

有機工業品

水溶性切削油の水分

カールフィッシャー水分計

Karl Fischer Moisture Titrator

容量滴定法  
(直接)

規格

JIS K 0113  
JIS K 0068  
ISO 760

ASTM E 203

## 1.概要

カールフィッシャー試薬による水分定量は、最も信頼できる水分定量法として、世界中で広く用いられています。国際規格のISOや各国の標準試験法のASTM等、国内ではJISをはじめとする多くの公定法に採用されています。

本測定例は、容量滴定方式で水溶性切削油の水分測定を行なった一例です。

## 2.参考文献

- 1) JIS K 0113-2005 電位差・電流・電量・カールフィッシャー滴定法通則
- 2) JIS K 0068-2001 化学製品の水分測定方法
- 3) ISO 760:1978 Determination of Water-Karl Fischer method (General method)
- 4) ASTM E 203-16 Standard Test Method for Water Using Volumetric Karl Fischer Titration
- 5) KEMAQUA水分測定技術資料 京都電子工業株式会社発行

## 3.測定上の注意点

- 1) 測定は、雰囲気的水分影響を受けないように空調の設備された部屋で行ってください。
- 2) 質量を測定する天秤は、0.01mgの最小分解能のあるものが望ましいです。
- 3) カールフィッシャー試薬の力価は、測定に使用する溶媒を用いて事前に求めておいてください。

## 4.分析終了後の処置

滴定フラスコ内の試薬を排液し電極を洗浄した後、滴定フラスコには脱水溶媒を加えた状態にしておいてください。

## 5.装置構成

本体 : 容量滴定方式 カールフィッシャー水分計  
電極 : KF用双白金電極

## 6.試薬

滴定液 : ケムアクア滴定液 TR-5  
脱水溶媒 : ケムアクア脱水溶媒 MET(一般用)  
添加試薬 : サリチル酸

## 7.分析手順

—準備—

- 1) 滴定フラスコに脱水溶媒約30mLを入れます。
- 2) サリチル酸5gを添加し、脱水溶媒に溶かします。
- 3) 予備滴定を行い、滴定フラスコ内を滴定液にて無水状態にします。

—測定—

- 1) 試料を注射器に採取します。
- 2) 天びんで1)項の注射器質量を測定します。
- 3) 注射器内の試料を滴定フラスコに投入します。
- 4) 水分計のStartキーを押します。
- 5) 3)項の注射器質量を測定します。
- 6) 水分計のWt1に2)項の質量を、Wt2に5)項の質量を入力します。
- 7) 自動検出する終点の滴定量から、水分濃度を求めます。

## 8.計算式

$$\text{水分 (\%)} = ((\text{Data} \times \text{TF} - \text{Drift} \times t - \text{Blank}) / (\text{Wt1} - \text{Wt2})) \times k$$

Data : 滴定量 (mL)  
TF : 滴定液の力価 (mg H<sub>2</sub>O /mL)  
Drift : ドリフト値 (mg/s)  
t : 測定時間 (s)  
Blank : ブランク値 (0.00 mg)  
Wt1 : 試料 + 容器の質量 (g)  
Wt2 : 容器の質量 (g)  
k : 単位換算係数 (0.1)

## 9.測定例

—測定環境—

室温： 25 ℃	湿度： 65 %	天気： 晴れ
----------	----------	--------

-滴定パラメータ-

Model : MKA-610 Method : 1	
[Titration] Titr.mode : Normal t(stir) : 2 s t(wait) : 0 s t(max) : 0 s t(interval) : 0 s Max.Volume : 20 mL Titr.bur.No. : 1 Dose mode : Off	[Calculation] Calc.type : Sample Blank No. : 1 Calc. No. : 2 Unit : % Decimal : 2 Fraction : Half adjust Drift comp. : Off Evaluation : Off
[Control] End time : 30 s Final Vol. : 0.01 mL Titr.speed : 3 Detect.mode : 1 Drift titr. : On Start mode : Manual End level : 75 mV Samp.time : 5 s Stir.speed : 4	

-滴定曲線-

*** Result ***	
Sample No. : 01-01 Date : 2007/08/09 15:05	
Moisture : 72.2318 mg Result : <u>92.13 %</u> Burette 1 : <u>15.395 mL</u> Titr.time : 00:04:16	
Wt1 : 5.2772 g Wt2 : 5.1988 g Net : <u>0.0784 g</u>	

(上記測定パラメータと滴定曲線は MKA-610 の場合です)

《Titration:滴定パラメータ》

Titr.mode:滴定モード / t(stir):滴定開始遅延時間 / t(wait):終点判断禁止時間  
t(max):滴定制限時間 / t(interval):間欠時間 / Max.volume:最大滴定量  
Titr.bur.No.:滴定ビュレット No. / Dose mode:定量注入モード

《Control:制御パラメータ》

End time:終点判断時間 / Final vol.:最終滴加量 / Titr.speed:滴定スピード / Detect.mode:検出モード  
Drift titr.:ドリフト滴定 / Start mode:滴定開始モード / End level:終点電位 /  
Samp.time:データ採取時間 / Stir.speed:スターラスピード

《Calculation:計算パラメータ》

Calc.type:滴定内容 / Blank No.:ブランク値 No. / Calc.No.:計算式 No. / Unit:単位  
Decimal:小数点以下桁数 / Fraction:端数処理方法 / Drift comp.:ドリフト補正 / Evaluation:計算結果の判定

—測定結果—

n	採取量 (g)	滴定量 (mL)	水分濃度 (%)
1	<u>0.0784</u>	<u>15.395</u>	<u>92.13</u>
2	0.0677	13.355	92.56
3	0.0595	11.645	91.83

水分濃度の統計計算結果	
平均値	92.17 %
標準偏差	0.37 %
相対標準偏差	0.40 %

\* 上記結果は同一サンプルを3回測定した結果です。

\* 赤のアンダラインのデータは 3/4 ページの測定結果のデータであることを示しています。

## 10.まとめ

切削油とは、金属などの切削加工を行う際に、摩擦抑制と冷却のために使用する油の総称です。水溶性切削油は、冷却が優先される加工に使用されています。また、廃棄時の環境負荷が低いため、現在、金属加工で使用される切削油の主流となっています。

今回の試料においては、測定結果より相対標準偏差が0.4%と良好な繰返し再現性が得られています。

カールフィッシャー水分計を使用することによって、より安定した水分測定が可能になります。