



Application Note AN-K-072

# 4433 HYDRANAL™ NEXTGEN Coulomat AG-FI – 電量法カールフ イッシャー水分測定のためのイミタ ソールフリー試薬を用いた実験検証

## Test measurements using imidazole-free reagent for coulometric Karl Fischer titration

カールフィッシャー反応の反応定数は、pH値に依存しています。したがって、カールフィッシャー試薬には安定したpHとそれに伴う安定した反応を確保するためのハフナー物質が添加されています。イミタソールは、カールフィッシャー試薬において広く使用されるハフナー物質として知られています。2012年、欧州連合はイミタソールが人間の健康または環境に対するリスクとなるかどうかを明らかに

するために、物質評価の対象としてイミタソールを選択しました。2015年にイミタソールはCMR物質として分類され、H360D（胎児に損傷を与える可能性がある）という記述が追加されました。一方で、イミタソールを含まない他の試薬も購入可能です。この技術資料では、34433 HYDRANAL™ NEXTGEN Coulomat AG-FIを用いた実験結果を要約しています。

## サンプルとサンプル前処理

異なる3種類の水標準品を使用しました。

1. 34828HYDRANALTM水標準1.0
2. 34446HYDRANALTM水標準0.1PC

3. 34748HYDRANALTM水標準 KF水分気化装置用 220~230° C

液体の水標準品はシリンジを用いて測定容器に直接添加しました。水分気化装置向け水標準品(固体)は、ハイアルヒンに分取した後、セフタムキャップで密栓しました。

## 実験

一連の測定 (n = 6) は、タイアフラムの無い発生電極(一液型)を用いて 2 つの水標準品 (液体:1 および 2、0.5 ~ 2.9 g の間で様々なサンプル分取量を変えて) 行われました。またタイアフラム付き発生電極(二液型)についても同様に6回の繰り返し測定を行いました。そのとき 陰極液には 34840

HYDRANALTM Coulomat CG を5 mL 用いました。さらに、気化装置向け水標準品 (3; 50 ~ 70 mg の間の様々なサンプル分取量を変えて)においても6回の繰り返し測定を行いました。その時の気化温度は 230° C でした。

## 測定結果

次の3つの表に、測定結果を示します。

表1. タイアフラムなし発生電極(一液型)を使用した水分測定結果(n = 6)

水標準品	回収率	相対偏差 s (abs)	変動係数 s (rel)
1(1000 ppm)	100.1%	0.056%	0.06%
2(100 ppm)	104.9%	0.654%	0.62%

表2. タイアフラム付き発生電極(二液型)を使用した水分測定結果(n = 6)

水標準品	回収率	標準偏差 s (abs)	変動係数 s (rel)
1(1000 ppm)	100.9%	0.298%	0.30%
2(100 ppm)	104.1%	1.446%	1.41%

表3. タイヤフラム付き発生電極(二液型)を使用した水分測定結果(n = 6)

水標準品	回収率	標準偏差 s (abs)	変動係数 s (rel)
3 (5.55%)	99.29%	0.325%	0.33%

## 結論

測定結果は、イミタソールを含まない試薬を使用することで、正確かつ再現性のあることを示しています。

回収率は、97~103%(1000 ppmと%オーターの水標準品1、3)および90~110%(100ppmの水標準品2)でした。水分濃度が低い100ppm水標準品の変動

係数および標準偏差は、1000ppm水標準品と比較して高くなっていますか許容範囲内でした。

電量法カールフィッシャー水分計のメソットを変更する必要はありません。デフォルトのメソットのままで使用できます。

## 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

## 測定システム



### OMNISKF

OMNISタイトレーターKFは、カールフィッシャー容量滴定法のためのハッケーシー式を提供します。このハッケーシーには、ホテシヨメトリックエントポイント滴定用マクネチックスターラーを備えたOMNIS Basic滴定装置、コンティシヨニク付きファンクションユニットKFT、OMNISソルヘントモジュール、およびカールフィッシャー容量滴定法付属品一式が含まれています。

3SリキットアタフタとOMNISソルヘントモジュールを使用した非接触試薬処理による試料添加後の自動滴定開始と最大安全性により、ユニークなユーザーフレンドリーなメリットが得られます。

# OMNIS

A WHOLE NEW LEVEL OF PERFORMANCE

## OMNIS

Windows™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。
- 他のコンピューターに移行することはできません。