

# お知らせ

## 水分測定（カールフィッシャー水分計：容量滴定法）

一般的に水分測定は、乾燥による重量減少を測定しますが、この場合、水分だけでなくサンプル中に含まれる有機溶媒なども含まれてしまいます。また、乾燥機で長時間乾燥する必要があるなど測定に時間を要するというデメリットもあります。

今回、紹介するカールフィッシャー水分計は、水分と反応するメタノールベースのカールフィッシャー溶液を用いて、試料からの水分と反応したカールフィッシャー溶液量を滴定する事で水分含有量を測定する装置です。

カールフィッシャー溶液は大気中の水分と反応し劣化するため、事前に水とのファクター（力価）を測定しておき次式にて水分量に算出します。

$$\text{試料中H}_2\text{O} = \frac{(\text{試料}-\text{空}) \text{ 滴定量:ml} \times \text{力価:mg/ml}}{\text{試料:g} \times 1000} \times 100$$

溶液サンプルの場合、図1の試料投入口に直接サンプルをスポイトなどで投入する事で測定が可能です。

個体サンプルの場合、加熱によってサンプルより離脱した気体を乾燥窒素ガスによりバブラー管を通して、測定フラスコ内の溶媒にバブリングしながら水分を溶し込みます。

これらの経路は水蒸気が冷やされ、水分として経路内にとどまる事が無い様に加温されています。

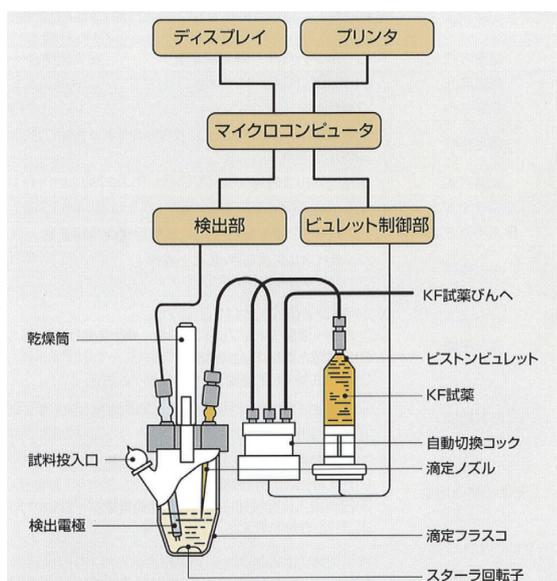


図1 カールフィッシャー水分計概要図（滴定部）

※メーカー資料より

加熱炉は、付着水を測定する目的の130℃までの低温加熱炉と結晶水や結合水を評価するための最高温度1000℃までの高温加熱炉が備わっています。



図2 加熱炉部写真

これら2つの加熱炉は図2のように1本の石英管で繋がっており、低温加熱炉部で付着水を測定し、その後サンプルを高温加熱炉部にスライドさせ測定実施する事で、1測定で付着水と結晶水などの双方を評価する事が可能な炉構造となっています。

表1 測定実施例

＜軽焼マグネシア＞	
付着水	$= (1.155 - 0.060) \times 3.062 \times 100 / (0.3680 \times 1000) = 0.91\%$
反応水	$= (7.760 - 0.040) \times 3.062 \times 100 / (0.3680 \times 1000) = 6.43\%$
＜マグネシア微粉＞	
付着水	$= (0.470 - 0.060) \times 3.062 \times 100 / (0.1514 \times 1000) = 0.83\%$
反応水	$= (7.970 - 0.040) \times 3.062 \times 100 / (0.1514 \times 1000) = 16.04\%$
＜CaC <sub>2</sub> O <sub>4</sub> ・H <sub>2</sub> O＞ 理論値：12.3%	
結晶水	$= (7.660 - 0.040) \times 3.062 \times 100 / (0.1926 \times 1000) = 12.1\%$

表2 機器名称及び主な仕様

名称	京都電子工業(株)製 カールフィッシャー水分計：MKA-610
主な仕様	滴定量：0.005～99.995mL 水分量：0.1～500mg ※力価に依存 水分濃度：10ppm～100% 加熱炉：50～130℃、50～1000℃

(班長 武内 修治)