

## 鉍石

## 鉍石類の水分

カールフィッシャー水分計

Karl Fischer Moisture Titrator

容量滴定法

(気化法)

規格	JIS	M 8211	ISO	7335
	JIS	K 0113	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。

鉍石類は、種々の不純物を含んでおり、またカールフィッシャー滴定に適した溶剤に溶けないものが殆どですから、直接滴定を行うことができません。よって水分気化装置を用いて間接滴定を行うのが一般的です。水分気化装置内で試料を過熱し、蒸発させた水分をキャリアガスで溶剤へ導き、その水分をJIS M 8211-1995鉄鉍石－化合物定量方法にもとづき、容量滴定法で測定します。

JIS規格でいう化合物とは、鉄鉍石分析試料を105℃から950℃に加熱する間に発生する水分を指しますが、本測定例では試料に応じて加熱温度を変更しています。

水分気化装置を用いて間接滴定を行う場合は、脱水溶剤MEを用います。

本法で測定した一例は下記のとおりです。

鉄鉍石、マンガン鉍石、岩石、カオリン、角閃石、黒雲母

### 2.参考文献

- 1) JIS M 8211-1995 鉄鉍石－化合物定量方法
- 2) ISO 7335:1987 Iron ores -- Determination of combined water content -- Karl Fischer titrimetric method
- 3) JIS K 0113-2005 電位差・電流・電量・カールフィッシャー滴定方法通則
- 4) ASTM E 203-16 Standard Test Method for Water Using Volumetric Karl Fischer Titration
- 5) ISO 760:1978 Determination of Water-Karl Fischer method (General method)
- 6) ハイドラナール マニュアル RdH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) 水分の共存状態は、種類によってかなり異なるので、試料の採取量や加熱温度は物質の性状に適した試料採取量や加熱温度を選ぶようにしてください。
- 3) カールフィッシャー試薬の力価は、測定に使用する溶剤を用いて事前に求めてください。

## 4.分析終了後の処置

滴定フラスコ内の脱水溶剤を排液し、電極を洗浄してください。  
また滴定フラスコには脱水溶剤を加えて、電極が浸かっ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  
オプション : 水分気化装置 (高温用, 鉍石用)

## 6.試薬

滴定液 : ハイドラナール コンポジット5 (RdH社製)  
脱水溶剤 : 脱水溶剤ME(ガス用) (林純薬工業株式会社製)

## 7.分析手順

下記分析手順は、付着水と化合水を分別しない測定です。

—準備—

- 1) 滴定フラスコに脱水溶剤MEを約50mL入れます。
- 2) 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。
- 3) 水分気化装置の加熱温度を試料に応じた温度に設定し、加熱温度を維持させます。
- 4) キャリアガスを用いて、水分気化装置内をパージします。

—測定—

- 1) バックパージ180秒とセルパージ120秒を手動で開始させます。
- 2) サンプラに約0.1～1gの試料を採取します。
- 3) 0.1mgの最小表示値を持つ天びんで2)項のサンプラ質量を測定します。
- 4) セルパージ終了後、水分計のStartキーを押します。
- 5) 水分気化装置の試料投入口より、試料を加熱管内にある試料ポートに移します。
- 6) 手動にて試料ポートを水分気化装置の加熱部へ移動させて、測定を開始させます。
- 7) 試料投入後のサンプラ重量を測定します。
- 8) 水分計のWt1に3)項の質量を、Wt2に7)項の質量を入力します。
- 9) 測定終了後、滴定量から水分濃度を求めます。

## 8.計算式

$$\text{水分 (\%)} = ((\text{Data} \times F - \text{Blank}) / (\text{Wt1} - \text{Wt2})) \times 0.1$$

Data : 滴定量 (mL)  
F : 滴定液の力価 (mg H<sub>2</sub>O / mL)  
Blank : ブランク値 (mg)  
Wt1 : 試料 + 容器の質量 (g)  
Wt2 : 容器の質量 (g)

## 9.測定例

### -滴定パラメータ-

MKV-710M/S,MKA-610	MKA-520	MKS-500
Method No. 1	[Titration]	[Titration]
[Titration]	Method 1	Method Direct
Titr.mode Normal	Titr Mode Normal	Titr.Speed 3
t(stir) 0 s	Titr Buret No. 1	End Time 30 s
t(wait) 10 s	End Time 30 s	Final Vol. 0.01 mL
t(max) 1800 s	Final Vol. 0.01 mL	Detector Mode Normal
t(interval) 0 s	Titr.Speed 3	t(stir) 0 s
Max.volume 10 mL	Detector Mode 1	t(max) 1800 s
Titr.bur.No. 1	t(stir) 0 s	Drift Titr. On
Dose mode Off	t(wait) 10 s	Max.Volume 10 mL
[Control]	t(max) 1800 s	
End time 30 s	Drift Titr On	
Final vol. 0.01 mL	Start Manual	
Titr.speed 3	Max.Volume 10 mL	
Detect.mode 1	Dose mode Off	
Drift titr. On	Oven Off	
Start mode Manual		
End level 75 mV		
Samp.time 5 s		
Stir.speed 4		

### -計算パラメータ-

MKV-710M/S,MKA-610	MKA-520	MKS-500
[Calculation]	[Calculation]	[Calculation]
Calc.type Sample	Calc. 2	g->%
Blank No. 1	Unit %	
Calc.No. 2	Weight Variable	
Unit %		
Decimal 2		
Fraction Round		
(Half adjust)		
Drift comp. Off		
Evaluation Off		

### 水分気化装置 (高温用, 鉍石用)

流量 200 mL/min	流量 200 mL/min	流量 200 mL/min
設定温度 高温炉 別紙参照	設定温度 高温炉 別紙参照	設定温度 高温炉 別紙参照
低温炉 105°C	低温炉 105°C	低温炉 105°C

－測定結果－

試料名	試料採取量 (g)	脱水溶剤	加熱温度 (℃)	水分値	
				mg	%
鉄鉱石(インド鉱石)	0.5638	ME	750	13.58	2.41
マンガン鉱石	0.2313	ME	750	24.29	10.50
岩石	0.4112	ME	700	22.04	5.36
カオリン	0.1414	ME	800	19.94	14.10
角閃石	1.0283	ME	1000	16.04	1.56
黒雲母	1.1005	ME	1000	25.75	2.34

## 10.まとめ

鉱石は、人間の経済活動にとって有用な資源となる鉱物、またはそれを含有する岩石のことです。

今回の試料においては、水分気化装置にて試料中の水分を蒸発させ、キャリアガスにて脱水溶剤MEに導くことにより、水分測定は問題なく行うことができます。

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。

付着水と化合水を分別定量するには、50～130℃加熱ゾーンと50～1000℃加熱ゾーンの両者を有する水分気化装置を用いると便利です。