

図3 密度こうばい管

標準フロート 直径2~5mmの中空ガラス球とし、その密度が測定結果に必要なけた数と同じけた数まで正確に決められているもの。

密度こうばい管の作り方 密度こうばい管の作り方は、次による。

- a) 必要とする密度こうばい管を作るために、次の式によって、密度こうばい液を構成する2種類の液体の密度 ρ_A 及び ρ_B ($\rho_A < \rho_B$) を決定する。

$$\rho_A = \rho_B - \frac{2(\rho_B - \rho) \times V_B}{V}$$

ρ_A : ガラス容器A中の液の最初の密度 (g/cm³)

ρ_B : ガラス容器B中の液の最初の密度 (g/cm³)

ρ : 密度こうばい管の最上部における液の密度 (g/cm³)

V_B : ガラス容器B中の最初の液の量 (mL)

V : 密度こうばい管中の全液量 (mL)

必要とする測定精度が小数点以下3桁までの場合は、1本の密度こうばい管の下端と上端の密度差が0.2g/cm³以内のものを作る必要がある。

- b) a) の2種類の密度の液体を、表3、表4及び表5を利用して調製し、それらの密度を第1~3法によって測定する。使用する液体は、十分に脱気されたものを用いる。水を用いる場合は、あらかじめ煮沸又は減圧処理する。
- c) 密度の低い液を図3のガラス容器Aに、密度の高い液をガラス容器Bに入れ、両液を同じ高さにして密度の低い方の液で満たしたサイホンで連絡する。
- d) ガラス容器B内の液をかき混ぜ機でかき混ぜながら、その中の液をサイホンによってガラス円筒中へ20mL/分以下の速度で、ガラス円筒の器壁を伝わらせながら、注ぎ入れる。
- e) b) ~d) の操作を、規定温度 t °Cで行う。
- f) ガラス円筒に、すり合わせのふたをしてから、規定温度 t °Cに保持した恒温水槽に静かに入れ、1時間以上静置する。密度こうばい管は、測定精度を小数点以下3桁までとする場合は、恒温水槽中で $t \pm 0.5$ °C保持する。
- g) 標準フロートをガラス容器Aの液でぬらしてから円筒に静かに入れ、ふたをして、これを密度

こうばい管とする。標準フロートは、測定精度を小数点以下3桁までとする場合は、密度差0.01につき1個以上が適切である。

h) 24時間後、密度こうばい管中の標準フロートの重心の高さを1mmまで密度こうばい管の目盛から読み取り、標準フロートの密度と密度こうばい管の目盛との関係を示す校正線を作成する。校正線の読み取り精度は、±1mmとする。

i) この校正線がジグザグを示す場合、又は著しく弓形になる場合には、再びa)～h)の操作を繰り返す。

密度こうばい液 固体試料を溶解又は膨潤させることなく、混合させる2液がよく混じり合うもの。代表的な密度こうばい液系の例と、その液系に可能な密度範囲を、表4に示す。種々の混合液に用いる密度調整用試薬を表5に示す。

表4 密度こうばい液系の例

液系	密度範囲 (g/cm ³)
メタノール/ベンジルアルコール	0.80~0.92
2-プロパノール/水	0.79~1.00
2-プロパノール/ジエチレングリコール	0.79~1.11
エタノール/四塩化炭素	0.79~1.59
エタノール/水	0.79~1.00
トルエン/四塩化炭素	0.87~1.59
水/臭化ナトリウム	1.00~1.41
水/硝酸カルシウム	1.00~1.60
塩化亜鉛/エタノール/水	0.80~1.70
四塩化炭素/1,3-ジブロモプロパン	1.60~1.99
1,3-ジブロモプロパン/臭化エチレン	1.99~2.18
臭化エチレン/ブロモホルム	2.18~2.89
四塩化炭素/ブロモホルム	1.60~2.89
2-プロパノール/酢酸メチルグリコール	0.79~1.00

表5 密度調整用試薬の例

試薬名	密度 (g/cm ³)
n-オクタン	0.70
ジメチルホルムアミド	0.94
四塩化エタン	1.59
ヨウ化エチル	1.93
ヨウ化メチレン	3.33

操作法

試料を十分に乾燥させ、同一試料から 3 個の試料を調整して測定用試料とする。試料は、乾燥剤を入れたデシケーター中に保管する。試料の大きさは、その最大部の長さが密度こうばい管の内径の 1/4 以下程度とし、その体積は 0.5cm^3 以下程度とする（通常、2～5mm 角）。化学繊維試料は第 4 法と同様の手順で脱油処理し、風乾後、直径 3mm の輪状に結んで用いる。

また、同時に多数の試料を投入して、既存の校正線を使用して測定する場合には、全試料の投入による液面上昇が 1mm 以下になるように、それぞれの試料の大きさを調整する。

3 個の試料を使用する密度こうばい液系の密度の低い方の液でぬらした後、密度こうばい管に静かに入れる。このとき、試料の表面に気泡が付着しないように注意する。繊維試料の場合は、低密度液に入れたまま、0.7kPa の減圧下に 5 分間保持して脱泡するか、遠心分離機で $2000\sim 3000\text{min}^{-1}$ の回転数で 2～3 分間処理して脱泡しておく。

試料が液中で平衡に達して静止した後、それらの重心の位置を 1mm まで密度こうばい管の目盛から読み取る。このとき、試料が、標準フロート又は管の内壁と接触している場合には、試験をやり直さなければならない。読み取った値と校正線と比較し、それぞれの試料の値に対応する密度値を、必要とする精度と同じ桁数まで読み取る。

規定温度 t °C における試料の密度 ρ_t' は、読み取った 3 個の試料の密度を平均して求め、校正線の作成に用いた標準フロートの校正密度と同じ小数点以下の桁に丸める。ただし、使用した密度こうばい管の 1mm 当たりの密度こうばいが、標準フロートの校正密度の最小桁位の 1 の変化に相当するよりも大きい場合には、一つ上の桁に丸める。試料の比重 d_t' は、前記で求めた密度及び表 1 の t °C における水の密度 ρ_w' から、次の式によって算出し、小数点以下の桁は、密度と同じ桁に丸める。

$$d_t' = \frac{\rho_t'}{\rho_w'}$$

19. ヒ素試験法

ヒ素試験法は、試料中に混在するヒ素の限度試験である。その限度は三酸化二ヒ素 (As_2O_3) の量として表す。材料成分各条には、ヒ素 (As_2O_3 として) の限度を ppm で付記する。

装置

図に示す装置を用いる。

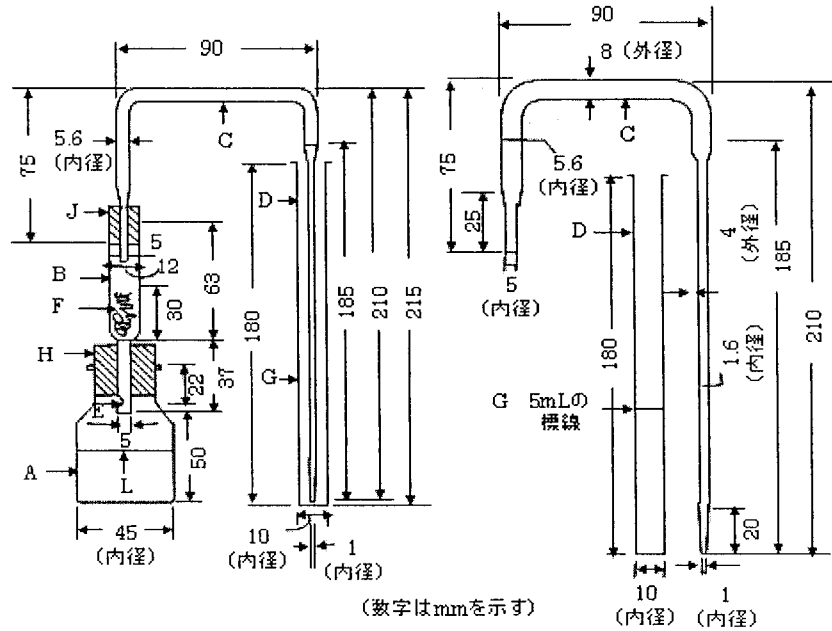


図 ヒ素試験装置

- A : 発生瓶 (肩までの内容約 70mL)
- B : 排気管
- C : ガラス管 (内径 5.6mm、吸収管に入れる部分は先端を内径 1mm に引き伸ばす)
- D : 吸収管 (10mm)
- E : 小孔
- F : ガラスウール (約 0.2g)
- G : 5mL の標線
- H : 及び J : ゴム栓
- L : 40mL の標線

排気管 B に約 30mm の高さにガラスウール F を詰め、酢酸鉛 (II) 試液及び水の等容量混液で均等に潤した後、下端から弱く吸引して、過量の液を除く。これをゴム栓 H の中心に垂直にさし込み、B の下部の小孔 E は下にわずかに突き出るようにして発生瓶 A に付ける。B の上端にはガラス管 C を垂直に固定したゴム栓 J を付ける。C の排気管側の下端はゴム栓 J の下端と同一平面とする。

検液の調製法

別に規定するもののほか、次の方法による。

第 1 法

別に規定するもののほか、試料 1.0g を量り、水 5mL を加え、必要ならば加温して溶かし、検液とする。

第 2 法

別に規定するもののほか、試料 1.0g を量り、白金製、石英製又は磁製のるつぼにとる。これに硝酸マグネシウム六水和物のエタノール (95) 溶液 (1→50) 10mL を加え、エタノールに点火して燃焼させた後、徐々に加熱して灰化する。もしこの方法で、なお炭化物が残るときは、少量の硝酸で

潤し、再び強熱して灰化する。冷後、残留物に塩酸 3mL を加え、水浴上で加温して溶かし、検液とする。

試液

ヒ化水素吸収液：N,N-ジエチルジチオカルバミド酸銀 0.50g をピリジンに溶かし 100mL とする。この液は遮光した共栓瓶に入れ、冷所に保存する。

ヒ素標準原液：三酸化二ヒ素を微細の粉末とし、105℃で 4 時間乾燥し、その 0.100g を正確に量り、水酸化ナトリウム溶液 (1→5) 5mL に溶かす。この液に希硫酸を加えて中性とし、更に希硫酸 10mL を追加し、新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に 1000mL とする。

ヒ素標準液：ヒ素標準原液 10mL を正確に量り、希硫酸 10mL を加え、新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に 1000mL とする。この液 1mL は三酸化二ヒ素 (As_2O_3) 1 μg を含む。この液は用時調製し、共栓瓶に保存する。

操作法

別に規定するもののほか、図に示した装置を用いて試験を行う。

標準色の調製は同時に行う。

発生瓶 A に検液をとり、必要ならば少量の水で洗い込む。これにメチルオレンジ試液 1 滴を加え、アンモニア試液、アンモニア水 (28) 又は希塩酸を用いて中和した後、薄めた塩酸 (1→2) 5mL 及びヨウ化カリウム試液 5mL を加え、2~3 分間放置した後、更に酸性塩化スズ (II) 試液 5mL を加え、室温で 10 分間放置する。次に水を加えて 40mL とし、ヒ素分析用亜鉛 2g を加え、直ちに B 及び C を連結したゴム栓 H を発生瓶 A に付ける。C の細管部の端はあらかじめヒ化水素吸収液 5mL を入れた吸接管 D の底に達するように入れておく。次に発生瓶 A は 25℃の水中に肩まで浸し、1 時間放置する。吸接管をはずし、必要ならばピリジンを加えて 5mL とし、吸収液の色を観察する。この色は標準色より濃くない。

標準色の調製：発生瓶 A にヒ素標準液 2mL を正確に加え、更に薄めた塩酸 (1→2) 5mL 及びヨウ化カリウム試液 5mL を加えて 2~3 分間放置した後、酸性塩化スズ (II) 試液 5mL を加え、室温で 10 分間放置する。以下前記と同様に操作して得た吸収液の呈色を標準色とする。この色は三酸化二ヒ素 (As_2O_3) 2 μg に対応する。

注意：試験に用いる器具、試薬及び試液はヒ素を含まないか、又はほとんど含まないものを用い、必要ならば空試験を行う。

20. 融点測定法

融点とは、通例、結晶性物質が加熱により融解し、固相と液相が平衡状態にあるときの温度と定義されるが、実用的には試料の加熱昇温過程での状態変化を観察し、融け終わりの温度を測定して、これを融点とする。融点は、純物質においてはそれぞれの物質に固有の値を示すことから、物質の同定、確認に用いられるほか、純度の指標ともなる。

融点は、次のいずれかの方法で測定する。比較的純度が高く、粉末状に試料を調製できる物質の融点は第 1 法により、水に不溶性で粉末にしにくい物質の融点は第 2 法により測定する。なお、高分子樹脂類、合成繊維類の融点は第 3 法により測定してもよい。

第1法 通例、比較的純度が高く、粉末状に試料を調製できる物質に適用する。

装置

図に示すものを用いる。ただし、攪拌、加温及び冷却操作等が自動化された装置を用いることができる。

浴液：通例、常温における動粘度 $50\sim 100\text{mm}^2/\text{s}$ の澄明なシリコン油を用いる。

浸線付温度計：測定温度範囲により、1号～6号の温度計がある。融点が 50°C 未満のときは1号、 40°C 以上 100°C 未満のときは2号、 90°C 以上 150°C 未満のときは3号、 140°C 以上 200°C 未満のときは4号、 190°C 以上 250°C 未満のときは5号、 240°C 以上 320°C 未満のときは6号を用いる。

毛细管：内径 $0.8\sim 1.2\text{mm}$ 、長さ 120mm 、壁の厚さ $0.2\sim 0.3\text{mm}$ で一端を閉じた硬質ガラス製のものを用いる。

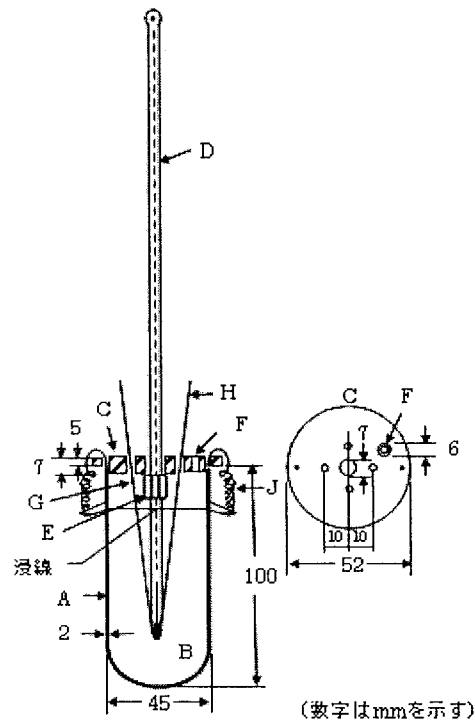


図 融点測定装置

- A：加熱容器（硬質ガラス製）
- B：浴液
- C：テフロン製ふた
- D：浸線付温度計
- E：温度計固定ばね
- F：浴液量加減用小孔
- G：コイルスプリング
- H：毛细管
- J：テフロン製ふた固定ばね

操作法

試料を微細の粉末とし、別に規定するもののほか、デシケーター（シリカゲル）で24時間乾燥する。また、乾燥後とあるときは、乾燥減量の項の条件で乾燥したものを用いる。

この試料を乾燥した毛細管Hに入れ、閉じた一端を下にしてガラス板又は陶板上に立てた長さ約70cmのガラス管の内部に落とし、はずませて固く詰め、層厚が2.5～3.5mmとなるようにする。

浴液Bを加熱し、予想した融点の約10℃下の温度まで徐々に上げ、浸線付温度計Dの浸線を浴液のメニスカスに合わせ、試料を入れた毛細管をコイルスプリングGに挿入し、試料を詰めた部分が温度計の水銀球の中央にくるようにする。次に1分間に約3℃上昇するように加熱して温度を上げ、予想した融点より約5℃低い温度から1分間に1℃上昇するように加熱を続ける。

試料が毛細管内で液化して、固体を全く認めなくなったときの温度計の示度を読み取り、融点とする。

装置適合性 装置適合性の確認は、融点標準品を用いて定期的に行う。融点標準品は、2号～5号温度計を用いる場合の装置適合性評価のために調製されたものであり、異なる融点を持つ6種の高純度物質（アセトアニリド、アセトフェネチジン、カフェイン、スルファニルアミド、スルファピリジン、ワニリン）が選択されており、それぞれの物質の融点 MP_f （融け終わり温度）が表示される。予想される試料の融点に合わせて温度計及び融点標準品を選択し、操作法に従って融点標準品の融点を測定するとき、ワニリン及びアセトアニリドの融点が $MP_f \pm 0.5^\circ\text{C}$ 、アセトフェネチジン及びスルファニルアミドの融点が $MP_f \pm 0.8^\circ\text{C}$ 、スルファピリジン及びカフェインの融点が $MP_f \pm 1.0^\circ\text{C}$ の範囲にあるとき、装置の適合性が確認されたものとする。ただし、上記の測定は繰り返し3回行い、その平均値をもって融点とする。なお、不適合と判定されたとき、上記の操作法に従って試料の充てん、温度計及び毛細管の位置、浴液の加熱・攪拌、温度上昇速度の制御等が正しく行われているか確認し、再試験を行う。これらの条件設定が正しく行われていても、なお上記の判定基準に適合しないとき、浸線付温度計の再検定又は交換を行う必要がある。

第2法 脂肪、脂肪酸、パラフィン又はろう等に適用する。

装置

第1法の装置に替えて、水に入れたビーカーを浴液及び加熱容器として用いる。温度計は、浸線付温度計又は全没式温度計を用いる。また、毛細管は、第1法で規定したものと同様なもので、両端を開いたものを用いる。

操作法

試料を注意しながらできるだけ低温で融解し、これを、泡が入らないようにして毛細管中に吸い上げ、約10mmの高さとする。毛細管から試料が流出しないように保ち、10℃以下で24時間放置するか又は少なくとも1時間、氷上に放置した後、試料の位置が水銀球の中央外側にくるようにゴム輪で温度計に取り付ける。毛細管を取り付けた温度計を水を入れたビーカーに入れ、試料の下端を水面下30mmの位置になるよう固定する。水を絶えずかき混ぜながら加温して、予想した融点より5℃低い温度に達したとき、1分間に1℃上昇するように加熱を続ける。毛細管中で試料が浮上するときの温度計の示度を読み取り、融点とする。

第3法 熱分析法（示差熱分析法又は示差走査熱量測定法）を用いて測定する。

熱分析法は、物質の温度を一定の温度プログラムに従って変化させながら、その物理的性質を温度又は時間の関数として測定する分析法の総称である。

種々の物理的性質のうち、結晶などの固相／液相転移（融解、凝固）又は多形転移などの相変化、

熱分解又は化学反応などに伴う、発熱又は吸熱の熱的挙動を観測する方法を示差熱分析法（DTA：Differential Thermal Analysis）又は示差走査熱量測定法（DSC：Differential Scanning Calorimetry）という。

DTA は、試料の熱的挙動を温度変化として検出する方法であり、DSC は、熱量（エンタルピー）変化として検出する方法である。

装置

DTA 又は DSC 装置は、通例、加熱炉部、温度制御部、検出部、雰囲気調節部及び表示記録部から構成される。

示差熱分析法（DTA）では、加熱炉中に置かれた試料と基準物質を一定速度で加熱又は冷却し、試料と基準物質との間に生じる温度差を熱電対などを用いて、時間又は温度に対して連続的に測定し、記録できるように装置が設計されている。基準物質としては、通例、熱分析用 α -アルミナが用いられる。

示差走査熱量測定法（DSC）では、測定原理の異なる次の二つの方法がある。

(1) 入力補償示差走査熱量測定（入力補償 DSC）

加熱炉中に置かれた試料と基準物質を一定速度で加熱又は冷却し、試料と基準物質との間に生じる温度差を白金抵抗温度計などで検出し、その温度差をゼロに保つよう補償回路を作動させる。両者に加えられた単位時間当たりの熱エネルギーの入力差を時間又は温度に対して連続的に測定し、記録できるように装置が設定されている。

(2) 熱流束示差走査熱量測定（熱流束 DSC）

加熱炉中に置かれた試料と基準物質を一定速度で加熱し、試料と基準物質との間に生じる温度差を熱流束の差としてモニターし、DSC 信号として記録する。熱流束 DSC では、試料と熱源の間の熱流束が試料と熱源の温度差に比例するように熱伝導体を用いられている。また、基準物質と熱源の間についても同様である。

入力補償 DSC 及び熱流束 DSC のいずれの測定法においても、基準物質としては、通例、熱分析用 α -アルミナが用いられるが、単に空容器を基準とすることもある。

操作法

試料及び基準物質を試料容器に充てんした後、一定の温度制御プログラムに従って、加熱炉部を加熱又は冷却し、この温度変化の過程で試料と基準物質間に発生する温度差（DTA）又は熱量変化（DSC）を連続的に測定し、記録する。なお、データ処理を含む装置の取扱いは、各装置で指示された方法及び手順どおりに行うものとする。

あらかじめ、融解又は多形転移など、予想される物理的変化がどのような温度範囲にあるかを知り、かつ予想外の熱的变化が起こっていないことを確認するために、広い温度範囲（室温～分解開始温度）を速い加熱速度（10～20℃/分）で走査して予備的実験を行い、測定温度範囲を定める。定められた温度範囲につき、緩やかな加熱速度、通例、約 2℃/分で試験を行う。ただし、ガラス転移など微少な熱変化しか観測されないような場合、加熱速度を上げるなど、観察しようとする物理的変化に対応した加熱速度の設定が必要となることがある。得られた DTA 曲線又は DSC 曲線の発熱又は吸熱ピークを解析し、融解又は多形転移など、観察しようとする物理的変化に伴う熱量の変化量及び温度（開始温度、ピーク温度及び終了温度など）を求める。

装置の校正

(1) 温度校正

DTA 又は DSC における装置の温度校正は、高純度な金属又は有機物質の融点、あるいは無機塩類又は酸化物の結晶転移点などを用いて行う。通例、熱分析用インジウム、熱分析用スズの融点などが用いられる。

(2) 熱量校正

試料の温度変化に伴う熱量の出入り（エンタルピー変化）を正しく評価するため、熱量標準物質を用いて装置を校正しておく必要がある。熱量標準物質としては、温度校正の場合と同様に、高純度の金属又は有機物の融解熱、あるいは無機塩類の結晶転移熱などを用いて、装置の熱量校正が行われる。通例、熱分析用インジウム、熱分析用スズの融解熱などが用いられる。

操作条件の記載事項

DTA 又は DSC 測定を行った場合、その測定条件に関し、次のことを記録しておく必要がある：試料量、試料容器の開放・密閉の区別、加熱又は冷却速度、測定温度範囲及び雰囲気ガスの種類と流量など。

2 1. 硫酸呈色物試験法

硫酸呈色物試験法は、試料中に含まれる微量の不純物で硫酸によって容易に着色する物質を試験する方法である。

操作法

硫酸は、94.5～95.5%の濃度のものを用いる（硫酸呈色物用硫酸）。あらかじめネスラー管を硫酸でよく洗う。別に規定するもののほか、試料が固体の場合にはネスラー管に硫酸 5mL を入れ、試料を粉末とし、材料成分各条に規定する量を少量ずつ加え、ガラス棒でかき混ぜて完全に溶かす。試料が液体の場合には各条に規定する量を取り、ネスラー管に入れ、硫酸 5mL を加えて振り混ぜる。この間、発熱し温度が上昇するものは冷却し、温度の影響のあるものは標準温度に保ち、15 分間放置した後、液を白色の背景を用い、ネスラー管に入れた各条に規定する色の比較液と側方から観察して比色する。

試料を硫酸と加熱するように規定する場合には、試料及び硫酸をネスラー管にとり、規定に従って加熱した後、比色する。

2.2. 標準液、標準品・試薬・試液及び計量器・用器

容量分析用標準液は、濃度が精密に知られた試薬溶液で、主として容量分析に用いるものである。

標準液は生材規に規定された試験において、試験の比較の基礎として用いる液である。

色の比較液は生材規に規定された試験において、色の比較の対照に用いるものである。

標準品は、生材規に規定された試験に用いるために一定の純度又は一定の品質を有するように調製された物質である。

試薬は生材規に規定された試験に用いるものである。生材規において標準試薬、特級、1級、pH測定用などと記載したもの又は単に試薬名を記載したものは、それぞれ日本工業規格試薬の容量分析用標準物質、特級、1級、pH標準液用などの規格に適合するもので、試験法は日本工業規格試薬の試験法に従う。生材規の試薬名が日本工業規格と相違する場合は、これを併記する。「日局標準品」及び「日局医薬品各条」と記載したものは、日本薬局方の標準品及び医薬品各条の規格にそれぞれ適合するものである。単に試験法を記載してある試薬については、日本薬局方の試験法を準用する。

試液は生材規における試験に用いるために調製した液である。

計量器は生材規における試験において、計量に用いる器具又は機械である。

用器は生材規における試験において、その条件をなるべく一定にするために定めた器具である。

(1) 容量分析用標準液

0.5mol/L 塩酸

1000mL 中塩酸 (HCl : 36.46) 18.230g を含む。

調製 塩酸 45mL に水を加えて 1000mL 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℃で 40~60 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 0.5g を精密に量り、水 50mL 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 : メチルレッド試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は、液を注意して煮沸し、ゆるく栓をし、冷却するとき、持続する橙色~橙赤色を呈するときとする。

$$0.5\text{mol/L 塩酸 } 1\text{mL} = 26.50\text{mg Na}_2\text{CO}_3$$

0.2mol/L 塩酸

1000mL 中塩酸 (HCl : 36.46) 7.292g を含む。

調製 塩酸 18mL に水を加えて 1000mL 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℃で 40~60 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 0.15g を精密に量り、水 30mL 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 : メチルレッド試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は、液を注意して煮沸し、ゆるく栓をし、冷却するとき、持続する橙色~橙赤色を呈するときとする。

$$0.2\text{mol/L 塩酸 } 1\text{mL} = 10.60\text{mg Na}_2\text{CO}_3$$

0.1mol/L 塩酸

1000mL 中塩酸 (HCl : 36.46) 3.6461g を含む。

調製 用時、0.2mol/L 塩酸に水を加えて正確に 2 倍容量とする。

0.1mol/L 塩酸 1mL = 5.300mg Na₂CO₃

0.01mol/L 塩酸

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

調製 用時、0.2mol/L 塩酸に水を加えて正確に 20 倍容量とする。

0.02mol/L 過マンガン酸カリウム液

1000mL 中過マンガン酸カリウム (KMnO₄ : 158.03) 3.1607g を含む。

調製 過マンガン酸カリウム 3.2g を水に溶かし、1000mL 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 0.3g を 500mL の三角フラスコに精密に量り、水 30mL に溶かし、薄めた硫酸 (1→20) 250mL 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 40mL 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 0.5~1mL 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。

0.02mol/L 過マンガン酸カリウム液 1mL = 6.700mg Na₂C₂O₄

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。

0.002mol/L 過マンガン酸カリウム液

1000mL 中過マンガン酸カリウム (KMnO₄ : 158.03) 0.31607g を含む。

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

0.1mol/L 水酸化カリウム液

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

調製 水酸化カリウム 6.5g を水 950mL 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 (スルファミン酸) (標準試薬) をデシケーター (減圧、シリカゲル) で 24~48 時間乾燥し、その約 0.25g を精密に量り、新たに煮沸して冷却した水 25mL 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。

0.1mol/L 水酸化カリウム液 1 mL = 9.709mg HOSO₂NH₂

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

0.5mol/L 水酸化カリウム・エタノール液

1000mL 中水酸化カリウム (KOH : 56.11) 28.055g を含む。

調製 水酸化カリウム 35g を水 20mL に溶かし、無アルデヒドエタノールを加えて 1000mL 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 0.25mol/L 硫酸 25mL を正確に量り、水 50mL 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：フェノールフタレイン試液 2 滴）。ただし、滴定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。

0.1mol/L 水酸化カリウム・エタノール液

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

調製 水酸化カリウム 7g を水 20mL に溶かし、無アルデヒドエタノールを加えて 1000mL 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 0.05mol/L 硫酸 15mL を正確に量り、水 50mL 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：フェノールフタレイン試液 2 滴）。ただし、滴定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。

1mol/L 水酸化ナトリウム液

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

調製 水酸化ナトリウム 42g を水 950mL 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 (スルファミン酸) (標準試薬) をデシケーター (減圧、シリカゲル) で 24~48 時間乾燥し、その約 1.5g を精密に量り、新たに煮沸して冷却した水 25mL 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）。ただし、滴定の終点は緑色を呈するときとする。

1mol/L 水酸化ナトリウム液 1mL = 97.09mg HOSO₂NH₂

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

0.5mol/L 水酸化ナトリウム液

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

調製 水酸化ナトリウム 22g を水 950mL 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 (スルファミン酸) (標準試薬) をデシケーター (減圧、シリカゲル) で 24~48 時間乾燥し、その約 0.7g を精密に量り、新たに煮沸して冷却した水 25mL 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）。ただし、滴定の終点は緑色を呈するときとする。

0.5mol/L 水酸化ナトリウム液 1mL = 48.55mg HOSO₂NH₂

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

0.1mol/L 水酸化ナトリウム液

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

調製 水酸化ナトリウム 4.5g を水 950mL 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 (スルファミン酸) (標準試薬) をデシケーター (減圧、シリカゲル) で 24~48 時間乾燥し、その約 0.15g を精密に量り、新たに煮沸して冷却した水 25mL 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)。ただし、滴定の終点は緑色を呈するときとする。

0.1mol/L 水酸化ナトリウム液 1mL = 9.709mg HOSO₂NH₂

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

0.2mol/L チオ硫酸ナトリウム液

1000mL 中にチオ硫酸ナトリウム五水和物 (Na₂S₂O₃·5H₂O : 248.18) 49.636g を含む。

調製 チオ硫酸ナトリウム 52g 及び無水炭酸ナトリウム 0.2g に、新たに煮沸し冷却した水を加えて溶かして 1000mL とし、次の標定を行う。

標定 ヨウ素酸カリウム (標準試薬) を 120~140℃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、その約 0.2g をヨウ素瓶に精密に量り、水 25mL を加えて溶かし、ヨウ化カリウム 4g 及び希硫酸 10mL を加え、密栓し、10 分間放置した後、水 100mL を加え、遊離するヨウ素を調製したチオ硫酸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、液が終点近くで淡黄色になったとき、デンプン試液 3mL を加え、生じる青色が脱色した点とする。同様の方法で空試験を行って補正する。

0.2mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1mL = 7.133mg KIO₃

注意：長く保存したものは、標定し直して用いる。

0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム液

1000mL 中にチオ硫酸ナトリウム五水和物 (Na₂S₂O₃·5H₂O : 248.18) 24.818g を含む。

調製 用時、0.2mol/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 2 倍容量とする。

0.01mol/L チオ硫酸ナトリウム液

1000mL 中チオ硫酸ナトリウム五水和物 (Na₂S₂O₃·5H₂O : 248.18) 2.4818g を含む。

調製 用時、0.2mol/L チオ硫酸ナトリウム液に新たに煮沸し冷却した水を加えて 20 倍容量とする。

0.25mol/L 硫酸

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

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

標定 炭酸ナトリウム (標準試薬) を $500\sim 650^\circ\text{C}$ で 40~60 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 0.4g を精密に量り、水 50mL 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: メチルレッド試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は、液を注意して煮沸し、ゆるく栓をし、冷却するとき、持続する橙色~橙赤色を呈するときとする。

0.25mol/L 硫酸 1mL = 26.50mg Na_2CO_3

0.05mol/L 硫酸

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

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

標定 炭酸ナトリウム (標準試薬) を $500\sim 650^\circ\text{C}$ で 40~60 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 80mg を精密に量り、水 30mL 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: メチルレッド試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は、液を注意して煮沸し、ゆるく栓をし、冷却するとき、持続する橙色~橙赤色を呈するときとする。

0.05mol/L 硫酸 1mL = 5.300mg Na_2CO_3