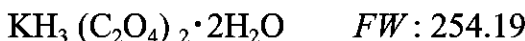


二しゅう酸三水素カリウム
二水和物（試薬）

Potassium trihydrogen dioxalate dihydrate



1. **適用範囲** この規格は、試薬として用いる二しゅう酸三水素カリウム二水和物について規定する。

備考 この規格の引用規格を、次に示す。

JIS K 8001 試薬試験方法通則

JIS Z 8802 pH 測定方法

2. **共通事項** この規格に共通する事項は、**JIS K 8001** による。

3. **種類** pH 測定用

4. **性質** 二しゅう酸三水素カリウム二水和物は、次の性質を示す。

(1) **性状** 二しゅう酸三水素カリウム二水和物は無色の結晶又は白い結晶性粉末で、水にやや溶けやすく、エタノールにほとんど溶けない。溶液は酸性である。

(2) **定性方法**

(a) 試料 1 g に水 20 ml を加えて溶かす（A 液）。A 液 10 ml に塩化カルシウム溶液（100 g/l）1 ml を加えると、白い沈殿が生じる。

(b) A 液を用いて **JIS K 8001** の 5.29（炎色試験）(1)を行うと、紫が現れる。

5. **品質** 品質は、6.によって試験し、表 1 に適合しなければならない。

表 1 品質

項目	規格値	項目	規格値
純度（乾燥後）	99.8 %以上	銅 (Cu)	2 ppm 以下
水溶状	試験適合	マグネシウム (Mg)	5 ppm 以下
乾燥減量	0.1 %以下	カルシウム (Ca)	5 ppm 以下
塩化物 (Cl)	0.001 %以下	鉛 (Pb)	3 ppm 以下
りん酸塩 (PO ₄)	5 ppm 以下	鉄 (Fe)	0.001 %以下
硝酸塩 (NO ₃)	試験適合	アンモニウム (NH ₄)	0.002 %以下
硫酸塩 (SO ₄)	0.002 %以下	硫酸着色物質	試験適合
ナトリウム (Na)	0.005 %以下		

6. 試験方法 試験方法は、次のとおりとする。

(1) 純度 (乾燥後) 99.8 %以上

試験は(a)及び(b)について行い、いずれも適合すること。

- (a) (3)の残分 1 g (0.1 mg のけたまではかる) + 二酸化炭素を含まない水 20 ml → 加熱溶解 → 冷却 → 全量フラスコ 100 ml に入れる → 二酸化炭素を含まない水を標線まで加える (B 液)。

B 液 20 ml (試料量 0.2 g) (正確にとる) + 二酸化炭素を含まない水 40 ml → 0.1 mol/l 水酸化ナトリウム溶液で pH8.6 まで滴定 [JIS Z 8002 に規定する pH 計 II 型を用いる]

0.1 mol/l 水酸化ナトリウム溶液 1 ml は、0.008 473 g $\text{KH}_3\text{C}_4\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ に相当する。

- (b) B 液 20 ml (正確にとる) + (水 200 ml + 硫酸 10 ml) → 液温を 25 ~ 30 °C とし、緩くかき混ぜながら + 0.02 mol/l 過マンガン酸カリウム溶液 29 ml (ビュレットから約 1 分間をかけて加える) → 脱色するまで放置 → 55 ~ 60 °C に加熱 → 0.02 mol/l 過マンガン酸カリウム溶液で滴定を続ける (終点は、液が 30 秒間微紅色を保つまで)。(終点前の 0.5 ~ 1 ml は 1 滴ずつ、前に加えた過マンガン酸カリウムの色が消えてから加える)。別に水 200 ml + 硫酸 10 ml → 55 ~ 60 °C に加熱したものについて空試験を行い滴定量を補正する。

0.02 mol/l 過マンガン酸カリウム溶液 1 ml は、0.006 355 g $\text{KH}_3\text{C}_4\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ に相当する。

- (2) 水溶状 試料 1 g + 水 (→ 20 ml) → 加熱溶解 → 冷却 …… 澄明。

(3) 乾燥減量 0.1 %以下

試料 1 g (0.1 mg のけたまではかる) → シリカゲルデシケーター中で 18 時間乾燥 …… 減量 1 mg 以下 [(1)の試験に用いる]。

(4) 塩化物 (Cl) 0.001 %以下

試料側溶液 試料 1.0 g + 硝酸 (1+2) 15 ml + 水 (→ 20 ml)。

標準側溶液 塩化物標準溶液 (0.01 mgCl/ml) 1.0 ml + 硝酸 (1+2) 15 ml + 水 (→ 20 ml)。

操作 JIS K 8001 の 5.7(1) (比濁法) による。

(5) リン酸塩 (PO_4) 5 ppm 以下

試料側溶液 試料 2.0 g → ビーカー 300 ml に入れる + 硝酸 (1+2) 3 ml + 過酸化水素 4 ml → 時計皿でふたをする → 水浴上加熱 → 反応が終わった後時計皿をとる → 水浴上蒸発乾固 + 硝酸 (1+2) 3 ml + 過酸化水素 2 ml → 水浴上蒸発乾固 “+ 塩酸 (2+1) 5 ml → 水浴上蒸発乾固” (2 回行う) + 水 (→ 20 ml)。

標準側溶液 リン酸塩標準液 (0.01 mg PO_4 /ml) 1.0 ml → ビーカー 300 ml に入れる + 硝酸 (1+2) 6 ml + 過酸化水素 6 ml → 時計皿でふたをする → 水浴上加熱 → 反応が終わった後時計皿をとる → 水浴上蒸発乾固 + 塩酸 (2+1) 10 ml → 水浴上蒸発乾固 + 水 (→ 20 ml)。

操作 JIS K 8001 の 5.13(1) (比色法) による。

- (6) 硝酸塩 JIS K 8001 の 5.10(1) (インジゴカルミン法) による。試料 1 g 及びインジゴカルミン溶液 0.1 ml を用いる。(NO₃ として約 0.003 %以下)

(7) 硫酸塩 (SO_4) 0.002 %以下

試料側溶液 試料 3 g → ビーカー 300 ml に入れる + 硝酸 (1+2) 3 ml + 過酸化水素 5 ml → 時計皿でふたをする → 水浴上加熱 → 反応が終わった後時計皿をとる → 水浴上蒸発乾固 + 硝酸 (1+2) 3 ml + 過酸化水素 2 ml → 水浴上蒸発乾固 “+ 塩酸 (2+1) 7 ml → 水浴上蒸発乾固” (2 回行う) + 水 (→ 20 ml)。

標準側溶液 硫酸塩標準液 (0.01 mg SO_4 /ml) 6.0 ml → ビーカー 300 ml に入れる + 硝酸 (1+2) 6 ml + 過酸化水素 7 ml → 時計皿でふたをする → 水浴上加熱 → 反応が終わった後時計皿をとる → 水浴上蒸発乾固 + 塩酸 (2+1) 14 ml → 水浴上蒸発乾固 + 水 (→ 20 ml)。

操作 JIS K 8001 の 5.15(1) (比濁法) による。

(8) ナトリウム (Na) 0.005 %以下

試料側溶液 試料 1.0 g→ポリエチレン製全量フラスコ 100 ml に入れる→水を標線まで加える (X 液)。

標準側溶液 試料 1.0 g + ナトリウム標準液 (0.01 mgNa/ml) 5.0 ml→ポリエチレン製全量フラスコ 100 ml に入れる→水を標線まで加える (Y 液)。

操作 JIS K 8001 の 5.30 (炎光光度法) による。測定波長 λ_1 589.0 nm λ_2 580 nm。

(9) 銅 (Cu) 2 ppm 以下

試料側溶液 試料 5 g→ビーカー300 ml に入れる + 硝酸 (1+2) 5 ml + 過酸化水素 10 ml→時計皿でふたをする→水浴上加熱→反応が終わった後時計皿をとる→水浴上蒸発乾固 + 硝酸 (1+2) 3 ml + 過酸化水素 2 ml→水浴上蒸発乾固 + 塩酸 (2+1) 3 ml→水浴上蒸発乾固 + 塩酸 (2+1) 1 ml + 水 (→80 ml)。

標準側溶液 試料 5 g→ビーカー300 ml に入れる + 銅標準液 (0.01 mgCu/ml) 1.0 ml + 鉛標準液 (0.01 mgPb/ml) 1.5 ml + 鉄標準液 (0.01 mgFe/ml) 5.0 ml + 硝酸 (1+2) 5 ml + 過酸化水素 10 ml→時計皿でふたをする→水浴上加熱→反応が終わった後時計皿をとる→水浴上蒸発乾固 + 硝酸 (1+2) 3 ml + 過酸化水素 2 ml→水浴上蒸発乾固 + 塩酸 (2+1) 3 ml→水浴上蒸発乾固 + 塩酸 (2+1) 1 ml + 水 (→80 ml)。

空試験用溶液 硝酸 (1+2) 8 ml→ビーカー300 ml に入れる + 過酸化水素 12 ml→時計皿でふたをする→水浴上加熱→反応が終わった後時計皿をとる→水浴上蒸発乾固 + 塩酸 (2+1) 3 ml→水浴上蒸発乾固 + 塩酸 (2+1) 1 ml + 水 (→5 ml)。

操作 JIS K 8001 の 5.31 (原子吸光法) (2) (抽出液噴霧法) (d) による。測定波長 324.7 nm。[X 液, Y 液及び Z 液は(12)及び(13)の試験にも用いる]。

(10) マグネシウム (Mg) 5 ppm 以下

試料側溶液 試料 4.0 g→ビーカー300 ml に入れる + 水 10 ml + 硝酸 (1+2) 5 ml + 過酸化水素水 5 ml→時計皿でふたをする→水浴上加熱→反応が終わった後時計皿をとる→水浴上蒸発乾固 + 硝酸 (1+2) 3 ml + 過酸化水素水 2 ml→水浴上蒸発乾固 + 塩酸 (2+1) 3 ml + 水浴上蒸発乾固 + 塩酸 (2+1) 1 ml→全量フラスコ 50 ml にとる→標線まで水を加える (X 液) [(11)の試験にも用いる]。

標準側溶液 試料 4.0 g→ビーカー300 ml に入れる + マグネシウム標準液 (0.01 mgMg/ml) 2.0 ml + カルシウム標準液 (0.01 mgCa/ml) 2.0 ml + 水 10 ml + 硝酸 (1+2) 5 ml + 過酸化水素水 5 ml→時計皿でふたをする→水浴上加熱→反応が終わった後時計皿をとる→水浴上蒸発乾固 + 硝酸 (1+2) 3 ml + 過酸化水素 2 ml→水浴上蒸発乾固 + 塩酸 (2+1) 3 ml→水浴上蒸発乾固 + 塩酸 (2+1) 1 ml→全量フラスコ 50 ml にとる→標線まで水を加える (Y 液) [(11)の試験にも用いる]。

空試験溶液 硝酸 (1+2) 8 ml→ビーカー300 ml に入れる + 過酸化水素 12 ml→時計皿でふたをする→水浴上加熱→反応が終わった後時計皿をとる→水浴上蒸発乾固 + 塩酸 (2+1) 3 ml→水浴上蒸発乾固 + 塩酸 (2+1) 1 ml + 全量フラスコ 50 ml にとる→標線まで水を加える (Z 液) [(11)の試験にも用いる]。

操作 JIS K 8001 の 5.31(1) (直接噴霧法) (d) による。

測定波長 285.2 nm [X 液, Y 液及び Z 液は(11)の試験にも用いる]。

(11) カルシウム (Ca) 5 ppm 以下

試料側溶液 (10)の X 液。

標準側溶液 (10)の Y 液。

空試験溶液 (10)の Z 液。

操作 JIS K 8001 の 5.31(1)(d)による。測定波長 422.7 nm。

(12) 鉛 (Pb) 3 ppm 以下

試料側溶液 (9)の X 液。

標準側溶液 (9)の Y 液。

空試験溶液 (9)の Z 液。

操作 JIS K 8001 の 5.31(2)(d)③による。測定波長 283.3 nm。

(13) 鉄 (Fe) 0.001 %以下

試料側溶液 (9)の X 液。

標準側溶液 (9)の Y 液。

空試験溶液 (9)の Z 液。

操作 JIS K 8001 の 5.31(2)(d)③による。測定波長 248.3 nm。

(14) アンモニウム (NH₄) 0.002 %以下

試料側溶液 試料 0.3 g + 塩酸 (2+1) 1 ml → 水浴上蒸発乾固 + 水 5 ml + 水酸化ナトリウム溶液 (300 g/l) 0.5 ml + 水 (→10 ml)。

標準側溶液 アンモニウム標準液 (0.01 mgNH₄/ml) 0.6 ml + 塩酸 (2+1) 1 ml + 水酸化ナトリウム溶液 (300 g/l) 0.5 ml → 水浴上蒸発乾固 + 水 5 ml + 水 (→10 ml)。

操作 JIS K 8001 の 5.11(4) (インドフェノール青法) による。

(15) 硫酸着色物質

JIS K 8001 の 5.26(3)(c) (固体試料の場合) による。試料 1 g 及び硫酸 10 ml を用い、比色標準液 A の色よりこくない。

7. **容器** 気密容器とする。

8. **表示** 容器には、容易に消えない方法で、次の事項を表示しなければならない。

(1) 名称 “二しゅう酸三水素カリウム二水和物” 及び “試薬” の文字

(2) 種類

(3) 化学式, 式量

(4) 品質 (純度)

(5) 内容量

(6) 製造番号

(7) 製造年月又はその略号

(8) 製造業者名又はその略号

化学分析部会 試薬・標準液専門委員会 構成表

	氏名	所属
(委員長)	並 木 博	横浜国立大学
	坂 東 一 彦	通商産業省機械情報産業局
	細 川 幹 夫	通商産業省基礎産業局
	地 崎 修	工業技術院標準部
	久保田 正 明	工業技術院化学技術研究所
	喜多川 忍	通商産業省通商産業検査所
	寺 尾 允 男	厚生省国立衛生試験所
	中 西 淳 男	社団法人日本化学会
	山 岡 宏	片山化学工業株式会社
	芝 山 正	関東化学株式会社
	日 暮 喜八郎	第一化学薬品株式会社
	高 野 虞美子	東京化成工業株式会社
	中 村 穰	森田化学工業株式会社
	北 田 佳 伸	和光純薬工業株式会社
	坂 本 勉	株式会社オルガノメンテナンスサービス
	飯 島 宏 淳	財団法人化学品検査協会
	川 瀬 晃	セイコー電子工業株式会社
	西 川 光 一	日本化学工業協会
	山 口 直 治	社団法人日本環境測定分析協会
	中 村 靖	日本鉱業株式会社
(事務局)	田 坂 勝 芳	工業技術院標準部繊維化学規格課
	山 本 健 一	工業技術院標準部繊維化学規格課