

アプリケーションノート

硝酸銀滴定法による水中の塩化物イオンの測定

関連業種 : 化学
使用装置 : 電位差自動滴定装置
測定手法 : 電位差滴定法 / 沈殿滴定
関連規格 : ASTM D512

1. 概要

「ASTM D512 Standard Test Methods for Chloride Ion In Water」の試験方法B(硝酸銀滴定)に基づき、塩化物イオンを測定した事例を紹介します。なお、この規格では手分析のみが規定されていますが、電位差滴定装置を用いても同様の測定が可能です。

2. 測定上の注意点

銀電極の銀部分の金属光沢が失われると、滴定中の電位が不安定となり、精確な測定ができなくなる場合があります。適宜、銀部分をポリッシングペーパーで研磨し、金属光沢が確認できる状態で測定してください。

被検液のpHが10以上の場合、銀イオンが水酸化銀となり、正しく測定が行えません。この場合、硫酸(1+19)を添加してpHを10以下にしてください。

3. 分析終了後の処置

内部液の流出および濃縮を抑制するため、比較電極の内部液充填口をゴム栓で密栓してください。

4. 装置構成

本体 : 電位差自動滴定装置(標準プリアンプリファイア STD)
電極 : 複合銀電極(外筒内部液: 1mol/L 硝酸カリウム水溶液)

5. 試薬

滴定液 : 0.025mol/L硝酸銀水溶液
添加試薬 : 30%過酸化水素水、硫酸(1+19)

6. 分析手順

- 1) 試料50mLを正確にビーカーに採取します。
- 2) 30%過酸化水素水0.5mLを加えて攪拌し、1分間放置します。
- 3) 硫酸(1+19)を加え、pHを10以下にします。
- 4) 0.025mol/L硝酸銀水溶液で滴定します。

7. 計算式

$$\text{塩化物イオン (mg/L)} = (\text{EP1} - \text{BL1}) \times \text{TF} \times \text{C1} \times \text{K1} / \text{S}$$

BL1	:	空試験時の滴定量= (mL)
EP1	:	滴定量 (mL)= 0(mL)
TF	:	滴定液のファクタ= 0.9823
C1	:	濃度換算係数= 0.88625(mg/mL)
K1	:	単位換算係数= 1000
S	:	試料採取量 (g)

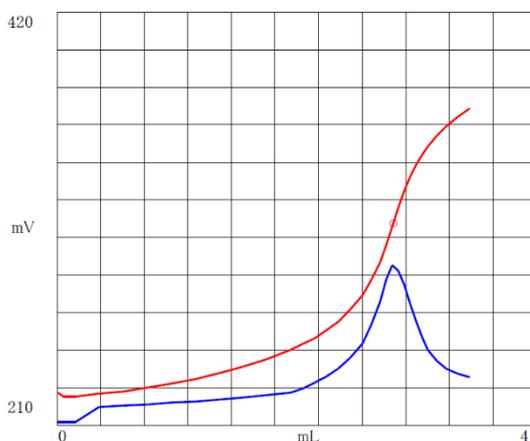
8. 測定例

—滴定装置の設定—

〈滴定モード〉	: 自動間欠	〈制御パラメータ〉	
〈滴定様式〉	: 自動終点停止	終点検出数	: 1
〈滴定パラメータ〉		終点判断方法	: 自動
最大滴定量	: 30mL	ゲイン	: 1
検出方法	: ch1, mV	データ採取条件	: 自動
滴定前の待ち時間	: 60s	制御速度モード	: 自動
定量注入モード	: しない	その他の制御	: 標準
		スターラスピード	: 4
		自動間欠モード	: 標準

(上記の設定は一例です。機種によっては設定項目が異なる場合があります。)

—滴定曲線の一例—



—測定結果—

Table1 塩化物イオンの定量結果

	採取量 (mL)	終点滴定量 (mL)	滴定時間 (時:分:秒)	濃度 (mg/L)
1	25.0	2.8057	00:02:09	97.70
2	25.0	2.8093	00:01:59	97.83
3	25.0	2.8143	00:02:15	98.00
平均				97.84
標準偏差				0.15
RSD (%)				0.15

9. まとめ

RSD値(相対標準偏差)は0.5%未満となり、良好な精度が得られました。試料中に亜硫酸イオンが存在しない場合、過酸化水素水の添加は不要です。一般試料の測定可否については検証が必要な場合があるため、その際は弊社までご相談ください。