

プラスチック, ゴム

樹脂ペレット中の水分

カールフィッシャー水分計

Karl Fischer Moisture Titrator

電量滴定法
(気化法)

規格

JIS K 0113
JIS K 0068ASTM D 1533
ISO 760

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。

ペレット類は、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滴定を行うのが一般的です。水分気化装置内で試料を加熱し、蒸発させた水分をキャリアガスで溶剤へ導き、その水分を電量滴定法で測定します。

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 D 1533-12 Standard Test Method for Water in Insulating Liquids by Coulometric Karl Fischer Titration

3.測定上の注意点

- 1) 測定の際、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測定を行ってください。
- 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) 質量を測定する場合は、0.01mgの最小分解能のある天秤が望ましいです。
- 4) キャリアガスには、水分量の少ない窒素ガスを用いてください。

4.分析終了後の処置

滴定セル及び内筒内の試薬を排液し、滴定セル、内筒及び電極をアルコールで洗浄してください。試料ボートは、試料を廃棄した後、洗浄と乾燥を行ってください。

5.装置構成

本体 : 電量滴定方式 カールフィッシャー水分計
電極 : 電解電極
 KF用双白金電極
オプション : 水分気化装置

6.試薬

発生液 : ケムアクア陽極液 AGE
対極液 : ケムアクア陰極液 CGE
キャリアガス : 窒素ガス(99.99%)

7.分析手順

—準備—

- 1) 滴定セルに発生液約150mLを入れます。
- 2) 内筒に対極液約5mLを入れます。
- 3) 予備滴定を行い、滴定セル内を無水状態にします。
- 4) 水分計に水分気化装置を接続し、加熱温度を220℃に設定します。
- 5) 水分気化装置は窒素ガスを用いて配管や加熱管の経路内を十分に乾燥させます。

—測定—

- 1) ADP-611は、プリリート2の設定とし、バックパージ3分、セルパージ2分実施します。
- 2) 試料約1gを指形サンプラを用いて、試料ボートに投入し、その後ボートを加熱管に挿入しペレット中の水分を測定します。
- 3) 試料投入前後で指形サンプラの質量を精秤し、質量差を試料採取量とします。

8.計算式

$$\text{水分(ppm)} = F \times (\text{Moisture} / (\text{Wt1} - \text{Wt2}))$$

F : ファクター値 (1)

Wt1 : 試料 + 容器の質量 (g)

Wt2 : 容器の質量 (g)

Moisture: 水分量 (Data - Drift × t - Blank) (µg)

Data : 総水分量 (µg)

Drift : ドリフト値 (µg/s)

t : 測定時間 (s)

Blank : ブランク値 (0.00 µg)

9.測定例

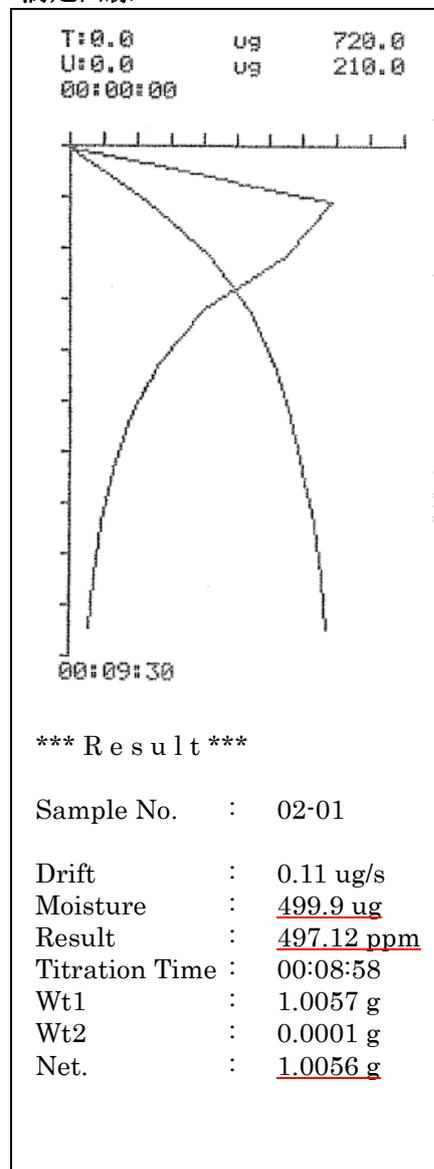
—測定環境—

室 温 : 19 °C	湿 度 : 39 %	天 気 : 晴れ
-------------	------------	----------

-測定パラメータ-

Method No. : 06	
[Titration]	[Calculation]
Titr.Mode : H2O	Calc.Type : Sample
t(stir) : 0 s	Blank No. : 1
t(wait) : 15 s	Calc.No. : 2
t(max) : 1185 s	Unit : ppm
Drift stop : Rel.	Decimal : 2
Drift : 0.10 ug/s	Fraction : Half adjust
	Drift Comp. : Auto
	Evaluation : Off
[Control]	[Option]
Cell Type : 2-comp	Pre Treat : 2
Stable : 0.1 ug/min	Cell Purge : 120 s
Ctrl.Gain : 5.0	Back Purge : 180 s
E.Mode : Standard	Heat.Mode : Set
Start Mode : Auto	Oven Temp. : 220°C
End Level : 200 mV	
Samp.Time : 60 s	
Stirrer : 3	

-滴定曲線-



(上記測定パラメータと測定曲線は MKC-610 と ADP-611 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 / Drift Stop:ドリフト停止モード / Drift:ドリフト値

《Control:制御パラメータ》

Cell Type:滴定セルタイプ / Stable:安定判断値 / Ctrl.Gain:電解速度係数
E.Mode:電解モード / Start Mode:滴定開始モード / End Level:終点電位
Samp.Time:データ採取時間 / Stirrer:スターラースピード

《Calculation:計算パラメータ》

Calc.Type:滴定内容 / Blank No:ブランク 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

《Option:オプションパラメータ》

Pre Treat:プリトリート / Cell Purge:セルパージ / Back Purge:バックパージ
Heat.Mode:加熱温度設定 / Oven Temp.:加熱温度

—測定結果—

n	採取量 (g)	水分量 (μg)	水分濃度 (ppm)
1	<u>1.0056</u>	<u>499.9</u>	<u>497.12</u>
2	1.0037	528.9	526.95
3	1.0093	501.9	497.28

水分濃度の統計計算結果	
平均値	507.12 ppm
標準偏差	17.18 ppm
相対標準偏差	3.39 %

* 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

ペレットとは一般的に小さい固まりを指しますが、今回の場合はプラスチックなどの工業原料を加工しやすいように3~5mm程度の粒状にしたものです。

今回の試料においては、測定結果より相対標準偏差が3.4%と良好な繰返し再現性が得られています。