

アプリケーションノート

炭化水素類の水分測定

関連業種 : 化学
使用装置 : カールフィッシャー水分計
測定手法 : 電量滴定法 / 直接法
関連規格 :

1. 概要

本アプリケーションでは電量滴定式カールフィッシャー水分計を用いるトルエン、ヘキサン、シクロヘキサンの水分測定例を紹介します。各液体炭化水素試料は、直接滴定セルに投入することで問題なく測定可能です。

2. 測定上の注意点

- 1) カールフィッシャー試薬はメタノール等の有機溶剤を含むため、カールフィッシャー水分計は局所排気装置内に設置してください。
- 2) 0.1mg の桁まで測定できる電子天秤の使用を推奨します。

3. 分析終了後の処置

滴定フラスコから陽極液および陰極液を排出した後、滴定フラスコ、双白金電極、電解電極をメタノール等で洗浄してください。

4. 装置構成

本体 : 電量滴定式カールフィッシャー水分計
電極 : 双白金電極、2液型電解電極

5. 試薬

陽極液 : ケムアクア陽極液 AGE
陰極液 : ケムアクア陰極液 CGE

6. 分析手順

-準備-

- 1) 滴定フラスコに陽極液約100mLを入れます。
- 2) 電解電極の内部に陰極液約5mLを入れます。
- 3) 予備滴定を行い、滴定セル内を無水化します。

-測定-

- 1) 注射針付きシリンジに試料を採取し、質量を測定します。
- 2) 注射器用側栓に注射針を差し込み、セル内に試料を投入して水分を測定します。
- 3) 試料投入後、シリンジの質量を測定します。
- 4) 試料投入前後のシリンジの質量差を試料採取量とします。

7. 計算式

水分 (%) = $FA \times ((Data - Drift \times t - Blank) / (Wt1 - Wt2)) \times k$ 計算式 No. 2

FA : 補正係数 = 1 Data : 総水分量 (μg)
 Drift : ドリフト値 ($\mu g/s$) t : 滴定時間 (s)
 Blank : 空試験値 (μg) Wt1 : 試料投入前の質量 (g)
 Wt2 : 試料投入後の質量 (g) k : 単位換算係数 = 0.0001

8. 測定例

-滴定パラメータ-

(測定パラメータおよび滴定曲線は一例です。機種によりパラメータ項目が異なる、または項目が追加される場合があります。)

<滴定パラメータ>		<制御パラメータ>	
滴定モード	: 水分	滴定セルタイプ	: 2液セル
滴定開始遅延時間	: 0s	安定判断値	: $0.1 \mu g/s$
終点判断禁止時間	: 30s	電解速度係数	: 5.0
滴定制限時間	: 0s	電解モード	: 標準
ドリフト停止モード	: 相対値	終点電位	: 200mV
相対ドリフト値	: $0.1 \mu g/s$	滴定開始モード	: 自動
		データ採取時間	: 5s
		スターラスピード	: 3

-滴定曲線-

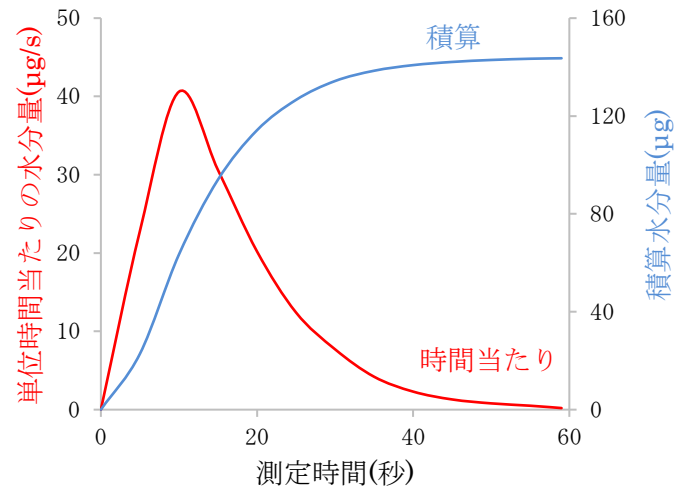


Fig. 1 トルエンの測定

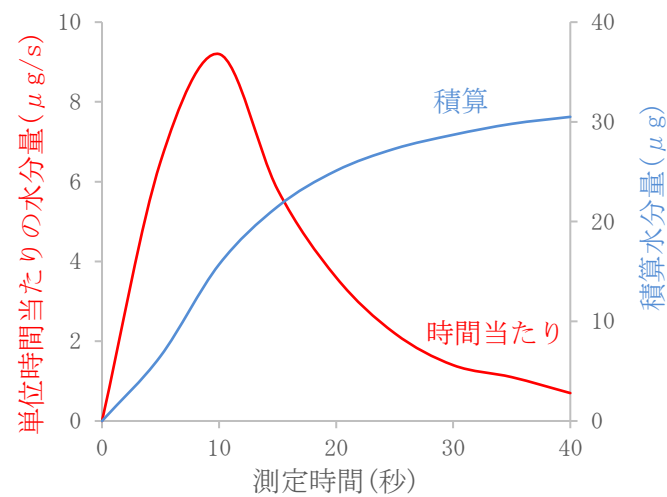


Fig. 2 ヘキサンの測定

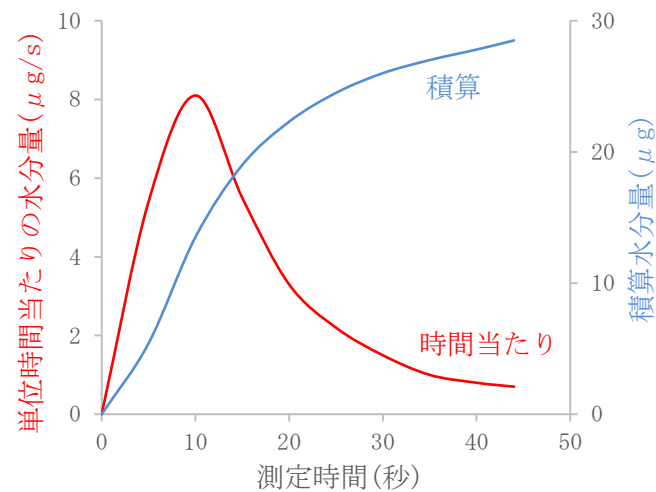


Fig. 3 シクロヘキサンの測定

-測定結果-

		採取量 (g)	水分量 (μ g)	水分濃度 (%)	滴定時間 (時:分:秒)
トルエン	1	0.8576	143.0	0.0167	0:00:59
	2	0.8911	149.6	0.0168	0:01:00
	3	0.8106	135.5	0.0167	0:00:59
	平均値 標準偏差 RSD(%)			0.0167 0.0001 0.35	
ヘキサン	1	0.5981	27.9	0.0047	0:00:44
	2	0.6418	30.0	0.0047	0:00:45
	3	0.6860	31.9	0.0047	0:00:47
	平均値 標準偏差 RSD(%)			0.0047 0.0000 0.00	
シクロヘキサン	1	0.8237	28.2	0.0034	0:00:28
	2	0.7543	25.8	0.0034	0:00:28
	3	0.8118	27.5	0.0034	0:00:28
	平均値 標準偏差 RSD(%)			0.0034 0.0000 0.00	

9. まとめ

RSD値(相対標準偏差)は1%未満となり、良好な精度が得られました。弊社の電量滴定式水分計により、炭化水素類の水分測定が可能です。炭化水素類は一般的にカールフィッシャー反応を妨害しませんが、不飽和結合を有する炭化水素の一部には、カールフィッシャー反応の妨害となるものもあります。測定可否が不明な試料については弊社までご相談ください。