



Application Note AN-K-068

1台で水分測定と中和測定 - 電位差自動滴定装置&カールフィッシャー水分計

Reliable and reproducible water content determination in parallel to an aqueous potentiometric titration

容量法カールフィッシャー水分計による水分測定は、世界でも最も重要な分析法の一つです。OMNISタイトレーターとOMNISサンプルロケットから構成されるOMNISシステムは、様々な製品およびマトリックスにおける水分の完全自動測定が可能です。OMNISサンプルロケットは、複数の異なる滴定を同時に行うことができます。この技術資料では、同じ

システムで中和滴定と同時に行われた容量法カールフィッシャー水分測定の測定結果を説明します。水分測定は同時に行われている水溶液を用いた滴定から影響を受けないため、同じ自動システム上で電位差自動滴定とカールフィッシャー水分測定を組み合わせることできます。

動画御覧いただけます。

サンプルとサンプル前処理

この実験は、水分濃度が $15.71\% \pm 0.07\%$ である酒石酸ナトリウム二水和物(認証標準物質)で検証されています。

また、サンプル準備は必要ありません。

実験

測定は、Dis-Cover機能を備えたOMNISサンプルロボットS、OMNISトーチンクモジュール、およびOMNIS プロフェッショナル滴定装置で行われます。(滴定装置には容量法カールフィッシャー水分測定用の指示電極および中和滴定用のpH電極が装備されています。)
サンプルが秤量されたサンプルヒーカーにDis-

Coverのフタをしてラックに置きます。自動的に、OMNISサンプルロボットはサンプルヒーカーをワークステーションに運び込み、水分測定の直前にヒーカーのフタを外し、容量法カールフィッシャー用の溶媒が添加され、終点まで滴定されます。並行して、同じOMNISサンプルロボットの2番目のワークステーションで中和滴定を実行しました。

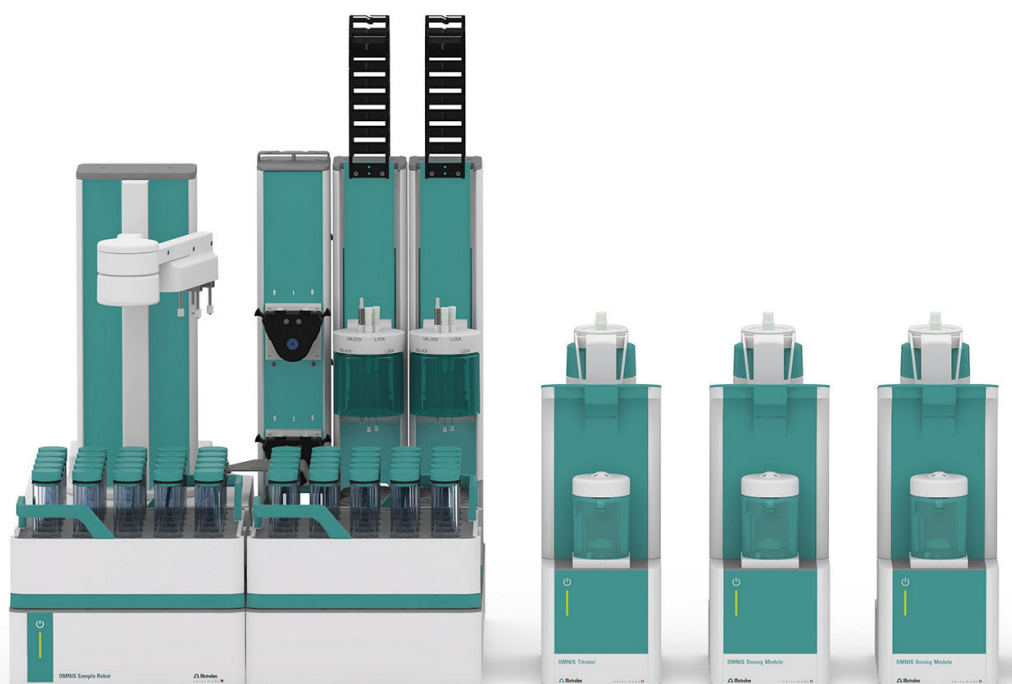


図 1. Dis-Cover機能を備えたOMNISサンプルロボットS、OMNISドージングモジュール、およびOMNIS プロフェッショナル滴定装置 (滴定装置には容量法カールフィッシャー水分測定用の指示電極および中和滴定用のpH電極が装備されています。)

結果

中和滴定を同時に行いましたか、ここでは水分測定結果の再現性に焦点を当てているため、水分測定結果のみを示します。水分濃度は、再現性のある結果が得られます。測定された酒石酸ナトリウム二水和

物の水分測定結果は15.67%($n=6$ 、変動係数 $SD(rel)=0.3\%$)でした。これは認証値の許容範囲内でした。

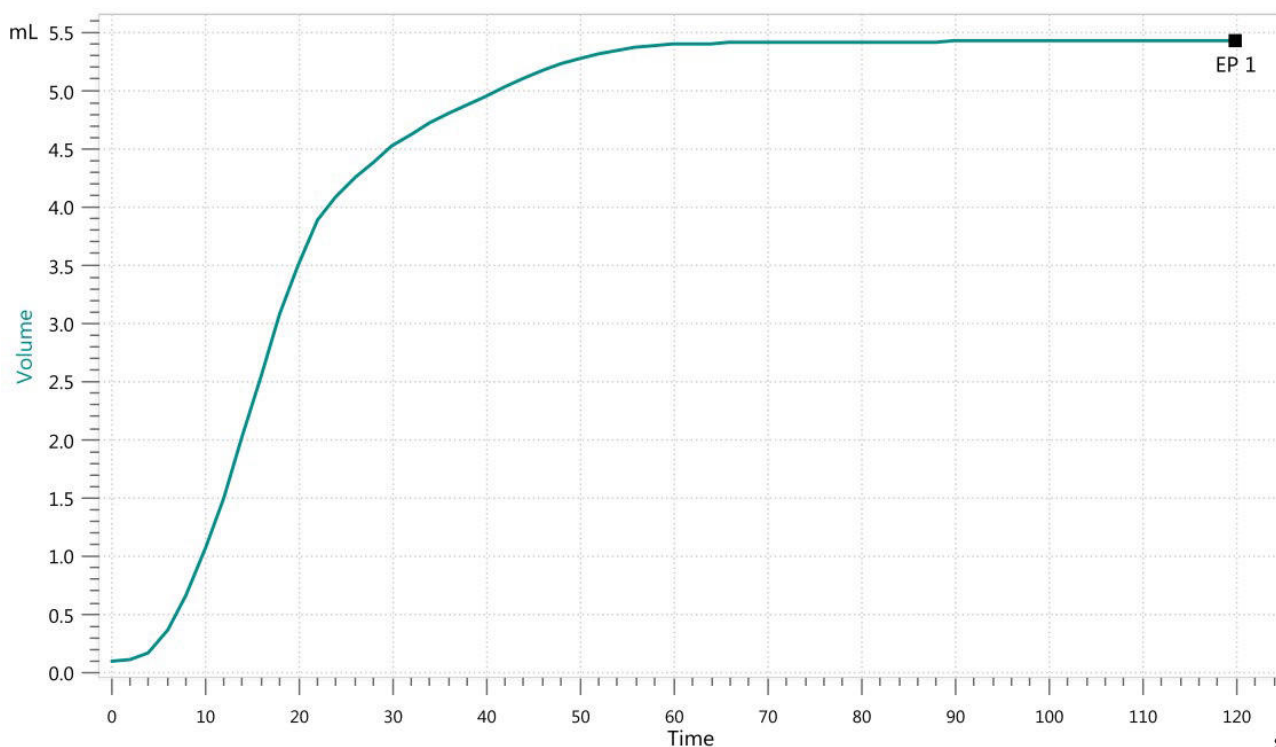


図 2. 酒石酸ナトリウム二水和物の水分測定曲線

結論

カールフィッシャー水分測定は、サンプルの水分濃度を測定するための正確で信頼性の高い方法です。この実験では、自動OMNISシステムでの電位差自動滴定に加えて、水分濃度の同時測定が可能であることを示しています。電位差自動滴定は、容量法カー

ルフィッシャー水分測定を妨げることはありません。同じOMNISシステムで容量法カールフィッシャー水分測定と並行して水溶液を用いた滴定を実行しながら、信頼性の高い水分測定が可能です。

Internal reference: AW ISE CH-0180-122021

CONTACT

メトロームジャパン株式会
社
143-0006 東京都大田区平
和島6-1-1
null 東京流通センター アネ
ックス9階

metrohm.jp@metrohm.jp

装置構成



Pick and Place S

サイズ S の OMNIS Sample Robot Pick&Place を組み立てるためのメインモジュールです。このモジュールにはモジュールキャリアおよびラックキャリアが含まれます。これには既にメインリフトとクリッハーが装備されています。完全動作する Sample Robot に拡充するためには、サンプルラックとクリッハーフィンカーに加えて、Pick&Place モジュールやホンプモジュールなどのワークステーションが必要となります。このコンポーネントの選択は、アプリケーションに合わせて行われます。



Pick and Place

OMNIS Sample Robots Pick&Place のモジュールキャリアへの取り付けのためのモジュール。このワークステーションに、分析用のサンプルヒーカーが収容されます。分析の合間に、使用されたセンサーはPick&Placeモジュールの保管用ヒーカーにて洗浄、または保管されます。分析中に攪拌する場合は、このワークステーションでは別個のフロヘラスターラーを使用しなければなりません。



Peristaltik (2)

OMNIS Sample Robots Pick&Place のモジュールキャリアへの取り付けのためのモジュール。このワークステーションには、洗浄ホンプおよび排液ホンプが装備されています。これは、Pick&Place モジュール内のセンサーを洗浄したり、分析後のサンプルヒーターをラックに戻す前に空にするために使用されます。



OMNIS Rod Stirrer Sample Robot

固定取り付けケーブル (2.5 m) で OMNIS Sample Robot に直接接続するロットスターラ。



OMNIS Professional Titrator

終点滴定および当量点滴定 (等量/変動) のための革新的なモジュール式の電位差 OMNIS Titrator です。3S OMNIS Liquid Adapter テクノロジーにより、化学薬品の取り扱いに関してはこれまでにないほどの安全性を誇ります。滴定装置は測定モジュールおよびシリンダーユニットによって自由にコンフィグレーションすることかてき、必要に応じてスターラーで拡張することも可能です。他の滴定モジュールまたはトーションクモジュールによる並行滴定のためのファンクションライセンス「Professional (フロフェッショナル)」を含みます。

- コンピューターまたはローカルネットワークを介した制御
- 他のアプリケーションまたは補助溶液のための他の滴定モジュールまたはトーションクモジュールを4つまで接続可能
- マクネチックスターラおよび/またはロットスターラによる拡張が可能
- 様々なシリンダーサイズに対応: 5、10、20、50 mL
- 3S テクノロジーによる OMNIS Liquid Adapter: 化学物質の安全な取り扱い、メーカーのオリジナル試薬テータの自動転送

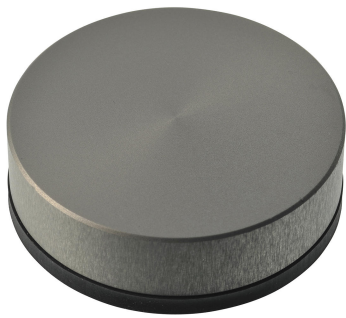
測定モードおよびソフトウェアオプション:

- 終点滴定: ファンクションライセンス「Basic (ヘーシック)」
- 終点滴定および当量点滴定 (等量/変動): ファンクションライセンス「Advanced (アトハンス)」
- 5つの並行滴定を伴う終点滴定および当量点滴定 (等量/変動): ファンクションライセンス「Professional (フロフェッショナル)」



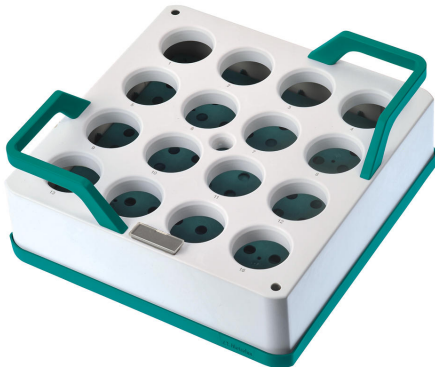
OMNIS

滴定/トーションク用追加ヒュレットによって拡張するためのOMNIS滴定装置への接続のためのトーションクモジュールです。別個の滴定スタントとして用いるためのマクネチックスターラもしくはフロヘラスターラによって拡張可能です。5、10、20、50 mLのシリンダーユニットが自由に選択可能です。



OMNIS120 mLKF Dis-Cover16

OMNISサンプルフロートヒック&フレイスシステムのサンプルヒーカー6.01400.200、6.01400.300および6.01400.303でのカールフィッシャー容量滴定法のためのハッキン付き蓋。



OMNIS16 x 120 mL(PP)

16個のサンプルヒーカーに適した OMNISサンプルフロートヒック&フレイスのための OMNISサンプルラック。以下のサンプルヒーカーの使用が可能です： 6.01400.200、6.01400.300、6.01400.303。

合成樹脂: ホリフロヒレン (PP)



OMNIS 20 mL

OMNIS 滴定装置、滴定モジュール、もしくはトーシンクモジュールのためのインテリシエントなシリコンチューブ 20 mL。トーシンクチューブ、拡散防止ヒュレットチップを含む。

OMNIS

A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

OMNIS

Windows™コンピュータ上のOMNISソフトウェアをスタントアローン操作することが可能になります。

特徴:

- ライセンスには、既に1つのOMNISデハイスライセンスが含まれています。
- メトローム・ライセンシングポータルにて、アクティブ化する必要があります。
- 他のコンピュータに移行することはできません。

OMNIS

A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

OMNIS

A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE



OMNIS Stand-Alone: 1

OMNIS Stand-Aloneシステム内の他の1台のOMNIS 装置稼働用装置セット1台。

以下の装置に対応しています:

- OMNIS 装置
- Metrohm USB 装置
- RS-232 装置(例: 天秤等)

KFT

OMNIS滴定システムのコンティショニングによるカールフィッシャー容量滴定法のファンクションライセンス。

Pt ()

自動カール フィッシャー滴定に用いられる指示電極 (直径 = 5.3 mm、固定式ケーブル 2 m)。

Pt1000 dUnitrode

Pt1000 温度センサー内蔵のデジタル複合 pH 電極。これらは、特に以下に適しています:

- 困難な、または粘性の高い、あるいはアルカリ性のサンプルでの pH 測定および滴定
- 高温時
- 長期測定

固定クラントジョイントタイアフラムは汚れに対して耐性があります。

参照電解液(さんしょうてんかいえき): $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$ 、保存液で保管。

あるいは: $T > 80^\circ \text{C}$ での測定用参照内部液: Idrolyte、Idrolyte で保管。

dTrode は OMNIS Titrator にて使用できます。