパノール1 lにJIS K 8180に規定する塩酸9 mlを加えて混合する。

- (5.2) 標定 標定は、次の操作によって行う。

- (a) 塩酸の2-プロパノール溶液約8 mlを正しく量り採り、二酸化炭素を含まない水125 mlで薄める。
- (b) 0.1 mol/l KOH液を用いてフェノールフタレインを指示薬として滴定するか、又は電位差滴定する。
- (c) 塩酸の2-プロパノール溶液のモル濃度は、次の式によって小数点以下4けたまで求める。

$$c_{\text{HCl}} = \frac{c_{\text{KOH}} \times v_1}{v_2}$$

ここに、 c_{HCl} : 0.1 mol/l HCl液のモル濃度 (mol/l)

c_{KOH} : 0.1 mol/l KOH液のモル濃度 (mol/l)

v_1 : 終点までの滴定に要した0.1 mol/l KOH液の量 (ml)

v_2 : 塩酸の2-プロパノール溶液の量り採り量 (ml)

- (d) 0.1 mol/l HCl液のモル濃度が0.000 5 mol/l以下であるように時々標定する。
- (6) 0.2 mol/l塩酸標準2-プロパノール液 (以下、0.2 mol/l HCl液という。) 2-プロパノール1 lにJIS K 8180に規定する塩酸18 mlを加えて混合調整し(5.2)によって標定したもの。
- (7) 2-プロパノール JIS K 8839に規定するもの。
- (8) 塩化カリウム電極液 (以下、KCl液という。) JIS K 8121に規定する塩化カリウムを水に溶かした3 mol/l以上の濃厚液を用いる。
- (9) 0.1 mol/l水酸化カリウム標準2-プロパノール液 (以下、0.1 mol/l KOH液という。)
- (9.1) 調製 2 lの三角フラスコに2-プロパノール約1 lを採り、これにJIS K 8574に規定する水酸化カリウム6 gを加え、底にかたまりができないようにかき混ぜながら、15~20分間静かに沸騰させる。この溶液を二酸化炭素を遮り数日間放置した後、その上澄液をポリエチレン瓶などに入れ、ソーダ石灰及び乾燥剤などを満たした保護管を付けて保存する。
- (9.2) 標定 フタル酸水素カリウムによる標定は、次による。

- (a) JIS K 8809に規定するフタル酸水素カリウムを120℃で2時間乾燥し、その0.1~0.2 gを0.1 mgのけたまで量り採り、二酸化炭素を含まない水125 mlに溶かし、水酸化カリウムの2-プロパノール溶液を用いて電位差滴定する。
- (b) 水125 mlについて(a)の操作によって空試験を行う。
- (c) 水酸化カリウムの2-プロパノール溶液のモル濃度は、次の式によって小数点以下4けたまで求める。

$$c\text{KOH} = \frac{1000 W}{204.230 \times (v_1 - b)}$$

ここに、 $c\text{KOH}$: 0.1 mol/l KOH液のモル濃度 (mol/l)

W : フタル酸水素カリウムの量り採り量 (g)

v_1 : 終点までの滴定に要した水酸化カリウムの2-プロパノール溶液の量 (ml)

b : 空試験における v_1 に相当する量 (ml)

- (d) 0.1 mol/l KOH液のモル濃度が0.0005 mol/l以下であるように時々標定する。

備考1. アミド硫酸による標定は、次による。

- (a) JIS K 8005に規定するアミド硫酸の結晶粉末を真空デシケータ中で約48時間乾燥し、その2.0~2.5 gを量り採り0.1 mgのけたまで読み、二酸化炭素を含まない水に溶解し、250 mlのメスフラスコに移し、水を標線まで加える。
- (b) その25 mlを全量ピペットを用いて量り、水100 mlを加える。JIS K 8001によって調製したブロムチモールブルーを指示薬として水酸化カリウムの2-プロパノール溶液で滴定する。
- (c) 水125 mlを用いて空試験を行う。

$$c\text{KOH} = \frac{100 W}{97.093 \times (v_1 - b)}$$

ここに、 $c\text{KOH}$: 0.1 mol/l KOH液のモル濃度 (mol/l)

W : アミド硫酸の量り採り量 (g)

v_1 : 終点までの滴定に要した水酸化カリウムの2-プロパノール溶液の量 (ml)

b : 空試験における v_1 に相当する量 (ml)

2. 2-プロパノールのような有機溶剤の膨脹係数は、比較的大きいので、0.1 mol/l KOH液の標定は試料の測定温度に近い温度で行う。

- (10) 0.2 mol/l水酸化カリウム標準2-プロパノール液 (以下、0.2 mol/l KOH液という。) JIS K 8574に規定する水酸化カリウム12 gを2-プロパノール約1 lに溶かし、(9)に従って調製、標定したもの。
- (11) 滴定溶剤 JIS K 8680に規定するトルエン500 ml及び水5 mlを2-プロパノール495 mlに加えたもの。

備考 重質残さ油又はアスファルト物質を十分に溶かすには、トルエンの代わりにクロロホルムを用いた溶剤を使用してもよい。

6.3 中和価試験器 電位差滴定法の試験器の一例を図3に示す。

備考 試験器の絶縁性能は、電気回路が閉の状態、電源端子と外箱との間の絶縁抵抗を測定したとき5 MΩ以上とする。