OMNIS Coulometer

2.1018.0xx0

製品ハンドブック

8.1018.8002JA / 2024-04-30

Metrohm

Metrohm AG
Ionenstrasse
CH-9100 Herisau
Switzerland
+41 71 353 85 85
info@metrohm.com
www.metrohm.com

OMNIS Coulometer

2.1018.0xx0

製品ハンドブック

8.1018.8002JA /
2024-04-30

Technical Communication
Metrohm AG
CH-9100 Herisau

本文書は、著作権法で保護されています。本文書の無断複写・転載を禁じます。

この文書はオリジナル文書です。

本文書は細心の注意を払い作成されていますが。それでも、誤りが含まれている場合があります。お気づきの点がございましたら、上記の宛先までご連絡ください。

免責条項

不適切な保管または使用などに起因する故障に対し、Metrohm は一切の保証の責任を負わないものとします。独断による製品の変更 (改造または拡張など) の場合も、それに起因する損傷およびその結果に対し、メーカーはいかなる責任も負いません。Metrohm の製品文書の取扱説明書および注意には厳密に従ってください。そうでない場合、Metrohm はいかなる責任も負わないものとします。

目次

1 概要 1

1.1 OMNIS Coulometer - 製品説明 ... 1

1.2 OMNIS Coulometer - 製品のバリエーション ... 1

1.3 本文書について ... 2

1.4 より詳しい情報 ... 2

1.5 付属品の表示 ... 3

2 安全性 4

2.1 使用目的 ... 4

2.2 運営会社の責任 ... 4

2.3 操作員の要件 ... 5

2.4 安全に関する注意事項 ... 5

2.4.1 電圧による危険 ... 5

2.4.2 生物学的有害物質および化学有害物質による危険性 ... 5

2.4.3 可燃性の高い物質による危険性 ... 6

2.4.4 漏出した液体による危険性 ... 6

2.4.5 装置運搬時の危険性 ... 7

2.5 警告表示の作成 ... 7

2.6 警告記号の意味 ... 8

3 機能説明 9

3.1 OMNIS Coulometer - 概要 ... 9

3.1.1 カールフィッシャー電量滴定セル - バリエーション ... 10

3.1.2 カール フィッシャー電量滴定セル - 概要 ... 11

3.2 OMNIS Coulometer - 機能説明 ... 12

3.2.1 マグネチックスターラ – 機能説明 ... 13

3.2.2 カール フィッシャー電量滴定セル - 機能説明 ... 13

3.3 OMNIS メイン装置 - 表示エレメントおよび操作エレメント ... 13

3.4 システム – シグナル ... 14

3.5 OMNIS Coulometer - インターフェース ... 15

4 納品と梱包 18

4.1 納品 ... 18

4.2 梱包 ... 18

5 据え付け 19

5.1 Metrohm による取り付け ... 19
5.2 設置場所 ... 19
5.3 マグネットスターラー付属品の取り付け ... 19
5.4 吸着カートリッジの充填 ... 21
5.5 カール フィッシャー電量滴定セルの装備 ... 24
5.6 カール フィッシャー電量滴定セルの充填 ... 26
5.7 カール フィッシャー電量滴定セルの取り付け ... 27
5.8 電極の接続 ... 29
5.9 電源コードの差し込み ... 30

6 スタートアップ 32

6.1 Metrohm によるスタートアップ ... 32

7 水分測定 電量滴定法 33

7.1 OMNIS Coulometer - カールフィッシャー法に基づくクーロメトリーの原則 ... 33
7.2 OMNIS Coulometer - 水標準液を使用した作業 ... 34
7.3 OMNIS Coulometer - サンプル添加 ... 34
7.4 OMNIS Coulometer - 最適な作業条件 ... 36

8 操作と制御 38

8.1 操作 ... 38
8.1.1 オンにする、およびオフにする ... 38
8.2 マグネチックスターラ – 操作 ... 39
8.2.1 マグネチックスターラをオンにする、およびオフにする ... 39
8.2.2 マグネチックスターラの設定 ... 40
8.3 試薬交換 ... 41
8.3.1 ドージングデバイスを使った試薬交換 ... 41
8.3.2 OMNIS Solvent Module を使った試薬交換 ... 43
8.3.3 手動の試薬交換 ... 46

9 メンテナンス 48

9.1 メンテナンス ... 48
9.2 製品表面のクリーニング ... 48

10 問題処理 50

10.1 カール フィッシャー滴定 ... 50
10.2 強制シャットダウン ... 52

11 廃棄 **53**

12 技術仕様 **54**

12.1 環境条件 **54**
12.2 **OMNIS Coulometer** - 電源 **54**
12.3 **OMNIS Coulometer** - スペック **55**
12.4 マグネチックスターラ – スペック **55**
12.5 **OMNIS Coulometer** - ハウジング **55**
12.6 マグネチックスターラ – ハウジング **56**
12.7 仕様 操作 **56**
12.8 仕様 操作 **56**
12.9 仕様 コネクタ **57**
12.10 仕様 ディスプレイ **58**
12.11 発電機の仕様 **58**
12.12 仕様 測定 **59**
12.13 マグネチックスターラ – 仕様 **61**

1 概要

1.1 OMNIS Coulometer - 製品説明

OMNIS Coulometer は、カールフィッシャー電量滴定の OMNIS 滴定システムの中心的な装置です。対応する付属品により、カールフィッシャー電量滴定により水分測定を行うことができます。

専用のアプリケーションに関する情報は、地域の Metrohm 販売元で無料で無料でお求めいただける「Application Bulletin」および「Application Note」をご覧ください。滴定技術と電極に関するさまざまなモノグラフも入手できます。

1.2 OMNIS Coulometer - 製品のバリエーション

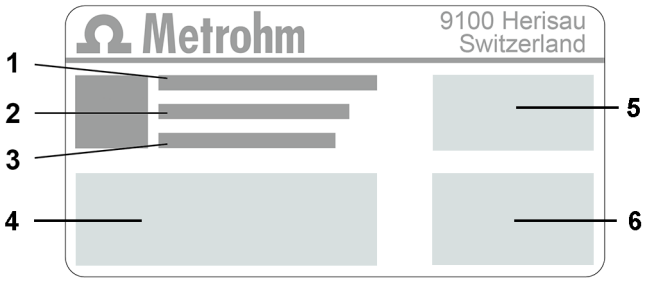
製品は以下のバリエーションで入手可能です：

テーブル 1　製品のバリエーション

製品番号	名称	バリエーションの特徴
2.1018.0010	OMNIS Coulometer	マグネチックスターラ無し
2.1018.0020	OMNIS Coulometer	マグネチックスターラ付き

ファンクションライセンスに関する情報は、*Metrohm のウェブサイト*または地域の Metrohm 代理店にてご入手いただけます。

型式プレートには、製品を識別するための製品番号および製造番号が記載されています：



1	**(01) = GS1 標準に準拠した製品番号**	**2**	**(21) = 製造番号**
3	**(240) = Metrohm 製品番号**	**4**	**認証**
5	**認証**	**6**	**技術データ**

1.3 本文書について

文書内で考えられる表現。

表示	意味
*(5-**12**)*	図解説のクロス・レファレンス (図番号 - ***図内の要素***)
1	実行手順
メソッド	パラメータ、メニュー項目、タブおよびダイアログ
ファイル ▶ 新規	メニューパス
[次へ]	コマンドボタンまたはキー
	説明テキストに関する追加情報
	注記 グラフィックでは、オレンジ色の矢印またはフレームは説明テキストの参照を示します。関連する要素をオレンジ色にすることも可能です。
	移動 グラフィックでは、青の矢印は移動方向を示します。移動する要素を青色にすることも可能です。

1.4 より詳しい情報

次のページには製品に関する詳細情報が示されています。

- Metrohm ウェブサイト *https://www.metrohm.com* – PDF 文書、製品ファミリーに関する概要、アプリケーションに関する情報、付属品の情報。
- Metrohm Knowledge Base *https://guide.metrohm.com* – テーマごとにフィルタリングされた個々のコンテンツ、動画説明、OMNIS Software に関する情報

1.5 付属品の表示

納入品目およびオプションオプション付属品に関する最新情報は、Metrohm のウェブサイトにてご覧いただけます。

1 製品をウェブサイトでさがす

- *https://www.metrohm.com* を呼び出します。
- 🔍をクリックします。
- 検索フィールドに製品番号（例えば **2.1001.0010**）を入力し、**[Enter]**を押します。

検索結果が表示されます。

2 製品情報の表示

- 検索語に対応する製品を表示するため、製品モデルをクリックします。
- 必要な製品をクリックします。

製品の詳細情報が表示されます。

3 付属品表示と付属品リストのダウンロード

- 付属品を表示するため、下にスクロールして付属品などに移動します。
  - 納入範囲が表示されます。
  - オプション付属品に対して**[最適部品]**をクリックします。
- 付属品リストをダウンロードするため、アクセサリなどで**[付属品 PDF のダウンロード]**をクリックします。

Metrohm 推奨、付属品リストを参考資料として保管しておくことを推奨しています。

2 安全性

2.1 使用目的

Metrohm の製品は、化学薬品の分析および処理に使用します。

そのため、使用には化学薬品の取扱いに関して基本的な知識および経験を有していることがユーザーに求められます。さらに、実験室で規定されている防火措置のアプリケーションに関する知識も必要です。

この技術文書および保守仕様の順守は、使用目的の重要な要素を構成しています。

本書に記載する使用目的を超えるか、または別様の使用は、すべて誤った使用方法です。

動作値および個々の製品の限界値に関する仕様は、重要であれば「技術データ」の章に記載されています。

運転中、表示された制限値を超過または順守しなかった場合、人身ならびに構成部品を危険にさらすことになります。メーカーはこのような制限値の不順守により生じた損害に対して、いかなる責任も負いません。

適合宣言は、製品またはコンポーネントに変更が加えられた場合、その有効期限性を失います。

2.2 運営会社の責任

運営会社は、化学実験室における作業安全性および事故防止についての基本的な規則が守られていることを確認しなければなりません。運営会社には以下の責任が課せられます：

- 製品の安全な取扱いについてのスタッフの指導。
- ユーザー文書に則った製品の取扱におけるスタッフの教育 (例えば設置、操作、清掃、エラーの解決など)。
- 作業安全性と事故防止についての基本的な規則に関するスタッフ。
- 個人防護具 (例えば防護メガネ、手袋など) の準備。
- 安全に作業を実施するための適切なツールおよび設備の準備。

製品の使用が認められるのは、状態に不具合のない場合のみに限ります。製品の安全な稼動を保証するためには、以下の措置が必要です：

- 製品の状態を使用前にチェックする。
- 欠陥や故障を直ちに修理する。

- 製品を定期的にメンテナンスし、掃除する。

2.3 操作員の要件

製品を操作できるのは資格を有するスタッフに限られます。資格を有するスタッフと見なされるのは、以下の条件を満たす人員です：

- 化学実験室のための作業安全性および事故防止についての基本的な規則を熟知し、遵守している。
- 危険な化学物質の取り扱いに関する知識を有している。スタッフは、生じ得る危険性を認識して回避する能力を有している。
- 実験室の防火対策に関する十分な知識を有している。
- 安全に関する情報を有し、理解している。スタッフは製品を安全に操作できる。
- ユーザー文書を読み、理解している。スタッフはユーザー文書の指示に従って製品を操作する。

2.4 安全に関する注意事項

2.4.1 電圧による危険

電圧との接触は、重傷または死亡事故に繋がる恐れがあります。電圧による危険を防ぐには、以下のことに注意してください：

- 製品は、状態に不具合のない場合にのみ操作します。ハウジングも無傷でなければなりません。
- 製品は、カバーが取り付けられた状態でのみ使用できます。カバーが損傷、あるいは欠損している場合は、製品を動力源から切断し、地域のメトロームサービス代理店にご連絡ください。
- 電圧のかかるパーツ (例えば電源装置、電源コード、接続ソケットなど) を湿気から保護してください。
- 電気部品のメンテナンス作業および修理は、毎回地域のメトロームサービス代理店に依頼してください。
- 以下に挙げる状況が少なくとも一つ生じた場合、製品を直ちに動力源から切断してください：
  - ハウジングが損傷している、もしくは開いている。
  - 電圧のかかるパーツが損傷している。
  - 湿気が浸入している。

2.4.2 生物学的有害物質および化学有害物質による危険性

生物学的有害物質との接触により、毒による中毒または微生物による感染を引き起こすことがあります。腐食性化学物質との接触は、中毒または化学熱傷の原因となることがあります。生物学的有害物質および化学有害物質による危険を回避するため、以下のことに注意してください：

- 潜在的に化学的危険性を持ち、危険物に関する法令によって一般的に制限が課せられている物質を製品で使用する場合は、規則に従って製品を標示してください。
- 個人用保護具 (例えば防護メガネ、手袋など) を着用してください。
- 蒸発する危険物質の作業の際は吸引設備を使用してください。
- 規則に従って危険物質を廃棄してください。
- 汚染された表面をクリーニングし、殺菌してください。
- クリーニングする材料に対して望ましくない副反応を起こさない洗剤のみを使用してください。
- 化学的に汚染された物質 (例えば洗浄用の材料) は規定に従って廃棄してください。
- Metrohm AG または地域の Metrohm 代理店に返送する場合は、以下の手順で行ってください：
  - 製品または製品コンポーネントを除染します。
  - 危険物質の標示を取り除きます。
  - 除染告知書を作成し、製品に添付します。

2.4.3 可燃性の高い物質による危険性

可燃性の高い物質またはガスの使用は、火災または爆発の原因となることがあります。可燃性の高い物質による危険を防ぐには、以下のことに注意してください：

- 着火源を避ける。
- 保護接地を使用する。
- 吸引装置を使用する。

2.4.4 漏出した液体による危険性

漏出した液体は、負傷の原因となったり、また製品を損傷したりすることがあります。漏出した液体による危険を防ぐには、以下のことに注意してください：

- 製品および付属品の漏洩と接続のゆるみを定期的に点検してください。
- 漏れがある部品および接続エレメントは、速やかに交換してください。
- 緩んでいる接続エレメントは締め付けてください。
- チューブ接続部を圧力がかかった状態で緩めないでください。
- 吸引チューブを圧力がかかった状態で取り外さないでください。
- チューブの終端を慎重に容器から引き抜きます。
- チューブから液体を慎重に適切な容器に流します。
- ビュレットチップを完全に容器内に挿入します。
- 漏出した液体を取り除き、規則に従って廃棄してください。
- 装置に液体が入り込んだ疑いがある場合には、必ず装置を動力源から切断してください。その後、地域 Metrohm 代理店に装置の点検をお申し付けください。

2.4.5 装置運搬時の危険性

製品の運搬の際に、化学物質または生物学的物質がこぼれることがあります。製品の一部が落下し、損傷することがあります。化学薬品および/または生物試料、ならびに破損したガラス部品により負傷する危険性があります。安全な運搬を保証するため、以下のことに注意してください：

- 固定されていない部品 (たとえばサンプルラック、サンプル容器、ボトルなど) は運搬前に取り外してください。
- 液体は取り除いてください。
- 製品を両手で底板から持ち上げて運搬してください。
- 重量のある製品は、説明書に従って吊り上げ、運搬してください。

2.5 警告表示の作成

本文書では次のような警告を使用します。

構成

1. 危険の重大性（シグナルワード）
2. 危険の種類と原因
3. 危険を無視した結果
4. 危険を回避するための措置

危険性レベル

シグナルの色とシグナルワードは危険性レベルを示します。

⚠ 危険

差し迫った危険を示します。回避しない場合、死亡または重傷を負います。

⚠ 警告

潜在的に差し迫った危険を示します。回避しない場合、死亡または重傷を負う可能性があります。

⚠ 注意

潜在的に差し迫った危険を示します。回避しない場合、死亡または重傷を負う可能性があります。

注記

潜在的に有害な状況を示します。回避しない場合、製品または周囲のものが損傷する可能性があります。

2.6 警告記号の意味

製品または文書に記載されている警告記号は潜在的な危険を示していたり、自己や損傷を回避するために特定の行動に注意を促すものです。

使用目的に応じて、事業主は追加の警告記号を製品に取り付けます。事業主からの対応する指示に従ってください。

ﾃｰﾌﾞﾙ 2　ISO 7010 に従う警告記号（例）

警告記号 / 意味		警告記号 / 意味	
	一般的警告記号		熱くなった表面の警告
	先端が尖った物の警告 (切り傷 / 刺し傷)		手の外傷の警告（挫傷）
	電圧の警告		腐食性物質の警告
	光学的放射の警告		レーザー放射の警告
	可燃性物質の警告		バイオハザードの警告
	有害物質の警告		

3 機能説明

3.1 OMNIS Coulometer - 概要

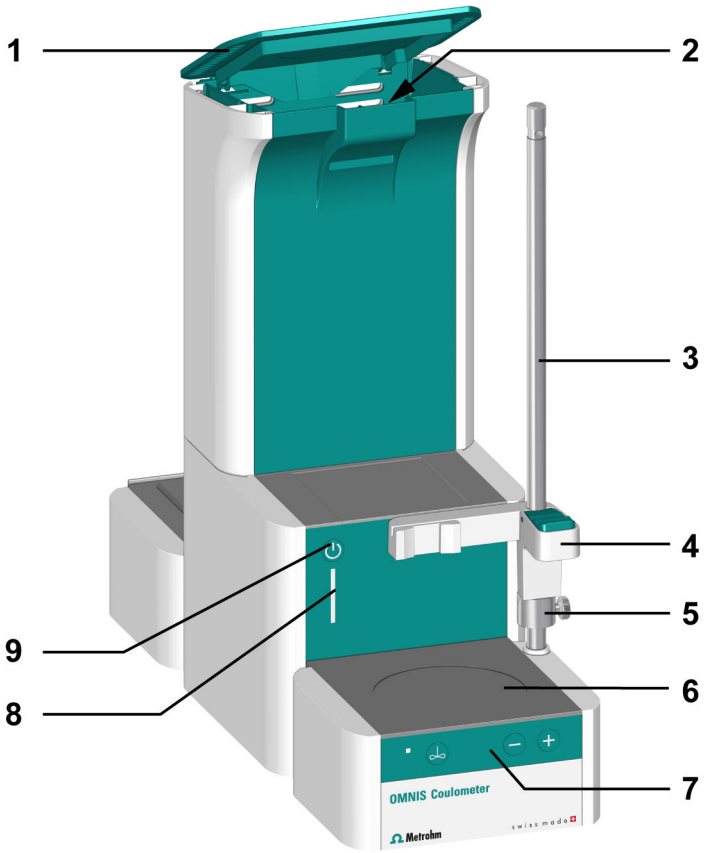


図 1 OMNIS Coulometer（マグネチックスターラあり）- 概要

1	蓋	**2**	内部測定インターフェース
3	三脚ロッド(6.2016.050)	**4**	滴定セルホルダー(6.02047.000)
5	調整リング(6.2013.010)	**6**	マグネチックスターラ
7	マグネチックスターラのコントロールバー	**8**	ステータス表示
9	オン/オフスイッチ		

3.1.1 カールフィッシャー電量滴定セル - バリエーション

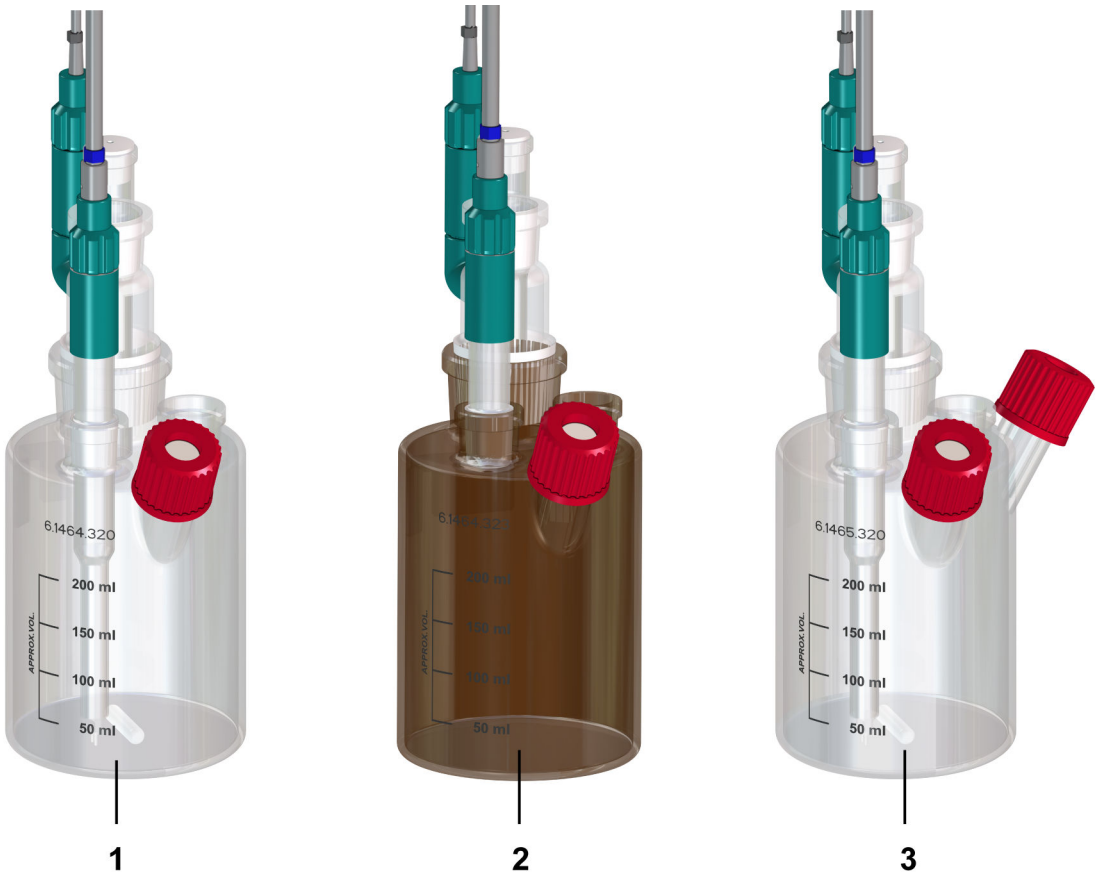


図 2　OMNIS Coulometer のカールフィッシャー電量滴定セルの 3 つのバリエーション

1	**カール フィッシャー滴定セル / 80 - 250 mL / 電量 (6.1464.320)**
2	**ブラウンガラスのカール フィッシャー滴定セル / 80 - 250 mL / 電量 (6.1464.323)**
3	**2 つの側面開口部付きのカール フィッシャー滴定セル / 80 - 250 mL / 電量 (6.1465.320)**

3.1.2 カール フィッシャー電量滴定セル - 概要

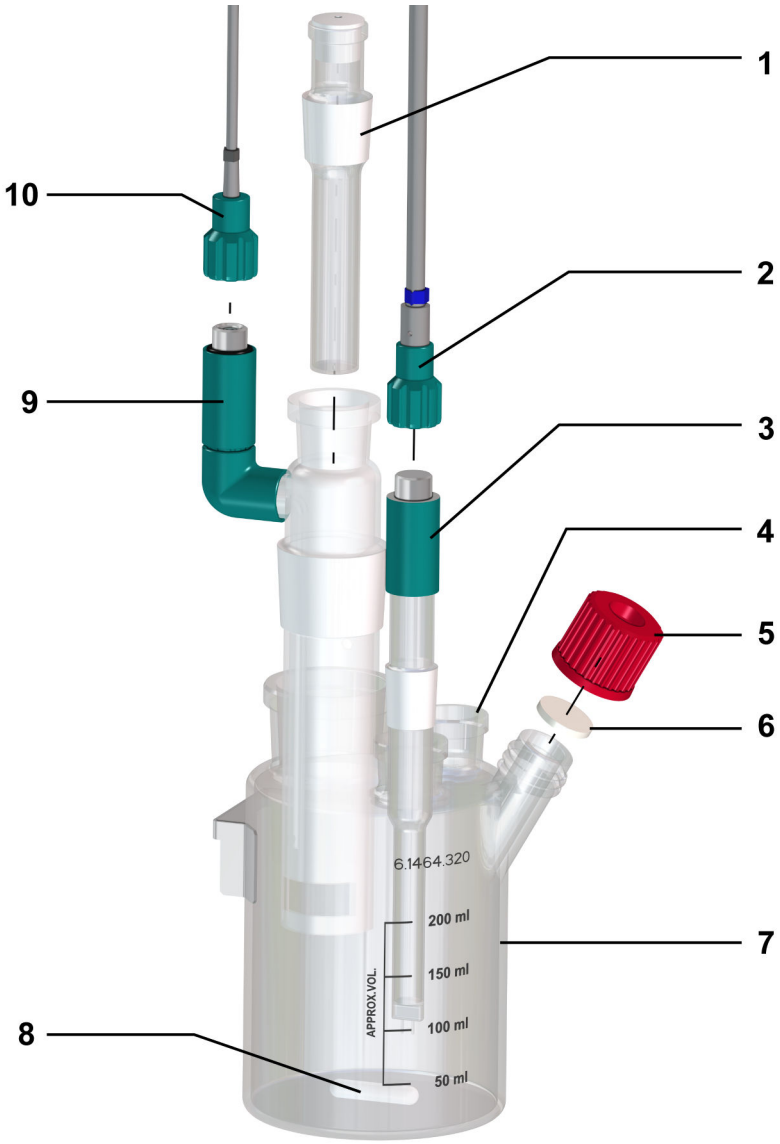


図 3　カール フィッシャー電量滴定セル（装備） - 概要

1 **乾燥管(6.1403.030)**
グランドジョイントスリーブ付き (6.2713.020)

OMNIS Sample Robot Oven との組み合わせ、必要に応じてガスを排出するためのホース用のチューブニップルと組み合わせます。

2 **インジケータ用電極ケーブル (6.02104.040)**
分極可能なメタル電極の青のコード付き

3	**指示電極** グランドジョイントスリーブ付き (6.2713.000) クーロメトリー用ダブル Pt ワイヤ電極など(6.0341.100)
4	**アプリケーションのバリエーション用開口部** グランドジョイントスリーブ (6.2713.000)付きグランドジョイントストッパー(6.1437.000)
5	**スクリューキャップ(6.2701.040)**
6	**セプタム(6.1448.020)** 手動サンプル添加用
7	**カール フィッシャー滴定セル / 80 - 250 mL / 電量** 滴定セルホルダー用固定メタルブラケット付き
8	**撹拌子** 25 mm (6.1903.030)
9	**発生電極** グランドジョイントスリーブ付き (6.2713.010) ダイヤフラム(6.00349.100)なし、またはダイヤフラム(6.00348.100)あり
10	**発生電極ケーブル(6.2104.620)** 発生電極用の茶色コード付き

3.2 OMNIS Coulometer - 機能説明

OMNIS Coulometer は次の機能ユニットで構成されています：

- 電源網およびイーサネットネットワークへのコネクタ
- その他のモジュールへの接続用のインターフェース
- 1 つの発生電極用コネクタ
- 1 つの温度センサー/1 つの pH 電極/1 つの分極性メタル電極（カラーコードに注意）の電極インプット口 **INPUT 1**
- 1 つの温度センサー/1 つの pH 電極（カラーコードに注意）の電極インプット口 **INPUT 2**
- 1 つの一体型マグネチックスターラ、製品のバリエーションによりオプション

OMNIS Coulometer には、滴定システムを操作するために必要なロジックが含まれています。OMNIS Coulometer は、動力源とイーサネットネットワークに接続されます。滴定システムのその他のモジュールは全て OMNIS Coulometer と接続されています。

イーサネットネットワークに接続されている OMNIS Coulometer は、OMNIS Software によって操作することができます。OMNIS Coulometer は、滴定システムの全モジュールの動力源となることに加え、滴定システムと OMNIS Software の通信を引き受けます。

OMNIS Coulometer の機能の範囲は、選択したファンクションライセンスによって定義されます。

以下も参照

15 ページ

3.2.1 マグネチックスターラ – 機能説明

マグネチックスターラはサンプルをよく混合するために使用します。サンプルの量と粘度に応じて撹拌速度を調整することができます。マグネチックスターラは、装置のコントロールバー、または OMNIS Software で操作します。

3.2.2 カール フィッシャー電量滴定セル - 機能説明

カール フィッシャー電量滴定セルはカール フィッシャーの方法による水分測定用の容器です。装備は、アプリケーションバリエーションとアプリケーションにより異なります。カール フィッシャー電量滴定セルには、それぞれの用途に合わせて 3 つのバリエーションがあります：

- カール フィッシャー電量滴定セル(6.1464.320)
- ブラウンガラスのカール フィッシャー電量滴定セル(6.1464.323)
- 2 つの側面開口部付きのカール フィッシャー電量滴定セル (6.1465.320)

カール フィッシャー電量滴定セルは、三脚ロッドの滴定セルホルダーに固定されます。光に敏感な物質の場合には、ブラウンガラスのバリエーションをお勧めします。

3.3 OMNIS メイン装置 - 表示エレメントおよび操作エレメント

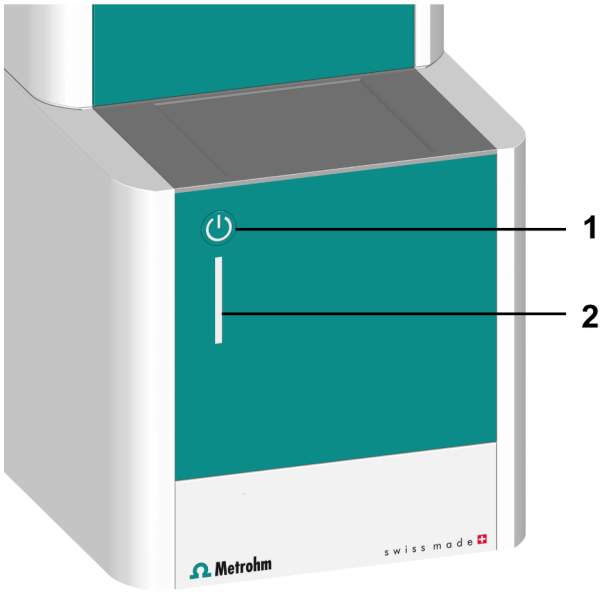


図 4　OMNIS メイン装置 - 表示エレメントおよび操作エレメント

1 **オン/オフスイッチ**

2 **ステータス表示**
マルチカラー式

表示エレメント

OMNIS メイン装置のステータスは、ステータス表示 *(4-**2**)* によって、異なる色で表示されます*(システム – シグナル、ページ14 を参照)*。

操作エレメント

オン/オフスイッチ *(4-**1**)* は、OMNIS メイン装置のハードウェア操作に使用されます。

テーブル 3　オン/オフスイッチの動作

押す時間	音響シグナル	機能
短く押す (1 – 5 s)	1 s 後にビープ音	装置の電源をオンにする。 装置をシャットダウンする。
非常に長く押す (> 10 s)	8 s 後に連続ビープ音	強制的にシャットダウンする。

3.4　システム – シグナル

ステータス表示エレメントがあるシステムコンポーネントでは、色および/または点滅パターンで稼働状態を表示します。色と点滅パターンの意味は以下の表に示されています。

視覚的シグナル		意味
	LED が黄色に点灯。	システム開始または初期化
	LED が黄色に点滅 (ゆっくり)。	接続構築またはカップリングの準備完了
	LED が黄色に点滅 (速く)。	接続構築が開始された、またはカップリングが進行中
	LED が緑に点灯。	作動準備完了
	LED が緑に点滅 (ゆっくり)。	作動中
	LED が赤に点滅 (速く)。	故障またはエラー

幾つかのシステムコンポーネントでは、記載されている点滅パターンの一部のみが使用されています。

3.5 OMNIS Coulometer - インターフェース

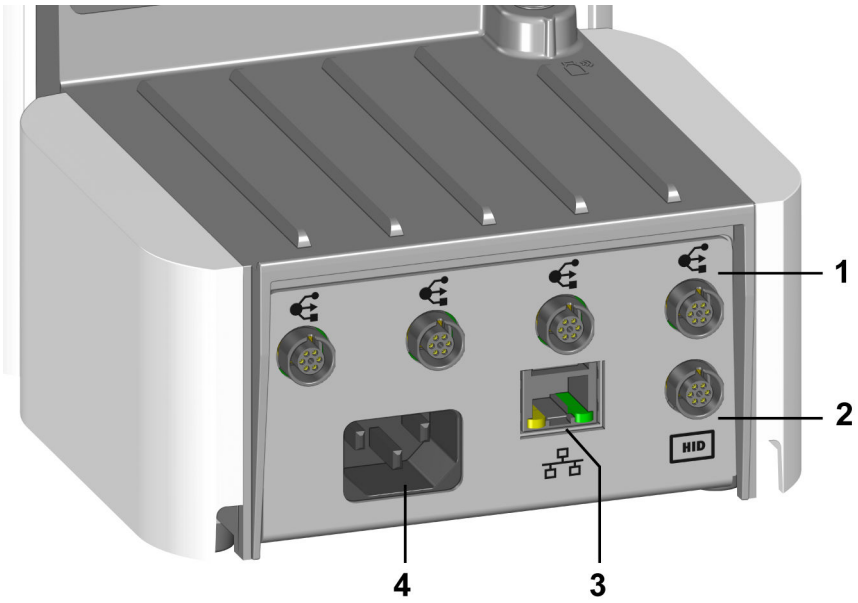


図 5 OMNIS Coulometer - インターフェースおよびコネクタ

1 MDL コネクタ
MDL = Metrohm Device Link。
OMNIS 製品間の接続ケーブル用の接続ソケット

2 HID コネクタ
HID = HID インターフェースデバイス。
外部操作エレメントのための接続ソケット

3 イーサネットネットワークコネクタまたは LAN コネクタ
LAN = ローカルエリアネットワーク。
ローカルネットワークへの接続ケーブル用の接続ソケット

4 電源ソケット
電源用の接続ソケット

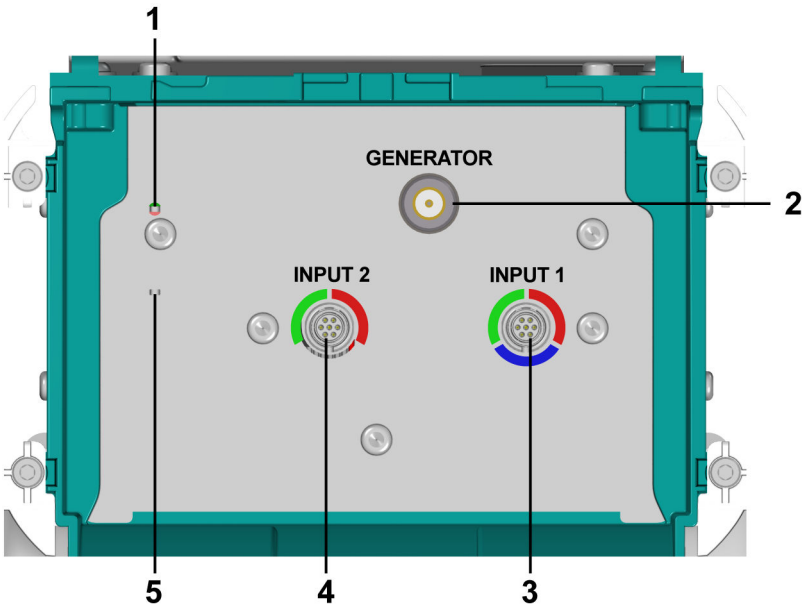


図 6　OMNIS Coulometer または OMNIS Coulometer Module - 内部測定インターフェース

1	**表示エレメント** GENERATOR 出力用表示エレメント
2	**GENERATOR** 発生電極用コネクタ（グレーのコード）
3	**INPUT 1** 温度センサー（赤のコード） または 分極性メタル電極用電極インプットロ（青のコード） または 電位差センサー用電極インプットロ（緑のコード）
4	**INPUT 2** 温度センサー（赤のコード） または 電位差センサー用電極インプットロ（緑のコード）
5	**表示エレメント** 内部測定インターフェース用表示エレメント

電極インプットロ INPUT 1 および INPUT 2

電極インプットロ **INPUT 1** および **INPUT 2** はカラーの円弧でマーキングしてあります。マーキングはそれぞれの接続ソケットには、特定のタイプの電極ケーブルのみ差し込むことができることを示しています：

ﾃｰﾌﾞﾙ 4　色の意味

赤	コネクタは温度センサーに対応しています。
青	コネクタは分極性メタル電極をサポートしています。

緑	コネクタは電位差センサーに対応しています。
グレー	コネクタは発生電極をサポートしています。

4 納品と梱包

4.1 納品

製品の受け取り後、直ちに確認してください：

- 納品書を基に、納品内容が完全に揃っているか確認します。
- 製品に損傷がないかチェックします。
- 納品内容が不完全である、または損傷している場合は、地域の Metrohm 代理店に連絡してください。

4.2 梱包

製品および付属品は、保護特性を有する特別な梱包材にて納品されます。製品の安全な輸送を保証するため、必ずこれらの梱包を保管してください。輸送用固定ボルトがある場合は、これを保管し、再利用してください。

5 据え付け

5.1 Metrohm による取り付け

システムの取り付けは、基本的に地域の Metrohm 代理店によって行われます。

5.2 設置場所

本製品は屋内での使用にのみ適しており、爆発性雰囲気では使用できません。

設置場所には以下の要件が適用されます:

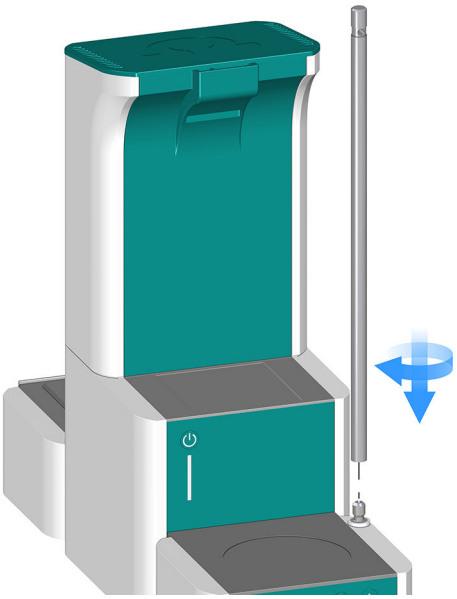
- 空間は、良く換気されており、直射日光および急激な温度変化から保護されていること。
- 設置面は安定しており、振動がないこと。設置面は、コンポーネントの寸法および重量 (技術データ参照) に適していなければなりません。
- 稼働中、すべてのケーブルおよびコネクタにアクセスできること。ケーブルが安全に敷設されていること (つまづく恐れがない)。
- ワークプレイスは人間工学に基づいて設計されており、支障なく製品を稼働できること。

5.3 マグネットスターラー付属品の取り付け

必要な付属品:

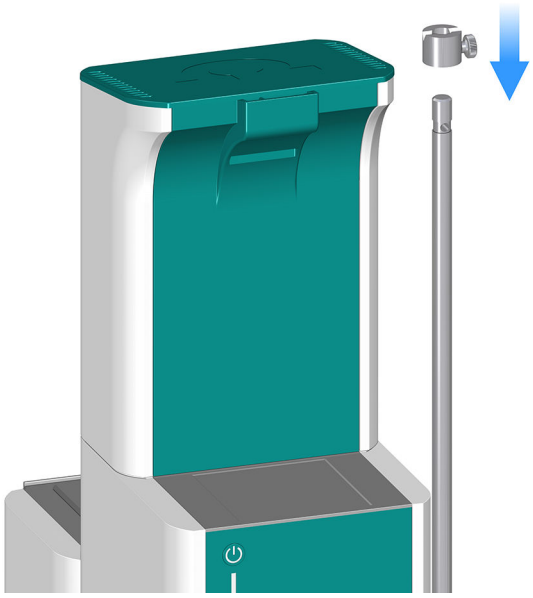
- 三脚ロッド(6.2016.050)
- 調整リング(6.2013.010)
- 滴定セルホルダー(6.02047.000)

1 三脚ロッドの取付け



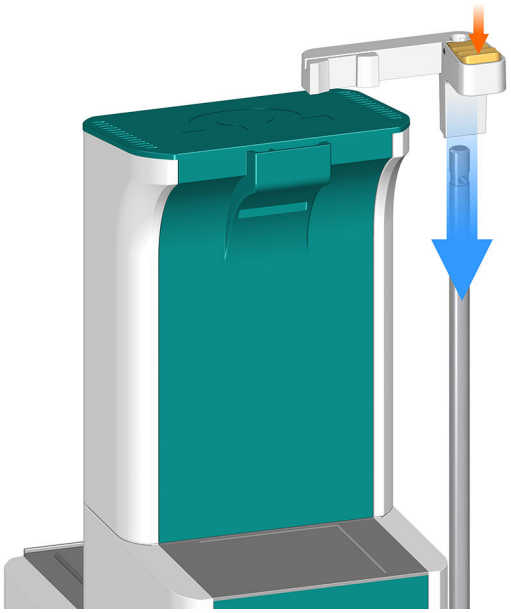
- 三脚ロッドを三脚アタッチメントにねじ込みます。

2 クランプリングの取付け



- 刻み目の付いた調整リングを三脚ロッド上で上にスライドさせます。

3 滴定セルホルダーの取り付け



- 滴定セルホルダーの緑のロックレバーを押します。
- 滴定セルホルダーを三脚ロッド上にスライドさせます。
- 固定するには、緑のロックレバーを希望する高さで放してください。

5.4 吸着カートリッジの充填

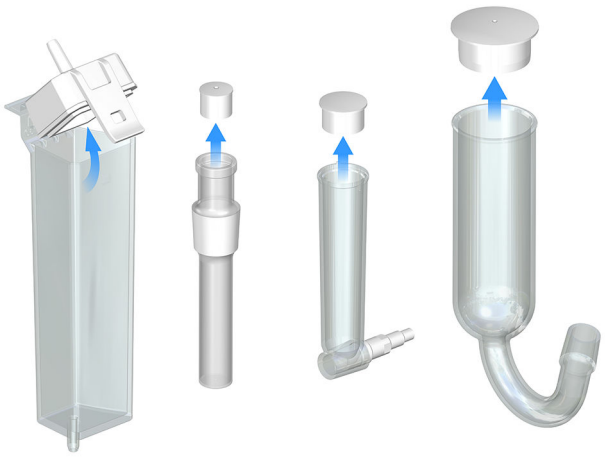
OMNIS 製品によって、さまざまな吸着カートリッジや乾燥管が使用可能です。

ﾃｰﾌﾞﾙ 5　使用可能な吸着カートリッジまたは乾燥管

吸着カートリッジ/乾燥管	製品番号	図
OMNIS Solvent Module 用吸着カートリッジ	6.01807.000	

吸着カートリッジ/乾燥管	製品番号	図
カールフィッシャー電量滴定セル用乾燥管	6.1403.030	
シリンダーユニット用乾燥管	6.1619.020	
OMNIS Dosing Module の場合の廃棄物ボトル用乾燥管	6.1609.000	

1 蓋をハウジングから取り除く



- 吸着カートリッジ:蓋をパッキンごとハウジングから取り外します。
- 乾燥管：蓋をハウジングから引き上げ、取り外します。

2 モレキュラーシーブ（ある場合）を取り除く

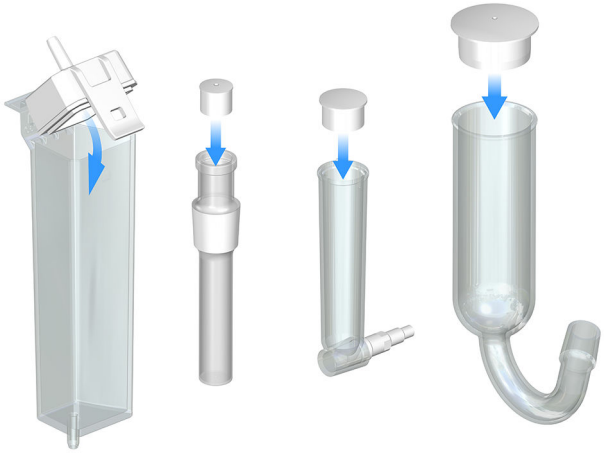
- モレキュラーシーブを取り除き、300 °C で乾燥キャビネット内で 24 時間以上再生します。デシケーターに入れて冷却し、その後ガラスボトルで密閉します。*カール フィッシャー滴定の FAQ* も参照してください。

3 モレキュラーシーブの充填

- 吸着カートリッジ：小さなコットンストッパーをハウジング下部に軽く差し込みます。気体の流れを可能にするため、脱脂綿は強く押し込まないでください。ハウジングをハウジング端の約 1 cm 下までモレキュラーシーブで充填します。
- 乾燥管：小さなコットンストッパーをモレキュラーシーブ上に載せます。気体の流れを可能にするため、コットンは強く押し込まないでください。

4 ハウジングを蓋で密閉する

ハウジングと蓋の間のパッキン面が清潔で乾燥しており、充填剤の残りが付着していないことを確認してください。



- 吸着カートリッジ:蓋をパッキンごとハウジング側に引っ掛けて固定し、カチッと密閉します。
- 乾燥管:ハウジングを蓋で密閉します。

通常の湿度環境においては、モレキュラーシーブを 6 週間ごとに交換してください。
ドリフトの増加は、モレキュラーシーブが飽和しており、そのため空気中の水分がカール フィッシャー電量滴定セルに入り込んでいることを示しています。
ヒント:
モレキュラーシーブを交換した後、日付を吸着ハウジング上に記入してください。

5.5 カール フィッシャー電量滴定セルの装備

注意
鋭い縁による切り傷の危険
損傷したガラス部品またはガラス片による切り傷。
- ガラス部品 (例えば電極やボトルなど) は、注意深く慎重に取り扱います。
- 破損していないガラス部品だけを使用してください。
- 破損したガラス部品はただちに廃棄してください。

カール フィッシャー電量滴定セルの準備

前提条件：

- 発生電極のの乾燥管(6.1403.030)が脱脂綿とモレキュラーシーブで充填されていること *(21 ページ, 「吸着カートリッジの充填」を参照)*。
- ドージングモジュールを使用する場合：試薬交換用乾燥管(6.1619.020)が脱脂綿とモレキュラーシーブで充填されていること。

必要な付属品:

- 指示電極、発生電極、乾燥管など *(11 ページ, 3.1.2 章を参照)*

1 撹拌子をカール フィッシャー滴定セルに配置します。

2 グランドジョイントスリーブを適切な長さに切断します。フリンジがないことに注意してください。

3 グランドジョイントスリーブを電極と乾燥管のジョイント上に動かします。さらに、アプリケーションバリエーションによってグランドジョイントスリーブをアダプターに動かします。

カール フィッシャー電量滴定セルの装備

前提条件：

- カール フィッシャー滴定セルが準備されていること。

1 モレキュラーシーブが充填された乾燥管を発生電極に挿入します。

2 発生電極を後部の大きいグランドジョイント開口部に挿入します。

3 指示電極を左側のグランドジョイント開口部に挿入します。

4 青いコードの付いた電極ケーブルを指示電極に締め付けます。

5 グレーのコードの付いた電極ケーブルを発生電極に締め付けます。

6 セプタムを滴定セルの前側開口部にセットし、スクリューキャップを締め込みます。

スクリューキャップの締め付けは、すべてが密封される程度までとします。セプタムが曲がらないようにしてください。

7 カール フィッシャー滴定セルを充填します *(26 ページ, 「カール フィッシャー電量滴定セルの充填」を参照)*。

8 アプリケーションに応じて、必要なアダプターをアプリケーションバリーションにより開口部に挿入します。

以下も参照

11 ページ

5.6 カール フィッシャー電量滴定セルの充填

警告

化学薬品との接触

化学薬品は化学熱傷を引き起こすことがあります。

- 個人用保護具 (例えば防護メガネ、手袋など) を着用してください。
- 蒸発する危険物質の作業の際は吸引設備を使用してください。

ダイヤフラム付き発生電極の使用

前提条件：

- カール フィッシャー滴定セルには、ダイヤフラム付き発生電極が完全に装備されています。コンポーネントをオーブンで 50℃にて事前乾燥させます。

1 乾燥管を発生電極から取り外します。

2 約 5 mL の陰極液を発生電極に充填します。

3 乾燥管を発生電極に挿入します。

4 右のグランドジョイントストッパーをカール フィッシャー滴定セルから取り外します。

5 漏斗を使用して、滴定セル上の 100 mL マークに達するまで陽極液をカール フィッシャー滴定セルに充填します。

陽極液レベルは、陰極液レベルの約 1〜2 mm 上にします。

6 右のグランドジョイント開口部をグランドジョイントストッパー（グランドジョイントスリーブをセットした状態）で閉じます。

ダイヤフラムなしの発生電極の使用

前提条件：

- カール フィッシャー滴定セルには、ダイヤフラムなしの発生電極が完全に装備されていること。コンポーネントをオーブンで50℃にて事前乾燥させます。

1 右のグランドジョイントストッパーをカール フィッシャー滴定セルから取り外します。

2 ロートを使用して、約 100 mL の試薬をカール フィッシャー滴定セルに充填します。

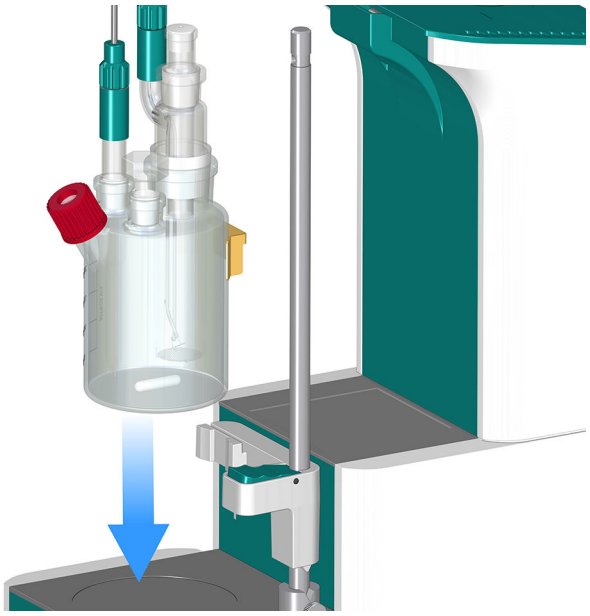
3 右のグランドジョイント開口部をグランドジョイントストッパー（グランドジョイントスリーブをセットした状態）で閉じます。

5.7 カール フィッシャー電量滴定セルの取り付け

前提条件：

- 三脚ロッドが調整リングおよび滴定セルホルダーとともに取り付けられていること *（マグネットスターラー付属品の取り付け、ページ19 参照）*。

1 **滴定セルの配置**

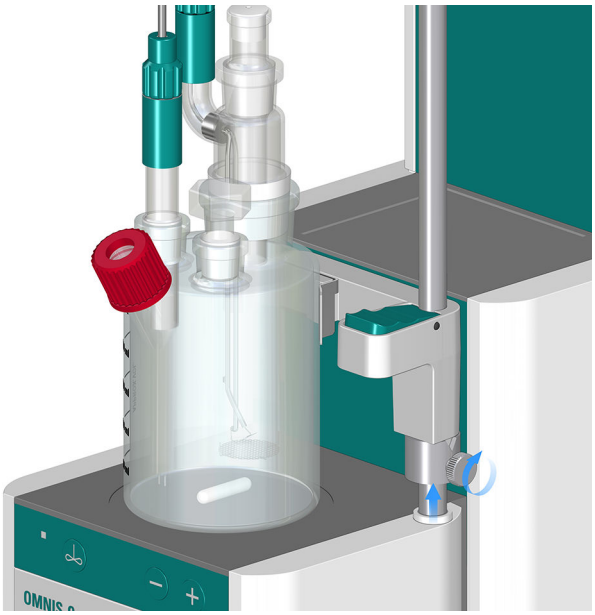


- カール フィッシャー電量滴定セルのメタルブラケットを滴定セルホルダーの上に動かします。

2 滴定セルのポジション確認

- 滴定セルはマグネチックスターラの中心に配置されていること。

3 調整リングの調整



- 調整リングを滴定セルホルダーの下にスライドさせます。
- 滴定セルホルダーのくさびが調整リングの刻み目に合うように調整リングを回します。
- 調整リングをローレット頭ネジを用い希望する高さで固定します。

調整リングは滴定セルホルダーの下部ストッパーとして機能します。ストッパーにより、滴定セルをマグネチックスターラへ正しく配置しやすくなります。

5.8 電極の接続

⚠ 注意

指示電極の損傷

指示電極は、発生電極のコネクタに接続する場合に損傷します。2 つの電極は同じプラグヘッドを有しており、間違って接続する可能性があります。装置にあるコネクタは異なります。

- 電極ケーブルのカラーコードと接続ソケットのマークに注意してください：
  - **グレーのコード**付きの電極ケーブルを **GENERATOR** コネクタに挿入し、発生電極をを取り付けます。
  - **青のコード**付きの電極ケーブルを電極インプットロ **INPUT 1** に挿入し、指示電極を取り付けます。

プラグを容易に差し込めない場合は、プラグがソケットにはまるまで、軽く力を入れてプラグを右または左に少し回します。

- プラグの赤い点を電極インプットロの刻み目に合わせます。
- プラグを、カチッとはまったのが感じられるまで差し込みます。

発生電極と指示電極の接続

前提条件：

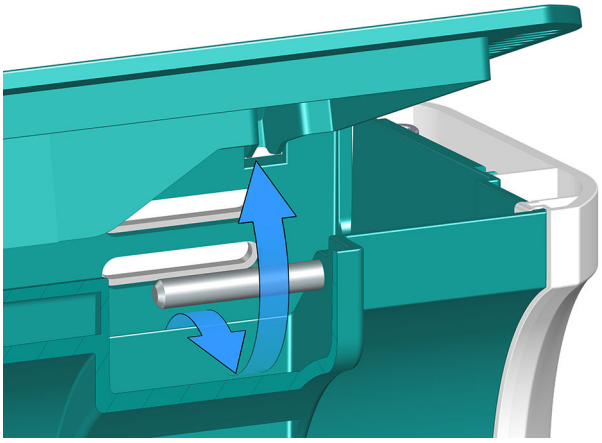
- グレーのコードの付いた電極ケーブルが発生電極に締め付けられていること。
- 青のコードの付いた電極ケーブルが指示電極に締め付けられていること。

1 OMNIS Coulometer または OMNIS Coulometer Module の蓋を開きます。

2 **グレーのコード**付きの電極ケーブルを **GENERATOR** コネクタに挿入します。

3 **青のコード**付きの電極ケーブルを電極インプットロ **INPUT 1** に挿入します。

4 ケーブルを外に引き出す



ケーブルをブリッジの下を通して外に出します。

5 蓋を閉じます。

5.9 電源コードの差し込み

警告

電圧による感電

電圧のかかっている部位への接触、または導電部が湿気を帯びることにより傷害を負う危険性があります。

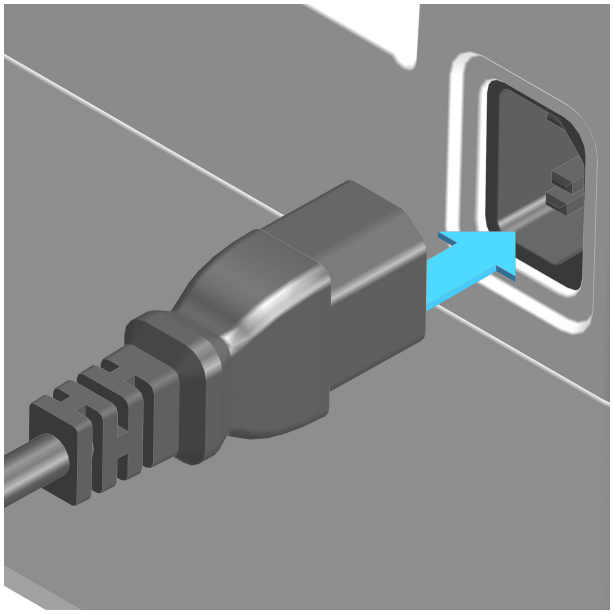
- 電源コードに接続されている間は、装置のハウジングを絶対に開かないでください。
- 導電部 (例えば電源装置、電源コード、接続ソケットなど) を湿気から保護してください。
- 湿気が装置内に浸入した恐れがある場合は、直ちに装置を電源から遮断してください。
- 電気部品および電子部品の保守作業および修復作業は、Metrohm 社からの有資格者のみが行うものとします。

必要な付属品:

- 電源コード :
  - 長さ: 最大 2 m
  - 導体の数: 3、保護接地付き
  - 導体断面積: 3x 最小 0.75 mm^2 / 18 AWG
- 装置プラグ:
  - IEC 60320、タイプ C13、10 A

- 電源プラグ:
  - 6.2122.XX0 (顧客要求事項に応じて)、最小 10 A

1



- 電源コードを製品の電源ソケットに差し込みます。許可されている電源コードのみを使用してください。
- 電源コードを動力源に接続します。
- 製品を無電流に切り替えるには、電源コードを動力源から切断します。

6 スタートアップ

6.1 Metrohm によるスタートアップ

システムのスタートアップは、基本的に地域の Metrohm 代理店によって行われます。

7 水分測定 電量滴定法

カールフィッシャー電量滴定は、カールフィッシャー法に基づく従来の水含有測定方法のバリエーションです。

7.1 OMNIS Coulometer - カールフィッシャー法に基づくクーロメトリーの原則

カールフィッシャー電量滴定は、カールフィッシャー法に基づく従来の水含有測定方法のバリエーションです。従来のメソッドは、緩衝物質としてヨウ素、二酸化硫黄、塩基のメタノール溶液を使用して動作します。水分を含むサンプルが滴定されると、複数の反応が進行しますが、これを以下の平衡式に要約することができます:

$$H_2O + I_2 + [RNH]SO_3CH_3 + 2\ RN \rightleftarrows [RNH]SO_4CH_3 + 2\ [RNH]I$$

I_2 は上記の式に従って、H_2O と定量的に反応します。この化学式は水分測定の基礎を形成します。

カールフィッシャー電量滴定必要なヨウ素は電気化学的手段 (「電子ビュレット」) によってヨウ化物含有電解質中に直接生成されます。電荷量と生成されたヨウ素の量の間には厳格な量的関係があり、ヨウ素の高精度の吐出に使用されます。カールフィッシャー電量滴定メソッドは**絶対測定**であるため、試薬ファクターを測定する必要はありません。ヨウ素を生成する反応が 100%の電流効率で行われることを確認してください。現在入手可能であるすべての試薬は、これが保証されています。

終点指示は一定の強度の交流をダブル Pt 電極に印加するボルタンメトリーで行われます。これにより、Pt ワイヤ間で電圧差が発生します。最小量の遊離ヨウ素が生じると、すぐにこれが急激に減少します。この状況は滴定の終点を算出するために使用されます。

7.2 OMNIS Coulometer - 水標準液を使用した作業

認定された水標準液

完全に統合されたシステムとしての装置を検証するため、水分が 1.00 ± 0.003 mg/g および/または 0.10 ± 0.005 mg/g である認定された市販の水標準液を使用してください。

1.0 mg/g の水標準液は使いやすいので、お勧めします。

ﾃｰﾌﾞﾙ 6　推奨計量範囲

水標準液 1.0 mg/g	0.2～2.0 g
水標準液 0.1 mg/g	0.5～5.0 g

7.3 OMNIS Coulometer - サンプル添加

本章では、サンプル添加についてのいくつかの注記を説明します。ここでは、このテーマを完全に取り扱うことはできません。詳細の注記については、試薬メーカーの文献および次の **Metrohm Application Bulletins** をご覧ください：

Bulletin No.	題名
No. 137	カールフィッシャー法に基づいた電量法水分測定
No. 142	非爆発性ガス中のカールフィッシャー法に基づく水分測定
No. 145	KF 気化法に基づくプラスチックの水分を含まない測定
No. 209	絶縁油、炭化水素およびその製品におけるカールフィッシャー法に基づく電量法水分測定

サンプル量のサイズ

できる限り多くのサンプルを、同じ電解液で滴定でき、滴定時間が短くなるよう、サンプル計量を小さくする必要があります。ただし、サンプルは 50 µg H_2O 以上を含むようにしてください。次の表は、サンプル量の目安を示しています。

ﾃｰﾌﾞﾙ 7　推奨のサンプル量

サンプルの水分	サンプル量	結果として生じる水分
10000 ppm = 1 %	10～100 mg	100～1,000 µg
1000 ppm = 0.1 %	100 mg～1 g	100～1,000 µg
100 ppm = 0.01 %	1 g	100 µg

サンプルの水分	サンプル量	結果として生じる水分
10 ppm = 0.001 %	5 g	50 µg

液体サンプルを使った作業

液体サンプルはシリンジを使って提供されます。サンプルは 2 つの方法で注入できます。

- 長いニードルの付いたシリンジを使用し、注射中に試薬に浸します。
- 短いニードルの付いたシリンジを使用し、最後の一滴をニードルに吸い込みます。

サンプル量を再測定して注入されたサンプル量を測定することが最良です。

微量測定と検証にはガラスシリンジを使用してください。Metrohm は、これを特別なシリンジメーカーから購入することを推奨します。

揮発性の高いサンプルや粘度が低いサンプルは、サンプリング前に冷却してください。それによって作業中の損失を防ぎます。ただし、結露が発生する可能性があるため、シリンジを直接冷却しないでください。同様の理由により、あらかじめ冷却されたサンプルを注入したシリンジに空気を注入しないでください。

粘度の高いサンプルは、加熱することによって流れやすくなります。その場合、シリンジも加熱してください。適切な溶媒を使用して希釈することによっても、同様の目的を達成することができます。この場合、溶媒の水分を測定し、ブランク値として差し引いてください。

サンプルに**微量の水分**しか含まれていない場合、シリンジをきちんと乾燥させてください。可能であれば、溶液を何度か吸い上げ、廃棄することにより、シリンジをサンプル溶液をすすいでください。

固体サンプルを使った作業

粉末、ペースト、油脂、油などの固体サンプルは、可能であれば適切な溶媒で抽出または溶解してください。得られた溶液を注入するため、溶媒に対するブラインド値補正を行ってください。

固体サンプルに対して適切な溶媒を見つけられなかった場合、あるいはサンプルがカールフィッシャー試薬で反応する場合には、カールフィッシャーオーブンを使用してください。

7.4 OMNIS Coulometer - 最適な作業条件

一般事項

ダイヤフラムのない発生電極付きできちんと乾燥した滴定セルが稼働している場合、ベースラインドリフトには約 30 分以内に到達します。Metrohm は、この時間にに滴定セルを複数回注意して振ることを推奨します。

ダイヤフラム付きの発生電極の場合、準備時間は約 2 時間かかると予想されます。

100 µg 未満の水分量を正確に測定するには、使用する前に滴定セルを一晩コンディショニングすることも好ましいです。

ドリフト

≤ 4 µg/min の範囲での一定のドリフトは正常です。ただし、より少ない値であっても十分に可能です。高くて安定した値の場合、ドリフトを補正できるので、通常は良好な結果を得られます。

ドリフトが高いままになっている場合、滴定セルがアクセスできない場所に水が溜まっている場合があります。この場合、セルを振ることによって値が下がります。液面より上の滴定セルに滴が形成されていないことを確認してください。

ダイヤフラム付きの発生電極で作業を行う場合、滴定セルの壁が軽く濡れる程度にセルを振ってください。

液体が滴定セルの蓋に触れないようにしてください。

セルを振った後もドリフトが長時間高いままである場合、電解液を交換してください。陰極液は週に一回交換してください。

陰極液に水分が含まれていることも、ドリフトが高い原因となる可能性があります。水分が含まれている陰極液は、KF 一成分試薬を使って乾燥させることができます。

指示電極

新し指示電極は、表面形成のために一定の慣らし時間が必要となる場合があります。これにより、滴定時間が非常に長くなり、高い測定結果となる場合があります。ただし、この現象は短時間の使用で解消されます。新しい指示電極の設定を促進するため、装置を例えば一晩コンディショニングできます。

Metrohm は、セルから生成されたヨウ素が指示電極への最短経路を有するように攪拌方向を選択することを推奨します。経路が長いとドリフト値が変動する可能性があります。

指示電極が汚れている場合には、研磨剤（研磨セット 6.2802.000 または歯磨き粉）を使って注意して掃除することができます。クリーニング後はエタノールですすぎます。

指示電極の 2 本の Pt ワイヤは、できる限り平行に配置してください。電極を取り付ける前に、Pt ワイヤを確認してください。

8 操作と制御

8.1 操作

製品は OMNIS Software により操作することができます。OMNIS Software に関する詳細情報は *OMNIS Help* をご覧ください。

8.1.1 オンにする、およびオフにする

注記

データの消失

(例えば端子台を介してなど) OMNIS 装置の電源を切断すると、不可逆的なデータの消失につながる可能性があります。装置を使用できなくなった場合、現地の Metrohm サービス担当者にお問い合わせください。

- 装置を安全にシャットダウンするためには、オン/オフスイッチ を 1 秒間押します。
- ステータス表示が消えるまで待ち、それから電源を切断してください。

1 OMNIS メイン装置をオンにする

オン/オフスイッチ を 1 秒間押します。

- ステータス表示が黄色に点灯します : スタートアッププロセスが進行中です。
- ステータス表示が黄色で点滅します:装置は OMNIS システムにより予約できます。
- ステータス表示が緑色で点灯します:装置は OMNIS システムにより予約され、運転準備が整っています。

2 OMNIS メイン装置をオフにする

オン/オフスイッチ を単純なビープ音が鳴るまで 1 秒間押します。

- ステータス表示は消え、OMNIS メイン装置はオフになります。

8.2 マグネチックスターラ – 操作

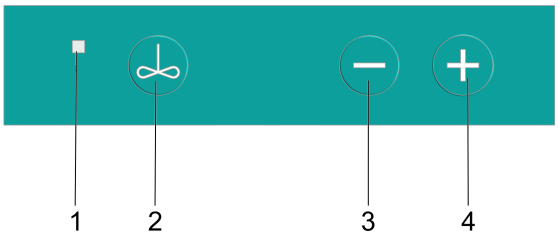


図 7　マグネチックスターラ– コントロールバー

1 **ステータス表示** マルチカラー	**2** **オン/オフ** *(39 ページ, 「マグネチックスターラをオンにする、およびオフにする」を参照)*
3 **撹拌速度の減速** *(40 ページ, 「マグネチックスターラの設定」を参照)*	**4** **撹拌速度の加速** *(40 ページ, 「マグネチックスターラの設定」を参照)*

ソフトウェア内のその他の機能

以下の機能は OMNIS Software を用いなくては実行できません (*OMNIS Help* 参照):

- **ボタンを無効にする**
  マグネチックスターラはソフトウェアを通してしか操作することはできません。
- **ロッドスターラ用のボタンを切り替える**
  マグネチックスターラのボタンはプロペラスターラを操作します。
- **攪拌方向を設定する**

8.2.1 マグネチックスターラをオンにする、およびオフにする

1 **マグネチックスターラをオンにする**

ボタン を押します。

マグネチックスターラは最後に使用した撹拌速度で攪拌します。

2 マグネチックスターラをオフにする

ボタン を再び押します。

マグネチックスターラが一時停止します。

マグネチックスターラが高速の撹拌速度で動いている場合、オフにする前に撹拌速度を落としてください。

または、OMNIS Software の *マニュアル操作* でマグネチックスターラをオンまたはオフにします。

8.2.2 マグネチックスターラの設定

撹拌速度は 15 段階に設定可能です。

前提条件：

マグネチックスターラがオンになっていること。

1 撹拌速度の段階的な上昇

ボタン を押します。

ボタンを押す毎に、撹拌速度が 1 段階ずつ上昇します。現在の撹拌速度は OMNIS Software 内の**マニュアル操作**に表示されます。

2 撹拌速度を低下させる

ボタン を押します。

ボタンを押す毎に、撹拌速度が 1 段階ずつ低下します。現在の撹拌速度は OMNIS Software 内の**マニュアル操作**に表示されます。

または、OMNIS Software の *マニュアル操作* で撹拌速度を設定します。

撹拌方向は OMNIS Software 内の**マニュアル操作**でのみ設定できます。

8.3 試薬交換

次の場合、電解液を交換してください：

- 滴定セルが一杯である。
- KF 試薬のキャパシティがなくなった。
- ドリフトが高すぎて、滴定セルを振っても改善されない。
- 滴定セル内に 2 相混合物が形成されている。この場合、サンプル相のみを吸引することも可能です。

使用済みの電解液を吸引して取り除くことが最善です。この利点は、滴定セルを分解する必要がないということです。さらに、開いていないので、湿気が滴定セルに入り込むことはありません。

ひどく汚れている場合にア h、滴定セルを適切な溶媒ですすぎ、同様に排出します。

ダイヤフラム付き発生電極の場合には、陰極液を週に一回交換してください。長期間使用すると、陰極空間に黒ずみや黄色い沈殿物が発生する場合があります。不快な臭いも陰極液の長期使用のしるしです。

8.3.1 ドージングデバイスを使った試薬交換

ドージングデバイスを使って試薬を交換する場合、使用済みの試薬は FEP チューブを通じてカール フィッシャー滴定セルからシリンダーユニットに排出されます。使用済みの試薬は、廃棄ポートに接続されている FEP チューブを通じてシリンダーユニットから廃棄物ボトルに排出されます。

必要に応じて滴定セルを複数回すすいでクリーニングしてください。

新しい試薬はリキッドアダプタから FEP チューブを通じてシリンダーユニットに注入されます。新しい試薬はシリンダーユニットから FEP チューブを通じて滴定セルに注入されます。

排液チップは、注入された後に新しい試薬で満たされています。測定中に液体が排液チップから滴定セルに流れないようにするため、乾燥管を通じて乾燥空気がシリンダーユニットに吸引されます。乾燥空気は残りの液体と共に排液チップから滴定セルに排出されます。これにより、滴定セルは測定前に完全に乾燥させることができます。

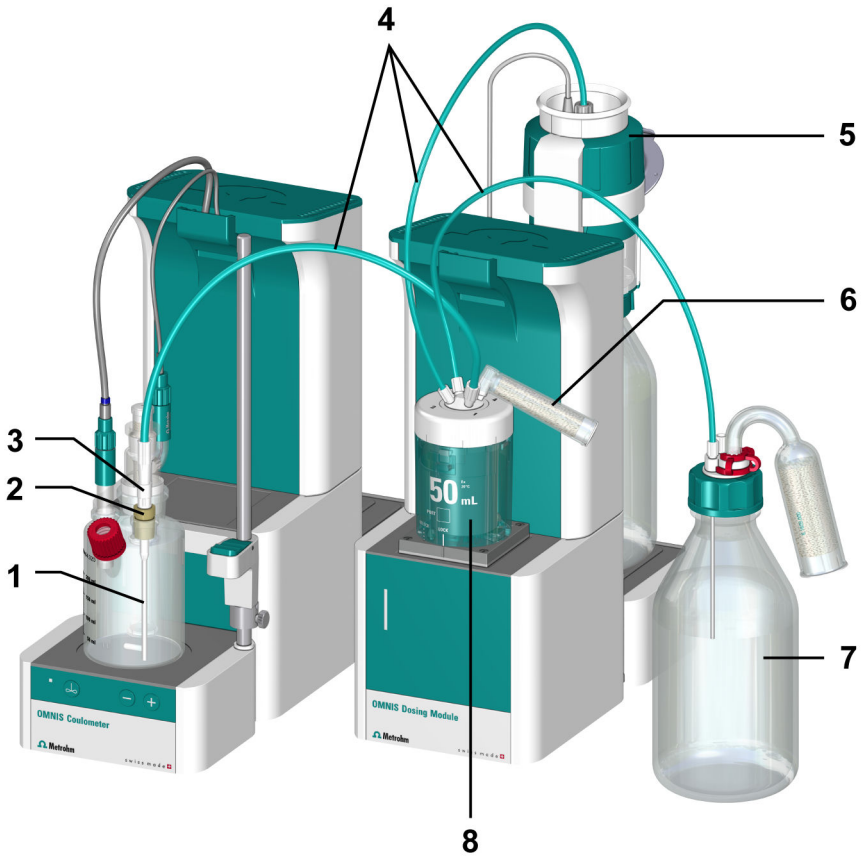


図 8　OMNIS Dosing Module を使った試薬交換 - 例

1	**排液チップ (6.1543.200)** 拡散防止バルブなし	**2**	**試薬交換用ストッパー(6.1446.060)** グランドジョイントスリーブ付き (6.2713.000)
3	**試薬交換用アダプター(6.2730.030)** ニップルおよび O リング付き	**4**	**FEP チューブ(6.1805.100)**
5	**OMNIS Liquid Adapter (6.01600.010)** KF 試薬を含むボトルに	**6**	**シリンダーユニット用乾燥管 (6.1619.020)**
7	**廃棄物ボトル(6.1608.030)**	**8**	**シリンダーユニット OMNIS 50 mL (6.01503.250)**

ドージングデバイスを使って試薬を交換する場合、図のようなホースが必要です。このために、以下のように手順を実行します：

試薬交換の準備

前提条件：

- グランドジョイントストッパーが右のグランドジョイント開口部から取り外されていること。

必要な付属品:

- (42 ページ, 図-8 を参照)

1 ストッパーの組み立て

- アダプターのニップルを O リングとともにストッパーにねじ込みます。
- 拡散防止バルブを排液チップから取り外します。
- 排液チップをストッパーに押し込みます。
- グランドジョイントスリーブをストッパーの上にかぶせます。
- ストッパーを、排液チップおよびグランドジョイントスリーブとともに、滴定セルの右のグランドジョイント開口部に挿入します。
- 排液チップを、容器の底部に触れるまで滴定セルに押し込みます。

2 滴定セルとシリンダーユニットの連結

- 1 番目の FEP チューブを排液チップにねじ込みます。
- FEP チューブの別の端をシリンダーユニットの吐出ポートにねじ込みます。

3 シリンダーユニットと廃棄物ボトルの連結

- 2 番目の FEP チューブをシリンダーユニットの廃棄ポートにねじ込みます。
- FEP チューブの別の端を廃棄物ボトルにねじ込み、使用済みの試薬を滴定セルから吸引し、シリンダーユニットを通じて廃棄物ボトルに排出します。

4 シリンダーユニットとリキッドアダプタの連結

- 3 番目の FEP チューブをシリンダーユニットのフィルポートにねじ込みます。
- FEP チューブの別の端をリキッドアダプタにねじ込み、新しい試薬をシリンダーユニットを通じて滴定セルに注入します。

5 乾燥管の取り付け

乾燥管を空いているポートにねじ込みます。

8.3.2 OMNIS Solvent Module を使った試薬交換

OMNIS Solvent Module を使って試薬を交換する場合、使用済みの試薬は PTFE チューブを通じてカール フィッシャー滴定セルから吸引され、廃棄物ボトルに排出されます。

必要に応じて滴定セルを複数回すすいでクリーニングしてください。

新しい試薬は OMNIS Solvent Module を通じて滴定セルに供給されます。

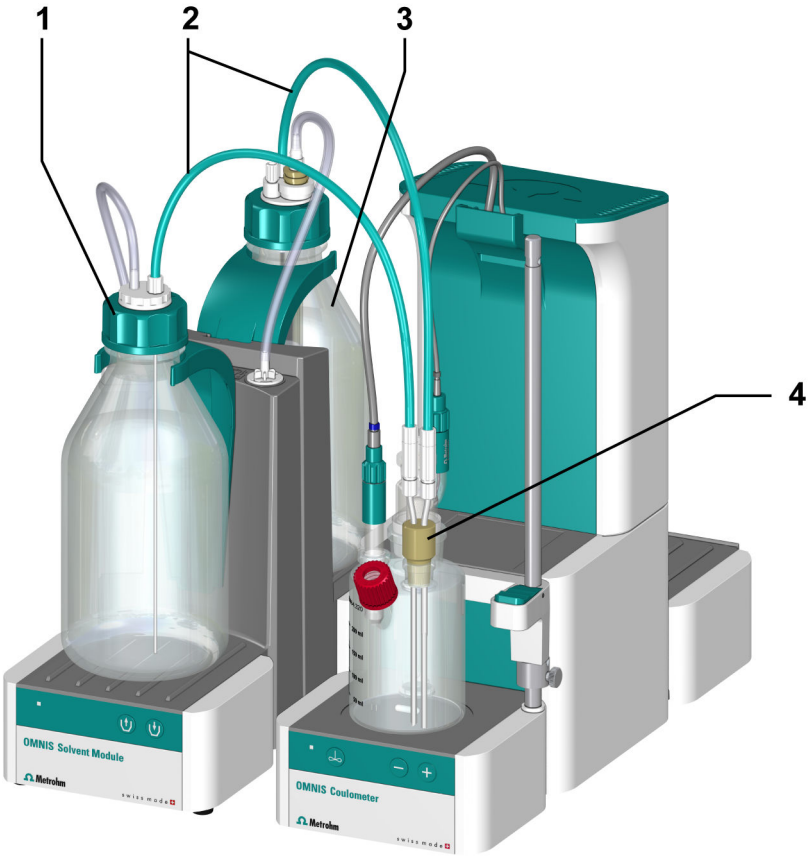


図 9　OMNIS Solvent Module を使った試薬交換

1	**Siphon Breaker (6.01600.200)** KF 試薬を含むボトルに	**2**	**PTFE チューブ (6.1805.200)**
3	**廃棄物ボトル(6.1608.030)**	**4**	**試薬交換用アダプター(6.1446.220)** グランドジョイントスリーブ付き (6.2713.000)

OMNIS Solvent Module を使って試薬を交換する場合、図のようなホースが必要です。このために、以下のように手順を実行します：

試薬交換の準備

前提条件：

- グランドジョイントストッパーが右のグランドジョイント開口部から取り外されていること。

必要な付属品:

- *(44 ページ, 図-9 を参照)*

1 アダプターの取り付け

- グランドジョイントスリーブをアダプターの上にかぶせます。
- アダプターを、排液チップ付きのグランドジョイントスリーブとともに滴定セルの右のグランドジョイント開口部へ下向きに挿入します。

2 滴定セルと廃棄物ボトルの連結

- 1 番目の PTFE チューブを閉じた排液チップにねじ込みます。
- PTFE チューブの別の端を廃棄物ボトルにねじ込み、使用済みの試薬を廃棄物ボトルに排出します。

3 滴定セルと Siphon Breaker の連結

- 2 番目の PTFE チューブを開いた排液チップにねじ込みます。
- PTFE チューブの別の端を新しい試薬の Siphon Breaker にねじ込み、新しい試薬をシリンダーユニットを通じて滴定セルに注入します。

8.3.3 手動の試薬交換

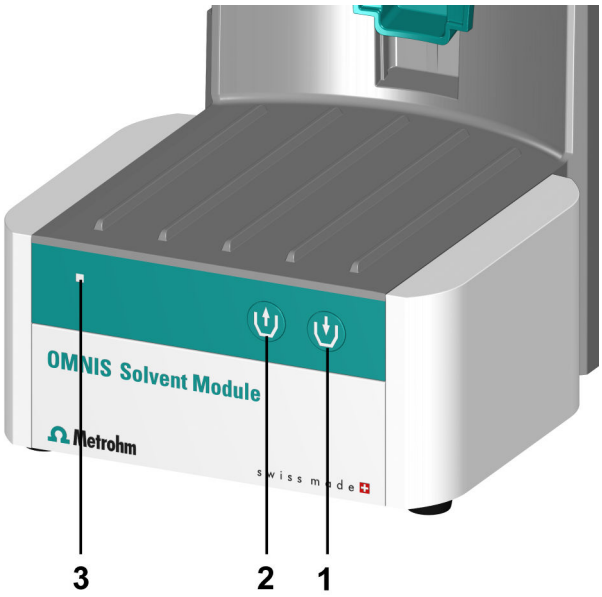


図 10 OMNIS Solvent Module – 表示および操作エレメント

1 **添加ボタン**
液体 (溶媒) を滴定セルに供給します

2 **吸引ボタン**
廃液（廃棄物）を滴定セルから吸引します

3 **ステータス表示**
マルチカラー

前提条件：

- OMNIS Solvent Module が接続されていること。
- 溶媒ボトル、廃棄物ボトルおよびカール フィッシャー滴定セルが完全に取り付けられ、付属のチューブと接続されていること。

1 KF 滴定セルを手動で空にする

OMNIS Solvent Module の ボタンを押します：

OMNIS Solvent Module はカール フィッシャー滴定セルから廃棄物ボトルへの廃棄物の吸引を開始します。

様々なバリエーションが可能です:

- 長押し (> 1 s):ボタンを離すまで吸引は続きます。それによりこの吸引時間が保存されます。
- 短く押す (≤ 1 s):吸引は保存された吸引時間分行われます。もう 1 度ボタンを押すと、早く終了させることができます。

2 KF 滴定セルの手動充填

OMNIS Solvent Module の ボタンを押します：

OMNIS Solvent Module はカール フィッシャー滴定セルから廃棄物ボトルへの廃棄物の吸引を開始します。

様々なバリエーションが可能です:

- 長押し (> 1 s):ボタンを離すまで吸引は続きます。それによりこの吸引時間が保存されます。
- 短く押す (≤ 1 s):吸引は保存された吸引時間分行われます。もう 1 度ボタンを押すと、早く終了させることができます。

試薬交換は OMNIS Software により自動で実行することも可能です。詳細情報は以下を参照してください：*https://www.metrohm.com*。

9 メンテナンス

9.1 メンテナンス

誤動作を防ぎ、長い耐用期間を保証するため、製品を定期的にメンテナンスしてください。

- Metrohm では、年間サービスの枠内で Metrohm AG の専門スタッフに製品のメンテナンスを実施させることを推奨しています。頻繁に腐食性化学物質で作業が行われる場合は、より短い間隔でのメンテナンスが必要です。
- この説明書に記載されているメンテナンス作業のみを行ってください。その他のメンテナンス作業および修理は、地域の Metrohm サービス代理店にお問い合わせください。地域の Metrohm サービス代理店では、いつでも全 Metrohm 製品のメンテナンスおよび維持に関する専門的な助言を提供しております。
- メーカーの技術要件に適合するスペアパーツのみを使用してください。純正のスペアパーツはこの要件を常に満たしています。

9.2 製品表面のクリーニング

誤動作を防ぎ、長い耐用期間を保証するため、製品を定期的にクリーニングしてください。

- こぼれた化学物質溶媒は、即座に取り除いてください。
- プラグ接続を汚れから保護してください。

警告

化学有害物質

腐食性化学物質との接触は、中毒または化学熱傷の原因となることがあります。

- 個人用保護具 (例えば防護メガネ、手袋など) を着用してください。
- 蒸発する危険物質の作業の際は吸引設備を使用してください。
- 汚れた表面をクリーニングします。
- クリーニングする材料に対して望ましくない副反応を起こさない洗剤のみを使用してください。
- 化学的に汚染された物質 (例えば洗浄用の材料) は規定に従って廃棄してください。

警告

電圧

電圧との接触は、重傷または死亡事故に繋がる恐れがあります。

- 製品は、状態に不具合のない場合にのみ操作します。ハウジングも無傷でなければなりません。
- 製品は、カバーが取り付けられた状態でのみ使用できます。
- 電圧のかかるパーツ (例えば電源装置、電源コード、接続ソケットなど) を湿気から保護してください。
- 電気部品のメンテナンス作業および修理は、毎回地域の Metrohm サービス代理店に依頼してください。

前提条件：

- 製品のスイッチがオフになっており、動力源から切断されていること。

必要な付属品：

- クリーニングクロス (柔かく、毛羽立ちがないもの)
- 水またはエタノール

1. 表面を湿った布でクリーニングします。大まかな汚れはエタノールで取り除きます。
2. 表面を乾いた布で拭き上げます。
3. コネクタを乾いた布でクリーニングします。

10 問題処理

障害やエラーのメッセージは、制御ソフトウェアまたは組込ソフトウェア (たとえば装置のディスプレイ上など) に表示され、以下の情報が含まれています：

- 障害の原因の説明 (たとえばブロックされている駆動システムなど)
- 制御における問題の説明 (たとえば足りないパラメータ、または無効なパラメータなど)
- 問題解決に関する情報

ステータス表示エレメントを有するシステムコンポーネントでは、さらに赤色の点滅 LED によって障害およびエラーに対して信号を出します。

製品における問題処理は、ほとんどの場合、制御ソフトウェアあるいはエンベデッドソフトウェアによってのみ可能です (たとえば初期化、定義されたポジションに移動するなど)。

以下も参照

14 ページ

10.1 カール フィッシャー滴定

問題	原因	修正
コンディショニング中のドリフトが非常に高い。	滴定セルが密閉されていない。	▪ パッキンとセプタムをチェックします。必要に応じて交換します。 ▪ モレキュラーシーブを交換します。

問題	原因	修正
ドリフトが滴定を行うごとに高くなる。	サンプルは水を非常にゆっくり放出する。	▪ メソッドを調整します。 ▪ 可溶加剤を加えます。 ▪ 温度が高い時に作業を行います（必要に応じて KF オーブンを使用）。 ▪ 専門文献を参照してください。
	副反応が発生する。	▪ 特殊な試薬を使用します。 ▪ メソッドを調整します（温度が高い/低い時に作業する、外部抽出）。 ▪ 専門文献を参照してください。
	pH 値が最適範囲にない。	バッファーを加えます（専門文献を参照）。
滴定が終了しない。	滴定セルが密閉されていない。	▪ パッキンとセプタムをチェックします。必要に応じて交換します。 ▪ モレキュラーシーブを交換します。
	終了基準が適切でない。	制御パラメータを調整します（ハンドブック/使用するソフトウェアのヘルプを参照）。 ▪ 終了ドリフトを高くします。 ▪ 短い安定時間を選択します。
	下記も参照：ドリフトが滴定を行うごとに高くなる。	
サンプルが過剰滴定される。	カールフィッシャー試薬のメタノール割合が低すぎる。	▪ カールフィッシャー試薬を交換します。 ▪ 溶媒混合物で作業を行う場合には、可溶加剤の割合を減らします。専門文献を参照してください。
	電極が覆われる場合がある。	電極をエタノールまたは適切な溶媒を使って拭き取ります。

問題	原因	修正
溶液の色が滴定を行うごとに暗くなる。		カールフィッシャー試薬を交換します。
	電極が覆われる場合がある。	電極をエタノールまたは適切な溶媒を使って拭き取ります。
	電極がショートしている。	▪ Pt ワイヤを点検します。 ▪ 電極の確認をオンにします。
終点への到達が速すぎる。	制御範囲外の吐出速度が大きすぎる。	ユーザー定義の滴定速度を選択し、吐出速度を下げます(ハンドブック/使用するソフトウェアのヘルプを参照)。

10.2 強制シャットダウン

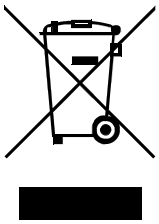
前提条件:

OMNIS メイン装置がオフにならないこと。

1 オン/オフスイッチをビープ音が短い間隔で鳴るまで 8 秒間押します。

ビープ音が 2 秒間なります。ステータス表示は消え、OMNIS メイン装置はオフになります。

11 廃棄



環境と健康に与える悪影響を減らすため、化学薬品および製品を適正に処分してください。地方自治体、廃棄物処理サービスまたは業者は、廃棄に関する詳細情報を提供しています。欧州連合内における中古電気機器の適正な廃棄では、WEEE-EU 指令 (WEEE = 電気機器の廃棄とリサイクル) を遵守してください。

12 技術仕様

12.1 環境条件

公称機能範囲	+5 〜 +45 °C	相対湿度最高 80%において、無結露
保管	+5 〜 +45 °C	相対湿度最高 80%において、無結露
使用高さ/圧力範囲	最高 海抜 3,000 m / 最小 700 mbar	
過電圧等級	II	
汚染レベル	2	

12.2 OMNIS Coulometer - 電源

定格電圧範囲	100〜240 VAC ± 10 %	
定格周波数の範囲	50〜60 Hz ± 3 %	
消費電力	最大 100 W	
保護		
内部ヒューズ	4 ATH	ユーザーによる交換禁止

12.3 OMNIS Coulometer - スペック

寸法

幅	142 mm
高さ	358 mm
奥行	
マグネチックスターラ無し	284 mm
マグネチックスターラ付き	400 mm

重量

タイプ	
マグネチックスターラ無し	4.4 kg
マグネチックスターラ付き	5.1 kg

12.4 マグネチックスターラ – スペック

寸法

幅	142 mm
高さ	70 mm
奥行	116 mm

重量 700 g

12.5 OMNIS Coulometer - ハウジング

材質

蓋	PET	ポリエチレンテレフタレート
後部パネル	AW-5754 H12/H22	アルミニウム、塗装仕上げ
床	1.4301	ステンレススチール
カバー	PBT	ポリブチレンテレフタレート

フロントホイル	PET	ポリエチレンテレフタレート、マット加工
IP 保護等級	IP40	

12.6 マグネチックスターラ – ハウジング

材質

蓋	PBT	ポリブチレンテレフタレート
床		クロム鋼
カバー	PBT	ポリブチレンテレフタレート
フロントホイル	PET	ポリエチレンテレフタレート
IP 保護等級	IP40	

12.7 仕様 操作

コントロールバー	スターラー、回転数

12.8 仕様 操作

ボタン	on/off
コントロールバー	スターラー、回転数

12.9 仕様 コネクタ

動力源		電源接続による
ソケット		IEC 60320、 タイプ C14、10 A
電源コード		
長さ	最大 2m	
導体の数	3	保護接地付き
導体断面積	最小 0.75 mm^2 / 18 AWG	
プラグ		
装置側		IEC 60320、 タイプ C13、10 A
建物側		国特有の
MDL	Metrohm Device Link	コネクタ 4 個
HID	HID インターフェースデバイス	コネクタ 1 つ
LAN	ローカルエリアネットワーク	
タイプ	イーサネット CAT 6	
ソケット	RJ45	被覆された
ケーブルタイプ	最小 F/FTP	被覆された
ケーブル長	最大 10m	Metrohm 付属品から *(3 ページ, 「付属品の表示」を参照)*
内部測定インターフェース		
インプット 1		
ソケット		丸型プラグ 7 極、 サイズ 0、45°
ポテンショメータ用	pH、ISE、Redox	電位電極用の測定口

温度	温度	自動温度補正のための Pt1000 または NTC タイプの温度センサー用の電極インプットロ
偏光子	偏光子	分極性電極用の測定口
インプット 2		
ソケット		丸型プラグ 7 極、サイズ 0、45°
ポテンショメータ用	pH、ISE、Redox	電位電極用の測定口
温度	温度	自動温度補正のための Pt1000 または NTC タイプの温度センサー用の電極インプットロ
GENERATOR	ソケット	丸型プラグ、2 極
	発電機出力	試薬生成用

12.10 仕様 ディスプレイ

ステータス表示	LED	マルチカラー式

12.11 発電機の仕様

定電流発電機（Brom 1492 用）

電流範囲	0.5 ～ 60.0 mA
電圧範囲	0.0 ～ 29.0 V

高電流発電機（KFC 水および BRC 臭素指数用）

電流範囲	50.0 ～ 400.0 mA
低電圧範囲	0.0 ～ 29.0 V
高電圧範囲	0.0 ～ 39.0 V

カールフィッシャー法による水分測定用ヨウ素生成

測定範囲	0.01 ～ 200.0 mg H_2O	推奨される水分量
分離度	0.1 µg H_2O	
滴定速度	最大 2.24 mg H_2O/min	
再現性	±3 µg H_2O	10 µg の場合 ～ 1000 µg H_2O サンプル : 試薬メーカーの標準
	≤0.3 %	>1000 µg H_2O

12.12 仕様 測定

ポテンショメータ用

測定範囲	–2400 ～ +2400 mV	
	-13 ～ +20 pH	
分離度	1.56 µV	
	0.001 pH	
測定の正確さ	±0.5 mV	–2000 mV ～ +2000 mV の測定範囲で
	±0.003 pH	
入力抵抗	≥ $1*10^{12}$ Ω	
オフセット電流	≤ ±$1*10^{-12}$ A	

温度

Pt1000		
測定範囲	–150 ～ +250 °C	
分離度	約 0.002 °C	
測定の正確さ	±0.4 °C	–20.0 ～ +150.0 °C の測定範囲で
NTC 30 kOhm		
測定範囲	-5 ～ +250 °C	
測定分解能	約 0.002 °C	
測定の正確さ	±0.6 °C	測定範囲 +10.0 °C ～ +40.0 °C

偏光子

Ipol DC

分極電流	–200.0 ～ +200.0 µA	0.5 µA 毎に設定可能
測定範囲	–2400 ～ +2400 mV	
測定分解能	0.1 mV	
Ipol AC		
分極電流	5µA, 10µA, 20µA, 30µA	実効値
測定範囲	0 ～ +1700 mV	実効値
測定分解能	0.1 mV	実効値
周波数	10 Hz	

Upol DC

分極電圧	–2000 mV ～ +2000 mV	5 mV 毎に設定可能
測定範囲	–200.0 µA ～ +200.0 µA	
測定分解能	0.01 µA	

電極インプットロの負荷 Ipol

R_L*max. ±10µA*	240 kΩ
R_L*max. ±50µA*	48 kΩ
R_L*max. ±100µA*	24 kΩ

電極インプットロの負荷 Upol

R_L*min. ±300 mV*	1.5 kΩ
R_L*min. ±600 mV*	3 kΩ
R_L*min. ±1000 mV*	5 kΩ

測定の正確さ

センサーエラーなし、標準状態、測定間隔 100 ms で、全ての測定範囲に適用される

標準状態

相対湿度	≤ 60 %	
環境温度	+25 °C (±3 °C)	
装置の状態		最低 30 分稼働

12.13 マグネチックスターラ – 仕様

回転数設定範囲	+1 〜 +15	（上から見て）反時計回転方向
	–1 〜 –15	（上から見て）時計回転方向
レベル毎の回転数変化	120 rpm	
最大回転数	1800 rpm	