

| | | | | |
|----------------------------------|-------------------------|-------|----|----------|
| HIRANUMA APPLICATION DATA | 水分データAQVシリーズ | データNo | 14 | 14/10/15 |
| 水分 | ケトン類 - 容量滴定 | | | |
| | メチルエチルケトン、アセトン、シクロヘキサノン | | | |

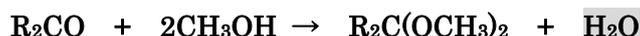
1. 測定概要

AQV シリーズでは、カールフィッシャー容量滴定法を採用しています。

容量法では、カールフィッシャー試薬のヨウ素成分が滴定液に含まれており、水分量は滴定液の消費量をもとに求めます。



液体試料を直接滴定セルに注入して測定する場合、通常では滴定溶媒に水分測定用メタノールを使用します。しかしながらケトン・アルデヒド類の測定では、これらがメタノールと反応して水を生成してしまうため、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ケトン類水分測定溶媒 K およびアクアライト KF 5K は、どちらもメタノールを含まない組成となっており、本試薬は平沼産業製品以外のカールフィッシャー水分測定装置にもご使用いただけます。

本アプリケーションデータでは、メチルエチルケトン、アセトン、シクロヘキサノンの特級試薬に水を 1% 添加したものを模擬試料として測定しています。これらの成分はプラスチック系接着剤や塗料溶剤、合成樹脂やナイロンの原料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 | : | 平沼自動水分測定装置 | AQV-2200 |
| 滴定セル | : | 標準滴定セル | |
| 採取器 | : | ガラス製注射器 | |

2) 試薬

| | | |
|------|---|--------------|
| 滴定液 | : | アクアライト KF 5K |
| 滴定溶媒 | : | ケトン類水分測定溶媒 K |

3. 測定手順

- ① 滴定セルの共栓を外し、滴定溶媒 50mL を加えます。図 3・1 に滴定溶媒の注入図を示します。
- ② 滴定セル内のブランクを消去し、セル内を無水状態で安定させます。
- ③ 注射器を試料で共洗いしたのちに試料を採取し、天秤に載せて風袋を消去します。
- ④ 滴定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。

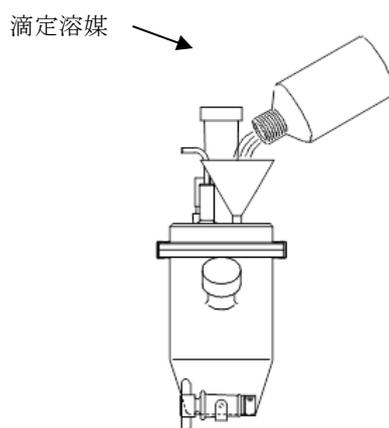
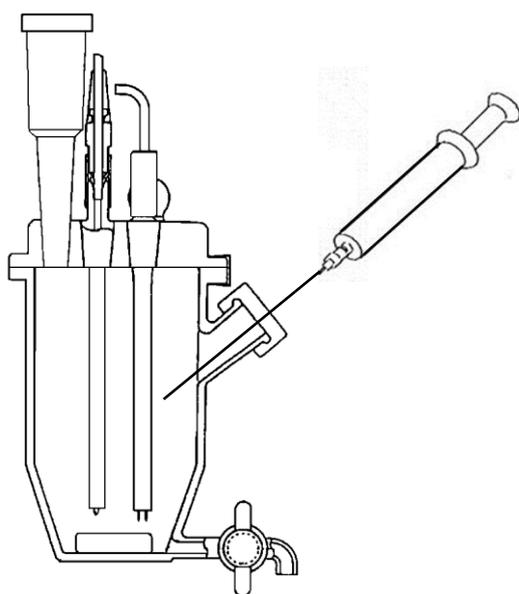


図 3・1 滴定溶媒の注入図



注意点

- ① 試料注入のときに注射針を滴定溶媒の液面に付けないようにします。
- ② 注射針の針先は以下の図のように下に向けて試料を注入します。



- ③ 注射針を滴定セルから抜くときは、少し空気を吸い込み試料注入用ゴム栓に試料が付着しないようにします。

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) $X=M*1000/W$ |
| 待ち時間 | 30 秒 |
| 最大滴加量 | 20 mL |
| 最小滴加量 | 0.01 mL |
| S. タイマ | 0 分 |
| KF試薬力価 | 5.4839 mg/mL |
| KF Buret No. | 1 |
| KF吐出速度 | 12 mL/分 |
| KF吸引速度 | 24 mL/分 |
| BG自動補正 | OFF |
| 試料量入力 | 毎回入力 |
| ブランク値 | 0 mL |
| 水分量単位 | AUTO |
| 検出メソッド | 電流法 |
| ソルベント | S,O,CE |
| 断続制御点 | 150 μ A |
| 終点 | 200 μ A |
| オートインターバル | 0 g |

図 4・1 測定条件例

表 4・1 測定結果

| 試料名 | 滴定液/滴定溶媒 | 試薬量 (g) | 滴定値 (mL) | 測定値 (mg) | 水分量 (%) | 統計計算結果 | |
|-----------|-------------|---------|----------|----------|---------|--------|---------|
| メチルエチルケトン | アクアライトKF 5K | 0.5410 | 1.04 | 5.759 | 1.0645 | 平均値 | 1.062 % |
| | ケトン類水分測定溶媒K | 0.4792 | 0.92 | 5.095 | 1.0632 | 標準偏差 | 0.003 % |
| | | 0.5652 | 1.08 | 5.981 | 1.0582 | 変動係数 | 0.31 % |
| アセトン | アクアライトKF 5K | 0.4925 | 0.91 | 5.039 | 1.0231 | 平均値 | 1.025 % |
| | ケトン類水分測定溶媒K | 0.5003 | 0.93 | 5.150 | 1.0294 | 標準偏差 | 0.004 % |
| | | 0.4171 | 0.77 | 4.264 | 1.0223 | 変動係数 | 0.38 % |
| シクロヘキサノン | アクアライトKF 5K | 0.4023 | 0.74 | 4.098 | 1.0186 | 平均値 | 1.021 % |
| | ケトン類水分測定溶媒K | 0.3848 | 0.71 | 3.932 | 1.0218 | 標準偏差 | 0.003 % |
| | | 0.3841 | 0.71 | 3.932 | 1.0237 | 変動係数 | 0.25 % |

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。乾燥が不十分であると試料が吸湿し、安定した測定結果が得られない可能性があります。
- ② ビュレットに充填した滴定液は測定前にパージ操作を行い、均一になった状態で使用してください。
- ③ KF 滴定液は非水溶媒をベースにしているため、測定中はなるべく一定の室温で行ってください。

キーワード：メチルエチルケトン、アセトン、シクロヘキサノン、ケトン、アルデヒド