

## プラスチックペレットに適した水分測定法の検討

## — カールフィッシャー測定法の適用事例 —

化学材料科                      本間信行  
美光産業株式会社              田邊賢二

## Investigation of suitable moisture measurement for plastic pellets

## — Application example of Karl Fischer moisture measurement —

Nobuyuki HONMA and Kenji TANABE

Keywords : plastic pellets, moisture content, Karl Fischer, moisture meter for plastics

キーワード：プラスチックペレット、水分率、カールフィッシャー、ポリマー用水分計

## 1 はじめに

プラスチックの射出成形におけるシルバーやボイド等の不良は、ペレットの吸湿が主要な原因の一つとされている。成形現場ではペレットの乾燥条件を管理することで間接的に水分率を制御しているが、設備性能や季節変動、材料の切り替えなど、工程を不安定にする要素が多い。そのため水分率を直接把握する必要があるが、測定機器の未整備や精度不足、運用知識の不足など、課題が多い。そこで、ペレットでの適用事例は少ないが、水分測定法として広く普及しているカールフィッシャー法（KF法）について、その実用性を検討した。

## 2 方法

測定には水分気化装置つきカールフィッシャー水分計MKC-710S、ADP-611（京都電子工業(株)製、写真1）を使用し、電量滴定を実施した。標準試薬は酒石酸ナトリウム2水和物 特級（和光純薬製）を使用し、デシケーターで常温乾燥したものを使用した。加熱温度はペレットの成形条件（シリンダ温度）を目安に昇温測定し、終点付近の温度を採用した。また、試料量は予め測定した水分量から1,000 $\mu$ g程度になる試料量を逆算して調整した。KF法と別法との比較では、ポリマー用水分計 アクアトラック3E（アイティーエスジャパン(株)製、写真2）で測定した。

## 3 結果および考察

### 3.1 機器の測定精度

JIS K 7251(2002) 4.5.3.2 には装置の確認として、

標準試薬を使った方法が記載されている。今回はこの方法を低水分量範囲に適用し、重量を変えて繰り返し測定を行った結果を表1に、図1にその回収率を示した。今回の結果からは、直線性の確認で決定係数0.999、最低水分量での変動係数1.8%と算出された。回収率では1,000 $\mu$ gより低い水分量で低下が見られ、結果に負の誤差が生じることが分かった。



写真1 水分気化装置つきカールフィッシャー水分計



写真2 ポリマー用水分計

### 3.2 製造現場での調査

調査の前に、試料を採取して輸送する方法の確認を、ポリエーテルスルホン (PESU) 試料の水分を時間経過を追って測定したところ、耐熱ガラス瓶とアルミチャックバッグで乾燥保存することで約 1 か月は±10%程度の範囲で保存できた。製造現場での調査結果を表 2 に示した。1 試料あたり 3 本を採取して、条件出しを行い、別に計 5 回の測定を行った。試料採取に問題があった試料もあるが、概ね良好な再現性で結果が得られた。

### 3.3 妨害反応の確認

KF法には妨害反応があり<sup>1)</sup>、プラスチックから妨害成分が発生する可能性があるため、強い臭気が発生するPESUで、反応原理の異なる別法と比較した。結果を表 3 に示した。同時採取した 3 本の試料をそれぞれ測定した結果、両者の差は 5 %未満であり、PESU については妨害の影響は無い、無視できる結果であった。

表 1 標準試薬 (酒石酸ナトリウム 2 水和物) による精度確認

|        | 重量(g)  | 水分量<br>(μg) | 理論値<br>(μg) | 水分率<br>(ppm) | 回収率<br>(%) | 平均<br>回収率<br>(%) |
|--------|--------|-------------|-------------|--------------|------------|------------------|
| BL     | 0      | 10          | —           | —            | —          | —                |
| STD1-1 | 0.0035 | 501         | 548         | 143114       | 91.4       | 92.0             |
| STD1-2 | 0.0037 | 524         | 579         | 141703       | 90.5       |                  |
| STD1-3 | 0.0036 | 527         | 564         | 146417       | 93.5       |                  |
| STD1-4 | 0.0034 | 484         | 532         | 142206       | 90.8       |                  |
| STD1-5 | 0.0035 | 515         | 548         | 147257       | 94.0       |                  |
| STD2-1 | 0.0068 | 1047        | 1065        | 153926       | 98.3       | 97.0             |
| STD2-2 | 0.0068 | 1018        | 1065        | 149632       | 95.6       |                  |
| STD2-3 | 0.0070 | 1066        | 1096        | 152229       | 97.2       |                  |
| STD3-1 | 0.0206 | 3148        | 3226        | 152830       | 97.6       | 97.9             |
| STD3-2 | 0.0198 | 3044        | 3101        | 153732       | 98.2       |                  |
| STD4-1 | 0.0348 | 5321        | 5450        | 152897       | 97.6       | 97.6             |
| STD4-2 | 0.0347 | 5297        | 5434        | 152663       | 97.5       |                  |

※ 水分量と重量の一次回帰における決定係数  $R^2 = 0.999$

最小重量 STD1 の水分量 (5測定) から算出される変動係数 CV = 1.8%

表 2 製造現場での調査結果

| 種類<br>試料   | ポリエーテル<br>スルホン(PESU) |           | ポリカーボネート<br>(PC) |           | ポリフェニレンスルフィド<br>(PPS) |            |           |
|------------|----------------------|-----------|------------------|-----------|-----------------------|------------|-----------|
|            | 乾燥前                  | 乾燥炉<br>出口 | 乾燥前              | 乾燥炉<br>出口 | 混合前<br>新材             | 混合前<br>再生材 | 乾燥炉<br>出口 |
| No.1       | 3484                 | ※1        | 1118             | 270       | 647                   | 540        | 238       |
| No.2       | 3375                 | 152       | 1128             | 237       | 644                   | 545        | 247       |
| No.3       | 3377                 | 165       | 1135             | 254       | 629                   | 524        | 222       |
| No.4       | 3005                 | 177       | 886※2            | 250       | 613                   | 521        | 207       |
| No.5       | 2990                 | 163       | 898※2            | 235       | 611                   | 563        | 228       |
| 試料量平均(g)   | 0.343                | 4.241     | 0.844            | 2.535     | 1.449                 | 1.430      | 2.501     |
| 水分率平均(PPM) | 3246                 | 164       | 1033             | 249       | 629                   | 538        | 228       |
| 水分率CV(%)   | 7.1                  | 6.2       | 12.5             | 5.7       | 2.7                   | 3.2        | 6.7       |

※1 試料採取時の気密不良により結果不採用

※2 試料採取時の採取バラツキの可能性あり

## 4 まとめ

KF法の精度を確認したところ、直線性や再現性は実用に十分であったが、1,000μgより低い水分量では、回収率の低下が見られ、結果に負の誤差が生じることが分かった。また、KF法への妨害反応の有無をPESUで別法と比較測定した結果、影響は無視できる結果だった。

## 謝辞

本検討にあたり多大なご協力を頂いた、京都電子工業株式会社吉田雅彦氏、アイティーエスジャパン株式会社 齋藤香織氏に深く感謝致します。

## 参考文献

- 1) 三菱化学㈱編：三菱化学のカールフイッシャー試薬マニュアル，三菱化学株式会社 (1998)．

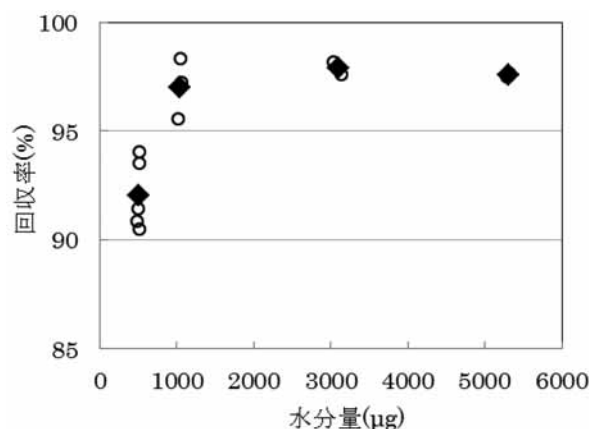


図 1 水分量と回収率

○測定データ ◆平均

表 3 KF法と別法の比較測定結果

| 試料<br>測定法 | ポリエーテルスルホン<br>(PESU) |     |
|-----------|----------------------|-----|
|           | 別法                   | KF法 |
| No.1      | 234                  | 249 |
| No.2      | 226                  | 206 |
| No.3      | 209                  | 238 |
| 平均 (PPM)  | 223                  | 231 |
| 変動係数 (%)  | 5.7                  | 9.8 |

※ 試料は同時採取後、別法は5日後、カールフイッシャー法は6日後に測定した結果の平均値。