

アプリケーションノート

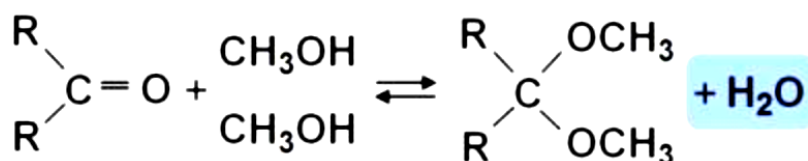
アセトンの水分測定

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

アセトンは主に溶媒および化学工業製品の原料として用いられます。例えば塗料用溶剤、医薬品、カップリング剤、除光液、試験用器具の洗浄等が挙げられます。また、糖やデンプン精製における沈殿剤として、食品分野においても使用されます。このような用途において、アセトンの水分が問題となる場合は、水分の管理が必要です。本アプリケーションでは、カールフィッシャー法によってアセトンの水分を測定した例を紹介します。

カールフィッシャー法においてケトン類はメタノールと以下のように反応し、水を生成して妨害します。



そのため、メタノールを含む一般用の陽極液は適用できません。メタノールの代替として反応性の低いアルコールを含むケトン用の陽極液を用いる必要があります。ただし、ケトン用の陽極液を用いても妨害を完全に防止できるわけではありません。測定が終了しなくなったり、ドリフト値の低下に時間を要する場合は、妨害を抑制できる許容量に達したと判断し、新しい陽極液に交換して対応します。

2. 測定上の注意点

- 有機溶剤を用いるため、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。
- 0.01mg 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

陽極液および陰極液を排液した後、滴定フラスコ、双白金電極および電解電極をトルエン等によって洗浄してください。洗浄液にアルコール類を用いると、次回にアセトン測定する際、電解電極の隔膜等に残存したアルコール類によって測定が妨害される可能性があります。

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 AKE
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を約100mL充填します。
- 2) 電解電極内に陰極液を約5mL充填します。
- 3) 予備滴定を行い、滴定セル内を無水化します。

—測定—

- 1) シリンジを用いて試料を採取し、質量を測定します。
- 2) 注射器用側栓より試料を投入し、水分測定を行います。
- 3) 試料投入後の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採取量とします。
- 5) 単位時間あたりの水分量($\mu\text{g/s}$)が、「初期ドリフト値($\mu\text{g/s}$)+相対ドリフト値($\mu\text{g/s}$)」以下になった時点を終点とします。

7. 計算式

$$\text{水分(ppm)} = ((\text{Data} - \text{Drift} \times t - \text{Blank}) / (\text{Wt1} - \text{Wt2})) \times F \times 1$$

Data	・・・総水分量(μg)
Drift	・・・初期ドリフト値($\mu\text{g/s}$)
Blank	・・・空試験値($0\mu\text{g}$)
t	・・・測定時間(s)
Wt1	・・・試料投入前のシリンジの質量(g)
Wt2	・・・試料投入後のシリンジの質量(g)
F	・・・ファクタ値(1.0)

8. 測定例

—装置の設定—

<滴定パラメータ>

滴定モード	: 水分
滴定開始遅延時間	: 0s
終点判断禁止時間	: 30s
滴定制限時間	: 0s
ドリフト停止モード	: 相対値
相対ドリフト値	: $0.1\mu\text{g/s}$

<制御パラメータ>

滴定セルタイプ	: 2液セル
安定判断値	: $0.1\mu\text{g/s}$
電解速度係数	: 5.0
電解モード	: 標準
終点電位	: 200mV
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

(上記の設定は一例です。機種によって設定項目が異なる場合があります。)

— 滴定曲線の一例 —

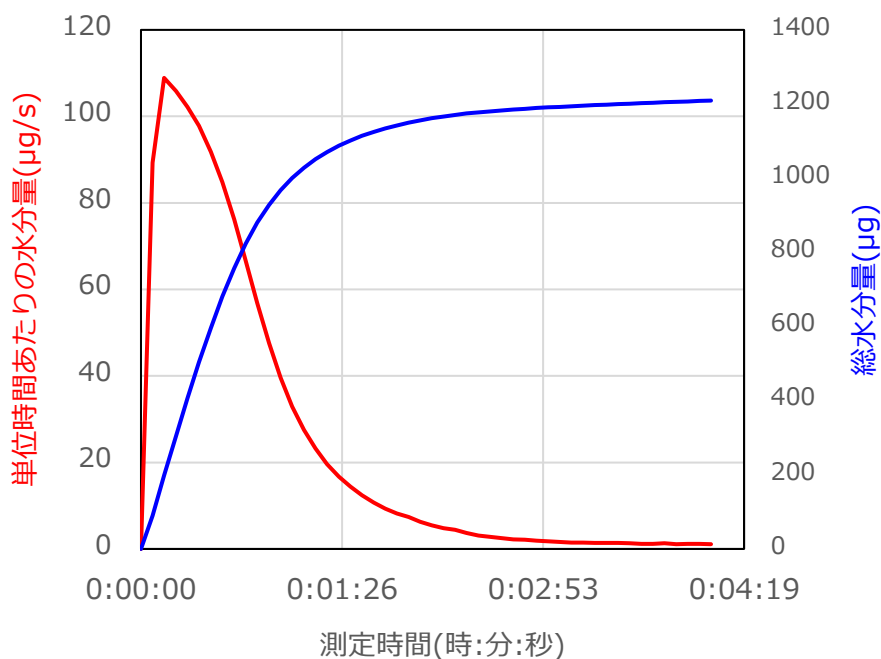


Table 1 アセトンの水分測定結果

	採取量(g)	水分量(μ g)	水分濃度(ppm)
1	1.5886	1177.6	741.3
2	1.6844	1252.4	743.5
3	1.4774	1099.3	744.1
平均	-	-	743.0
標準偏差	-	-	1.5
RSD(%)	-	-	0.2

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。弊社の電量式水分計により、アセトンの水分測定が可能です。