

アプリケーションノート

塩基性成分を含む塗膜剥離剤の水分測定

関連業種	：	塗料・接着剤
使用装置	：	カールフィッシャー水分計
測定手法	：	ハイブリッド滴定法/直接法
関連規格	：	

1. 概要

試料に塩基性成分が含まれると、滴定系の pH が上昇することによって、カールフィッシャー反応に適した pH 領域から外れることがあります。この場合、ヨウ素が消費される妨害反応により、終点に到達しない、正の誤差を生じるといった問題を生じます。対策として、塩基性成分を中和して測定する方法が有効です。

本アプリケーションでは、塩基性成分を含む塗膜剥離剤について、サリチル酸の添加により塩基性成分を中和し、測定を行った事例を紹介します。サリチル酸の添加量の目安は、陽極液 100mL に対して 10g です。あらかじめ陽極液にサリチル酸を添加し、予備滴定によってセル内を無水化してから測定します。

本測定には、ハイブリッド式カールフィッシャー水分計を使用しました。この方式では、容量法と電量法を組み合わせることで測定します。検出電極の分極電位が一定値以上の場合、容量法と電量法による測定を併行して行い、分極電位が一定値未満になれば電量法のみでの測定を行います。この方式により、広範囲の水分(mg～ μ g オーダー)をセルに投入し、測定することを可能としています。

2. 測定上の注意点

- ・有機溶剤を用いるため、カールフィッシャー水分計は局所排気装置内に設置してください。
- ・0.01mg の桁まで測定できる電子天秤の使用を推奨します。

3. 分析終了後の処置

陽極液および陰極液を排出した後、滴定フラスコ、双白金電極および電解電極をメタノールで洗浄してください。

4. 装置構成

本体:ハイブリッド滴定式カールフィッシャー水分計

電極:双白金電極、2液型電解電極

5. 試薬

陽極液:ケムアクア陽極液 AGE

陰極液:ケムアクア陰極液 CGE

添加試薬:サリチル酸

6. 分析手順

—準備—

- 1) 滴定フラスコに約100mLの陽極液を充填します。
- 2) 電解電極内に約5mLの陰極液を充填します。
- 3) サリチル酸10gを添加した後、予備滴定を行い、滴定セル内を無水化します。

—測定—

- 1) シリンジを用いて試料を採取し、質量を測定します。
- 2) 注射器用側栓より試料を投入し、水分を測定します。
- 3) 試料投入後のシリンジの質量を測定します。
- 4) 試料投入前後のシリンジの質量差を試料採取量とします。

7. 計算式

$$\text{水分(\%)} = \text{FA} \times \text{Moisture} / (\text{Wt1} - \text{Wt2}) \times 0.0001$$

FA ……補正係数=1.0
 Moisture ……総水分量 (μg)
 Wt1 ……試料投入前のシリンジの質量(g)
 Wt2 ……試料投入後のシリンジの質量(g)

8. 測定例

—装置の設定—

〈タイプ(モード)〉

タイプ : ハイブリッド法

〈滴定パラメータ〉

滴定開始遅延時間 : 0s
 終点判断禁止時間 : 15s
 滴定制限時間 : 0s
 ドリフト停止モード : 相対値
 相対ドリフト値 : $0.10 \mu\text{g/s}$
 最大滴定量 : 25mL
 滴定ビュレット No. : 1
 定量注入モード : しない

〈制御パラメータ〉

終点電位 : 200mV
 データ採取時間 : 5s
 スターラスピード : 5
 切替電位 : 350mV
 安定判断 : $0.10 \mu\text{g/min}$
 電解速度係数 : 5.0
 滴定開始モード : 手動
 滴定スピード : 4

(上記の設定は一例です。機種によって設定項目が異なる場合があります。)

—滴定曲線の一例—

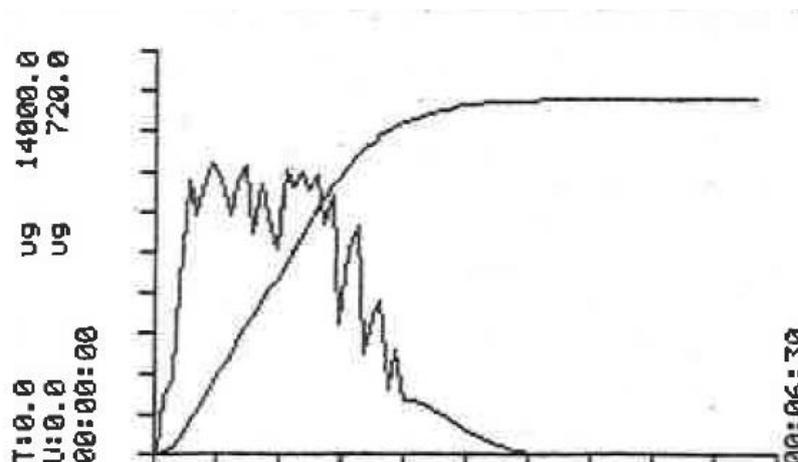


Table 1 試料の測定結果

	採取量(g)	水分量(μ g)	水分濃度(%)
1	1.2000	14193.1	1.183
2	1.1988	14124.4	1.178
3	1.0434	12303.0	1.179
平均値	-	-	1.180
標準偏差	-	-	0.002
RSD(%)	-	-	0.207

9. まとめ

RSD 値は 1%未満となり、良好な精度が得られました。サリチル酸の添加により塩基性成分が中和され、安定な測定が可能となりました。