

カールフィッシャー電量滴定法による水分測定

1. 特長

水分測定法として、発表されている方法は数多くあり、その中で、カールフィッシャー電量滴定法は次のような特長があります。

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

3. 測定事例

● 溶液試料中水分測定事例

直接滴定法

滴定溶剤に溶ける溶液に適用します。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。



《測定実施例》

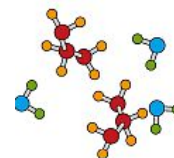
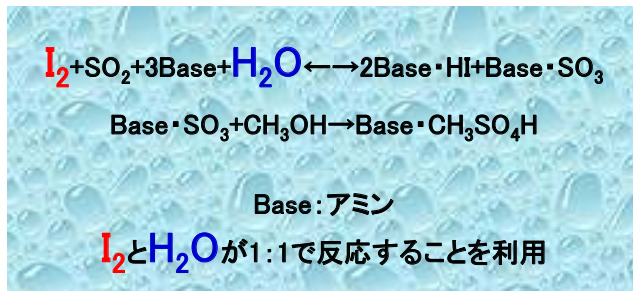
原油・石油製品、プロピレングリコール、n-ヘキサン、グリース、不凍液、アルコール類、ケトン類 等

表1. 液体試料中の水分測定

試料名	N数	分析値 (%w/w)	範囲 (%w/w)
高真空ポンプ油	5	0.001	0.0003
油圧作動油	5	0.002	0.0002
アセトン	2	0.081	0.0003
クロロホルム	5	0.004	0.0001
酢酸エチル	2	0.018	0.0002

2. 原理

電流を流し発生したヨウ素が水分と反応し、消費したヨウ素を電流量から計算します。



● 加熱炉を利用した水分測定事例

水分気化法 (付着水、化合水、結晶水)



加熱炉昇温
～1000℃まで可能

水分気化法は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。付着水を取り除く事により、化合水や結晶水も測定出来ます。

《測定実施例》

鉱石、岩石等の天然物、ポリマーやゴムなどの高分子製品等

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 ハマスレー赤鉄鉱	1.78	1.71

その他測定例 : PET樹脂 (230℃)、エポキシ樹脂 (120℃)、アルミペースト (110℃)、ペントナイト (800℃)

