

カールフィッシャー電量滴定法による水分測定

1. カールフィッシャー電量滴定法の特長

試料の水分量を測定する方法の一つであるカールフィッシャー電量滴定法は、次の様な特長があります。

(1) 定量範囲、適用範囲が広い

定量範囲 0.01～100 % (液体試料は0.001～100%w/w)

適用範囲 液体・粉体・固体 (付着水・化合水・結晶水)

(2) 微量水分測定法として有利

μg単位の水の測定が可能

(3) 付着水及び結晶水(化合水)の分離定量が可能

水分気化装置との組み合わせによる

(4) 各種公定試験法に準拠

JIS K 0113 電位差・電流・電量・カールフィッシャー滴定法通則

JIS K 0068 化学製品の水分測定方法

JIS K 2275 原油及び石油製品-水分試験方法

JIS M 8211 鉄鉱石中の化合水定量方法 等

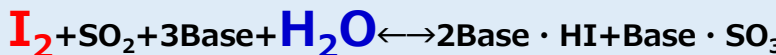
2. カールフィッシャー電量滴定法の原理

ヨウ化物イオンを含む電解液に試料を加えて電解酸化します。

発生させたヨウ素が、水分と選択的に反応する際に消費したヨウ素量を電流量から求め、試料の水分量を算出します。

測定法には、**電量滴定法と容量滴定法の二種類**があり、**電量滴定法は特に微量水分の測定に有効**です。

また、試料導入方法には**直接滴定法と水分気化法**があります。



※Base : アミン

I_2 と H_2O が1 : 1で反応することを利用

カールフィッシャー電量滴定法による水分測定

3. カールフィッシャー電量滴定法による測定事例

① 直接滴定法を用いた溶液試料中の水分測定

シリンジに試料を採取し、直接電解セルへ打ち込みカールフィッシャー滴定をします。

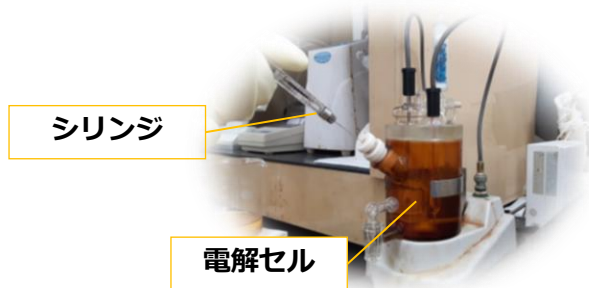


表 1. 液体試料中の水分測定

試料名	N数	分析値 (%w/w)	RSD (%)
油圧作動油	5	0.002	4.3
アセトン	2	0.081	0.2
クロロホルム	5	0.004	1.1
酢酸エチル	2	0.018	0.5

◀測定実施例▶

原油・石油製品、プロピレングリコール、n-ヘキサン、グリース、不凍液、アルコール類、ケトン類 等

② 水分気化装置を利用した水分測定

水分気化法（付着水、化合水、結晶水）

水分気化法は（電解液に不溶な）固体物質や妨害物質を含むような試料に対する測定方法です。乾燥した窒素ガス気流中で試料を加熱して水分を気化させ、カールフィッシャー滴定をします。**付着水**を取り除くことで、**化合水や結晶水**も測定出来ます。

～1000℃迄
昇温可能



表 2. 鉄鉱石中の化合水測定（950℃）

試料名	認証値 (%w/w)	分析値 (%w/w)
JSS851-4 焼結鉱	0.09	0.08
JSS803-4 ハズレ赤鉄鉱	1.78	1.71

カールフィッシャー水分計

◀測定実施例▶

鉱石、岩石等の天然物、樹脂製品、電池材料（正極材）等

その他測定例 : PET樹脂（230℃）、珪酸樹脂（120℃）、
アルミナ（110℃）、ベントナイト（800℃）

★吸湿性試料の場合、グローブボックス内での試料採取が可能です。ご相談下さい。