

無機工業品

塩類の水分

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。

塩類の水分を、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。

塩類の水分は、結晶水・包含水・付着水などの状態で存在し、メタノール単体やホルムアミドを添加したメタノールに溶けるものが多く、これらの塩類は殆ど問題なく測定することが可能です。塩類の水分測定には、脱水溶剤ML(一般用)やMI(一般用)用います。

本法で測定した物質は、下記のとおりです。

酢酸ナトリウム/シュウ酸アンモニウム/リン酸一アンモニウム/リン酸二アンモニウム/
過塩素酸リチウム/硝酸アンモニウム/硫酸カリウム/硫酸マグネシウム/
p-ニトロフェニルリン酸二ナトリウム

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) 塩類の水分量は試料により異なるので、水分量に応じて試料採取量を変更してください。
- 3) カールフィッシャー試薬は、水分量が少ない試料を測定するときは力価の小さなものを、水分量が多い場合は力価の大きいものを選択してください。
- 4) 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.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および5 (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) 試料性状に適したサンプルに約0.1～3gの試料を採取します。
- 2) 0.1mgの最小表示値を持つ天びんで1)項のサンプル質量を測定します。
- 3) サンプル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)項のサンプル質量を測定します。
- 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 H₂O / 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) 0 s	Final Vol. 0.01 mL	Detector Mode Normal
t(interval) 0 s	Titr.Speed 3	t(stir) 0 s
Max.volume 20 mL	Detector Mode 1	t(max) 0 s
Titr.bur.No. 1	t(stir) 0 s	Drift Titr. On
Dose mode Off	t(wait) 10 s	Max.Volume 20 mL
	t(max) 0 s	
[Control]	Drift Titr On	
End time 30 s	Start Manual	
Final vol. 0.01 mL	Max.Volume 20 mL	
Titr.speed 3	Dose mode Off	
Detect.mode 1	Oven Off	
Drift titr. On		
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		

—測定結果—

試料名	水分値	
	mg	%
酢酸ナトリウム	48.85	38.77
リン酸一アンモニウム	1.32	0.41
過塩素酸リチウム	2.01	0.25
硫酸カリウム	5.73	1.19
p-ニトロフェニル リン酸ナトリウム	28.58	28.30

試料名	水分値	
	mg	%
シュウ酸アンモニウム	12.21	12.33
リン酸二アンモニウム	2.22	1.55
硝酸アンモニウム	15.29	0.43
硫酸マグネシウム	63.93	51.56

溶剤は、脱水溶剤MIを使用しています。

10.まとめ

塩類とは、酸と塩基との中和反応によって生じるイオン化合物のことです。典型的な塩はイオン結晶の固体で、水によく溶けるものが多いです。食塩(塩化ナトリウム NaCl)は、塩酸(HCl)と水酸化ナトリウム(NaOH)の反応で得られる代表的な塩です。

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。