

含量 98.0 % 以上。含量測定法 本品をデシケーター(シリカゲル)で 24 時間乾燥し、その約 0.01 g を精密に量り、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 20  $\mu$ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりレジブフォゲニンの量を求める。

#### 操作条件

- 検出器：紫外吸光度計（測定波長：300 nm）
- カラム：内径 4 ~ 6 mm, 長さ 15 ~ 30 cm のステンレス管に 5 ~ 10  $\mu$ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。
- カラム温度：40 °C 付近の一定温度
- 移動相：水/アセトニトリル混液 (1 : 1)
- 流量：レジブフォゲニンの保持時間が約 9 分になるよう調整する。
- カラムの選定：成分含量測定用ブファリン、成分含量測定用シノブファギン及び成分含量測定用レジブフォゲニン 0.01 g ずつをメタノールに溶かして 200 mL とする。この液 20  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、ブファリン、シノブファギン、レジブフォゲニンの順に溶出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。
- 検出感度：試料溶液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液 (1) とする。この溶液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液 (2) とする。標準溶液 (2) 20  $\mu$ L から得たレジブフォゲニンのピーク面積が自動積分法により測定されるように調整する。また、標準溶液 (1) 20  $\mu$ L から得たレジブフォゲニンのピーク高さがフルスケールの 20 % 前後となるように調整する。
- 面積測定範囲：溶媒のピークの後からレジブフォゲニンの保持時間の約 2 倍の範囲
- レソルシノール  $C_6H_4(OH)_2$  [K 9032, 特級]
- レソルシノール試液 レソルシノール 0.1 g を塩酸 10 mL に溶かす、用時製する。
- レソルシノール・硫酸試液 レソルシノール 0.1 g を薄めた硫酸 (1 → 10) 10 mL に溶かす。
- レゾルシン レソルシノール 見よ。
- レゾルシン試液 レソルシノール試液 見よ。
- レゾルシン硫酸試液 レソルシノール・硫酸試液 見よ。
- レボチロキシンナトリウム  $C_{15}H_{11}I_4NNaO_4 \cdot nH_2O$  [医薬品各条]
- レボチロキシンナトリウム、薄層クロマトグラフ用 [医薬品各条、「レボチロキシンナトリウム」ただし、「レボチロキシンナトリウム」の純度試験 (3) を準用し、試験を行うとき、 $R_f$  値約 0.26 の主スポット以外のスポットを認めないもの]
- L-ロイシン  $C_6H_{13}NO_2$  [医薬品各条]
- ローズベンガル 一般試験法の生葉の微生物限度試験法 見よ。
- ローズベンガル試液 一般試験法の生葉の微生物限度試験法 見よ。

#### ロック・リングル試液

塩化ナトリウム	9.0 g
塩化カリウム	0.42 g
塩化カルシウム二水和物	0.24 g
塩化マグネシウム六水和物	0.2 g
炭酸水素ナトリウム	0.5 g
ブドウ糖	0.5 g
硬質フラスコで新たに蒸留した水	適量
全量	1000 mL

用時製する。ただし、ブドウ糖、炭酸水素ナトリウム以外の成分は濃厚な原液として冷所に保存し、用時薄めて用いてもよい。

ワセリン [医薬品各条、第二部「黄色ワセリン」又は「白色ワセリン」]

ワルファリンカリウム、定量用 [医薬品各条、「ワルファリンカリウム」ただし、乾燥したものを定量するとき、ワルファリンカリウム ( $C_{19}H_{15}KO_4$ ) 99.0 % 以上を含むもの]

#### (3) 容量分析用標準液

容量分析用標準液には規定のモル濃度に調製された液を用いる。それぞれの標準液につき規定された物質 1 モルが 1000 mL 中に正確に含まれるように調製した溶液が 1 モル濃度溶液であり、1 mol/L で表す。

また必要に応じて、それらを一定の割合に薄めた液を用いる。例えば 1 mol/L 溶液を 10 倍容量に薄めたものは 0.1 mol/L 溶液である。

容量分析用標準液は、別に規定するもののほか、無色又は遮光した共栓瓶に入れ、保存する。

##### 調製及び標定

容量分析用標準液は、次のいずれかの方法によって調製し、規定された濃度  $n$  (mol/L) からのずれの度合いは、ファクター  $f$  により表す。日本薬局方では、通例、ファクター  $f$  が 0.970 ~ 1.030 の範囲にあるように調製する。ファクターを決定する操作を標定といいう。

(1) 純物質約 1 モルあるいはその倍数又は分数に相当する量を精密に量り、規定の溶媒に溶かして正確に 1000 mL とし、規定の濃度  $n$  (mol/L) に近似する濃度の標準液を調製する。この場合、秤量した純物質の質量 (g) をその物質 1 モルの質量 (g) で除し、更に規定されたモル濃度を表す数値  $n$  で除した値をその標準液のファクター  $f$  とする。もし、純物質が得られない場合は、純度が正確にわかっている純度の高い物質を用いて差し支えない。

(2) 純物質又は純度が正確にわかっている純度の高い物質が得られない場合、それぞれの標準液につき定められた物質約 1 モルあるいはその倍数又は分数に相当する量を量り、規定の溶媒に溶かして約 1000 mL とし、規定された濃度  $n$  (mol/L) 付近の標準液を調製する。この標準液の正確な濃度を知るため、標定操作を行ってそれぞれの標準液のファクター  $f$  を定める。標定法には直接法と間接法がある。

##### a) 直接法

標準試薬などそれぞれの標準液について規定された物質の規定量を精密に量り、規定の溶媒に溶かした後、この液を調製し

た標準液で滴定し、次の式を用いてそれぞれの標準液のファクター  $f$  を定める。

$$f = \frac{1000 m}{VM_n}$$

$M$  : 標準液の調製に用いた物質（例えば、1 mol/L 塩酸で

あれば塩酸）1 モルに対応する標準試薬などの質量  
(g)

$m$  : 標準試薬などの採取量 (g)

$V$  : 調製した標準液の消費量 (mL)

$n$  : 調製した標準液の規定されたモル濃度を表す数値

（例えば、濃度 0.02 mol/L の標準液であれば、 $n = 0.02$ ）

#### b) 間接法

直接に標準試薬などを用いない場合、調製した標準液の一定量  $V_2$  (mL) をとり、ファクター既知 ( $f_1$ ) の規定の滴定用標準液を用いて滴定し、次の式を用いて調製した標準液のファクター ( $f_2$ ) を計算する。

$$f_2 = \frac{V_1 \times f_1}{V_2}$$

$f_1$  : 滴定用標準液のファクター

$f_2$  : 調製した標準液のファクター

$V_1$  : 滴定用標準液の消費量 (mL)

$V_2$  : 調製した標準液の採取量 (mL)

（3）ファクター既知の標準液の一定容量をとり、規定の方法で正確に希釈し、規定の濃度  $n$  (mol/L) の標準液を調製する。この場合、元の標準液のファクターと希釈して調製した標準液のファクターとは変わらないものとする。

#### 0.1 mol/L 亜鉛液

1000 mL 中亜鉛 (Zn : 65.39) 6.539 g を含む。

調 製 亜鉛（標準試薬）を希塩酸で洗い、次に水洗し、更にアセトンで洗った後、110 °C で 5 分間乾燥した後、デシケーター（シリカゲル）中で放冷し、その 6.539 g に希塩酸 80 mL 及び臭素試液 2.5 mL を加え、静かに加温して溶かし、煮沸して過量の臭素を除き、水を加えて正確に 1000 mL とする。

#### 0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液

1000 mL 中亜硝酸ナトリウム (NaNO<sub>2</sub> : 69.00) 6.900 g を含む。

調 製 亜硝酸ナトリウム 7.2 g を水に溶かし、1000 mL とし、次の標定を行う。

標 定 ジアゾ化滴定用スルファニルアミドを 105 °C で 3 時間乾燥した後、デシケーター（シリカゲル）中で放冷し、その約 0.44 g を精密に量り、塩酸 10 mL、水 40 mL 及び臭化カリウム溶液 (3 → 10) 10 mL を加えて溶かし、15 °C 以下に冷却した後、調製した亜硝酸ナトリウム液で、滴定終点検出法の電位差滴定法又は電流滴定法により滴定し、ファクターを計算する。

0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液 1 mL

= 17.220 mg H<sub>2</sub>NC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>SO<sub>2</sub>NH<sub>2</sub>

注意：遮光して保存する。長く保存したものは、標定し直して用いる。

#### 0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液

1000 mL 中エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 (C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub> · 2H<sub>2</sub>O : 372.24) 37.224 g を含む。

調 製 エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 38 g を水に溶かし、1000 mL とし、次の標定を行う。

標 定 亜鉛（標準試薬）を希塩酸で洗い、次に水洗し、更にアセトンで洗った後、110 °C で 5 分間乾燥した後、デシケーター（シリカゲル）中で放冷し、その約 1.3 g を精密に量り、希塩酸 20 mL 及び臭素試液 8 滴を加え、穏やかに加温して溶かし、煮沸して過量の臭素を追い出した後、水を加えて正確に 200 mL とする。この液 25 mL を正確に量り、水酸化ナトリウム溶液 (1 → 50) を加えて中性とし、pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL 及びエリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g を加え、調製したエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で、液の赤紫色が青紫色に変わるまで滴定し、ファクターを計算する。

0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素

二ナトリウム液 1 mL

= 6.539 mg Zn

注意：ポリエチレン瓶に保存する。

#### 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液

1000 mL 中エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 (C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub> · 2H<sub>2</sub>O : 372.24) 18.612 g を含む。

調 製 エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 19 g を水に溶かし、1000 mL とし、次の標定を行う。

標 定 亜鉛（標準試薬）を希塩酸で洗い、次に水洗し、更にアセトンで洗った後、110 °C で 5 分間乾燥した後、デシケーター（シリカゲル）中で放冷し、その約 0.8 g を精密に量り、希塩酸 12 mL 及び臭素試液 5 滴を加え、穏やかに加温して溶かし、煮沸して過量の臭素を追い出した後、水を加えて正確に 200 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、水酸化ナトリウム溶液 (1 → 50) を加えて中性とし、pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL 及びエリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g を加え、調製したエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で、液の赤紫色が青紫色に変わるまで滴定し、ファクターを計算する。

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素

二ナトリウム液 1 mL

= 3.2695 mg Zn

注意：ポリエチレン瓶に保存する。

#### 0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液

1000 mL 中エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 (C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub> · 2H<sub>2</sub>O : 372.24) 7.445 g を含む。

調 製 エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物

物 7.5 g を水に溶かし, 1000 mL とし, 次の標定を行う.

標 定 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液に準じる. ただし, 亜鉛 (標準試薬) を希塩酸で洗い, 次に水洗し, 更にアセトンで洗った後, 110 °C で 5 分間乾燥した後, デシケーター (シリカゲル) 中で放冷し, 約 0.3 g を精密に量り, 希塩酸 5 mL 及び臭素試液 5 滴を加え, 以下同様に操作する.

$$\begin{aligned} & 0.02 \text{ mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素} \\ & \text{二ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ & = 1.3078 \text{ mg Zn} \end{aligned}$$

注意: ポリエチレン瓶に保存する.

#### 0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液

1000 mL 中エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 ( $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  : 372.24) 3.7224 g を含む.

調 製 用時, 0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液に水を加えて正確に 2 倍容量とする.

#### 0.001 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液

1000 mL 中エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 ( $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  : 372.24) 0.37224 g を含む.

調 製 用時, 0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液に水を加えて正確に 10 倍容量とする.

#### 0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液

0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液を見よ.

#### 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液を見よ.

#### 0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液

0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液を見よ.

#### 0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液を見よ.

#### 0.001 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液

0.001 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液を見よ.

#### 0.1 mol/L 塩化チタン (III) 液

1000 mL 中塩化チタン (III) ( $\text{TiCl}_3$  : 154.24) 15.424 g を含む.

調 製 塩化チタン (III) 75 mL に塩酸 75 mL を加え, 新たに煮沸して冷却した水を加えて 1000 mL とし, 遮光したため付きビュレットに入れ, 空気を水素で置換し, 48 時間放置した後に使用する. 用時, 次の標定を行う.

標 定 硫酸アンモニウム鉄 (II) 六水和物 3 g を 500 mL の広口三角フラスコに量り, 二酸化炭素を通じながら, 新

たに煮沸して冷却した水 50 mL を加えて溶かし, 薄めた硫酸 (27 → 100) 25 mL を加え, 二酸化炭素を通じながら, 速やかに 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 40 mL を正確に加える. これにほとんど終点近くまで, 調製した塩化チタン (III) 液を加えた後, 直ちにチオシアソ酸アンモニウム 5 g を加え, 塩化チタン (III) 液で滴定する. ただし, 滴定の終点は液の色が消えるときとする. 同様の方法で空試験を行い, 補正し, ファクターを計算する.

注意: 空気を水素で置換して保存する.

#### 0.02 mol/L 塩化バリウム液

1000 mL 中塩化バリウム二水和物 ( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  : 244.26) 4.885 g を含む.

調 製 塩化バリウム二水和物 4.9 g を水に溶かし, 1000 mL とし, 次の標定を行う.

標 定 調製した塩化バリウム液 100 mL を正確に量り, 塩酸 3 mL を加えて加温する. あらかじめ加温した薄めた硫酸 (1 → 130) 40 mL を加え, 水浴上で 30 分間加熱した後, 一夜放置する. この液をろ過し, ろ紙上の残留物を, ろ液に硝酸銀試液を加えても濁りを認めなくなるまで水洗した後, ろ紙とともに移し, 強熱灰化する. 冷後, 硫酸 2 滴を加え, 再び約 700 °C で 2 時間強熱する. 冷後, 残留物の質量を精密に量り, 硫酸バリウム ( $\text{BaSO}_4$ ) の量とし, ファクターを計算する.

$$0.02 \text{ mol/L 塩化バリウム液 } 1 \text{ mL} = 4.668 \text{ mg BaSO}_4$$

#### 0.01 mol/L 塩化バリウム液

1000 mL 中塩化バリウム二水和物 ( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  : 244.26) 2.4426 g を含む.

調 製 用時, 0.02 mol/L 塩化バリウム液に水を加えて正確に 2 倍容量とする.

#### 0.05 mol/L 塩化マグネシウム液

1000 mL 中塩化マグネシウム六水和物 ( $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  : 203.30) 10.165 g を含む.

調 製 塩化マグネシウム六水和物 10.2 g に新たに煮沸して冷却した水を加えて溶かし, 1000 mL とし, 次の標定を行う.

標 定 調製した塩化マグネシウム液 25 mL を正確に量り, 水 50 mL, pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 3 mL 及びエリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g を加え, 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定し, ファクターを計算する. ただし, 滴定の終点は, 終点近くでゆっくり滴定し, 液の赤紫色が青紫色に変わるとする.

#### 0.01 mol/L 塩化マグネシウム液

1000 mL 中塩化マグネシウム六水和物 ( $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  : 203.30) 2.0330 g を含む.

調 製 用時, 0.05 mol/L 塩化マグネシウム液に水を加えて正確に 5 倍容量とする.

#### 2 mol/L 塩酸

1000 mL 中塩酸 ( $\text{HCl}$  : 36.46) 72.92 g を含む.

調製 塩酸 180 mL に水を加えて 1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 1 mol/L 塩酸に準じる。ただし、炭酸ナトリウム（標準試薬）約 1.5 g を精密に量り、水 100 mL に溶かし、滴定する。

$$0.2 \text{ mol/L 塩酸 } 1 \text{ mL} = 105.99 \text{ mg Na}_2\text{CO}_3$$

### 1 mol/L 塩酸

1000 mL 中塩酸 (HCl : 36.46) 36.461 g を含む。

調製 塩酸 90 mL に水を加えて 1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 炭酸ナトリウム（標準試薬）を 500 ~ 650 °C で 40 ~ 50 分間加熱した後、デシケーター（シリカゲル）中で放冷し、その約 0.8 g を精密に量り、水 50 mL に溶かし、調製した塩酸で滴定し、ファクターを計算する（指示薬法：メチルレッド試液 3 滴、又は電位差滴定法）。ただし、指示薬法の滴定の終点は液を注意して煮沸し、ゆるく栓をして冷却するとき、持続するだいだい色～だいだい赤色を呈するときとする。電位差滴定は、被滴定液を激しくかき混ぜながら行い、煮沸しない。

$$1 \text{ mol/L 塩酸 } 1 \text{ mL} = 52.99 \text{ mg Na}_2\text{CO}_3$$

### 0.5 mol/L 塩酸

1000 mL 中塩酸 (HCl : 36.46) 18.230 g を含む。

調製 塩酸 45 mL に水を加えて 1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 1 mol/L 塩酸に準じる。ただし、炭酸ナトリウム（標準試薬）約 0.4 g を精密に量り、水 50 mL に溶かし、滴定する。

$$0.5 \text{ mol/L 塩酸 } 1 \text{ mL} = 26.497 \text{ mg Na}_2\text{CO}_3$$

### 0.2 mol/L 塩酸

1000 mL 中塩酸 (HCl : 36.46) 7.292 g を含む。

調製 塩酸 18 mL に水を加えて 1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 1 mol/L 塩酸に準じる。ただし、炭酸ナトリウム（標準試薬）約 0.15 g を精密に量り、水 30 mL に溶かし、滴定する。

$$0.2 \text{ mol/L 塩酸 } 1 \text{ mL} = 10.599 \text{ mg Na}_2\text{CO}_3$$

### 0.1 mol/L 塩酸

1000 mL 中塩酸 (HCl : 36.46) 3.6461 g を含む。

調製 用時、0.2 mol/L 塩酸に水を加えて正確に 2 倍容量とする。

$$0.1 \text{ mol/L 塩酸 } 1 \text{ mL} = 5.299 \text{ mg Na}_2\text{CO}_3$$

### 0.05 mol/L 塩酸

1000 mL 中塩酸 (HCl : 36.46) 1.8230 g を含む。

調製 用時、0.2 mol/L 塩酸に水を加えて正確に 4 倍容

量とする。

### 0.02 mol/L 塩酸

1000 mL 中塩酸 (HCl : 36.46) 0.7292 g を含む。

調製 用時、0.2 mol/L 塩酸に水を加えて正確に 10 倍容量とする。

### 0.01 mol/L 塩酸

1000 mL 中塩酸 (HCl : 36.46) 0.36461 g を含む。

調製 用時、0.2 mol/L 塩酸に水を加えて正確に 20 倍容量とする。

### 0.001 mol/L 塩酸

1000 mL 中塩酸 (HCl : 36.46) 0.036461 g を含む。

調製 用時、0.2 mol/L 塩酸に水を加えて正確に 200 倍容量とする。

### 0.1 mol/L 過塩素酸

1000 mL 中過塩素酸 (HClO<sub>4</sub> : 100.46) 10.046 g を含む。

調製 過塩素酸 8.7 mL を酢酸 (100) 1000 mL 中に約 20 °C に保ちながら徐々に加える。約 1 時間放置後、この液 3.0 mL をとり、別途、水分 (g/dL) を速やかに測定する（廃棄処理時には水を加える）。この液を約 20 °C に保ちながら、無水酢酸 [[水分 (g/dL) - 0.03] × 52.2] mL を振り混ぜながら徐々に加え、24 時間放置した後、次の標定を行う。

標定 フタル酸水素カリウム（標準試薬）を 105 °C で 4 時間乾燥した後、デシケーター（シリカゲル）中で放冷し、その約 0.3 g を精密に量り、酢酸 (100) 50 mL に溶かし、調製した過塩素酸で滴定する（指示薬法：クリスタルバイオレット試液 3 滴、又は電位差滴定法）。ただし、指示薬法の終点は青色を呈するときとする。同様の方法で空試験を行い、補正し、ファクターを計算する。

$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} = 20.422 \text{ mg KHC}_6\text{H}_4(\text{COO})_2$$

注意：湿気を避けて保存する。

### 0.05 mol/L 過塩素酸

1000 mL 中過塩素酸 (HClO<sub>4</sub> : 100.46) 5.023 g を含む。

調製 用時、0.1 mol/L 過塩素酸に非水滴定用酢酸を加えて正確に 2 倍容量とする。ただし、非水滴定用酢酸 8.0 mL を量り、水分 (g/dL) を速やかに測定し、0.03 (g/dL) を超えるときは、この非水滴定用酢酸 1000 mL につき、無水酢酸 [[水分 (g/dL) - 0.03] × 52.2] mL を加えたものを用いる。

### 0.02 mol/L 過塩素酸

1000 mL 中過塩素酸 (HClO<sub>4</sub> : 100.46) 2.0092 g を含む。

調製 用時、0.1 mol/L 過塩素酸に非水滴定用酢酸を加えて正確に 5 倍容量とする。ただし、非水滴定用酢酸 8.0 mL を量り、水分 (g/dL) を速やかに測定し、0.03 (g/dL) を超えるときは、この非水滴定用酢酸 1000 mL につき、無水酢酸 [[水分 (g/dL) - 0.03] × 52.2] mL を加えたものを

用いる。

### 0.1 mol/L 過塩素酸・ジオキサン液

0.1 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液 を見よ。

### 0.05 mol/L 過塩素酸・ジオキサン液

0.05 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液 を見よ。

### 0.004 mol/L 過塩素酸・ジオキサン液

0.004 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液 を見よ。

### 0.1 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液

1000 mL 中過塩素酸 ( $\text{HClO}_4$  : 100.46) 10.046 g を含む。

調 製 過塩素酸 8.5 mL に 1,4-ジオキサンを加えて 1000 mL とし、次の標定を行う。

標 定 フタル酸水素カリウム（標準試薬）を 105 °C で 4 時間乾燥した後、デシケーター（シリカゲル）中で放冷し、その約 0.5 g を精密に量り、非水滴定用酢酸 80 mL に溶かし、クリスタルバイオレット試液 3 滴を加え、調製した過塩素酸・1,4-ジオキサン液で青色を呈するまで滴定する。同様の方法で空試験を行い、補正し、ファクターを計算する。

0.1 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液 1 mL

$$= 20.422 \text{ mg } \text{KHC}_6\text{H}_4(\text{COO})_2$$

注意：湿気を避け、冷所に保存する。

### 0.05 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液

1000 mL 中過塩素酸 ( $\text{HClO}_4$  : 100.46) 5.023 g を含む。

調 製 用時、0.1 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液に 1,4-ジオキサンを加えて正確に 2 倍容量とする。

### 0.004 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液

1000 mL 中過塩素酸 ( $\text{HClO}_4$  : 100.46) 0.4018 g を含む。

調 製 用時、0.1 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液に 1,4-ジオキサンを加えて正確に 25 倍容量とする。

### 0.005 mol/L 過塩素酸バリウム液

1000 mL 中過塩素酸バリウム [ $\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2$  : 336.23] 1.6812 g を含む。

調 製 過塩素酸バリウム 1.7 g を水 200 mL に溶かし、2-プロパノールを加えて 1000 mL とし、次の標定を行う。

標 定 調製した過塩素酸バリウム液 20 mL を正確に量り、メタノール 55 mL 及びアルセナゾⅢ試液 0.15 mL を加え、0.005 mol/L 硫酸で液の紫色が赤紫色を経て赤色を呈するまで滴定し、ファクターを計算する。

### 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液

1000 mL 中過マンガン酸カリウム ( $\text{KMnO}_4$  : 158.03) 3.1607 g を含む。

調 製 過マンガン酸カリウム 3.2 g を水に溶かし、1000 mL とし、15 分間煮沸して密栓し、48 時間以上放置した後、ガラスろ過器 (G3 又は G4) を用いてろ過し、次の標定を行う。

標 定 シュウ酸ナトリウム（標準試薬）を 150 ~ 200 °C で 1 ~ 1.5 時間乾燥した後、デシケーター（シリカゲル）中で放冷し、その約 0.3 g を 500 mL の三角フラスコに精密に量り、水 30 mL に溶かし、薄めた硫酸 (1 → 20) 250 mL を加え、液温を 30 ~ 35 °C とし、調製した過マンガン酸カリウム液をビュレットに入れ、穏やかにかき混ぜながら、その 40 mL を速やかに加え、液の赤色が消えるまで放置する。次に 55 ~ 60 °C に加温して滴定を続け、30 秒間持続する淡赤色を呈するまで滴定し、ファクターを計算する。ただし、終点前の 0.5 ~ 1 mL は注意して滴加し、過マンガン酸カリウム液の色が消えてから次の 1 滴を加える。

$$\begin{aligned} 0.02 \text{ mol/L 過マンガン酸カリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 6.700 \text{ mg Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 \end{aligned}$$

注意：遮光して保存する。長く保存したものは標定し直して用いる。

### 0.002 mol/L 過マンガン酸カリウム液

1000 mL 中過マンガン酸カリウム ( $\text{KMnO}_4$  : 158.03) 0.31607 g を含む。

調 製 用時、0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液に水を加えて正確に 10 倍容量とする。

### 0.05 mol/L 酢酸亜鉛液

1000 mL 中酢酸亜鉛二水和物 [ $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  : 219.51] 10.975 g を含む。

調 製 酢酸亜鉛二水和物 11.1 g に水 40 mL 及び希酢酸 4 mL を加えて溶かし、水を加えて 1000 mL とし、次の標定を行う。

標 定 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 20 mL を正確に量り、水 50 mL, pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 3 mL 及びエリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g を加え、調製した酢酸亜鉛液で滴定し、ファクターを計算する。滴定の終点は液の青色が青紫色に変わるときとする。

### 0.02 mol/L 酢酸亜鉛液

1000 mL 中酢酸亜鉛二水和物 [ $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  : 219.51] 4.390 g を含む。

調 製 酢酸亜鉛二水和物 4.43 g に水 20 mL 及び希酢酸 2 mL を加えて溶かし、水を加えて 1000 mL とし、次の標定を行う。

標 定 0.05 mol/L 酢酸亜鉛液に準じる。ただし、0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 20 mL を正確に量り、標定する。

### 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム液

1000 mL 中に酢酸ナトリウム ( $\text{CH}_3\text{COONa}$  : 82.03) 8.203 g を含む。

調 製 無水酢酸ナトリウム 8.20 g を冰酢酸に溶かし 1000 mL とし、次の標定を行う。

標 定 調製した酢酸ナトリウム液 25 mL を正確に量り、冰酢酸 50 mL 及び *p*-ナフトールベンゼイン試液 1 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で液の黄褐色が黄色を経て緑色を

呈するまで滴定する。同様の方法で空試験を行い、補正し、ファクターを計算する。

### 0.1 mol/L 塩化チタン液

0.1 mol/L 塩化チタン(III)液を見よ。

$\frac{1}{60}$  mol/L 重クロム酸カリウム液  
 $\frac{1}{60}$  mol/L 二クロム酸カリウム液を見よ。

### 0.05 mol/L シュウ酸液

1000 mL 中シュウ酸二水和物 ( $C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$  : 126.07)  
0.6303 g を含む。

調製 シュウ酸二水和物 6.3 g を水に溶かし、1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 調製したシュウ酸液 25 mL を 500 mL の三角フラスコに正確に量り、10 ~ 15 分間煮沸し、27 ± 3 °C に冷却した薄めた硫酸(1 → 20) 200 mL を加え、新たに標定した 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液をビュレットに入れ、穏やかにかき混ぜながら、その 22 mL を速やかに加え、液の赤色が消えるまで放置する。次に 55 ~ 60 °C に加温して滴定を続け、30 秒間持続する淡赤色を呈するまで滴定し、ファクターを計算する。ただし、終点前の 0.5 ~ 1 mL は注意して滴加し、過マンガン酸カリウム液の色が消えてから次の 1 滴を加える。

注意：遮光して保存する。

### 0.005 mol/L シュウ酸液

1000 mL 中シュウ酸二水和物 ( $C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$  : 126.07)  
0.6303 g を含む。

調製 用時、0.05 mol/L シュウ酸液に水を加えて正確に 10 倍容量とする。

### 0.005 mol/L シュウ酸ナトリウム液

1000 mL 中シュウ酸ナトリウム ( $Na_2C_2O_4$  : 134.00) 0.6700 g を含む。

調製 シュウ酸ナトリウム(標準試薬)を 150 ~ 200 °C で 2 時間乾燥し、デシケーター(シリカゲル)中で放冷し、その約 0.6700 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 1000 mL とし、ファクターを計算する。

### 0.05 mol/L 臭素液

1000 mL 中臭素 (Br : 79.90) 7.990 g を含む。

調製 臭素酸カリウム 2.8 g 及び臭化カリウム 15 g を水に溶かし、1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 調製した臭素液 25 mL をヨウ素瓶中に正確に量り、水 120 mL、次に塩酸 5 mL を速やかに加え、直ちに密栓して穏やかに振り混ぜる。これにヨウ化カリウム試液 5 mL を加え、直ちに密栓して穏やかに振り混ぜて 5 分間放置した後、遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する。ただし、滴定の終点は液が終点近くで淡黄色になったとき、デンプン試液 3 mL を加え、生じた青色が脱色するときとする。同様の方法で空試験を行い、補正し、ファクターを計算する。

### 1/60 mol/L 臭素酸カリウム液

1000 mL 中臭素酸カリウム ( $KBrO_3$  : 167.00) 2.7833 g を含む。

調製 臭素酸カリウム 2.8 g を水に溶かし、1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 調製した臭素酸カリウム液 25 mL をヨウ素瓶中に正確に量り、ヨウ化カリウム 2 g 及び希硫酸 5 mL を加え、密栓して 5 分間放置した後、水 100 mL を加え、遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する。ただし、滴定の終点は液が終点近くで淡黄色になったとき、デンプン試液 3 mL を加え、生じた青色が脱色するときとする。同様の方法で空試験を行い、補正し、ファクターを計算する。

### 0.1 mol/L 硝酸銀液

1000 mL 中硝酸銀 ( $AgNO_3$  : 169.87) 16.987 g を含む。

調製 硝酸銀 17.0 g を水に溶かし、1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 塩化ナトリウム(標準試薬)を 500 ~ 650 °C で 40 ~ 50 分間乾燥した後、デシケーター(シリカゲル)中で放冷し、その約 0.08 g を精密に量り、水 50 mL に溶かし、強くかき混ぜながら、調製した硝酸銀液で滴定し、ファクターを計算する(指示薬法：フルオレセインナトリウム試液 3 滴、又は電位差滴定法：銀電極)。ただし、指示薬法の滴定の終点は、液の黄緑色が黄色を経てだいだい色を呈するときとする。

$$0.1 \text{ mol/L 硝酸銀液 } 1 \text{ mL} = 5.844 \text{ mg NaCl}$$

注意：遮光して保存する。

### 0.02 mol/L 硝酸銀液

1000 mL 中硝酸銀 ( $AgNO_3$  : 169.87) 3.3974 g を含む。

調製 用時、0.1 mol/L 硝酸銀液に水を加えて正確に 5 倍容量とする。

### 0.01 mol/L 硝酸銀液

1000 mL 中硝酸銀 ( $AgNO_3$  : 169.87) 1.6987 g を含む。

調製 用時、0.1 mol/L 硝酸銀液に水を加えて正確に 10 倍容量とする。

### 0.005 mol/L 硝酸銀液

1000 mL 中硝酸銀 ( $AgNO_3$  : 169.87) 0.8494 g を含む。

調製 用時、0.1 mol/L 硝酸銀液に水を加えて正確に 20 倍容量とする。

### 0.001 mol/L 硝酸銀液

1000 mL 中硝酸銀 ( $AgNO_3$  : 169.87) 0.16987 g を含む。

調製 用時、0.1 mol/L 硝酸銀液に水を加えて正確に 100 倍容量とする。

### 0.01 mol/L 硝酸ビスマス液

1000 mL 中硝酸ビスマス五水和物 [ $Bi(NO_3)_3 \cdot 5 H_2O$  : 485.07] 4.851 g を含む。

調製 硝酸ビスマス五水和物 4.86 g を希硝酸 60 mL に溶かし、水を加えて 1000 mL とし、次の標定を行う。

標 定 調製した硝酸ビスマス液 25 mL を正確に量り、水 50 mL 及びキレノールオレンジ試液 1 滴を加え、0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で、液の赤色が黄色に変わるまで滴定し、ファクターを計算する。

### 1 mol/L 水酸化カリウム液

1000 mL 中水酸化カリウム (KOH : 56.11) 56.11 g を含む。

調 製 水酸化カリウム 65 g を水 950 mL に溶かし、これに新たに製した水酸化バリウム八水和物飽和溶液を沈殿がもはや生じなくなるまで滴加し、液をよく混ぜて密栓し、24 時間放置した後、上澄液を傾斜するか、又はガラスろ過器 (G3 又は G4) を用いてろ過し、次の標定を行う。

標 定 アミド硫酸 (標準試薬) をデシケーター (減圧、シリカゲル) で約 48 時間乾燥し、その約 2.5 g を精密に量り、新たに煮沸して冷却した水 25 mL に溶かし、プロモチモールブルー試液 2 滴を加え、調製した水酸化カリウム液で緑色を呈するまで滴定し、ファクターを計算する。

$$1 \text{ mol/L 水酸化カリウム液 } 1 \text{ mL} = 97.09 \text{ mg HOSO}_2\text{NH}_2$$

注意：密栓した瓶又は二酸化炭素吸収管 (ソーダ石灰) を付いた瓶に保存する。長く保存したものは標定し直して用いる。

### 0.5 mol/L 水酸化カリウム液

1000 mL 中水酸化カリウム (KOH : 56.11) 28.053 g を含む。

調 製 水酸化カリウム 32 g をとり、1 mol/L 水酸化カリウム液に準じて調製し、次の標定を行う。

標 定 1 mol/L 水酸化カリウム液に準じる。ただし、アミド硫酸 (標準試薬) 約 1.3 g を精密に量り、滴定する。

$$0.5 \text{ mol/L 水酸化カリウム液 } 1 \text{ mL} = 48.55 \text{ mg HOSO}_2\text{NH}_2$$

注意：1 mol/L 水酸化カリウム液に準じて保存する。長く保存したものは標定し直して用いる。

### 0.1 mol/L 水酸化カリウム液

1000 mL 中水酸化カリウム (KOH : 56.11) 5.611 g を含む。

調 製 水酸化カリウム 6.5 g をとり、1 mol/L 水酸化カリウム液に準じて調製し、次の標定を行う。

標 定 1 mol/L 水酸化カリウム液に準じる。ただし、アミド硫酸 (標準試薬) 約 0.25 g を精密に量り、滴定する。

$$0.1 \text{ mol/L 水酸化カリウム液 } 1 \text{ mL} = 9.709 \text{ mg HOSO}_2\text{NH}_2$$

注意：1 mol/L 水酸化カリウム液に準じて保存する。長く保存したものは標定し直して用いる。

### 0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液

1000 mL 中水酸化カリウム (KOH : 56.11) 28.053 g を含む。

調 製 水酸化カリウム 35 g を水 20 mL に溶かし、無アルデヒドエタノールを加えて 1000 mL とし、密栓し、24 時間放置した後、上澄液を速やかに傾斜してとり、次の標定を行う。

標 定 0.25 mol/L 硫酸 15 mL を正確に量り、水 50 mL を加え、調製した水酸化カリウム・エタノール液で滴定し、ファクターを計算する (指示薬法：フェノールフタレンイン試液 2 滴、又は電位差滴定法)。ただし、指示薬法の終点は淡赤色を呈するときとする。

注意：遮光した瓶に密栓して保存する。標定は用時行う。

### 0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液

1000 mL 中水酸化カリウム (KOH : 56.11) 5.611 g を含む。

調 製 水酸化カリウム 7 g をとり、0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液に準じて調製し、次の標定を行う。

標 定 0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液に準じる。ただし、0.05 mol/L 硫酸 15 mL を正確に量り、滴定する。

注意：0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液に準じて保存する。標定は用時行う。

### 1 mol/L 水酸化ナトリウム液

1000 mL 中水酸化ナトリウム (NaOH : 40.00) 39.997 g を含む。

調 製 水酸化ナトリウム 42 g を水 950 mL に溶かし、これに新たに製した水酸化バリウム八水和物飽和溶液を沈殿がもはや生じなくなるまで滴加し、液をよく混ぜて密栓し、24 時間放置した後、上澄液を傾斜するか、又はガラスろ過器 (G3 又は G4) を用いてろ過し、次の標定を行う。

標 定 アミド硫酸 (標準試薬) をデシケーター (減圧、シリカゲル) で約 48 時間乾燥し、その約 1.5 g を精密に量り、新たに煮沸して冷却した水 25 mL に溶かし、調製した水酸化ナトリウム液で滴定し、ファクターを計算する (指示薬法：プロモチモールブルー試液 2 滴、又は電位差滴定法)。ただし、指示薬法の滴定の終点は緑色を呈するときとする。

$$\begin{aligned} 1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 97.09 \text{ mg HOSO}_2\text{NH}_2 \end{aligned}$$

注意：密栓した瓶又は二酸化炭素吸収管 (ソーダ石灰) を付いた瓶に保存する。長く保存したものは標定し直して用いる。

### 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液

1000 mL 中水酸化ナトリウム (NaOH : 40.00) 19.999 g を含む。

調 製 水酸化ナトリウム 22 g をとり、1 mol/L 水酸化ナトリウム液に準じて調製し、次の標定を行う。

標 定 1 mol/L 水酸化ナトリウム液に準じる。ただし、アミド硫酸 (標準試薬) 約 0.7 g を精密に量り、滴定する。

$$\begin{aligned} 0.5 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 48.55 \text{ mg HOSO}_2\text{NH}_2 \end{aligned}$$

注意：1 mol/L 水酸化ナトリウム液に準じて保存する。長く保存したものは標定し直して用いる。

### 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液

1000 mL 中水酸化ナトリウム (NaOH : 40.00) 7.999 g を含む。

調製 水酸化ナトリウム 9 g をとり、1 mol/L 水酸化ナトリウム液に準じて調製し、次の標定を行う。

標定 1 mol/L 水酸化ナトリウム液に準じる。ただし、アミド硫酸（標準試薬）約 0.3 g を精密に量り、滴定する。

$$\begin{aligned} 0.2 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 19.419 \text{ mg HOSO}_2\text{NH}_2 \end{aligned}$$

注意：1 mol/L 水酸化ナトリウム液に準じて保存する。長く保存したものは標定し直して用いる。

### 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液

1000 mL 中水酸化ナトリウム (NaOH : 40.00) 3.9997 g を含む。

調製 水酸化ナトリウム 4.5 g をとり、1 mol/L 水酸化ナトリウム液に準じて調製し、次の標定を行う。

標定 1 mol/L 水酸化ナトリウム液に準じる。ただし、アミド硫酸（標準試薬）約 0.15 g を精密に量り、滴定する。

$$\begin{aligned} 0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 9.709 \text{ mg HOSO}_2\text{NH}_2 \end{aligned}$$

注意：1 mol/L 水酸化ナトリウム液に準じて保存する。長く保存したものは標定し直して用いる。

### 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム液

1000 mL 中水酸化ナトリウム (NaOH : 40.00) 1.9999 g を含む。

調製 用時、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に 2 倍容量とする。

### 0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液

1000 mL 中水酸化ナトリウム (NaOH : 40.00) 0.7999 g を含む。

調製 用時、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に 5 倍容量とする。

### 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液

1000 mL 中水酸化ナトリウム (NaOH : 40.00) 0.39997 g を含む。

調製 用時、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に 10 倍容量とする。

### 0.1 mol/L チオシアソ酸アンモニウム液

1000 mL 中チオシアソ酸アンモニウム (NH<sub>4</sub>SCN : 76.12) 7.612 g を含む。

調製 チオシアソ酸アンモニウム 8 g を水に溶かし、1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 0.1 mol/L 硝酸銀液 25 mL を正確に量り、水 50 mL、硝酸 2 mL 及び硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 2 mL を加え、振り動かしながら、調製したチオシアソ酸アンモニウム液で持続する赤褐色を呈するまで滴定し、ファクターを計算する。

注意：遮光して保存する。

### 0.02 mol/L チオシアソ酸アンモニウム液

1000 mL 中チオシアソ酸アンモニウム (NH<sub>4</sub>SCN : 76.12) 1.5224 g を含む。

調製 用時、0.1 mol/L チオシアソ酸アンモニウム液に水を加えて正確に 5 倍容量とする。

### 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液

1000 mL 中チオ硫酸ナトリウム五水和物 (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> · 5H<sub>2</sub>O : 248.19) 24.819 g を含む。

調製 チオ硫酸ナトリウム五水和物 25 g 及び無水炭酸ナトリウム 0.2 g に新たに煮沸して冷却した水を加えて溶かし、1000 mL とし、24 時間放置した後、次の標定を行う。

標定 ヨウ素酸カリウム（標準試薬）を 120 ~ 140 °C で 1.5 ~ 2 時間乾燥した後、デシケーター（シリカゲル）中で放冷し、その約 0.05 g をヨウ素瓶に精密に量り、水 25 mL に溶かし、ヨウ化カリウム 2 g 及び希硫酸 10 mL を加え、密栓し、10 分間放置した後、水 100 mL を加え、遊離したヨウ素を調製したチオ硫酸ナトリウム液で滴定する（指示薬法、又は電位差滴定法：白金電極）。ただし、指示薬法の滴定の終点は液が終点近くで淡黄色になったとき、デンプン試液 3 mL を加え、生じた青色が脱色するときとする。同様の方法で空試験を行い、補正し、ファクターを計算する。

$$0.1 \text{ mol/L チオ硫酸ナトリウム液 } 1 \text{ mL} = 3.5667 \text{ mg KIO}_3$$

注意：長く保存したものは標定し直して用いる。

### 0.05 mol/L チオ硫酸ナトリウム液

1000 mL 中チオ硫酸ナトリウム五水和物 (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> · 5H<sub>2</sub>O : 248.19) 12.409 g を含む。

調製 用時、0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に 2 倍容量とする。

### 0.02 mol/L チオ硫酸ナトリウム液

1000 mL 中チオ硫酸ナトリウム五水和物 (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> · 5H<sub>2</sub>O : 248.19) 4.964 g を含む。

調製 用時、0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に 5 倍容量とする。

### 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液

1000 mL 中チオ硫酸ナトリウム五水和物 (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> · 5H<sub>2</sub>O : 248.19) 2.4819 g を含む。

調製 用時、0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に 10 倍容量とする。

### 0.005 mol/L チオ硫酸ナトリウム液

1000 mL 中チオ硫酸ナトリウム五水和物 (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> · 5H<sub>2</sub>O : 248.19) 1.2409 g を含む。

調製 用時、0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に 20 倍容量とする。

### 0.02 mol/L テトラフェニルホウ酸ナトリウム液

1000 mL 中テトラフェニルホウ酸ナトリウム [NaB(C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>4</sub>] 342.22] 6.844 g を含む。

調製 テトラフェニルホウ酸ナトリウム 7.0 g を水に溶かし、1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 フタル酸水素カリウム（標準試薬）0.5 g を量り、水 100 mL に溶かし、酢酸（31）2 mL を加え、水浴中で 50 °C に加温し、かき混ぜながら、調製したテトラフェニルホウ酸ナトリウム液 50 mL をビュレットから徐々に加えた後に急冷し、常温で 1 時間放置する。生じた沈殿を質量既知のガラスろ過器（G4）にろ取し、テトラフェニルボロンカリウム試液 5 mL ずつで 3 回洗い、105 °C で 1 時間乾燥し、その質量を精密に量り、テトラフェニルボロンカリウム [KB(C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>)<sub>4</sub> : 358.32] の量とし、ファクターを計算する。

$$\begin{aligned} 0.02 \text{ mol/L } &\text{テトラフェニルホウ酸ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ &= 7.167 \text{ mg KB(C}_6\text{H}_5\text{)}_4 \end{aligned}$$

注意：用時調製する。

#### 0.02 mol/L テトラフェニルボロンナトリウム液 0.02 mol/L テトラフェニルホウ酸ナトリウム液 を見よ。

#### 0.1 mol/L テトラブチルアンモニウムヒドロキシド液

1000 mL 中テトラブチルアンモニウムヒドロキシド [(C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>)<sub>4</sub>NOH : 259.48] 25.948 g を含む。

調製 用時、テトラブチルアンモニウムヒドロキシド 26.0 g に対応する量の 10 % テトラブチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール試液をとり、2-プロパノールを加えて 1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 安息香酸をデシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、アセトン 50 mL に溶かし、調製した 0.1 mol/L テトラブチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行ひ、補正する。

$$\begin{aligned} 0.1 \text{ mol/L } &\text{テトラブチルアンモニウムヒドロキシド液 } 1 \text{ mL} \\ &= 12.212 \text{ mg C}_6\text{H}_5\text{COOH} \end{aligned}$$

注意：密栓して保存する。長く保存したものは標定し直して用いる。

#### 0.2 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液

1000 mL 中テトラメチルアンモニウムヒドロキシド [(CH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>NOH : 91.15] 18.231 g を含む。

調製 用時、テトラメチルアンモニウムヒドロキシド 18.4 g に対応する量のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール試液をとり、水を加えて 1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 安息香酸をデシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、N,N-ジメチルホルムアミド 60 mL に溶かし、調製した 0.2 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定する（指示薬法：チモールブルー・ジメチルホルムアミド試液 3 滴、又は電位差滴定法）。ただし、指示薬法の滴定の終点は青色を呈するときとする。同様の方法で空試験を行い、補正し、ファクターを計算する。

$$\begin{aligned} 0.2 \text{ mol/L } &\text{テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 } 1 \text{ mL} \\ &= 24.424 \text{ mg C}_6\text{H}_5\text{COOH} \end{aligned}$$

注意：密栓して保存する。長く保存したものは標定し直して用いる。

#### 0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液

1000 mL 中テトラメチルアンモニウムヒドロキシド [(CH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>NOH : 91.15] 9.115 g を含む。

調製 用時、テトラメチルアンモニウムヒドロキシド 9.2 g に対応する量のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール試液をとり、水を加えて 1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 0.2 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液に準じる。ただし、安息香酸約 0.2 g を精密に量り、滴定する。

$$\begin{aligned} 0.1 \text{ mol/L } &\text{テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 } 1 \text{ mL} \\ &= 12.212 \text{ mg C}_6\text{H}_5\text{COOH} \end{aligned}$$

注意：密栓して保存する。長く保存したものは標定し直して用いる。

#### 0.02 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液

1000 mL 中テトラメチルアンモニウムヒドロキシド [(CH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>NOH : 91.15] 1.8231 g を含む。

調製 用時、0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に 5 倍容量とする。

#### 0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール液

1000 mL 中テトラメチルアンモニウムヒドロキシド [(CH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>NOH : 91.15] 9.115 g を含む。

調製 用時、テトラメチルアンモニウムヒドロキシド 9.2 g に対応する量のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール試液をとり、メタノールを加えて 1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液に準じる。

注意：密栓して保存する。長く保存したものは標定し直して用いる。

#### 0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液

1000 mL 中ナトリウムメトキシド (CH<sub>3</sub>ONa : 54.02) 5.402 g を含む。

調製 ナトリウムの新しい切片 2.5 g を氷冷したメタノール 150 mL 中に少量ずつ加えて溶かした後、ベンゼンを加えて 1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 安息香酸をデシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、N,N-ジメチルホルムアミド 80 mL に溶かし、チモールブルー・N,N-ジメチルホルムアミド試液 3 滴を加え、調製したナトリウムメトキシド液で青色を呈するまで滴定する。同様の方法で空試験を行い、補正し、ファクターを計算する。

$$\begin{aligned} 0.1 \text{ mol/L } &\text{ナトリウムメトキシド液 } 1 \text{ mL} \\ &= 12.212 \text{ mg C}_6\text{H}_5\text{COOH} \end{aligned}$$

注意：湿気を避けて、冷所に保存する。標定は用時行う。

#### 0.1 mol/L ナトリウムメトキシド・ジオキサン液

0.1 mol/L ナトリウムメトキシド・1,4-ジオキサン液を見よ。

#### 0.1 mol/L ナトリウムメトキシド・1,4-ジオキサン液

1000 mL 中ナトリウムメトキシド ( $\text{CH}_3\text{ONa}$  : 54.02) 5.402 g を含む。

調製 ナトリウムの新しい切片 2.5 g を氷冷したメタノール 150 mL 中に少量ずつ加えて溶かした後、1,4-ジオキサンを加えて 1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 安息香酸をデシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、 $N,N$ -ジメチルホルムアミド 80 mL を加えて溶かし、チモールブルー・ $N,N$ -ジメチルホルムアミド試液 3 滴を加え、調製したナトリウムメトキシド・1,4-ジオキサン液で青色を呈するまで滴定する。同様の方法で空試験を行い、補正し、ファクターを計算する。

0.1 mol/L ナトリウムメトキシド・1,4-ジオキサン液 1 mL  
= 12.212 mg  $\text{C}_6\text{H}_5\text{COOH}$

注意：湿気を避けて、冷所に保存する。標定は用時行う。

#### $\frac{1}{60}$ mol/L ニクロム酸カリウム液

1000 mL 中ニクロム酸カリウム ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  : 294.18) 4.903 g を含む。

調製 ニクロム酸カリウム（標準試薬）を粉末とし、100 ~ 110 °C で 3 ~ 4 時間乾燥した後、デシケーター（シリカゲル）中で放冷し、その約 4.903 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 1000 mL とし、ファクターを計算する。

#### 0.1 mol/L フェリシアノ化カリウム液

0.1 mol/L ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム液を見よ。

#### 0.05 mol/L フェリシアノ化カリウム液

0.05 mol/L ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム液を見よ。

#### 0.1 mol/L ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム液

1000 mL 中ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム

[ $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$  : 329.25] 32.925 g を含む。

調製 ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム 33 g を水に溶かし、1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 調製したヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム液 25 mL をヨウ素瓶に正確に量り、ヨウ化カリウム 2 g 及び希塩酸 10 mL を加え、密栓して 15 分間放置した後、硫酸亜鉛試液 15 mL を追加し、遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する。ただし、滴定の終点は液が終点近くで淡黄色になったとき、デンプン試液 3 mL を加え、生じた青色が脱色するときとする。同様の方法で空試験を行い、補正し、ファクターを計算する。

注意：遮光して保存する。長く保存したものは標定し直して用いる。

#### 0.05 mol/L ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム液

1000 mL 中ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム

[ $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$  : 329.25] 16.462 g を含む。

調製 用時、0.1 mol/L ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム液に水を加えて正確に 2 倍容量とする。

#### 0.05 mol/L ヨウ素液

1000 mL 中ヨウ素（I : 126.90）12.690 g を含む。

調製 ヨウ素 13 g をヨウ化カリウム溶液（2 → 5）100 mL に溶かし、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 三酸化二ヒ素（標準試薬）を粉末とし、105 °C で 3 ~ 4 時間乾燥した後、デシケーター（シリカゲル）中で放冷し、その約 0.08 g を精密に量り、水酸化ナトリウム溶液（1 → 25）20 mL を加え、必要ならば加温して溶かす。これに水 40 mL 及びメチルオレンジ試液 2 滴を加え、液が淡赤色になるまで希塩酸を加えた後、炭酸水素ナトリウム 2 g を加え、調製したヨウ素液で滴定し、ファクターを計算する（指示薬法：デンプン試液 3 mL、又は電位差滴定法：白金電極）。ただし、指示薬法の終点は、液が持続する青色を呈するときとする。

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL = 4.946 mg  $\text{As}_2\text{O}_3$

注意：遮光して保存する。長く保存したものは標定し直して用いる。

#### 0.01 mol/L ヨウ素液

1000 mL 中ヨウ素（I : 126.90）2.5381 g を含む。

調製 用時、0.05 mol/L ヨウ素液に水を加えて正確に 5 倍容量とする。

#### 0.005 mol/L ヨウ素液

1000 mL 中ヨウ素（I : 126.90）1.2690 g を含む。

調製 用時、0.05 mol/L ヨウ素液に水を加えて正確に 10 倍容量とする。

#### 0.002 mol/L ヨウ素液

1000 mL 中ヨウ素（I : 126.90）0.5076 g を含む。

調製 用時、0.05 mol/L ヨウ素液に水を加えて正確に 25 倍容量とする。

#### 0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液

1000 mL 中ヨウ素酸カリウム ( $\text{KIO}_3$  : 214.00) 10.700 g を含む。

調製 ヨウ素酸カリウム（標準試薬）を 120 ~ 140 °C で 1.5 ~ 2 時間乾燥した後、デシケーター（シリカゲル）中で放冷し、その約 10.700 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 1000 mL とし、ファクターを計算する。

#### $\frac{1}{60}$ mol/L ヨウ素酸カリウム液

1000 mL 中ヨウ素酸カリウム ( $\text{KIO}_3$  : 214.00) 3.567 g を含む。

調製 ヨウ素酸カリウム（標準試薬）を 120 ~ 140 °C

で 2 時間乾燥した後, デシケーター（シリカゲル）中で放冷し, その 3.567 g を正確に量り, 水に溶かし, 正確に 1000 mL とし, ファクターを計算する.

### $\frac{1}{1200}$ mol/L ヨウ素酸カリウム液

1000 mL 中ヨウ素酸カリウム ( $KIO_3$  : 214.00) 0.17833 g を含む.

調製 ヨウ素酸カリウム（標準試薬）を 120 ~ 140 °C で 1.5 ~ 2 時間乾燥した後, デシケーター（シリカゲル）中で放冷し, その約 0.17833 g を精密に量り, 水に溶かし, 正確に 1000 mL とし, ファクターを計算する.

### 0.01 mol/L ラウリル硫酸ナトリウム液

1000 mL 中ラウリル硫酸ナトリウム ( $C_{12}H_{25}NaO_4S$  : 288.38) 2.8838 g を含む.

調製 ラウリル硫酸ナトリウム 2.9 g を水に溶かし, 1000 mL とし, 次の標定を行う.

標定 定量用塩酸ババベリンを乾燥し, その約 0.3 g を精密に量り, 水に溶かし正確に 100 mL とする. この液 10 mL を正確に量り, 共栓三角フラスコに入れ, 水 5 mL, 稀硫酸 5 mL 及びジクロロメタン 60 mL を加え, 更に指示薬として, メチルエローのジクロロメタン溶液 (1 → 500) 5 ~ 6 滴を加え, 強く振り混ぜながら, 調製した 0.01 mol/L ラウリル硫酸ナトリウム液で, 最小目盛り 0.02 mL のビュレットを用いて滴定する. ただし, 滴定の終点は, 0.01 mol/L ラウリル硫酸ナトリウム液を滴加して強く振り混ぜ, しばらく放置するとき, ジクロロメタン層の黄色がだいだい赤色に変わるときとする.

$$\begin{aligned} 0.01 \text{ mol/L ラウリル硫酸ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 3.7585 \text{ mg } C_{12}H_{25}NO_4 \cdot HCl \end{aligned}$$

### 0.5 mol/L 硫酸

1000 mL 中硫酸 ( $H_2SO_4$  : 98.08) 49.04 g を含む.

調製 硫酸 30 mL を水 1000 mL 中にかき混ぜながら徐々に加え, 放冷し, 次の標定を行う.

標定 炭酸ナトリウム（標準試薬）を 500 ~ 650 °C で 40 ~ 50 分間加熱した後, デシケーター（シリカゲル）中で放冷し, その約 0.8 g を精密に量り, 水 50 mL に溶かし, 調製した硫酸で滴定し, ファクターを計算する（指示薬法：メチルレッド試液 3 滴, 又は電位差滴定法). ただし, 指示薬の滴定の終点は液を注意して煮沸し, ゆるく栓をして冷却するとき, 持続するだいだい色へだいだい赤色を呈するときとする. 電位差滴定法は, 被滴定液を激しくかき混ぜながら行い, 煮沸しない.

$$0.5 \text{ mol/L 硫酸 } 1 \text{ mL} = 52.99 \text{ mg Na}_2\text{CO}_3$$

### 0.25 mol/L 硫酸

1000 mL 中硫酸 ( $H_2SO_4$  : 98.08) 24.520 g を含む.

調製 硫酸 15 mL を水 1000 mL 中にかき混ぜながら徐々に加え, 放冷し, 次の標定を行う.

標定 0.5 mol/L 硫酸に準じる. ただし, 炭酸ナトリウム（標準試薬）約 0.4 g を精密に量り, 水 50 mL に溶かし,

滴定する.

$$0.25 \text{ mol/L 硫酸 } 1 \text{ mL} = 26.497 \text{ mg Na}_2\text{CO}_3$$

### 0.1 mol/L 硫酸

1000 mL 中硫酸 ( $H_2SO_4$  : 98.08) 9.808 g を含む.

調製 硫酸 6 mL を水 1000 mL 中にかき混ぜながら徐々に加え, 放冷し, 次の標定を行う.

標定 0.5 mol/L 硫酸に準じる. ただし, 炭酸ナトリウム（標準試薬）約 0.15 g を精密に量り, 水 50 mL に溶かし, 滴定する.

$$0.1 \text{ mol/L 硫酸 } 1 \text{ mL} = 10.599 \text{ mg Na}_2\text{CO}_3$$

### 0.05 mol/L 硫酸

1000 mL 中硫酸 ( $H_2SO_4$  : 98.08) 4.904 g を含む.

調製 硫酸 3 mL を水 1000 mL 中にかき混ぜながら徐々に加え, 放冷し, 次の標定を行う.

標定 0.5 mol/L 硫酸に準じる. ただし, 炭酸ナトリウム（標準試薬）約 0.08 g を精密に量り, 水 30 mL に溶かし, 滴定する.

$$0.05 \text{ mol/L 硫酸 } 1 \text{ mL} = 5.299 \text{ mg Na}_2\text{CO}_3$$

### 0.025 mol/L 硫酸

1000 mL 中硫酸 ( $H_2SO_4$  : 98.08) 2.4520 g を含む.

調製 用時, 0.05 mol/L 硫酸に水を加えて正確に 2 倍容量とする.

### 0.01 mol/L 硫酸

1000 mL 中硫酸 ( $H_2SO_4$  : 98.08) 0.9808 g を含む.

調製 用時, 0.05 mol/L 硫酸に水を加えて正確に 5 倍容量とする.

### 0.005 mol/L 硫酸

1000 mL 中硫酸 ( $H_2SO_4$  : 98.08) 0.4904 g を含む.

調製 用時, 0.05 mol/L 硫酸に水を加えて正確に 10 倍容量とする.

### 0.0005 mol/L 硫酸

1000 mL 中硫酸 ( $H_2SO_4$  : 98.08) 0.04904 g を含む.

調製 用時, 0.05 mol/L 硫酸に水を加えて正確に 100 倍容量とする.

### 0.1 mol/L 硫酸亜鉛液

1000 mL 中硫酸亜鉛七水和物 ( $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$  : 287.56) 28.756 g を含む.

調製 硫酸亜鉛七水和物 28.8 g を水に溶かし, 1000 mL とし, 次の標定を行う.

標定 調製した硫酸亜鉛液 25 mL を正確に量り, pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL 及びエリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g を加え, 0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で, 液の赤紫色が青紫色に変わるまで滴定し, ファクターを計算す

る。

### 0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄(II) 液

1000 mL 中硫酸アンモニウム鉄(II) 六水和物

[ $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  : 392.14] 39.214 g を含む。

調製 硫酸アンモニウム鉄(II) 六水和物 40 g を硫酸 30 mL 及び水 300 mL の混液を冷却した液に溶かし、水を加えて 1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 調製した硫酸アンモニウム鉄(II) 液 25 mL を正確に量り、水 25 mL 及びリン酸 5 mL を加え、0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液で滴定し、ファクターを計算する。

注意：用時調製する。

### 0.02 mol/L 硫酸アンモニウム鉄(II) 液

1000 mL 中硫酸アンモニウム鉄(II) 六水和物

[ $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  : 392.14] 7.843 g を含む。

調製 用時、0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄(II) 液に薄めた硫酸(3 → 100)を加えて正確に 5 倍容量とする。

### 0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄(III) 液

1000 mL 中硫酸アンモニウム鉄(III) 十二水和物

[ $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  : 482.19] 48.22 g を含む。

調製 硫酸アンモニウム鉄(III) 十二水和物 49 g を硫酸 6 mL 及び水 300 mL の混液を冷却した液に溶かし、水を加えて 1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 調製した硫酸アンモニウム鉄(III) 液 25 mL をヨウ素瓶に正確に量り、塩酸 5 mL を加えて振り混ぜ、ヨウ化カリウム 2 g を加えて溶かし、密栓して 10 分間放置した後、水 50 mL を加え、遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する。ただし、滴定の終点は液が終点近くで淡黄色になったとき、デンプン試液 3 mL を加え、生じた青色が脱色するときとする。同様の方法で空試験を行い、補正し、ファクターを計算する。

注意：遮光して保存する。長く保存したものは標定し直して用いる。

### 0.1 mol/L 硫酸第一鉄アンモニウム液

0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄(II) 液 を見よ。

### 0.02 mol/L 硫酸第一鉄アンモニウム液

0.02 mol/L 硫酸アンモニウム鉄(II) 液 を見よ。

### 0.1 mol/L 硫酸第二セリウムアンモニウム液

0.1 mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム(IV) 液 を見よ。

### 0.01 mol/L 硫酸第二セリウムアンモニウム液

0.01 mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム(IV) 液 を見よ。

### 0.1 mol/L 硫酸第二鉄アンモニウム液

0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄(III) 液 を見よ。

### 0.1 mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム(IV) 液

1000 mL 中硫酸四アンモニウムセリウム(IV) 二水和物 [ $\text{Ce}(\text{NH}_4)_4(\text{SO}_4)_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  : 632.55] 63.26 g を含む。

調製 硫酸四アンモニウムセリウム(IV) 二水和物 64 g を 0.5 mol/L 硫酸に溶かし、1000 mL とし、24 時間放置した後、必要ならばガラスろ過器(G3 又は G4) を用いてろ過し、次の標定を行う。

標定 調製した硫酸四アンモニウムセリウム(IV) 液 25 mL をヨウ素瓶に正確に量り、水 20 mL 及び希硫酸 20 mL を加え、次にヨウ化カリウム 1 g を加えて溶かし、直ちに 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する。ただし、滴定の終点は液が終点近くで淡黄色になったとき、デンプン試液 3 mL を加え、生じた青色が脱色するときとする。同様の方法で空試験を行い、補正し、ファクターを計算する。

注意：遮光して保存する。長く保存したものは標定し直して用いる。

### 0.01 mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム(IV) 液

1000 mL 中硫酸四アンモニウムセリウム(IV) 二水和物 [ $\text{Ce}(\text{NH}_4)_4(\text{SO}_4)_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  : 632.55] 6.326 g を含む。

調製 用時、0.1 mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム(IV) 液に 0.5 mol/L 硫酸を加えて正確に 10 倍容量とする。

### (4) 標準液

**亜鉛標準原液** 亜鉛(標準試葉) 1.000 g を正確に量り、水 100 mL 及び塩酸 5 mL を加えて徐々に加熱して溶かし、冷後、水を加えて正確に 1000 mL とする。

**亜鉛標準液** 亜鉛標準原液 25 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1000 mL とする。用時製する。この液 1 mL は亜鉛(Zn) 0.025 mg を含む。

**亜鉛標準液** 原子吸光光度用 一般試験法の輸液用ゴム栓試験法を見よ。

**アルミニウム標準原液** アルミニウム 1.0 g をとり、薄めた塩酸(1 → 2) 60 mL を加え、加熱して溶かす。冷後、水を加えて 1000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水 30 mL 及び pH 3.0 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 5 mL を加え、アンモニア試液を滴加して、pH を約 3 とする。更に、Cu-PAN 試液 0.5 mL を加え、煮沸しながら 0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定する。ただし、滴定の終点は液の色が赤色から黄色に変わり、1 分間以上持続したときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL  
= 0.26982 mg Al

**アンモニウム標準液** 塩化アンモニウム 2.97 g を正確に量り、アンモニウム試験用精製水に溶かし正確に 1000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、これにアンモニウム試験用精製水を加えて正確に 1000 mL とする。この液 1 mL はアンモニウム(NH<sub>4</sub>) 0.01 mg を含む。