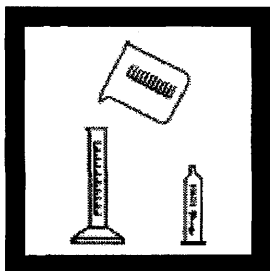
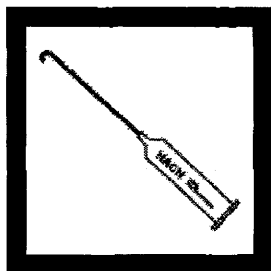


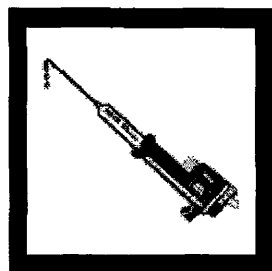
硝酸水銀法及び硝酸銀法

硝酸水銀法による測定法 (10~8000mg/L Cl⁻)

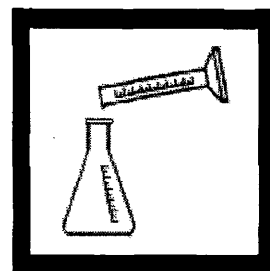
1. 表 1 から塩化物濃度に対応するサンプル量と硝酸水銀 (Hg(NO₃)₂) 滴定カートリッジを選択して下さい。



2. 清潔なデリバリーチューブを適切な滴定カートリッジに差し込んで下さい。カートリッジを滴定器に装着して下さい。必要に応じて 6 ページの 1.2 項 操作手順を参照して下さい。



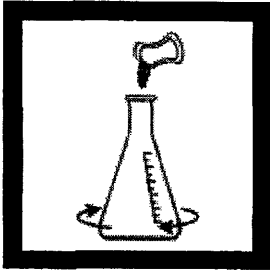
3. 送り出しノブを回して滴定液を数滴出し、デリバリーチューブから滴下して下さい。カウンターをゼロにリセットして、流れ出た滴定液を拭き取って下さい。



4. メスシリンダーまたはピペットを使用して表 1 から求めたサンプル量を採取して下さい。サンプルを 250mL 三角フラスコに移して蒸留水で約 100mL に希釈して下さい。

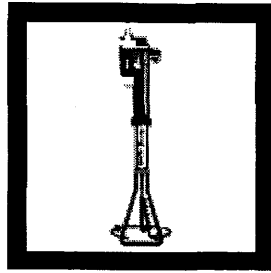
表 1

濃度範囲 (mg/L Cl ⁻)	サンプル量 (mL)	滴定カートリッジ (N Hg(NO ₃) ₂)	Cat. No.	乗数
10-40	100	0.2256	14393-01	0.1
40-160	25	0.2256	14393-01	0.4
100-400	100	2.256	921-01	1.0
200-800	50	2.256	921-01	2.0
500-2000	20	2.256	921-01	5.0
1000-4000	10	2.256	921-01	10.0
2000-8000	5	2.256	921-01	20.0

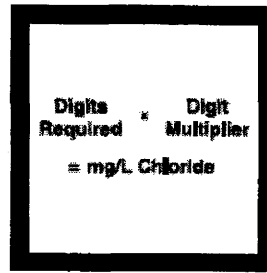


5. ジフェニルカルバゾン・パウダーピロー1包を加え、攪拌して混合して下さい。

注：この粉末試薬は多少残っても測定に影響ありません。



6. デリバリーチューブを溶液に入れ、サンプルの色調が薄い黄色からピンク色になるまで三角フラスコを軽く振りながら硝酸水銀で滴定して下さい。滴定に要したカウント数を記録して下さい。



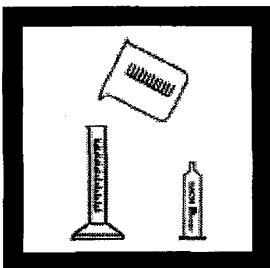
7. 次の式より求めてください。

$$\text{カウンタ数値} \times \text{乗数} = \text{mg/L Cl}^-$$

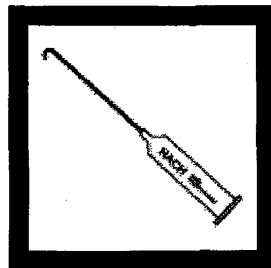
注：この値は1.65倍することによって mg/L 塩化ナトリウムで表すことができます。

$$\text{注：} \text{meq/L Cl}^- = \text{mg/L Cl}^- \div 35.45$$

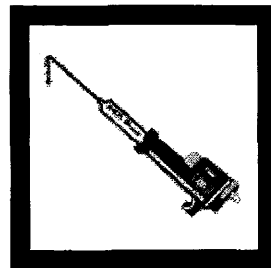
硝酸銀法による測定法 (10~10000mg/L Cl⁻)



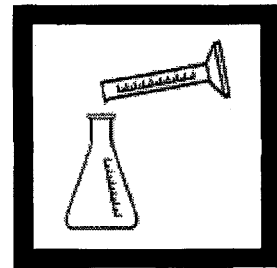
1. 表 2 から塩化物濃度に対応するサンプル量と硝酸銀 (AgNO₃) 滴定カートリッジを選択して下さい。



2. 清潔なデリバリーチューブを適切な滴定カートリッジに差し込んで下さい。カートリッジを滴定器に装着して下さい。必要に応じて6ページの1.2項操作手順を参照して下さい。



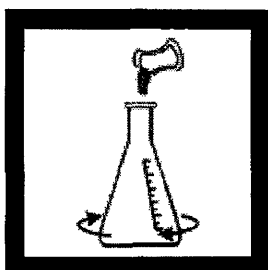
3. 送り出しノブを回して滴定液を数滴出し、デリバリーチューブから滴下して下さい。カウンターをゼロにリセットして、流れ出た滴定液を拭き取って下さい。



4. メスシリンダーまたはピペットを使用して表 2 から求めたサンプル量を採取して下さい。サンプルを 250mL 三角フラスコに移して蒸留水で約 100mL に希釈して下さい。

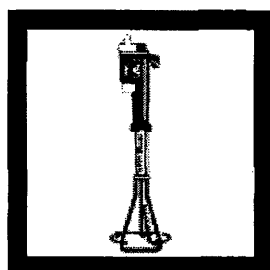
表 2

濃度範囲 (mg/L Cl ⁻)	サンプル量 (mL)	滴定カートリッジ (N AgNO ₃)	Cat. No.	乗数
10-40	100	0.2256	14396-01	0.1
25-100	40	0.2256	14396-01	0.25
100-400	50	1.128	14397-01	1.0
250-1000	20	1.128	14397-01	2.5
1000-4000	5	1.128	14397-01	10.0
2500-10000	2	1.128	14397-01	25.0

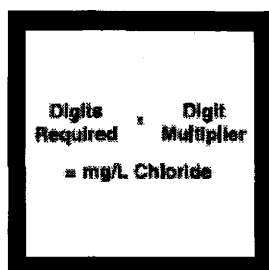


5. 塩化物 2 指示薬パウダーピロー1 包を加え、攪拌して混合して下さい。

注：この粉末試薬は多少残っても測定に影響ありません。



6. デリバリーチューブを溶液に入れ、サンプルの色調が黄色から赤茶色になるまで三角フラスコを軽く振りながら硝酸銀で滴定して下さい。滴定に要したカウント数を記録して下さい。



7. 次の式より求めて下さい。

カウンタ数値 × 乗数 = mg/L Cl⁻

注：この値は 1.65 倍することによって mg/L 塩化ナトリウムで表すことができます。

試料の採取と保存

少なくとも 100~200mL のサンプルを清潔なガラスまたはポリエチレン製容器に採取して下さい。サンプルは 1 週間保存することができます。

正確さのチェック (標準添加法)

この正確さのチェックは、妨害物質が存在する可能性がある場合や測定法の確認に使用して下さい。

- 12,500mg/L 塩化物標準液アンプルの首を折って下さい。
- 測定手順 6 の滴定後にテンセットピペットを使用して 0.1mL の標準液をサンプルに加えて下さい。更に滴定の終点まで続け、滴定に要したカウント数を記録して下さい。
- 標準液を各々 0.2mL と 0.3mL 加えて滴定を更に 2 回繰り返し、終点まで滴定して下さい。

4. 標準液を 0.1mL 添加する毎に滴定に要するカウント数は、2.256N 滴定液の場合に 12.5 カウント、1.128N 滴定液の場合に 25 カウント、0.2256N 滴定液の場合に 125 カウント増加します。この一定の増加が得られない場合は、この取扱説明書の付録 A の正確さのチェックと標準添加法を参照してその原因を調べて下さい。

妨害物質

硝酸水銀法の場合：10mg/L 以上のクロム酸、第二鉄イオンおよび亜硫酸塩は、この測定の妨害となります。手順 4 において 30%過酸化水素を 3 滴加えて、亜硝酸塩による妨害を除去して下さい。硫化物による妨害は、硫化物抑制剤パウダーピロー 1 包を約 125mL のサンプルに加え、1 分間攪拌して、折りたたみろ紙で濾過して取り除いて下さい。ヨウ化物および臭化物は直接妨害となり、塩化物として滴定されます。強アルカリ性または強酸性のサンプルは、5.25N 硫酸標準液または 5.0N 水酸化ナトリウム標準液で pH2~7 に調整して下さい。pH 電極の使用は、サンプルに塩化物が混入するため、各々のサンプルに必要な酸やアルカリの量はあらかじめ求めておいて下さい。

硝酸銀法の場合：10mg/L 以上の鉄は終点をマスクします。25mg/L 以上のオルトリン酸塩は、銀を沈澱させます。また、10mg/L 以上の亜硫酸塩も妨害となります。亜硫酸塩による妨害は、手順 4 において 30%過酸化水素を 3 滴加えて除去して下さい。硫化物による妨害は、硫化物抑制剤パウダーピロー 1 包を約 125mL のサンプルに加え、1 分間攪拌して、折りたたみろ紙で濾過して取り除いて下さい。シアン化物、ヨウ化物および臭化物は直接妨害となり、塩化物として滴定されます。強アルカリ性または強酸性のサンプルは、5.25N 硫酸標準液または 5.0N 水酸化ナトリウム標準液で pH2~7 に調整して下さい。pH 電極の使用は、サンプルに塩化物が混入するため、各々のサンプルに必要な酸やアルカリの量はあらかじめ求めておいて下さい。

測定法の要約

硝酸水銀法の場合：硝酸水銀標準液を使用する場合、サンプルはジフェニルカルバゾン指示薬と共に酸性下の状態で滴定します。水銀イオンの量が僅かでも上回ると、この指示薬によってピンク~紫色の錯体が形成され、終点を表します。

硝酸銀法の場合：硝酸銀標準液を使用する場合、サンプルは塩化物 2 指示薬パウダー中のクロム酸カリウムと共に滴定します。硝酸銀は塩化物と反応し、非溶解性の白色の塩化銀を形成します。塩化物が沈澱した後、硝酸銀は塩化カリウムと反応し、赤茶色のクロム酸銀の沈澱物を形成して滴定の終点を表します。

硝酸水銀法に必要な試薬

硝酸水銀塩化物試薬セット (約 100 回分)		Cat. No. 22726-00
内訳：(2) 836-46、(1) 14393-01、(1) 921-01		
品名	数量	Cat. No.
ジフェニルカルバゾン試薬パウダーピロー.....	100/pkg.....	836-99
0.2256N 硝酸水銀滴定カートリッジ.....	1.....	14393-01
2.256N 硝酸水銀滴定カートリッジ.....	1.....	921-01
蒸留水.....	4L.....	272-56

硝酸銀法に必要な試薬

硝酸銀塩化物試薬セット (約 50 回分)	Cat. No. 22880-00
内訳 : (2) 1057-66、(1) 14396-01、(1)14397-01	
塩化物 2 指示薬パウダーピロー.....	50/pkg.....1057-66
0.2256N 硝酸銀滴定カートリッジ.....	1.....14396-01
1.128N 硝酸銀滴定カートリッジ.....	1.....14397-01
蒸留水.....	4L.....272-56

必要な器具

デジタルタイトレータ.....	1.....16900-01
クリッパー.....	1.....968-00
250mL 三角フラスコ.....	1.....505-46
サンプル濃度に応じて選択して下さい。	
10mL メスシリンダー.....	1.....508-38
25mL メスシリンダー.....	1.....508-40
50mL メスシリンダー.....	1.....508-41
100mL メスシリンダー.....	1.....508-42

オプションの試薬

1000mg/L 塩化物標準液.....	500mL.....183-49
12,500mg/L 塩化物標準液 アンプル 10mL.....	16/pkg.....14250-10
30%過酸化水素 特級.....	200mL MDB.....144-45
5.0 N 水酸化ナトリウム標準液.....	100 mL MDB.....2450-32
硫化物抑制剤パウダーピロー.....	100/pkg.....2418-99
5.25 N 硫酸.....	100 mL MDB.....2449-32

オプションの器具

500mL 洗浄用ポリ容器.....	1.....620-11
延長クランプ.....	1.....21145-00
クランプホルダー.....	1.....326-00
473mL 蒸留水ボトル.....	1.....21846-00
デリバリーチューブ.....	5/pkg.....17205-00
タイトラスター用 90° デリバリーチューブ.....	5/pkg.....41578-00
折りたたみろ紙 12.5cm.....	100/pkg.....1894-57
ポリ漏斗 65mm.....	1.....1083-67
携帯用 pH メーター.....	1.....51700-11
テンセットピペット 0.1~1.0 mL.....	1.....19700-01
テンセットピペット用チップ.....	50/pkg.....21856-96
2mL ホールピペット.....	1.....14515-36
5mL ホールピペット.....	1.....14515-37
10mL ホールピペット.....	1.....14515-38

20mL ホールピペット.....	1.....	14515-20
25mL ホールピペット.....	1.....	14515-40
50mL ホールピペット.....	1.....	14515-41
100mL ホールピペット.....	1.....	14515-42
安全ピペッター.....	1.....	14651-00
スタンド.....	1.....	563-00
タイトラスター攪拌スタンド、115VAC.....	1.....	19400-00
アンプルブレイカーキット.....	1.....	21968-00