

無機工業品

金属酸化物類の水分

カールフィッシャー水分計

Karl Fischer Moisture Titrator

容量滴定法

(気化法)

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。

金属酸化物類は、カールフィッシャー滴定に適した溶剤に溶けにくいものが多く、また妨害反応をするものがあるので、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 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。

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。

二酸化チタン, 酸化第二鉄(ベンガラ)

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

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ME(ガス用) (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) 水分計のStartキーを押します(バックパージとセルパージを開始させます)。
- 2) サンプラに約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。
- 5) 水分計のStartキーを押し、試料ポートを水分気化装置の加熱部へ移動させ、再び水分計のStartキーを押し、測定を開始させます。
- 6) 試料投入後のサンプラ質量を測定します。
- 7) 水分計のWt1に3)項の質量を、Wt2に6)項の質量を入力します。
- 8) 測定終了後、滴定量から水分濃度を求めます。

8.計算式

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

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 0 s
t(wait) 10 s	End Time 0 s	Final Vol. 0.01 mL
t(max) 1200 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) 1200 s
Titr.bur.No. 1	t(stir) 0 s	Drift Titr. On
Dose mode Off	t(wait) 10 s	Max.Volume 10 mL
	t(max) 1200 s	
	Drift Titr On	
[Control]	Start Manual	
End time 0 s	Max.Volume 10 mL	
Final vol. 0.01 mL	Dose mode Off	
Titr.speed 3	Oven ADP-	
Detect.mode 1	Oven Temp. 別紙参照	
Drift titr. On	Pre Treat 2	
Start mode Manual	Back Purge 180 s	
End level 75 mV	Cell Purge 120 s	
Samp.time 5 s		
Stir.speed 4		
[Option]		
Pre treat 2		
Cell purge 120 s		
Back purge 180 s		
Heat.mode Set		
Oven temp. 別紙参照		

-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

流量 200 mL/min	流量 200 mL/min	流量 200 mL/min
		設定温度 別紙参照

－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	%
二酸化チタン	0.997	ME	300	0.76	0.08
酸化第二鉄 (ベンガラ)	0.997	ME	300	1.55	0.16

10.まとめ

金属酸化物の特徴は、その性質が構成元素・結晶構造によって多彩に変化することです。絶縁性、半導体的伝導性、金属並みの電気伝導度、強誘電性、圧電性、強磁性など、ほとんどの有用な物性が金属酸化物で実現されています。

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。