HIRANUMA APPLICATION DATA

滴定データ COMシリーズ 「データNo O4

22/2/03

ファクタ

硝酸銀標準液の ファクタ標定

1. 測定の概要

硝酸銀標準液を用いた沈殿滴定により塩化物イオンや塩分を測定する方法は、滴定法において 広く用いられております。市販試薬の容量分析用グレードの標準液にはファクタが付属されてお りますが、必要に応じて定期的にファクタの確認をすることが望ましく、また実験室内で標準液 を調製した場合はファクタ標定が必要となります。また、滴定装置の動作確認をしたい場合にも、 標準試料を用いたファクタ標定による繰り返し精度の確認が有効です。硝酸銀標準液のファクタ 標定には、容量分析用標準物質の塩化ナトリウムを用いることが JIS K8001 や日本薬局方に定め られています。

本データシートでは、標準物質である塩化ナトリウムを純水に溶解して、0.1 mol/L 硝酸銀標準 液で電位差滴定を行ってファクタを標定しました。塩化ナトリウム 1 mol と硝酸銀 1 mol は式(1) により定量的に反応し、滴定曲線は変曲点を示します。

 \cdots (1) $NaCl + AgNO_3 \rightarrow AgCl \downarrow + NaNO_3$

参考文献:日本産業規格 JIS K8001 試薬試験方法通則

日本薬局方 第18改正

2.装置構成および試薬

(1)装置構成

: 自動滴定装置 COM シリーズ 本体

電極 : 銀比較複合電極 AGR-811

* AG-311 と RE-241 などその他の銀電極と銀比較電極

の組み合わせでも適用可能です

(2) 試薬

滴定液 : 0.1 mol/L (0.1 N) 硝酸銀標準液

標準試料: 塩化ナトリウム 容量分析用標準物質(認証値 純度 100.00 %)

[3.測定手順

- ① 100 mL ビーカに塩化ナトリウム約 0.1 g を採取し、0.1 mg の桁まで精秤します。
- ② 純水 50 mL と撹拌子を加え、試料を溶解します。
- ③ 電極を浸漬し 0.1 mol/L 硝酸銀で滴定を行ない、滴定曲線に現れる変曲点を終点として検出し ます。
- ④ 同様の操作で空試験を行ってブランクを求めます。



4. 測定条件例および測定結果

滴定条件例

ブランクの測定

コンディション No.	1							
メソッド	変曲点	検出	コンスタント No.	1		制御モード No.	16	*1
ビュレット No.	1		S:試料量	0	g	山越タイマ	0	秒
アンプ No.	2		B:ブランク mL	0	mL	滴加係数	0	
表示単位	mV		M:滴定液濃度	0.1	mol/L	滴加感度	0	mV
スタートタイマ	60	秒	F:ファクタ	0		待ち時間	3	秒
連続滴加 mL	0	mL	K:係数 1	0		待ち感度	3	mV
反応タイマ	0	秒	L:係数 2	0		ビュレット速度	2	
検出開始 mL	0.0	mL				最小滴加量	16	
検出感度	300		結果単位	mL				
過滴加 mL	0.5	mL	計算式	D				
最大滴加 mL	1	mL	小数点以下桁数	3				

^{*1:}このブランクでは、滴定 1 滴目で電極電位の最大変化を示すため、終点は 1 滴目以下になる。この終点を検出する場合は、Mode No.にブランクモードの機能が割り当てられている No.を設定する。 COM-A19 ならば Mode No.12~19

塩化ナトリウムによる標定

コンディション No.	2							
メソッド	変曲点検出		コンスタント No.	2		制御モード No.	4	
ビュレット No.	1		S:試料量	0	g	山越タイマ	0	秒
アンプ No.	2		B:ブランク mL	0.01	mL	滴加係数	9	
表示単位	mV		M:滴定液濃度	0.1	mol/L	滴加感度	0	mV
スタートタイマ	60	秒	F:ファクタ	1.0000	*2	待ち時間	3	秒
連続滴加 mL	0	mL	K:係数 1	58.440	*3	待ち感度	3	mV
反応タイマ	0	秒	L:係数 2	0		ビュレット速度	2	
検出開始 mL	1.0	mL				最小滴加量	40	
検出感度	300		結果単位	Fact2				
過滴加 mL	0.5	mL	計算式					
最大滴加 mL	20	mL	S*F*1000/(K*M*(D-B))					
			小数点以下桁数	4				

*2: 塩化ナトリウムの純度/100

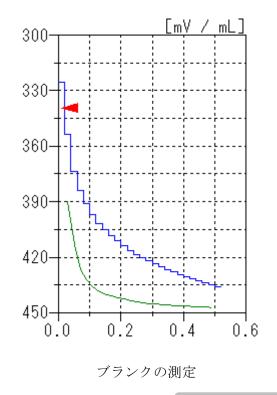
*3:1 mol の硝酸銀と反応式(1)により反応する塩化ナトリウムの質量 (g) 塩化ナトリウムの式量(58.44)になる

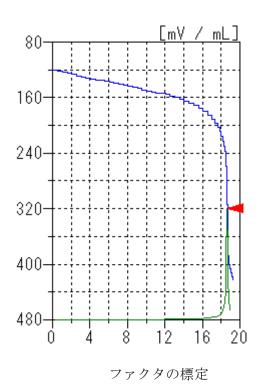


測定結果

硝酸銀標準液のファクタ標定結果

試料	測定数	試料量 (g)	滴定値 (mL)	ファクタ	統計結果		
ブランク	1	-	0.010	-	平均値	0.01 mL	
	2	-	0.010	-			
塩化ナトリウム	1	0.1028	17.678	0.9956	平均値	0.995	
	2	0.1050	18.076	0.9945	標準偏差	0.001	
	3	0.1082	18.605	0.9957	変動係数	0.07 %	





滴定曲線例

5. 摘要

(1)標準物質について

塩化ナトリウムは沈殿滴定における硝酸銀標準液の標定に用いられます。容量分析用標準物質として供給されるものは、純度と不確かさが記載された認証書が付属します。例えば品質記録など、試験結果の運用上これらが必要とされる場合は容量分析用標準物質を用います。標準物質は使用前にこれらの説明書に記載される乾燥などの前処理を実施してください。

キーワード:ファクタ標定、沈殿滴定、硝酸銀、塩化ナトリウム

