

# 硝酸銀溶液の標定 (JIS K 8001)

関連規格: JIS K 8001 (2017) 試薬試験方法通則

## 測定概要

JIS K 8001 試薬試験方法通則には、試薬の試験に関する共通事項が規定されています。なお、この規格と個別規格との間に相違がある場合には、個別規格によるものとするに記載されています。付属書 JA.6.4 n) 0.1 mol/L 硝酸銀溶液の標定方法には、指示薬としてウラン溶液を入れ、終点を色で判別する方法と電極を用いて終点を検出する電位差滴定方法が規定されています。本シートでは電位差滴定方法で 0.1 mol/L 硝酸銀溶液のファクターを測定し、相対標準偏差 1 %未満の測定結果が得られました。

## 測定原理

硝酸銀溶液中の銀イオンは塩化ナトリウム中の塩化物イオンと反応し、塩化銀の沈殿を生じる。滴定は銀検出電極-参照電極間の電位差を記録しながら行う。当量点付近では急激な電位差の変化を生じるので、その点を終点として検出する。はかりとった塩化ナトリウムの質量と、終点までに滴下した硝酸銀溶液の滴下量より 0.1 mol/L 硝酸銀溶液のファクターを算出する。



## 装置構成

自動滴定装置 GT-310

電極 銀検出電極 105

参照電極 105(ダブルジャンクション型) (外部液:1M 硝酸カリウム溶液、内部液:1M 塩化カリウム溶液)

## 使用試薬

[ 滴定試薬 ] ■0.1 mol/L 硝酸銀溶液 (容量分析用)

[ 試薬 ] ■塩化ナトリウム (認証標準物質)

## 測定結果

試料名	試料採取量 (g)	滴定量 (mL)	ファクター	平均値	相対標準偏差 (%)
塩化ナトリウム	0.1548	26.5570	0.997	0.999	0.2
	0.1547	26.4762	1.000		
	0.1462	24.9947	1.001		

シート No.

GT-310-CH-004

化学

2/3

## 実験手順

1. 認証書に記載の条件で乾燥した塩化ナトリウム 0.14 g~0.17 g を 0.1 mg の桁まではかりとり、100 mL ビーカーへ移した。
2. 純水 50 mL を加えて溶解させた。
3. 0.1 mol/L 硝酸銀溶液で滴定した。

## 計算式

$$\text{ファクター}(f) = W / X1 / A1 \times X2 / 100$$

W: はかりとった塩化ナトリウムの質量 (g)

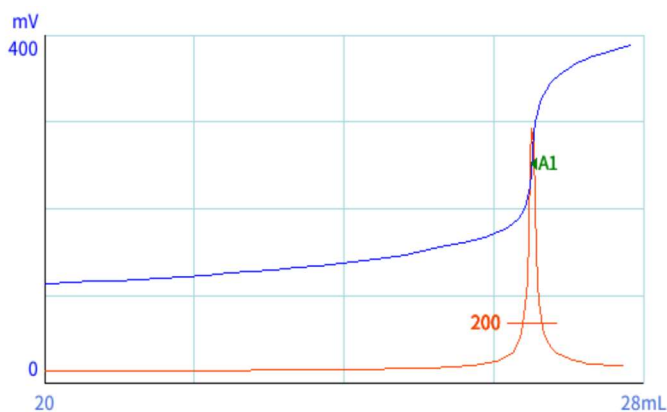
X1: 0.1 mol/L 硝酸銀溶液 1 mL に相当する塩化ナトリウムの質量を示す換算係数 (0.005844 g/mL)

A1: 滴定に要した 0.1 mol/L 硝酸銀溶液の体積 (mL)

X2: 塩化ナトリウムの純度 (99.98 %)

100: %の単位換算係数

## 測定データ



サンプル名	塩化ナトリウム	
滴定量	: 26.5570 mL	248.71 mV
測定開始	: 20.0000 mL	114.57 mV
測定終了	: 27.7620 mL	383.27 mV
測定時間	: 6分43秒	

## 滴定条件

- 下記に記載のないパラメーターは初期設定の数値を使用しています。

検出器	: mV
測定方法	: 一般滴定
滴定前待ち時間	: 10 s
プリセット1	: 容量*1
プリセット1 注入量	: 20 mL
滴下量制御方法	: 設定 [普通*2]
最大滴下量	: 300 $\mu$ L
最小滴下量	: 20 $\mu$ L
安定判断速度	: 設定 [速い*2]
安定判断基準電位差	: 2 mV
安定判断時間	: 3 s
終点1	: 変曲点
終点1 基準電位	: 350 mV
終点1 電位幅	: 500 mV
終点1 微分判定値	: 200 mV/mL
終点1 終点判定数	: 6 *3
最大滴定量	: 35 mL
過剰滴定量	: 1 mL

\*1:時間短縮のため使用しております。

\*2:設定以外のパラメーターも使用できます。

\*3:初期値を使用しています。

## その他

- 測定に使用する薬品のラベル表示や安全データシートを必ず確認し、充分注意して取扱ってください。
- 試薬の取扱い時には保護めがねや手袋などの保護具を着用ください。
- 定期的参照電極の内・外部液の交換を行ってください。
- 測定前に銀検出電極の研磨を行ってください。表面に黒ずみなどがあると応答性が悪くなります。