



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サンフルロホ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サンフルロホットは、複数の異なる滴定を同時に実行することができます。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積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。水分測定は同時に実行さ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ができます。

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、サンフ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サンフルロットS、OMNISトーションクモジュール、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。)

サンフルか秤量されたサンフルヒーカーにDis-

Coverのフタをしてラックに置きます。自動的に、OMNISサンフルロットはサンフ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サンフルロットの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サンフルロット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が、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 $SD(\text{rel})=0.3\%$) でした。これは認証値の許容範囲内でした。

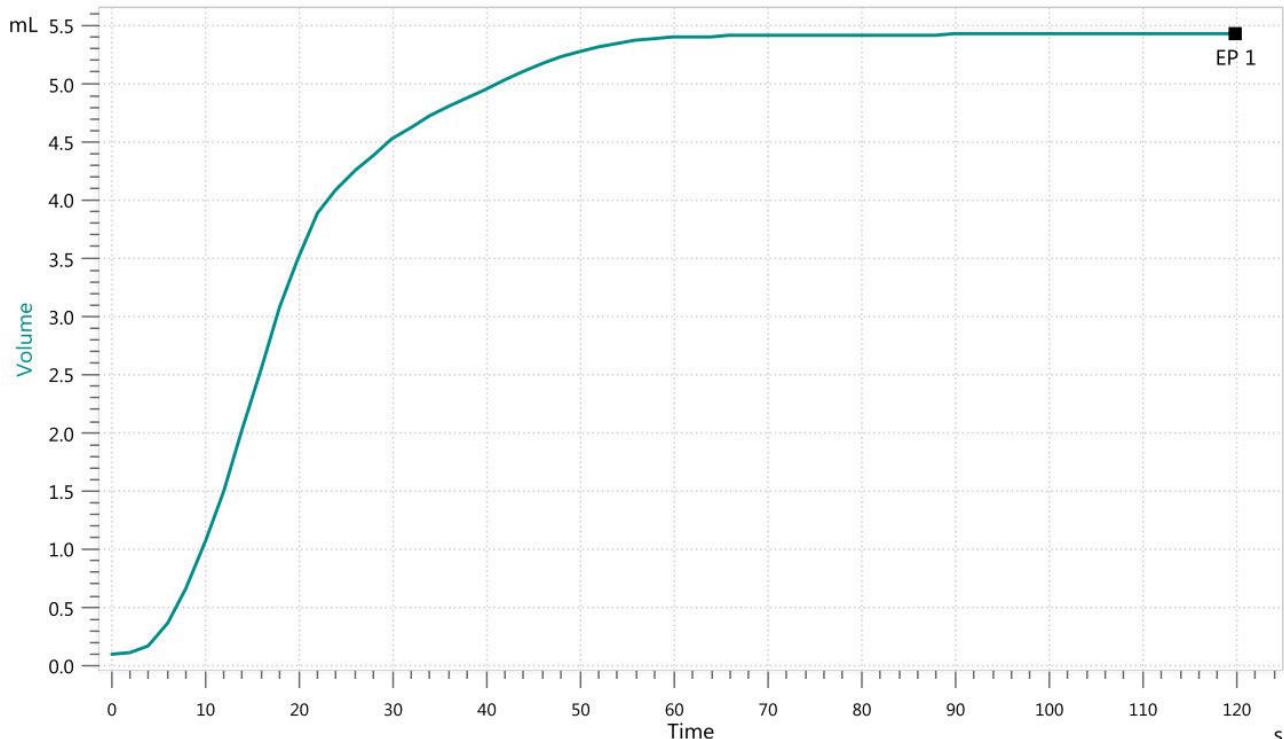


図 2. 酒石酸ナトリウム二水和物の水分測定曲線

結論

カールフィッシャー水分測定は、サンフ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、容量法カーリ

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パ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、サンフルラックとクリッパーフィンカーに加えて、Pick&Place モジュールやポンフ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。このコンホーネントの選択は、アフ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、分析用のサンフ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、洗浄ホンフおよび排液ホンフ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カ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ドスター。



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ト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でき、必要に応してスターク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 (プロフェッショナル)」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クによる拡張が可能
- 様々なシリントーサイズに対応: 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葉データの自動転送

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 (ベーシック)」
- 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 (アドバンス)」
- 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 (プロフェッショナル)」



OMNIS

滴定/トーシ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クによって拡張可能です。5、10、20、50 mLのシリントーユニットが自由に選択可能です。



OMNIS120 mLKF Dis-Cover16

OMNISサンフルロホットヒック&フレイスシステムのサンフルヒーカー6.01400.200、6.01400.300および6.01400.303でのカールフィッシュヤー容量滴定法のためのハッキン付き蓋。



OMNIS16 x 120 mL(PP)

16個のサンフルヒーカーに適合した OMNISサンフルロホットヒック&フレイスのための OMNISサンフルラック。以下のサンフ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、滴定モシュール、もしくはトーシンクモシュールのためのインテリシエントなシリナーユニット 20 mL。トーシンクチューフ、拡散防止ヒュレットチップを含む。

OMNIS

A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

OMNIS

WindowsTMコンピューター上の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テハイスクライセンスが含まれています。
- メトローム・ライセンシンクホータルにて、アクティフ化する必要があります。
- 他のコンピューター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テシタル複合 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フルでの pH 測定および滴定
- 高温時
- 長期測定

固定クラントシ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): $c(KCl) = 3$ mol/L、保存液で保管。

あるいは: $T > 80^\circ C$ での測定用参考内部液: Idrolyte、Idrolyte で保管。

dTrode は OMNIS Titrator にて使用できます。