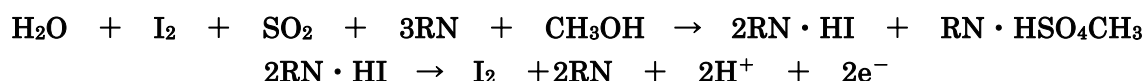


HIRANUMA APPLICATION DATA		水分データAQシリーズ	データNo	15	14/10/15
水分	ケトン類 – 電量滴定				
	メチルエチルケトン、アセトン				

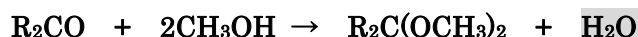
1. 測定の概要

AQシリーズでは、カールフィッシャー電量滴定法を採用しています。

電量法では、カールフィッシャー試薬のヨウ素成分は、発生液に含まれるヨウ化物イオンの電気分解によって与えられます。



ケトン・アルデヒド類の測定では、これらが発生液中のメタノールと反応して水を生成する副反応が起こり、測定結果が本来の結果よりも高くなる傾向があります。



そのため、ケトン・アルデヒド類の測定では、メタノールを含まない組成のカールフィッシャー試薬を用いる必要があります。本アプリケーションデータで使用した SIGMA-ALDRICH 社製 ハイドラナール-クーロマット AK および CG-K は、どちらもメタノールを含まない組成となっております。

本アプリケーションデータでは、メチルエチルケトンとアセトンの特級試薬を直接滴定セルに注入して水分測定を行いました。これらの成分はプラスチック系接着剤や塗料溶剤、合成樹脂としてよく用いられています。

2. 装置構成および試薬

1) 装置構成

本体	:	平沼微量水分測定装置	AQ-2200
滴定セル	:	標準電解セル	
採取器	:	ガラス製注射器	

2) 試薬

発生液	:	SIGMA-ALDRICH 社製	ハイドラナール-クーロマット AK
対極液	:	SIGMA-ALDRICH 社製	ハイドラナール-クーロマット CG-K

3. 測定手順

- ① 電解セルの共栓を外し発生液 100mL、対極室に対極液 1 アンプルを加えます。図 3・1 に発生液および対極液の注入図を示します。
- ② 電解セル内のブランクを消去し、水分のバックグラウンド値を安定させます。
- ③ 注射器を試料で共洗いしたのちに試料を採取し、風袋を消去します。
- ④ 電解セルの試料注入用ゴム栓より注射器を用いて試料を加えます。図 3・2 に注射器による試料の注入図を示します。
- ⑤ 測定を開始します。測定条件は図 4・1 に示します。
- ⑥ 注射器を正確に秤量し、秤量値を試料量として本体に入力します。

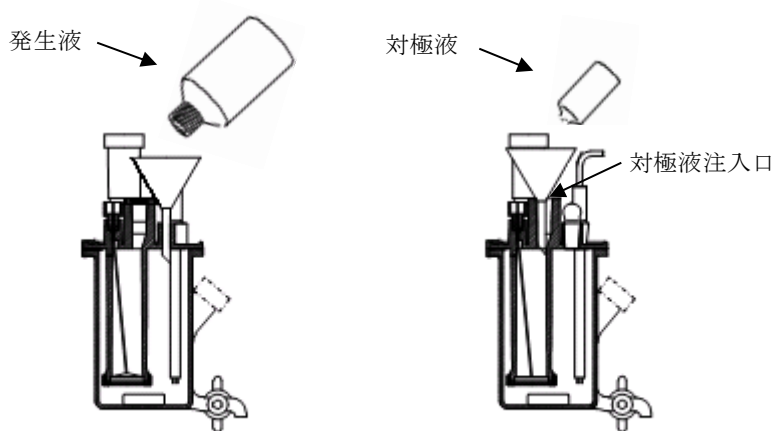


図 3・1 発生液および対極液の注入図

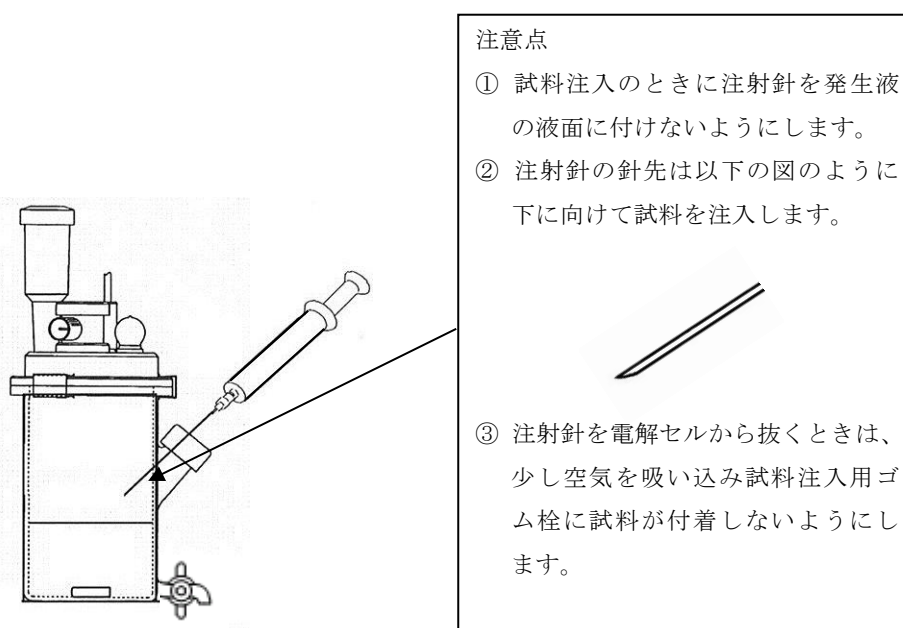


図 3・2 注射器による試料の注入図（直接滴定法）

4. 測定条件例および測定結果

項目	
計算式	0:重量採取(S) $X=(H2O-BLANK)/SIZE$
待ち時間	30 秒
電解電流	SLOW
S. タイマ	0 分
ブランク値	0 μg
水分量単位	AUTO
オートインターバル	0 g
最小電解量	5 μg
BG自動補正	ON
試料量入力	毎回入力
電解セル	標準

図 4・1 標準セルの測定条件例

表 4・1 測定結果

試料名	試料量 (g)	測定値 (μg)	水分量 (ppm)	統計計算結果	
メチルエチルケトン	0.4565	103.8	227.4	平均値	223.9 ppm
	0.4722	107.7	228.1	標準偏差	6.7 ppm
	0.4478	96.8	216.2	変動係数	3.0 %
アセトン	0.4515	102.6	227.2	平均値	225.3 ppm
	0.6059	136.0	224.5	標準偏差	1.7 ppm
	0.4945	110.8	224.1	変動係数	0.7 %

5. 摘要

水分測定を行うときは下記の点に注意して測定を行ってください。

- ① 実験器具は良く乾燥したものを使用してください。
- ② 微量水分の測定を行うときはバックグラウンド値の影響が大きくなります。ケトン・アルデヒド類の測定では、他の試料に比べてバックグラウンド値が高くなりやすいので、十分に安定したことを確認してから測定を行ってください。
- ③ 試料の吸湿を防ぐため、図 5・1 に示した様なバイアル瓶を使用し試料を採取することを推奨いたします。

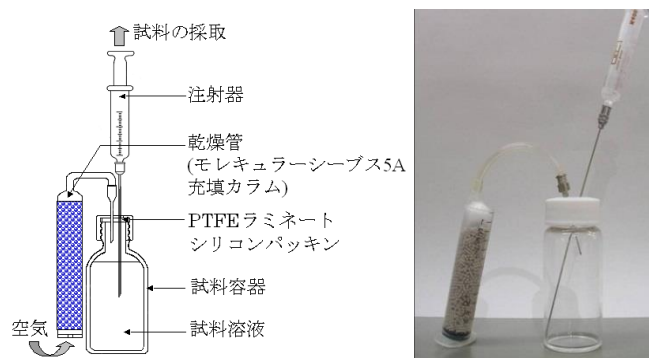


図 5・1 試料採取法の概念図

キーワード：メチルエチルケトン、アセトン、ケトン、アルデヒド