

無機工業品

窒素化合物類の水分

カールフィッシャー水分計

Karl Fischer Moisture Titrator

容量滴定法  
(直接)

規格

JIS K 0113  
ASTM E 203  
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。

窒素化合物類の水分を、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にもとづき、容量滴定法で測定します。

窒素化合物類の中でメタノールに溶ける物質は、脱水溶剤ML(一般用)やMI(一般用)に溶けるので、この溶剤にて水分測定を行います。

本法で測定した物質は、下記のとおりです。

アセトニトリル、ホルムアミド、ピリジン、ニトロメタン、キノリン、ニトロベンゼン

## 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方法通則
- 2) ASTM E 203-16 Standard Test Method for Water Using Volumetric Karl Fischer Titration
- 3) ISO 760:1978 Determination of Water-Karl Fischer method (General method)
- 4) 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) 一般的に窒素化合物類は水分量が少ないため、カールフィッシャー試薬は力価の小さいものを用いてください。
- 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おいてください。
- 4) 試料の取扱いに注意してください。
- 5) 試料の注入は、滴定フラスコの側栓を注射器用側栓に変更し、注射器(シリンジ)にて行ってください。

## 4.分析終了後の処置

滴定フラスコ内の試料と脱水溶剤を排液し、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

## 6.試薬

滴定液 : ハイドラナール コンポジット2 (RdH社製)  
脱水溶剤 : 脱水溶剤MI(一般用) (林純薬工業株式会社製)

## 7.分析手順

—準備—

- 1) 滴定フラスコに脱水溶剤MIを約30mL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。

—測定—

- 1) 試料をシリンジに約10mL採取します。
- 2) 0.1mgの最小表示値を持つ天びんで1)項のシリンジ質量を測定します。
- 3) シリンジ内の試料を滴定フラスコに投入し、脱水溶剤に溶かします。
- 4) 水分計のStartキーを押します。
- 5) 3)項のシリンジ質量を測定します。
- 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

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

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] Titr.mode Normal t(stir) 0 s t(wait) 10 s t(max) 0 s t(interval) 0 s Max.volume 10 mL Titr.bur.No. 1 Dose mode 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	[Titration] Method 1 Titr Mode Normal Titr Buret No. 1 End Time 30 s Final Vol. 0.01 mL Titr.Speed 3 Detector Mode 1 t(stir) 0 s t(wait) 10 s t(max) 0 s Drift Titr On Start Manual Max.Volume 10 mL Dose mode Off Oven Off	[Titration] Method Drect Titr.Speed 3 End Time 30 s Final Vol. 0.01 mL Detector Mode Normal t(stir) 0 s t(max) 0 s Drift Titr. On Max.Volume 10 mL

### -計算パラメータ-

MKV-710M/S,MKA-610	MKA-520	MKS-500
[Calculation] Calc.type Sample Blank No. 1 Calc.No. 2 Unit % Decimal 3 Fraction Round (Half adjust) Drift comp. Off Evaluation Off	[Calculation] Calc. 2 Unit % Weight Variable	[Calculation] g->%

—測定結果—

試料名	水分値	
	mg	%
アセトニトリル	1.1774	0.015
ピリジン	3.6902	0.041
キノリン	3.0875	0.028

試料名	水分値	
	mg	%
ホルムアミド	2.5642	0.023
ニトロメタン	6.3843	0.056
ニトロベンゼン	2.3025	0.019

溶剤は、脱水溶剤MIを使用しています。

## 10.まとめ

窒素化合物には、アンモニアや硝酸のような無機化合物から、各種ニトロ化合物や複素環式化合物などの有機化合物まで、非常に多くの種類があります。

今回の試料においては、脱水溶剤MIを用いる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。