

水分標準試料

KF試薬の標定や、JIS、ISO、ASTMなどのガイドラインに従った水分測定装置のチェックには信頼すべき標準試料が必要となります。それらに対応すべく標準試料を取り揃えました。

アクアミクロン™水標準液シリーズは毒性が少なく、使い易くて、管理のし易い特長を持っています。また、国際標準にトレーサブルな水分測定装置を使用し、厳格な管理のもとで製造されています。アクアミクロン™水標準液はNIST SRM2890にもトレーサビリティがあります。

水標準液（検定結果証明書付）

品名	品名略号	規格	包装	主な溶媒	用途
アクアミクロン™ 水標準液 0.1mg	AWS01	力価 0.1±0.01mgH ₂ O/g	5mLアンプル 10本/ケース	プロピレンカーボネート	電量法水分測定装置の正確性 チェック用
アクアミクロン™ 水標準液 0.2mg	AWS02	力価 0.2±0.01mgH ₂ O/g	5mLアンプル 10本/ケース	プロピレンカーボネート	電量法水分測定装置の正確性 チェック用
アクアミクロン™ 水標準液 1mg	AWS10	力価 1±0.05mgH ₂ O/g	5mLアンプル 10本/ケース	プロピレンカーボネート	電量法水分測定装置の正確性 チェック用
アクアミクロン™ 水標準液 10mg	AWS100	力価 10±0.5mgH ₂ O/g	8mLアンプル 10本/ケース	プロピレンカーボネート	容量法水分測定装置のKF試薬 力価標定用

固体水標準試料（検定結果証明書付）

水分気化装置と組み合わせた水分計の検定用は「アクアミクロン™固体水標準試料」をご利用ください。水分は約3.83%で、従来用いられていた物質よりも低いいため試料量が増やせ、秤量誤差を減らせます。当社の試験結果の保証書と、便利な小さじが付いています。

品名	品名略号	規格	包装	主な組成	用途
アクアミクロン™ 固体水標準試料	SWS	水分 3.83±0.1%	10g ガラス瓶入り	酒石酸カリウム・1/2水和物	水分気化装置付 水分測定装置の検定用

チェック液 P

品名	品名略号	規格	包装	主な溶媒	用途
アクアミクロン™ チェック液P	GCHP	4.0±0.2mgH ₂ O/mL	100mL セプタム付 ガラス瓶入り	プロピレンカーボネート	一般用、ケトン用の区別なく使用 することができる終点調整液です。 電量法水分測定装置の日常管理 にも使用できます。

力価標定標準試薬

品名	品名略号	規格	包装	主な溶媒	用途
アクアミクロン™ 標準水・メタノール	GMW20	2.0±0.04mgH ₂ O/mL	250mL ガラス瓶入り	メタノール	カールフィッシャー試薬標定用、 また逆滴定用滴定剤としても使用 できます。



AQUAMICRON

カールフィッシャー法とは

カールフィッシャー法とは(1)式のように水と選択的に、且つ定量的に反応するカールフィッシャー試薬(ヨウ素、二酸化硫黄、塩基、及びアルコール等の溶剤より構成)を用いて水分を測定する方法です。



この方法には次のように電量滴定法と容量滴定法があります。

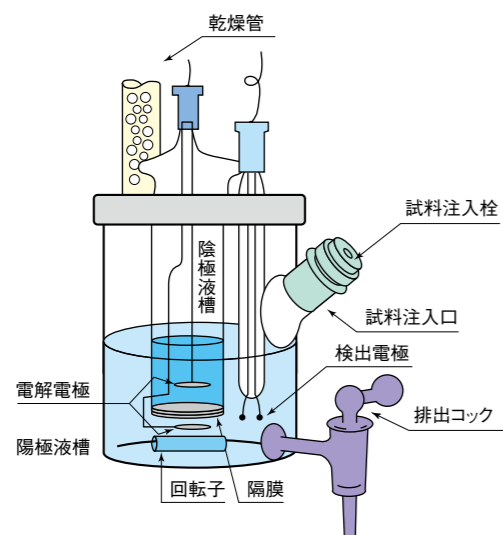


図1 電量滴定装置の電解セル

電量滴定法

ヨウ化物イオン、二酸化硫黄、塩基及びアルコール等の溶剤を主成分とする電解液に試料を加えて電解酸化をしますと(2)式のようにヨウ素が発生し、ただちにカールフィッシャー反応が起きます。



ヨウ素は「ファラデーの法則」にもとづき、電気量に比例して生成されますから、電解酸化に要した電気量からただちに水分量が求められます。

水 1mg=10.71クーロン

電量滴定法は図1に示した電解セルの陽極側に入れる陽極液と陰極側に入れる陰極液の2種類を必要とします。電量滴定法は標定の必要がなく、また陽極液は繰り返して使用することができる利点があります。

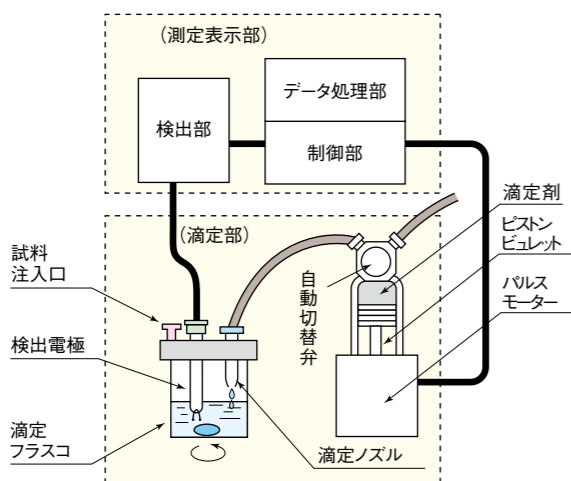


図2 容量滴定装置

容量滴定法

滴定フラスコに試料に適した脱水溶剤を入れておき、滴定剤で無水状態にしてから試料を加えます。あらかじめ力価(mgH₂O/mL)を標定しておいた滴定剤を用いて滴定を行い、その滴定量(mL)から試料中の水分量を求めます。終点検出法には定電流分極電位差法を採用しています。図2に市販されている代表的な自動容量滴定装置の概要を示します。

AQUAMICRON series



Manufactured under stringent quality control at ISO9001 certified facility. 「アクアミクロン」 「AQUAMICRON」は三菱ケミカルの登録商標です。

カールフィッシャー法の適用範囲

カールフィッシャー法は多くの物質に適用出来ますが、カールフィッシャー試薬と水との反応が一種のヨードメトリーを利用している為、試料中にヨウ素と反応する物質を含む場合には測定値にプラスの誤差を与え、一方ヨウ化物を酸化してヨウ素を生成する物質を含む場合にはマイナスの誤差を与えますので注意が必要です。次表に直接滴定できる化合物、直接滴定はできないが適当な化学反応や操作を修正することによって滴定できる化合物およびカールフィッシャー試薬と反応するため直接滴定不可能な化合物を分類して示します。なお直接滴定不可能な化合物であっても水分気化法などの間接法で水分を測定できることがありますので、弊社までお問い合わせください。

直接滴定できる化合物

有機化合物	オキシム、ヒドロキサム酸/チオシアネート/チオエーテル、チオエステル、チオシアン酸/ハロゲン化炭化水素、ハロゲン化アシル/糖類/有機酸塩とその水和物
無機化合物	無機酸塩とその水和物/無機酸/キレート化合物/肥料/炭酸カルシウム/ポリタングステン酸塩

特別な処理、条件下で直接滴定できる化合物

化合物	処理方法
活性アルデヒド、活性ケトン 強塩基性アミン	脱水溶剤CP、PP又はKTX中で滴定する。 陽極液又は一般用脱水溶剤に約10gのサリチル酸を添加して測定する。
以下の化合物は古い文献には下記の処理方法で直接滴定できることになっていますが、実際には検討が必要と思われます。	
アンモニア 第二鉄塩 ヒドラジン誘導体 ヒドロキシルアミン塩 メルカプタン チオ酸 チオ尿素	酢酸を加えて妨害を除く。 8-ヒドロキシキノリンを加えて妨害を除く。 酢酸を加えて妨害を除く。 二酸化硫黄-ピリジン(1+1)溶液を加える。 オレフィン(オクテンなど)を付加して妨害を除く。 オレフィン(オクテンなど)を付加して妨害を除く。 オレフィン(オクテンなど)を付加して妨害を除く。

カールフィッシャー試薬と反応して直接滴定できない化合物

有機化合物	無機化合物
アスコルビン酸/ジアシル過酸化物、ペルオキソ酸/キノン	硫化ナトリウム、過酸化ナトリウム/クロム酸塩、重クロム酸塩/酸化鉄、酸化ニッケル/三酸化ヒ素/ヒ酸塩、亜ヒ酸塩、三酸化ヒ素/ホウ酸類、酸化ホウ素/炭酸水素塩、炭酸塩/金属水酸化物、金属酸化物/亜硫酸塩、ピロ亜硫酸塩/亜硝酸ナトリウム、チオ硝酸塩/第二銅塩、第一スズ塩

直接滴定できない場合でも大抵の固体試料は水分気化法で測定が可能です。

妨害化合物に対する三菱ケミカルカールフィッシャー試薬の使い方の例

化合物	妨害反応	対処法	
		容量滴定法	電量滴定法
ケトン類	ケトンはメタノールと反応してケタールと水を生成する。	滴定剤SS-Z + 脱水溶剤KTX ----- 滴定剤SS + 脱水溶剤CP	AKX + CXU
アルデヒド類	(1)メタノールと反応してアセタールと水を生成する。 (2)SO ₂ 及び水と反応してSO ₃ 付加物を生成する。	滴定剤SS-Z + 脱水溶剤KTX ----- 滴定剤SS + 脱水溶剤CP (アセトアルデヒドにはPPを用いる。)	AKX + CXU (一部の芳香族アルデヒドのみ可能)
低級カルボン酸	メタノールと反応してエステルと水を生成する。	滴定剤SS-Z + 脱水溶剤KTX ----- 滴定剤SS + 脱水溶剤CP	AKX + CXU
アミン類 (pKa 9 以上)	ヨウ素と徐々に反応してカールフィッシャー反応の終点の安定性を阻害する。	滴定剤SS-Z + 脱水溶剤GEX サリチル酸10g ----- 滴定剤SS + 脱水溶剤MS サリチル酸10g	AX/ サリチル酸10g + CXU

電量滴定法試薬

電量滴定法試薬には電解セルの陽極室に入れる陽極液(発生液)と、陰極室に入れる陰極液(対極液)があります。アクアミクロン™シリーズの陽極液には一般試料用、油類用及びケトン用がありますが、陰極液は共用することができます。保守が容易な一液型電解液も取り揃えております。

品名	品名略号	規格	包装	主な溶媒	用途
アクアミクロン™ AX	XAMA	水分 0.15mgH ₂ O/mL以下	500mL ガラス瓶入	メタノール プロピレンカーボネート	【一般用陽極液】 有機溶剤、無機薬品、石油製品、各種ガスその他広範囲に使用
アクアミクロン™ AX01	XAMA01		100mL ガラス瓶入		【一般用陽極液】 上記の他、とくに、少量消費ユーザーに好適
アクアミクロン™ AS	SAMA	水分 0.15mgH ₂ O/mL以下	500mL ガラス瓶入	メタノール クロロホルム	【油類用陽極液】 石油製品全般、特に軽油・重油・電気絶縁油等
アクアミクロン™ AKX	AKX	水分 0.15mgH ₂ O/mL以下	500mL ガラス瓶入	プロピレンカーボネート ジエチルグリコールモノエチルエーテル	【ケトン用陽極液】 ケトン、シリコン油、低級カルボン酸等
アクアミクロン™ CXU	CXU	水分 0.6mgH ₂ O/mL以下	5mLアンプル 10本/ケース	メタノール エチレングリコール	【陰極液】 AX, AS, AKX共用
アクアミクロン™ FLS	FLS	水分 0.15mgH ₂ O/mL以下	500mL ガラス瓶入	メタノール プロピレンカーボネート	【一液型電解液】 アルコール類、エステル類、炭化水素類(ベンゼン、トルエン)等
アクアミクロン™ AXI	XAMI				

アクアミクロン™ AX、AXI又はFLSを用いて水分気化装置使用の場合、揮散分はメタノールで補充してください。

アクアミクロン™ AX/CXU

用途： 一般の各種試料

特長： 環境汚染が少ない
適用範囲が広い

高品質・高性能

使い方も容易

- 四塩化炭素、クロロホルムを含みません。
- 石油製品類にもそのまま使えます。
- 水分気化法にも他の溶媒を加えることなく、そのまま使えます。
- 水分測定の高精度・終点安定性が良好です。
- アクアミクロン™ AX 100mLの水分測定可能量は約800mg、アクアミクロン™ CXU 5mLの水分測定可能量は約150mgです。
- 現在ご使用の電量法水分測定装置をそのままお使いいただけます。

アクアミクロン™ AS/CXU

用途： 油類、一般用

特長： 適用範囲が広い

高品質・高性能

使い方も容易

- 油類、石油製品に適しています。
- 水分測定の高精度・終点安定性が良好です。
- 現在ご使用の電量法水分測定装置にそのままお使いいただけます。

アクアミクロン™ AKX/CXU

用途： ケトン類、低級カルボン酸類、アルデヒド類の一部(芳香族)

特長： 環境汚染が少ない

適用範囲が広い

高品質・高性能

使い方も容易

- クロロホルム、メチルセロソルブを含みません。
- ケトン類、低級カルボン酸類の他、一部アルデヒド類にも適用できます。
- ご好評を頂いているアクアミクロン™シリーズの品質・性能を維持し、保存性も良好です。
- 水分測定の高精度・終点安定性が良好です。
- アクアミクロン™ AKX 100mLの水分測定可能量は約300mg、アクアミクロン™ CXU 5mLの水分測定可能量はアクアミクロン™ AKXとの組み合わせにおいては約100mgです。
- 現在ご使用の電量法水分測定装置をそのままお使いいただけます。

アクアミクロン™ FLS又はAXI

用途： 一般の各種試料

特長： 使い方が容易

保守が容易

- アクアミクロン™ FLS及びAXIは一液型電解セルと組み合わせて使用する試薬です。
- アクアミクロン™ FLS及びAXI 100mLの水分測定可能量は約800mgです。
- 一液型電量滴定法は電解セルにセラミック隔膜がないため、従来に比べ保守が簡便になります。

一液型電解液ご使用にあたって

●直接法における妨害反応について

電量滴定法においては一般に陽極で酸化生成物、陰極で還元生成物が生成されますが、隔膜がなければこれら電極反応生成物は容易に酸化還元反応を行い、目的の水分測定が妨害を受ける可能性があります。一液型電解セルは、限定された条件においては陰極で目的の電極反応のみ生じるように設計されていますが、いろいろな試料が電解セルに添加されるとその他の妨害反応が生じる可能性があります。そのため、直接法への一液型電量滴定法の適用にあたっては注意が必要となります。

●公定法について

カールフィッシャー滴定法における一液型電量滴定法は、JIS等の公定法には現在のところ採用されておりませんので、便宜的な測定方法との位置づけで適用してください。



実試料での測定例

アクアミクロン™ AX/CXU又はAS/CXUの実試料での測定例

装置：(株)三菱ケミカルアナリテック 水分測定装置CA-200又は100 試薬：アクアミクロン™ AX又は 100mL
アクアミクロン™ CXU 5mL

試料名	試料量(g)	水分測定値 (n=3の平均値、単位は%表記以外全てppm)	
		アクアミクロン™ AX/CXU	アクアミクロン™ AS/CXU
炭化水素類	n-ヘキサン	2.0	26.3
	シクロヘキサン	2.3	31.4
	キシレン	2.6	53.5
アルコール類	エタノール	3.8	0.208%
	イソプロパノール	2.3	58.6
エーテル類	エチレングリコール	3.7	687
	テトラヒドロフラン	4.4	56.8
エステル類	酢酸エチル	2.7	279
	フタル酸ジオクチル	1.4	352
窒素含有化合物	ホルムアミド	1.2	0.263%
	N,N-ジメチルホルムアミド	2.8	354

アクアミクロン™ AKX/CXUの実試料での測定例

装置：(株)三菱ケミカルアナリテック 水分測定装置CA-200又は100 試薬：アクアミクロン™ AKX 100mL
アクアミクロン™ CXU 5mL

試料名	試料量(g)	水分測定値 (n=3の平均値、単位は%表記以外全てppm)
		測定値
低級カルボン酸	ギ酸	測定不可
	酢酸	153
	プロピオン酸	659
ケトン類	アセトン	0.166%
	アセチルアセトン	270
	メチルエチルケトン	771
	メチルイソブチルケトン	626
	シクロヘキサノン	330
アルデヒド類	3-フェニルプロピオンアルデヒド	0.226%
	クロラール	249
	ベンズアルデヒド	483
	サリチルアルデヒド	0.116%

アクアミクロン™ FLS及びAXIの実試料での測定例

装置：(株)三菱ケミカルアナリテック 水分測定装置CA-200(一液型電解槽で測定)

試料名	水分測定値 (n=3の平均値、単位は%表記以外全てppm)	
	アクアミクロン™ FLS	アクアミクロン™ AXI
直接法	メタノール	93.4
	エタノール	310
	トルエン	49.7
	ヘキサン	30.7
	酢酸エチル	14.5
	メチルセロソルブ	172
	エチレングリコール	96.3
	アセトニトリル	95.1
気化法*	ジメチルホルムアミド	851
	PET	0.46%
	ポリスチレン	238
	ナイロン6,6	2.42%

*水分気化装置 VA-200を使用

容量滴定法試薬

容量滴定法にはカールフィッシャー試薬の滴定剤と、試料の溶解または分散させるための脱水溶剤が必要です。当社では各レベルの水分量および各種試料に応じてご使用いただけるよう、豊富な品揃えを行っております。ご使用の目的に合わせて最適な組合せをご選択ください。

SS-Zシリーズ (ピリジンフリー・クロルフリータイプ)

SS-ZシリーズはSS-Xシリーズの後継品です。

品名	品名略号	規格	包装	主な溶媒	用途
アクアミクロン™	滴定剤SS-Z	SSZ10M	力価 0.7~1.2mgH ₂ O/mL 500mL ガラス瓶入	ジエチレングリコールモノエチルエーテル	【低水分用】 低水分サンプルの測定に適した滴定剤です
		SSZ30M	力価 2.5~3.5mgH ₂ O/mL 500mL ガラス瓶入	ジエチレングリコールモノエチルエーテル	広範囲のサンプルに適応可能な滴定剤です
		SSZ50M *SSZ50L	力価 4.5~5.5mgH ₂ O/mL 500mL、*1L ガラス瓶入	ジエチレングリコールモノエチルエーテル	広範囲のサンプルに適用が可能で、高水分サンプルにも適した滴定剤です
	脱水溶剤GEX	GEX	水分 0.2mgH ₂ O/mL以下 500mL ガラス瓶入	メタノール	【一般用】 有機溶媒、無機薬品、農業、医薬、肥料、合成洗剤 等
	脱水溶剤OLX	OLX	水分 0.5mgH ₂ O/mL以下 500mL ガラス瓶入	ヘキサノール、エタノール	【油類用】 ナフサ、ガソリン、電気絶縁油、植物油 等
	脱水溶剤OLII	OL2	水分 0.3mgH ₂ O/mL以下 500mL ガラス瓶入	クロロホルム、メタノール	【油類・油脂類用】 (クロロホルム含) 上記に加え、油脂類(硬化油、マーガリン等) 等
脱水溶剤KTX	KTX	水分 0.5mgH ₂ O/mL以下 500mL ガラス瓶入	プロピレンカーボネート ジエチレングリコールモノエチルエーテル	【ケトン用】 ケトン、低級カルボン酸 等	
脱水溶剤SU	SSU	水分 0.2mgH ₂ O/mL以下 500mL ガラス瓶入	ホルムアミド、メタノール	【糖類用】 糖、蛋白、ゼラチン、添加物、飼料 等	

水分気化装置使用の場合は、脱水溶剤GEXにプロピレングリコール(PG)を3:1の割合で混合してご使用ください。(例:GEX 90mL, PG30mL)

脱水溶剤KTXは水分計によってパラメーターの変更が必要な場合があります。水分計メーカーにお問合せください。

脱水溶剤SUは50mLに対し、サリチル酸3gの添加で無水化が迅速に行えます。

SSシリーズ (ピリジンタイプ)

長年、高品質と高性能で高い信頼性を誇るSSシリーズです。

品名	品名略号	規格	包装	主な溶媒	用途
アクアミクロン™	滴定剤SS	GKS10M	力価 0.7~1.2mgH ₂ O/mL 500mL ガラス瓶入	クロロホルム、ピリジン	【低水分用】 有機溶剤、電気絶縁油、ガス中の100ppm以下の水分測定に適しています
		GKS30M	力価 2.5~3.5mgH ₂ O/mL 500mL ガラス瓶入	クロロホルム、ピリジン	広範囲のサンプルに適応可能な滴定剤です
		GKS100M	力価 8~12mgH ₂ O/mL 500mL ガラス瓶入	クロロホルム、ピリジン	【高水分用】 約40%以上の水分を含む食品や化粧品などの水分測定が迅速且つ高い精度で可能です
	脱水溶剤ML	GML	水分 0.2mgH ₂ O/mL以下 500mL ガラス瓶入	メタノール	【一般用】 水分測定用メタノールに準用、有機溶媒、無機薬品等
	脱水溶剤MS	GMS	水分 0.2mgH ₂ O/mL以下 500mL ガラス瓶入	メタノール、ピリジン	【一般用】 有機溶媒、無機薬品、農業、医薬、肥料、合成洗剤 等
	脱水溶剤CM	GCM	水分 0.3mgH ₂ O/mL以下 500mL ガラス瓶入	クロロホルム、メタノール	【油類・油脂類用】 ナフサ、ガソリン、軽油、重油、電気絶縁油、油脂(硬化油、マーガリン等) 等
	脱水溶剤CP	GCP	水分 0.5mgH ₂ O/mL以下 500mL ガラス瓶入	クロロホルム、プロピレンカーボネート	【ケトン・アルデヒド用】 ケトン、シリコーン油、酢酸など低級カルボン酸、アルデヒド(アセトアルデヒドを除く)、アニリン 等
	脱水溶剤PP	GPP	水分 0.2mgH ₂ O/mL以下 500mL ガラス瓶入	ピリジン、プロピレングリコール	【アルデヒド用】 アセトアルデヒド、プロピオンアルデヒド、ブチルアルデヒド 等
	脱水溶剤PE	GPE	水分 0.2mgH ₂ O/mL以下 500mL ガラス瓶入	ピリジン、エチレングリコール	【ケトン用】 ケトン、シリコーン油、酢酸など低級カルボン
脱水溶剤FM	GFM	水分 0.2mgH ₂ O/mL以下 500mL ガラス瓶入	ホルムアミド、メタノール	【糖類用】 糖、蛋白、ゼラチン、添加物、飼料 等	
脱水溶剤ME	GME	水分 0.2mgH ₂ O/mL以下 500mL ガラス瓶入	メタノール、エチレングリコール	【ガス用】 ガス、水分気化法用、日局法特殊用途	

水分気化装置使用の場合は、脱水溶剤MSにプロピレングリコール(PG)を3:1の割合で混合してご利用頂くことができます。(例:MS 90mL, PG30mL)

脱水溶剤FMは50mLに対し、サリチル酸3gの添加で無水化が迅速に行えます。

実試料での測定例

SS-Zシリーズの水分測定は、従来品SSシリーズ、SS-Xシリーズと同様に正確な分析値が得られます。

SSとの比較

一般試料

試料名	試料量 (g)	SS-Z 5mg / GEX	SS 3mg / MS
メタノール	4.0	627ppm	622ppm
エタノール	3.8	524ppm	521ppm
イソプロパノール	4.0	227ppm	228ppm
エチレングリコール	5.5	237ppm	236ppm
プロピレングリコール	5.0	167ppm	164ppm

従来のSS-Xとの比較

一般試料

試料名	試料量 (g)	SS-Z 3mg / GEX	SS-X 3mg / GEX
メタノール	2.5	0.253%	0.253%
エタノール	2.5	482ppm	488ppm
イソプロパノール	4.0	239ppm	230ppm
エチレングリコール	1.2	87.4ppm	88.5ppm
プロピレングリコール	5.0	689ppm	675ppm

アミン類試料

試料名	試料量 (g)	SS-Z 5mg / (GEX+サリチル酸)	SS 3mg / (MS+サリチル酸)
ジエタノールアミン	3.0	0.126%	0.128%
モノエタノールアミン	1.8	0.291%	0.301%
ジ-n-ブチルアミン	0.8	0.221%	0.218%

アミン類試料

試料名	試料量 (g)	SS-Z 3mg / (GEX+サリチル酸)	SS-X 3mg / (GEX+サリチル酸)
ジエタノールアミン	1.1	0.128%	0.126%
モノエタノールアミン	0.5	0.301%	0.288%
ジ-n-ブチルアミン	0.5	0.235%	0.227%

油類試料

試料名	試料量 (g)	SS-Z 5mg / OLX	SS 3mg / CM
サラダ油	9.5	362ppm	359ppm
オリーブ油	10	409ppm	396ppm

油類試料

試料名	試料量 (g)	SS-Z 3mg / OLX	SS-X 3mg / OLII
サラダ油	7.5	276ppm	271ppm
オリーブ油	7.5	290ppm	289ppm

ケトン試料

試料名	試料量 (g)	SS-Z 5mg / KTX	SS 3mg / CP
アセトン	3.9	0.170%	0.177%
アセチルアセトン	4.7	461ppm	465ppm

ケトン試料

試料名	試料量 (g)	SS-Z 3mg / KTX	SS-X 3mg / KT
アセトン	1.5	0.160%	0.163%
アセチルアセトン	2.0	503ppm	495ppm

糖類試料

試料名	試料量 (g)	SS-Z 5mg / SU	SS 3mg / FM
ハチミツ	0.02	17.3%	17.2%
粉末クリーム	0.1	2.94%	2.94%

糖類試料

試料名	試料量 (g)	SS-Z 3mg / SU	SS-X 3mg / SU
ハチミツ	0.02	19.2%	19.1%
粉末クリーム	0.1	3.33%	3.25%

値は3回の平均値
装置: (株)三菱ケミカルアナリテック 水分測定装置KF-200又は100



SS-Z series



SS series