6.2 塩素

6.2.b 硝酸銀法

(1) 概要

この試験法は硫酸加里、重炭酸加里及び硫酸加里苦土に適用する。この試験法の分類は Type E であり、その記号は 6.2.b-2017 又は Cl.b-1 とする。

分析試料に水を加えて塩化物イオンを抽出し、0.1 mol/L 硝酸銀標準液で滴定(沈殿)し、分析試料中の塩素(Cl)を求める。

(2) 試薬 試薬及び水は、次による。

a) 水: JIS K 0557 に規定する A3 の水。

b) 硝酸: JIS K 8541 に規定する特級(HNO_3 60 %(質量分率))又は同等の品質の試薬。

c) 0.1 mol/L 硝酸銀溶液(1): JIS K 8550 に規定する硝酸銀 17 g を 2000 mL ビーカーにはかりとり、水 1000 mL を加えて溶かし、着色瓶に貯蔵する。

標定: JIS K 8005 に規定する容量分析用標準物質の塩化ナトリウムを 600 °C±25 °C で 1 時間加熱し、デシケーター中で放冷した後、約 1.5 g をひょう量皿にとり、その質量を 0.1 mg の桁まで測定する。少量の水で溶かし、250 mL 全量フラスコに移し入れ、標線まで水を加えて塩化ナトリウム溶液とする(1)。0.1 mol/L 硝酸銀溶液の使用日ごとに、塩化ナトリウム溶液 10 mL を 200 mL 三角フラスコにとり、指示薬としてクロム酸カリウム溶液(5 g/100 mL)数滴を加え、0.1 mol/L 硝酸銀溶液で溶液の色が赤褐色になるまで滴定する。次の式によって 0.1 mol/L 硝酸銀溶液のファクターを算出する。

$$
\begin{aligned}
&0.1\ \text{mol/L 硝酸銀溶液のファクター}(f)\\
&= W_1 \times (A/100) \times (1/58.44) \times (V_1/V_2) \times (1000/V_3) \times (1/C)\\
&= (W_1 \times A/V_3) \times (4/58.44)
\end{aligned}
$$

W_1: 採取した塩化ナトリウムの質量(g)

A: 塩化ナトリウムの純度(%(質量分率))

V_1: 分取した塩化ナトリウム溶液の容量(10 mL)

V_2: 塩化ナトリウム溶液の定容量(250 mL)

V_3: 滴定に要した 0.1 mol/L 硝酸銀溶液の容量(mL)

C: 0.1 mol/L 硝酸銀溶液の設定濃度(0.1 mol/L)

d) クロム酸カリウム(5 g/100 mL)(1): JIS K 8312 に規定するクロム酸カリウム 5 g を水 100 mL に溶かす。

注(1) 調製例であり、必要に応じた量を調製する。

(3) 器具及び装置 器具及び装置は、次のとおりとする。

a) マグネチックスターラー

b) pH 試験紙: 指示薬を紙に染み込ませ、乾燥させたもので、pH 1～pH 11 の範囲を測定でき、pH 1 間隔の変色表が添付されているもの。

備考 1. pH 試験紙は UNIV 試験紙等の名称で市販されている。

(4) 試験操作

(4.1) 抽出 抽出は、次のとおり行う。

a) 分析試料 1 g を 1 mg の桁まではかりとり、200 mL 共栓三角フラスコに入れる。

b) 水 100 mL を加え、マグネチックスターラーを用いて約 10 分間かき混ぜる。

c) ろ紙 3 種でろ過し、試料溶液とする。

(4.2) 測定 測定は、次のとおり行う。

a) 試料溶液 25 mL を 200 mL トールビーカーにとる。

b) pH 試験紙で溶液の pH を確認し、塩基性の場合は硝酸(1+10)で中和する。

c) 指示薬としてクロム酸カリウム溶液(5 g/100 mL)数滴を加え、0.1 mol/L 硝酸銀溶液で溶液の色が赤褐色になるまで滴定する。

d) 次の式によって分析試料中の塩素(Cl)を算出する。

分析試料中の塩素(%(質量分率))

$= V_4 \times C \times f \times (35.45) / W_2 \times (100/1000) \times (V_5 / V_6)$

$= V_4 \times f \times (35.45/25) / W_2$

V_4: 試料溶液の滴定に要した 0.1 mol/L 硝酸銀溶液の容量(mL)

C: 0.1 mol/L 硝酸銀溶液の設定濃度(0.1 mol/L)

f: 0.1 mol/L 硝酸銀溶液のファクター

V_5: (**4.1**)**b**)における抽出に供した水の液量(100 mL)

V_6: (**4.2**)**a**)において滴定に供した試料溶液の分取量(25 mL)

W_2: 分析試料の質量(g)

参考文献

1) 越野正義: 第二改訂詳解肥料分析法, p.199~201, 養賢堂, 東京 (1988)

(5) 塩素試験法フローシート 硫酸加里等中の塩素試験法のフローシートを次に示す。

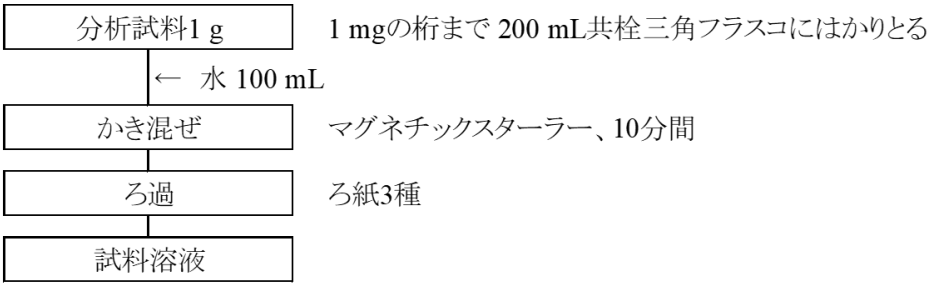


図1　硫酸加里等中の塩素試験法フローシート（抽出操作）

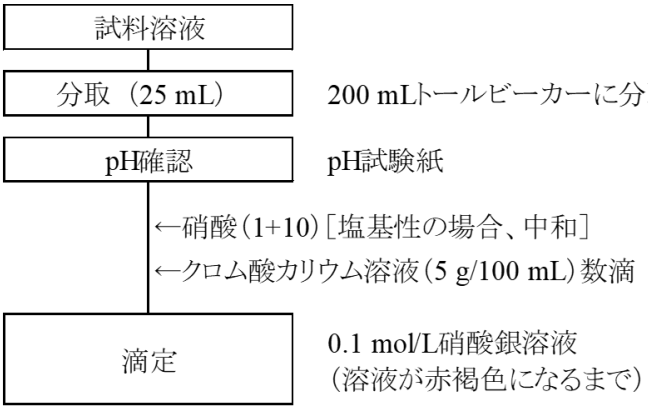


図2　硫酸加里等中の塩素試験法フローシート（測定操作）