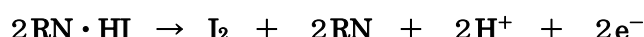


HIRANUMA APPLICATION DATA		水分データ AQシリーズ	データNo	6	12/3/16
水分	アミン類				

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。



一般的なアミン類はベンジルアミン (pKa=9.4) を基準に KF 反応に対する挙動が分かれており、より塩基性度が高いものは発生液が塩基性になるため KF 反応が正常に行われなくなります。そのため、塩基性度が高いものを測定する場合は、あらかじめ安息香酸などの酸を発生液に投入し酸性にしてから測定を行います。

塩基性度が低いものを測定する場合は、発生液の pH が塩基性にならないように試料量を少なくすることで直接測定が可能となります。発生液はアクアライト RS-A (一般用・非塩素系) を一般に使用します。

アニリンなどは KF 反応を妨害する可能性があるため注意が必要です。

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
電解セル	:	従来型の電解セル	標準セル
		対極液が不要な電解セル	一室セル

2) 試薬

発生液	:	アクアライト RS-A (一般用・非塩素系)
対極液	:	アクアライト CN
酸 (中和用)	:	安息香酸

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(一室電解セルは不要)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 発生液内に安息香酸を 10g 投入し溶解させます。
- ③ 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。
- ④ 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。
- ⑤ 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。
- ⑥ 測定を開始します。測定条件は図 4・1 に示します。
- ⑦ 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。

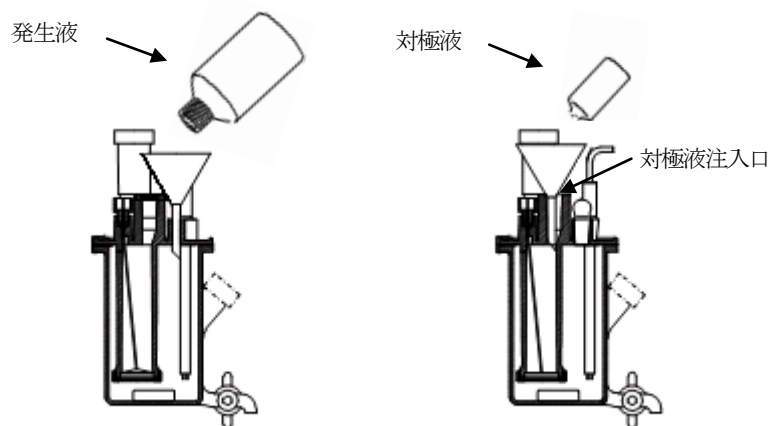


図3・1 発生液および対極液(一室電解セルは対極液不要)の注入図

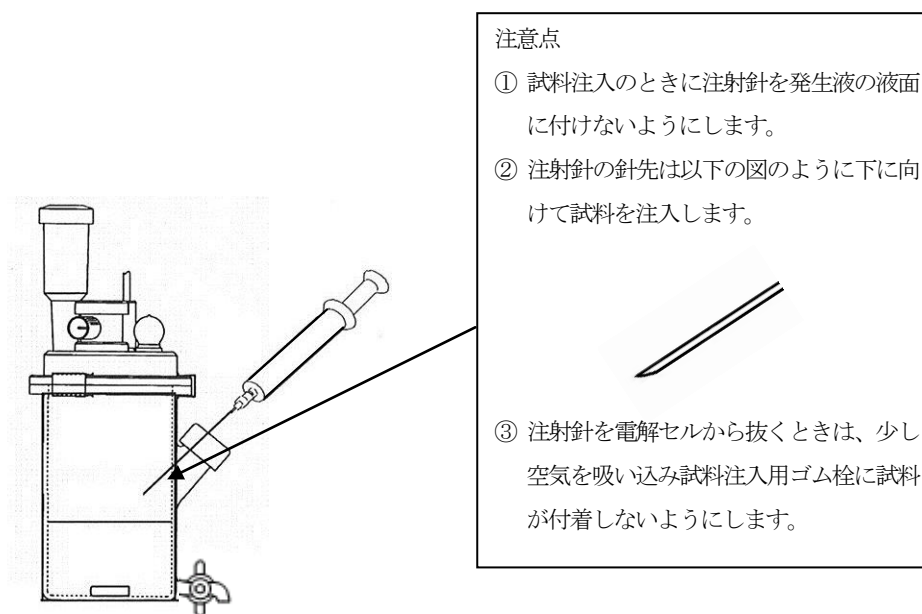


図3・2 注射器による試料の注入図

4. 測定条件例および測定結果

コンディションファイル	
計算式	0:重量採取 (S) $X=(H_2O-BLANK)/SIZE$
待ち時間	20 秒
電解電流	SLOW
S. タイマ	0 分
ブランク値	0 μ g
水分量単位	AUTO
オートインターバル	0 g
最小電解量	5 μ g
BG自動補正	ON
試料量入力	毎回入力
電解セル	標準セル/一室セル

図4・1 測定条件例

表 4・1 アミン類の測定結果

試料名	装置	電解セル	電解液	試料量 (g)	測定値 (μ g)	水分量 (ppm or %)	備考
シクロヘキシルアミン (pKa=10.6)	AQ	標準	RS-A+	0.1742	235.5	0.1352 %	
			安息香酸	0.1790	239.5	0.1338	
			CN	0.1941	263.8	0.1359	
		一室	RS-A+	0.2232	307.1	0.1376 %	
			安息香酸	0.2694	366.1	0.1359	
				0.2305	315.0	0.1367	
ジエタノールアミン (pKa=9.0)	AQ	標準	RS-A	0.2465	478.1	0.1940 %	
			CN	0.2877	557.8	0.1939	
				0.2340	442.3	0.1890	
		一室	RS-A	0.2361	476.8	0.2019 %	
				0.2473	505.0	0.2042	
				0.2696	538.9	0.1999	

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 注射器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 微量水分の測定を行うときはバックグラウンド値が高いと測定に影響しますので、バックグラウンド値が 10 以下になっ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。

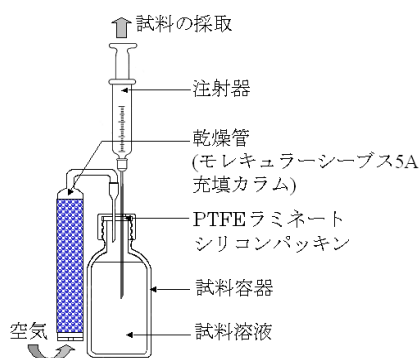


図 5・1 試料採取法の概念図

キーワード：ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、シクロヘキシルアミン