

Application Note AN-H-141

ASTM D8045規格に基づいた原油および軽油の酸価測定

温度滴定法は、石油化学産業で使用される各種油製品の分析において、迅速かつ信頼性の高い測定を可能にする手法です。

原油の全酸価(TAN)を正確に把握することは、その価格を評価する上で重要な要素となります。さらに、原油および関連するプロセス油の酸価具合を継続的にモニタリングすることで、設備の予期せぬシャットダウンを未然に防ぐことかてき、これにより高価な処理薬剤の過剰使用を抑制する効果も期待できます。このように、酸価の管理は経済的側面およびフロント運転の信頼性の両面から極めて重要であるといえます。

温度滴定法(Thermometric Titration, TET)は、各種石油製品に含まれる全酸価(TAN)を分析するための信頼性の高い手法です。TETでは、電位を指標とする従来法とは異なり、反応に伴うエンタルピー変化

を指標として用います。滴定の進行に伴って温度が変化し、その温度曲線に現れる屈曲点が滴定終点を示します。この特徴により、TETは複雑なマトリックスを含む試料に対しても高い再現性と安定した終点検出性能を示します。

本アプリケーションノートでは、ASTM D8045に準拠し、温度滴定法により様々な油製品の酸価を測定しました。温度滴定(TET)は、電位差滴定法と比較して測定速度が速く、操作性にも優れている点か特徴となります。このことから、TETは高頻度の品質管理や迅速な分析が求められる現場において、より実用的な手法として位置づけられています。

サンプルと前処理

本アプリケーションは、さまざまな原油関連製品に対して適用されることを実証しております。

通常、サンプルの前処理は必要としません。しかし、一部のサンプルについては、滴定前にわずかに加

温するか、キシレンに溶解させる必要がある場合があります。また、60 ° C未満に加温したサンプルでも、滴定の分解能や精度を損なうことなく測定することが可能です。

測定

本測定は、dThermoprobeを搭載したOMNIS Professional Titrator(図1参照)を用いて実施しております。薬品の手作業による取り扱いを避けるため、すべての試薬はOMNIS Dosing Moduleを使用して自動的に添加することが可能です。

適量のサンプルを滴定容器に秤量した後、溶媒およびハラホルムアルテヒトを添加いたします。その後、水酸化カリウム滴定溶液を用いて滴定を行い、最初の終点(発熱)を過ぎるまで滴定を行います(図2参照)。



図 1. 本測定には、dThermoprobeおよびロッドスターラーを搭載したOMNIS Professional Titratorを使用しております。

測定結果

本手法は、全酸価(TAN)の測定において非常に高い測定精度を示しており、その結果は表1に示す通り

です。

表 1. OMNISシステムを用いたASTM D8045に基づく全酸価(TAN)測定結果

サンプル (n = 6)	平均値 Mean [mg KOH/g]	変動係数 SD(rel) [%]
Cutting oil 切削油	0.96	0.2
Desalted Crude 脱塩原油	0.76	2.1
Raw Crude 原油	0.73	1.1
Vac. Light Gas 減圧軽油	1.23	0.0
Vac. Heavy Gas 減圧重油	1.25	0.8
Atm. Heavy Gas 大気圧重油	1.15	1.2
650 Endpoint Gas 650° F 残油	0.73	1.1

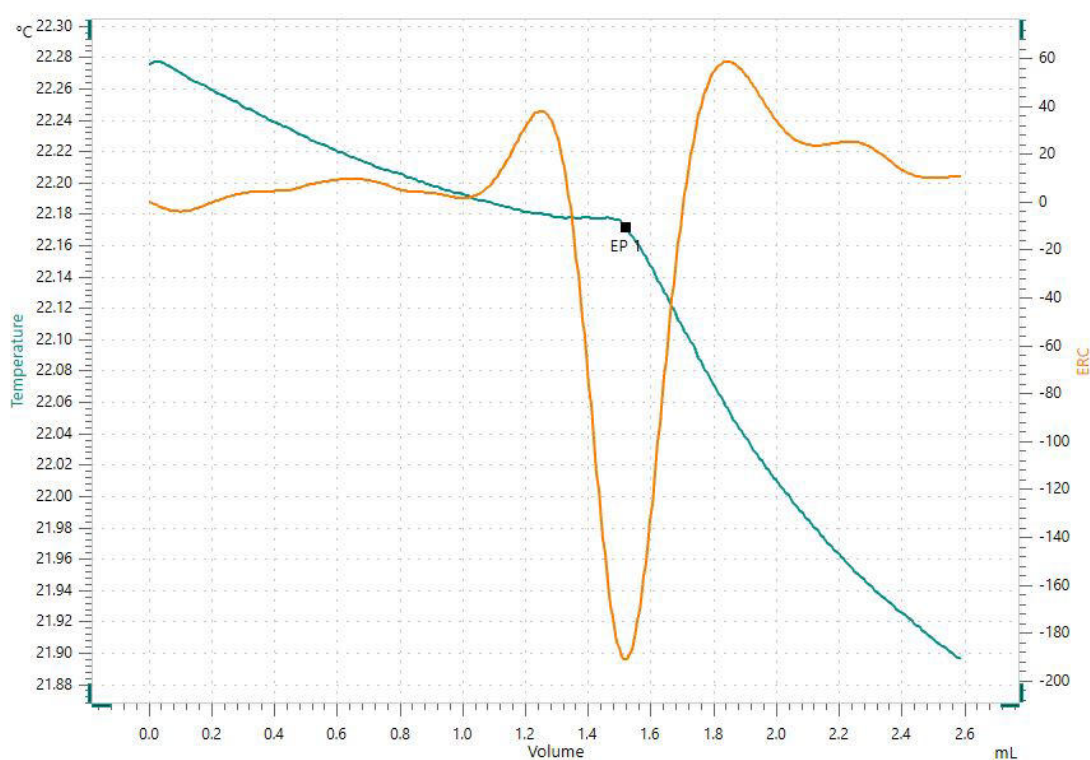


図 2. 原油サンプルの温度滴定曲線

結論

温度滴定法(TET)は、各種原油製品の全酸価(TAN)を一度の簡便な滴定で迅速かつ高精度に測定できる手法です。センサーの保守が不要であるため、TETは

従来の指示薬を用いた滴定法に代わる信頼性の高い方法として有用です。

CONTACT

メトロームジャパン株式会
社
143-0006 東京都大田区平
和島6-1-1
null 東京流通センター アネ
ックス9階

metrohm.jp@metrohm.jp

装置構成



OMNIS

スタントアローン稼働またはOMNIS滴定システムのメインハートとしての、革新的なモジュール式のOMNIS電位差滴定装置です。3Sリキットアタフタテクノロジーにより、化学物質の取り扱いに関してはこれまでにないほどの安全性を誇ります。滴定装置は測定モジュールおよびシリンターユニットによって自由にコンフィグレーションすることかてき、必要に応じてスターラで拡張することも可能です。様々なソフトウェア機能ライセンスにより、色々な測定モードおよび機能の使用が可能です。

- ハソコンまたはローカルネットワークを介した制御
- 他のアプリケーションまたは補助溶液のための他の滴定モジュールもしくはトーションクモジュールが4つまで接続可
- フロヘラスターラの接続可
- 様々なシリンターサイズに対応: 5、10、20、50 mL
- 3Sテクノロジーによるリキットアタフター: 化学物質の安全な取り扱い、メーカーのオリジナル試薬データの自動伝送

測定モードおよびソフトウェアオプション:

- 終点滴定: 機能ライセンス「Basic (ベーシック)」
- 終点滴定および当量点滴定 (等量/変動): 機能ライセンス「Advanced (アトハンスト)」
- 並行滴定を伴う終点滴定および当量点滴定 (等量/変動): 機能ライセンス「Professional (プロフェッショナル)」



dThermoprobe

OMNIS による TET のための高精度デジタル温度センサー。

Thermoprobe は短い反応時間と高い分離度を有し、ごくわずかな温度変化をも正確に捉えることができます。

このセンサーは、HF を含まない水性および非水系の溶液にて、以下の測定などに用いることができます:

- ASTM D8045 に準じた酸価 (TAN)
- 塩基価 (TBN)
- 遊離脂肪酸
- Ca/Mg 測定
- リン酸



OMNIS 10 mL

OMNIS Titrator、滴定モジュールもしくはトーシンクモジュールのためのインテリシエントなシリントーユニット 10 mL。このシリントーユニットは次の溶液に非常に適しています:

- 水性アルカリ溶液
- 滴定試薬 5
- 硝酸銀溶液
- 非水性アルカリ溶液
- 過マンガン酸塩溶液
- EDTA 溶液

トーシンクチューフ、反拡散チップを含む。

OMNIS

A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

ファンクションライセンス 「温度滴定装置」、
OMNIS Titrator 用

次のファンクションモートを備えています

- 温度滴定 (TET)
- MEAS U / T / pH
- OMNIS Titrator の内部ヒュレットのみを使用した滴定