

カールフィッシャー水分計

キーワード: 水分、電量滴定法、気化装置による水分率測定、カールフィッシャー反応

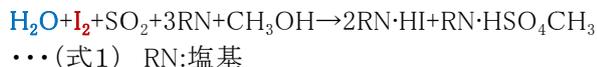
はじめに

化合物の合成、原材料の配合、製品の成形、製造など、各工程において、対象とする材料に含まれる水分量が製品の品質や特性に大きな影響をおよぼす場合があります。材料の水分率の確認が実験や品質管理において重要です。

材料に含まれている水分率を測定する方法の一つとして、カールフィッシャー法を用いた水分測定があります。ここでは、当研究所に導入したカールフィッシャー水分計(京都電子工業株式会社製 MKC-710M)について、装置の概要および材料の水分測定例を紹介します。

カールフィッシャー水分計とは

カールフィッシャー水分計は、カールフィッシャー反応(式1)を利用した水分測定装置です。



この反応において、水分(H_2O)とヨウ素(I_2)が等モルで反応するため、消費されたヨウ素の量を定量することによって、含まれる水の重量を測定できます。カールフィッシャー反応を用いた滴定法には、電量滴定法と容量滴定法の2種類があり、それぞれにおいて、消費されたヨウ素の定量法が異なります。当研究所では電量滴定法の装置を保有しています。

カールフィッシャー法では、水分測定に(式1)の反応を利用するため、この反応を妨害する材料が含まれる場合には、測定の際に対策が必要となります。妨害する材料は、

- ・水を生成したり消費したりする物質
- ・酸化還元反応を起こす物質

などであり、具体的には、ケトン、アルデヒド類、炭酸塩や酸化剤、還元剤などが挙げられます。

装置の概要

カールフィッシャー水分計を写真1に示します。当研究所の装置は加熱気化装置(多検体チェンジャ CHK-501)を付帯しています。通常、水分測定は

測定対象物をカールフィッシャー陽極液(具体的には H_2O を除いた(式1)の左辺の物質を含む溶液)に溶解し、測定します。しかし、陽極液に不溶な固体や妨害物質を含む試料は、このような手法をとることができないため、加熱気化装置によって試料を加熱し、気化した水を(式1)により滴定して、電気量から重量を求めます。装置の仕様を表1に示します。



写真1 カールフィッシャー水分計

表1 装置の仕様

本体	京都電子工業株式会社製 MKC-710M
測定方式	電量滴定法
測定の原理・特徴	試料をカールフィッシャー陽極液に溶解し、電解酸化により、ヨウ化物イオンからヨウ素を発生させ、試料中の水分と反応させる。酸化に要した電気量から水の重量を算出する。水分の検出感度が高く、低水分試料の測定が可能。(数 ppm~)
測定セル	2液セル(陽極液、陰極液)
加熱気化装置	多検体チェンジャ CHK-501
試料瓶	20 ml バイアル瓶
加熱温度	室温~300 °C

測定セルのみを用いた水分測定

カールフィッシャー陽極液に可溶で、妨害物質を含まない試料を測定する場合は、滴定セルに直接投入し、滴定します。検出された水の重量と投入した試料の重量から水分率を算出します。

加熱気化装置を併用した水分測定

加熱気化装置を併用した水分測定では、試料瓶に試料を秤量採取し、蓋をして準備します。この試料瓶を多検体チェンジャにセットし、測定を開始すると、瓶がヒーターにとりこまれ、瓶内の水分が気化します。気化した水分を乾燥気流にのせて陽極液に導入し、液に捕集された水の重量を電量滴定により計測します。水分が気化する温度がわからない試料の場合は、昇温させながら検出される水の重量を追跡することによって、測定条件を絞り込みます。

ここで、加熱気化装置を用いた具体例として、ポケットティッシュの水分率を測定した結果を示します。

まず、測定条件を決定するために、試料を昇温させながら、水の重量を追跡しました。加熱速度 10 (s/°C)で試料を加熱し、各温度で得られた水の量(ユニット水分量)を示したグラフを図1に示します。今回の場合、150 °Cに達するまでに、検出される水分量が十分に低下していることから、試料の加熱条件を 150 °Cに設定し、水分測定を行いました。

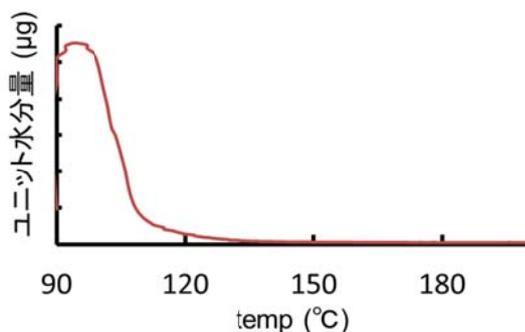


図1 10 (s/°C)の昇温条件における水分測定

試料を秤量採取した試料瓶(試料重量; W_s)を準備し、同じ環境において、試料を入れずに蓋をしたブランクも用意します(写真2)。ブランクの瓶を、決定した加熱条件で測定し、試料をサンプリングした環境において瓶や蓋の内側に付着した水の重量 W_b を求めます。次に、試料入りの瓶を測定し、得られたユニット水分量および総重量の時間変化を図2に示します。試験開始から単位時間あたりの検出する水の重量(ユニット水分量、赤線)を追跡し、検出量が十分に低下した時点で測定が終わり

ます。測定の結果、得られた水の重量(総水分量の終点、青線)を W_a とすると、 $W_a - W_b$ より試料由来する水の重量を求めることができます。 $(W_a - W_b) / W_s$ より、試料の水分率が計算でき、今回の測定では 4.2 %であることがわかりました。



写真2 測定用試料瓶(左;ブランク、右;試料入)

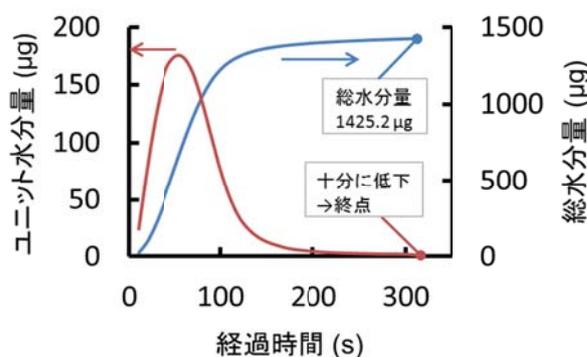


図2 ポケットティッシュの水分測定チャート (150 °C一定)

水分を測定する際、サンプリングした環境によって、試料の測定結果に影響をおよぼします。特に吸湿性の高い試料を測定する場合は、ドライボックス中で試料を量りとった瓶、ブランクを用意し、水分測定を行うことで、空気中での吸湿を回避して測定することができます。ある特定の環境下における試料の水分率を測定したい場合も、その環境下で同様のサンプリングを行い測定することで、より精度の高い測定結果が得られます。

おわりに

カールフィッシャー水分計では、滴定容器中のカールフィッシャー試薬の溶液中に存在する水の重量を測定することにより材料などの水分率を測定できます。当研究所に導入したカールフィッシャー水分計は、加熱気化装置も併用でき、カールフィッシャー試薬に溶解しない物質や、気化しない妨害物質を含む材料などの水分測定も可能です。液体中の水分の他、繊維材料や高分子材料に含まれる水分などを測定できます。また、サンプリングの際に、同環境下でのブランクを用意することで、精度の高い測定が可能となります。

本装置の詳細に関しまして、お気軽にお問い合わせ下さい。