

# 硝酸銀溶液の標定(上水試験法)

関連規格：上水試験法（2011 年版） III-2, 3. 塩化物イオン

## 測定概要

上水試験方法における塩化物イオンの定量(モール法)では 0.01 mol/L 硝酸銀溶液を滴定試薬とします。そのファクターの測定方法は指示薬としてクロム酸カリウム溶液を入れ、終点を色で判別します。本シートではモール法の代わりに電位差滴定法で 0.01 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。採取した塩化ナトリウム溶液の要領と、終点までに滴下した硝酸銀溶液の滴下量より 0.01 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 ] ■0.01 mol/L 硝酸銀溶液 (容量分析用)

[ 調製試薬 ] ■0.01 mol/L 塩化ナトリウム溶液・・・525 ℃で 45 分間乾燥し、硫酸デシケーター中で放冷した塩化ナトリウム(認証標準物質)0.5844 g を 1 L メスフラスコに採り、精製水で溶かして全量を 1 L とした。

## 測定結果

| 試料         | 試料採取量<br>(mL) | 滴定量<br>(mL) | ファクター | 平均値   | 相対標準偏差<br>(%) |
|------------|---------------|-------------|-------|-------|---------------|
| 0.01 mol/L |               | 24.9873     | 1.001 |       |               |
| 塩化ナトリウム    | 25            | 24.9215     | 1.004 | 1.003 | 0.2           |
| 溶液         |               | 24.9310     | 1.004 |       |               |

## 実験手順

## 〔 空試験 〕

1. 純水 45 mL を 100 mL トールビーカー\*に加えた。
2. 0.01 mol/L 塩化ナトリウム溶液 5 mL をホールピペットで 100 mL トールビーカーに分取した。
3. 0.01 mol/L 硝酸銀溶液で滴定した。

## 〔 本滴定 〕

1. 0.01 mol/L 塩化ナトリウム溶液 25 mL をホールピペットで 100 mL トールビーカー\*に分取した。
2. 0.01 mol/L 硝酸銀溶液で滴定した。

\* 規格では色の変化を見やすくするため白磁皿を使用しているが、  
白磁皿では電極が液に浸漬しないため 100 mL トールビーカーを使用した。

## 計算式

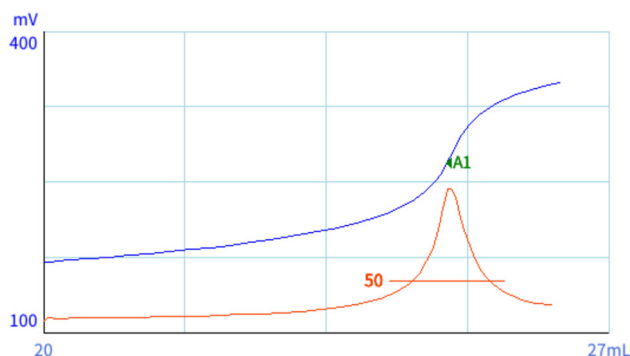
$$\text{ファクター}(f) = 20 / (A1 - B)$$

20: 本滴定の試料量(25 mL)から空試験の試料量(5 mL)を引いた値

A1: 本滴定に要した 0.01 mol/L 硝酸銀溶液の体積 (mL)

B: 空試験に要した 0.01 mol/L 硝酸銀溶液の体積 (=5.0081mL)

## 測定データ



|       |                    |          |
|-------|--------------------|----------|
| サンプル名 | 0.01 mol/L 塩化ナトリウム |          |
| 滴定量   | : 24.9873 mL       | 269.8 mV |
| 測定開始  | : 20.000 mL        | 171.2 mV |
| 測定終了  | : 26.377 mL        | 349.6 mV |
| 測定時間  | : 4 分 38 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。

| 空試験        |                          | 本滴定                      |
|------------|--------------------------|--------------------------|
| 検出器        | : mV                     | : mV                     |
| 測定方法       | : 一般滴定                   | : 一般滴定                   |
| プリセット 1    | : なし                     | : 容量 <sup>*1</sup>       |
| P1 注入量     | :                        | : 20 mL                  |
| 滴下制御方法     | : 設定 [普通 <sup>*2</sup> ] | : 設定 [普通 <sup>*2</sup> ] |
| 最大滴下量      | : 250 $\mu$ L            | : 250 $\mu$ L            |
| 最小滴下量      | : 20 $\mu$ L             | : 20 $\mu$ L             |
| 安定判断速度     | : 設定 [速い <sup>*2</sup> ] | : 設定 [速い <sup>*2</sup> ] |
| 安定判断基準電位差  | : 2 mV                   | : 2 mV                   |
| 安定判断時間     | : 3 s                    | : 3 s                    |
| 終点 1       | : 変曲点                    | : 変曲点                    |
| 終点 1 基準電位  | : 250 mV                 | : 250 mV                 |
| 終点 1 電位幅   | : 1000 mV                | : 1000 mV                |
| 終点 1 微分判定値 | : 50 mV/mL               | : 50 mV/mL               |
| 終点 1 終点判定数 | : 8                      | : 8                      |
| 最大滴定量      | : 10 mL                  | : 35 mL                  |
| 過剰滴定量      | : 0.5 mL                 | : 0.5 mL <sup>*3</sup>   |

\*1:電極の液絡部の浸漬及び時間短縮のため使用しています。

\*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。
- 定期的に参照電極の内・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。
- 測定は電極の液絡部を浸漬する必要があります。規格の溶媒量が少ない関係で、滴定開始時は液絡部が浸漬しない可能性があります。プリセット滴下後に浸漬していれば測定可能です。