

アプリケーションノート

電量滴定式カールフィッシャー水分計による潤滑油の水分測定

関連業種 : 石油
使用装置 : カールフィッシャー水分計
測定手法 : 電量滴定法 / 直接法
関連規格 : ASTM D6304

1. 概要

ASTM D6304 にはカールフィッシャー法による石油製品類の水分測定が規定されています。この規格では以下に示す3種類の手順が規定されています。

- 手順A : シリンジを用いてセルに試料を直接投入し、投入した試料の質量を試料採取量とする手順
- 手順B : シリンジを用いてセルに試料を直接投入し、投入した試料の体積を試料採取量とする手順
- 手順C : 試料の粘性が高く、手順A, Bが適用できない場合において気化装置を用いる手順

手順Bは試料の体積を正確に測定できる場合にのみ適用でき、特に指定がない限りは手順Aに従って測定するとの記載があります。本アプリケーションでは市販の潤滑油を試料とし、手順Aに適合した測定例を紹介します。測定値の単位はmg/kgとしました。この規格では試料の溶解性の向上のために市販のカールフィッシャー試薬とキシレンを6:4で混合した溶液を陽極液として用いると記載されていますが、一部の試料はキシレンを必要としない場合があるとの記載もあります。本試験で試料に供した潤滑油はキシレンを用いずとも弊社の一般用試薬に問題なく分散しました。そのため、キシレンを混合せず弊社の一般用試薬を陽極液として適用しました。試料の性状によってはキシレンの混合または油用試薬を適用して測定してください。

2. 測定上の注意点

- 1) カールフィッシャー試薬はメタノール等の有機溶剤を含むため、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。
- 2) 0.1mg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

滴定フラスコから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、電解電極をメタノール等で洗浄してください。

4. 装置構成

本体 : 電量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

6. 分析手順

-準備-

- 1) 滴定フラスコに陽極液約100mLを入れます。
- 2) 電解電極の内部に陰極液約5mLを入れます。
- 3) 予備滴定を行い、滴定セル内を無水化します。

-測定-

- 1) 注射針付きシリンジに試料を採取し、シリンジの質量を測定します。
- 2) 注射器用側栓に注射針を差し込み、セル内に試料を投入して水分を測定します。
- 3) 試料投入後、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

水分(mg/kg) = $FA \times ((Data - Drift \times t - Blank) / (Wt1 - Wt2)) \times k$ 計算式 No. 2

FA : 補正係数 = 1 Data : 総水分量 (μg)
 Drift : ドリフト値 ($\mu g/s$) t : 滴定時間 (s)
 Blank : 空試験値 (μg) Wt1 : 試料投入前の質量 (g)
 Wt2 : 試料投入後の質量 (g) k : 単位換算係数 = 0.0001

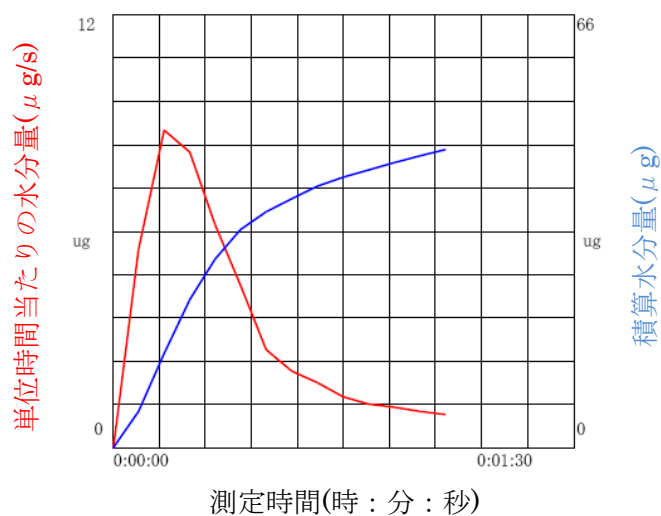
8. 測定例

-測定パラメータ-

(測定パラメータおよび滴定曲線は一例です。機種によりパラメータ項目が異なる、または項目が追加される場合があります。)

<滴定パラメータ>		<制御パラメータ>	
滴定モード	: 水分	滴定セルタイプ	: 2液セル
滴定開始遅延時間	: 0s	安定判断値	: 0.1 $\mu g/s$
終点判断禁止時間	: 30s	電解速度係数	: 5.0
滴定制限時間	: 0s	電解モード	: 標準
ドリフト停止モード	: 相対値	終点電位	: 200mV
相対ドリフト値	: 0.1 $\mu g/s$	滴定開始モード	: 自動
		データ採取時間	: 5s
		スターラースピード	: 3

-滴定曲線-



-測定結果-

	ドリフト値 (μg/s)	採取量 (g)	水分量 (μg)	水分濃度 (mg/kg)	滴定時間 (時:分:秒)
1	0.11	3.3699	129.6	38.46	0:01:05
2	0.10	3.1402	116.4	37.07	0:01:03
3	0.10	3.3094	126.8	38.32	0:01:15
平均				37.95	
標準偏差				0.77	
RSD(%)				2.02	

9. まとめ

RSD値(相対標準偏差)は 3%未満となり、良好な精度が得られました。弊社の電量滴定式カールフィッシャー水分計により、ASTM D6304 における手順Aに適合した測定が可能です。