

石油

## LP ガス中の水分

カールフィッシャー水分計

Karl Fischer Moisture Titrator

電量滴定法  
(直接)

規格

ISO 10101

### - 概要 -

LP ガスの水分は、試料ガスを専用サンプラに分取することにより、測定することができます。又、水分濃度は質量濃度(w/w%や w/wppm)にて算出する方法が一般的ですが、ガスの採取量を質量で測る場合、採取容器の質量が大きいと採取量の誤差が大きくなる場合があります。本アプリケーションでは、ガス流量を採取量とし、体積濃度(v/v%または v/vppm)にて算出する、LP ガスの水分測定を紹介します。

測定原理は、小型ガスポンプ(容量 60mL 程度)に充填した LP ガスをセル内に気化させ、水分測定を行います。尚、セルにて気化したガスは、ガス洗浄瓶、乾燥筒に通し、積算流量計にて流量を計測します。

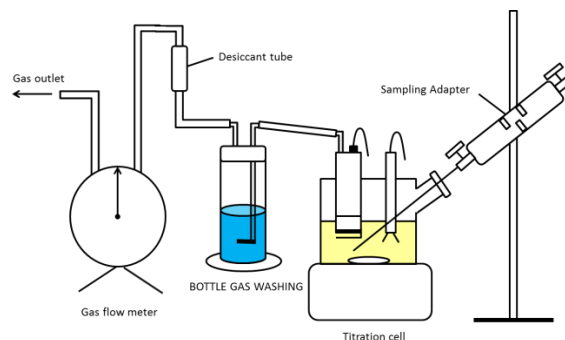


図 1. フロー図

### - 注意事項 -

- ◆ 試料ガスをサンプリングアダプタに採取する際、容器の内容積 20%以上空隙を残してください。
- ◆ ガス流量は、測定前後の積算流量計の値より求めてください。
- ◆ 測定時に気化した試料ガスは、ドラフトまたは室外に放出してください。
- ◆ 試料は可燃性のガスですので火気厳禁です。

## - 参考文献 -

- ◆ ISO 10101-3:1993 Natural gases — Determination of water by the Karl Fischer method — Part 3: Coulometric procedure

## - 装置・試薬 -

水分計：電量滴定方式 カールフィッシャー水分計  
電極：2液用電解電極（2液用内筒），KF用双白金電極  
サンプルラ：液化ガスサンプリングアダプタ  
陽極液：一般用試薬  
陰極液：一般用試薬  
その他：湿式積算流量計，ガス洗浄瓶（水を充填），乾燥カラム，乾燥剤（五酸化ニリンまたは過塩素酸マグネシウム等），圧力計，温度計

※湿式積算流量計(Wet gas meter)のスペック

Drum Capacity	: 1 L/rev.
Measuring range	: min. 2 ~ max. 600 L/h
Maximum working pressure	: 1000 mmH <sub>2</sub> O

## - 測定方法 -

### ・ 試料採取

- 1) サンプルの入ったボンベを倒立または傾斜させ、サンプルの入ったボンベの出口と液化ガスサンプリングアダプタをサンプリング導管で連結します。
- 2) 液化ガスサンプリングアダプタ両端のバルブを開けます。
- 3) サンプルの入ったボンベのバルブを少しずつ開け、少量の試料を放出させます。
- 4) 液化ガスサンプリングアダプタの注射針側(出口側)のバルブを閉じ、サンプルの入ったボンベのバルブをあけて試料を液化ガスサンプリングアダプタに充填します。  
その際、おおよそ液化ガスサンプリングアダプタの内容積 20%以上空隙を残します。

### ・ 滴定

- 1) カールフィッシャー水分計の滴定セル内に陽極液、電解電極内に陰極液を注入します。
- 2) Pre-Titr(予備滴定)を行い、無水状態にします。
- 3) 陽極液をかく拌しながら、液化ガスサンプリングアダプタに充填した試料ガスを、0.4~0.5(L/min)の流速でセル内に全量気化させます。  
その際、気化したガスの流量を積算流量計にて計測し、試料採取量とします。
- 4) 全量の試料ガスが気化した後、測定を開始します。

## - 計算式 -

$$\text{水分濃度 (v/v\%)} = B \times 1.244 \times (760/P) \times \{(273+t)/273\} / (A \times 10,000)$$

$$(v/v\text{ppm}) = B \times 1.244 \times (760/P) \times \{(273+t)/273\} / A$$

A : 試料採取量(L)      10,000 : v/vppm から v/v% への変換係数  
 B : 水分量(μg)        1.244 : 標準状態での水のモル体積/水の分子量=22.4(L)/18  
 t : 温度(°C)            760 : 標準状態の圧力 760(mmHg)  
 P : 気圧(mmHg)        273 : 標準状態の温度 273(K)

## - 測定結果 -

表 1. 測定データ(気圧: 752.8 mmHg, 温度: 25°C)

	試料採取量 (L)	水分量 (μg)	水分濃度 (v/vppm)	統計処理結果	
1	7.13	191.6	37.0	平均値(v/vppm)	36.1
2	12.42	317.2	35.1	標準偏差(v/vppm)	0.91
3	8.67	227.7	36.3	変動係数(%)	2.54

表 2. 測定パラメータ

MKC-610		MKC-520		MKC-501	
[Titration]		[Titration]		[Titration]	
t(stir)	0s	t(stir)	0s	t(stir)	0s
t(wait)	15s	t(wait)	15s	t(wait)	15s
t(max)	0s	t(max)	0s	t(max)	0s
Drift stop	Rel	Drift stop	Rel	Drift stop	Rel
Drift	0.1 μg/s		0.1 μg/s		0.1 μg/s
[Control]		Cont. Gain			
Cell type	2-Comp.	Stable	0.1 μg/min	[Calculation]	
stable	0.1 μg/min	Start	Manual	Unit	μg
Ctrl.gain	5	[Calculation]		Weight	var
E. Speed	Standard	Calc. No.	1	Drift Comp	Auto
Start mode	Manual	unit	μg		
End level	200mV	Weight	var		
Samp. Time	5s	Drift. Comp.	Auto		
[Calculation]					
Calc. Type	Sample				
Calc. No.	1				
unit	μg				
Fraction	Half adjust				
Drift. Comp.	Auto				