

# 日本ソーダ工業会規格

## さらし液試験方法 JSIA 06-2-1998

### Testing method of bleaching solution

1. 適用範囲 この規格は、工業薬品としてのさらし液（次亜塩素酸カルシウムを主成分とする水溶液）の試験方法について規定する。

備考 この規格の引用規格を、次に示す。

JIS K 0050 化学分析方法通則

JIS K 8001 試薬試験方法通則

JIS K 8355 酢酸（試薬）

JIS Z 8401 数値の丸め方

#### 2. 試料採取

- 2.1 方法 試料採取方法は、工程能力指数 ( $C_P$ )<sup>(1)</sup> に応じて表 1 の区分とする。

注<sup>(1)</sup> 工程能力指数は、次の式によって求める。この際使用される平均値、標準偏差は、連続した20ロット以上のデータから求めたものを用いる。ここでロットとは、同一品質とみなされるさらし液であって、同一バッチで生産したもの（生産ロット）、同一貯槽の在庫品（在庫ロット）、同一貯槽から積み出したもの（出荷ロット）をいう。

なお、“同一バッチで生産したもの”とは、“同一装置で、かつ、同一条件で生産されたもの”という意味である。

下限規格 ( $S_L$ ) の場合

$$C_P = \frac{\bar{x} - S_L}{3\sigma} = \frac{\text{平均値} - \text{下限規格}}{3 \times \text{標準偏差}}$$

表 1 試料採取の区分

工程能力指数 ( $C_P$ )	試料の採取
(1) 1.33未満	試料採取 (I)
(2) 1.33以上 1.67未満	試料採取 (II)
(3) 1.67以上	定期的な試料採取

(1) 試料採取 (I)

- (a) 大型容器 タンクローリー、タンク車の場合は最低 1 個、船及び貯槽の場合は容器内の異なる層、また、パイプラインの場合は異なる時期に最低 2 個の試料を採取する。1 個の場合はそのまま代表試料とし、2 個以上の場合は混合して代表試料とする。

また、試料容器には、ロットの識別ができるように容器ごとに試料採取年月日及びロット番号を記入する。

- (b) 小型容器 (ポリエチレン缶など) 乱数さい、乱数表、その他の方法によって、表 2 の個数の容器をランダムに抽出し、各容器から試料を採取し、混合して代表試料とする。ただし、500 個を越える場合は、100 個ごとに 1 個を加えるものとする〔容器数に容器採取比率 0.01 を乗じた数 (小数点以下は切捨て) とする〕。

表 2 試料採取の最小容器数

容器個数	最小容器数
1 ~ 10	1
11 ~ 50	2
51 ~ 100	3
101 ~ 500	5

(2) 試料採取 (II)

- (a) 大型容器 タンクローリー、タンク車、船などの専用容器にあっては、送液源の製品貯蔵から 1 個の試料を採取し、代表試料とする。

専用容器でない場合は、水洗浄を十分行いよく水を切った後、製品を送液充てんし、十分かくはん (攪拌) 混合し、最低 1 個の試料を採取し、代表試料とする。

また、試料容器には、ロットの識別ができるように容器ごとに試料採取年月日及びロット番号を記入する。

- (b) 小型容器 ポリエチレン缶などの小型容器は、容器個数にかかわらず、最低 1 個望ましくは 2 個の試料を採取し、代表試料とする。

また、試料容器にはロットの識別ができるように容器ごとに試料採取年月日及びロット番号を記入する。

- (3) 定期的な試料採取 工程能力指数 ( $C_P$ ) が 1.67 を越え、かつ、工程が管理状態にあることが主要特性の管理図などで確認できる場合は、検査ロットの設定を省略し、定期的な試料採取を行い、工程能力指数 ( $C_P$ ) が維持されていることを確認する。

2.2 器具 器具は、塩化ビニル、ポリエチレン、ガラスなどの適切な材質で作られたものを用い、使用前に採取すべきさらし液でよく洗浄する。

2.3 採取量 採取量は、500ml以上とする。

### 3. 試験方法

3.1 一般事項 試験において共通する一般事項は、JIS K 0050及びJIS K 8001による。

#### 3.2 有効塩素

(1) 要旨 試料を水に溶解し、よう化カリウムを加え、遊離したよう素をでんぶん溶液を指示薬としてチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する。

(2) 試薬 試薬は、次のとおりとする。

(a) 0.1mol/l チオ硫酸ナトリウム溶液 JIS K 8001の4.5 (21.2) (0.1mol/l チオ硫酸ナトリウム溶液) に規定するもの。

(b) よう化カリウム JIS K 8001に規定するもの。

(c) 酢酸 (1 + 1) JIS K 8355に規定する酢酸を用いて調製したもの

(d) でんぶん溶液 JIS K 8001の4.4 (指示薬) に規定するもの。

(3) 操作 操作は、次のとおり行う。

(a) 試料約15mlをビーカー300mlに0.01gまで量り取る。

(b) 速やかに全量フラスコ1000mlに移し入れ、水を標線まで加えて振り混ぜる。

(c) その50mlを共栓付き三角フラスコ300mlに取り、よう化カリウム2gを加え、次に酢酸 (1 + 1) 10mlを加えた後、指示薬としてでんぶん溶液数滴を加え、溶液の色が青から無色になる点を終点として、0.1mol/l チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する。ただし、でんぶん溶液は溶液が薄い黄色になってから加える。

(d) 空試験として、水50mlを用いて(c)の操作を行う。

(4) 計算 有効塩素は、次の式によって算出する。

$$C = \frac{0.003545(V_1 - V_0) \times F}{W \times \frac{50}{1000}} \times 100$$

ここに、C : 有効塩素 (%)

$V_1$  : 試料の滴定に要した0.1mol/l チオ硫酸ナトリウム溶液の量 (ml)

$V_0$  : 空試験の滴定に要した0.1mol/l チオ硫酸ナトリウム溶液の量 (ml)

F : 0.1mol/l チオ硫酸ナトリウム溶液のファクター

$W$  : 試料の質量 (g)

0.003545 : 0.1mol/l チオ硫酸ナトリウム溶液 1 ml の有効塩素相当量 (g)

参考 試料採取上の注意事項

- (1) 身体に対する腐食性が高いので、ゴム手袋、保護眼鏡を着用して取り扱うこと。
- (2) 高温、紫外線などで自然分解するので直射日光を避け冷暗所に貯蔵すること。
- (3) 酸性液、重金属類などの混入があると、酸素又は塩素ガスを放出するので注意すること。
- (4) 誤って人体や衣服についたときは、直ちに多量の流水で洗い流すこと。
- (5) 眼に入ったときは、直ちに多量の流水で15分洗顔した後、医者 の 診 断 を 受 け る 事 件 。

## さらし液 解説

### 1. 概 要

#### 1. 改正の経緯

さらし液は昭和39年7月にJIS K 1027（さらし液）として制定され、現在に至っている。

昭和62年5月通商産業省工業技術院標準部繊維化学規格課では、ISOとの整合性の保持、精度感度が良好で簡便な新しい分析機器の採用、より鋭敏な発色試薬の採用など、現行規格の合理化を図るための見直しを日本ソーダ工業会に依頼した。

日本ソーダ工業会では改正原案作成のために規格小委員会を設置し、検討を経て改正原案を工業技術院に提出した。

しかし、その後工業技術院の指導による“0ベースからの見直し”により業界規格として品質（06-1）と試験方法（06-2）の規格を制定したものである。

#### 2. 主な改正点

##### 2.1 規格名称

さらし液と言う名称は主成分の次亜塩素酸カルシウムの漂白作用から引用されたものである。英文についてもBleaching Solutionに改正すると共に化学式を削除した。

##### 2.2 適用範囲

JIS規格ではさらし液を次亜塩素酸カルシウム液と規定していたが、さらし液は水酸化カルシウムの懸濁液に塩素ガスを反応させて作られたもので、その成分も有効成分の次亜塩素酸カルシウムと塩化カルシウム、水酸化カルシウム等の混合溶液である。

従って、本規格ではカッコ内に（次亜塩素酸カルシウムを有効成分とする水溶液）と付記することで主成分を明確にした。

##### 2.3 品 質

(1) 品質と試験方法に分けて規格を制定した。

(2) 数値の取扱いについてはJIS K 8401によることを備考(2)に記載した。

##### 2.4 試料採取方法

相次ぐ技術革新に伴って製造プロセスには著しい進歩があった。このような産業界の実情を鑑み、JIS規格は必ずしも世の中の趨勢とは適合しない箇所が見られるようになって来た。

今回の改定では製品品質の実力を反映した試料採取方法を検討し、工程能力指数による区分を設け、一定以上の工程能力指数がある場合は定期的な試料採取により評価し、検査ロットの設定は行わない方法とした。

また、大型容器についても規定し「タンク」を貯槽に改めた。

##### 2.5 試料採取器具

JIS規格では着色容器となっていたが、本規格では塩化ビニル、ポリエチレン、ガラスなどの適切な材質で作られたものに改めた。

##### 2.6 試料採取量

JIS規格では小型容器は約1 l、大型容器は約5 lとなっていたが、試験に用いる実用的な使用量を考慮して500ml以上に改めた。

## 2.7 試験方法

規格の様式を要旨、試薬、操作、計算の項に分けて規定した。またS I単位導入により溶液濃度はmol表記に、容積単位はmlに改めた。

## 2.8 表示

JIS規格では表示について規定がなかったが、JISの書式に従って容器ごとに表示する事項を、品質規格に規定した。

## 2.9 一般注意事項

JIS規格では記載されていないが、本規格ではさらし液の腐食性や分解性の性質状から一般的な注意事項を参考欄に記述した。

## 3. JIS K 1027とJSIA 06規格の比較

JIS K 1027とJSIA 06の規格の概要を比較して解説表1に示す。

解説表1 JIS K 1027とJSIA 06の対照表

項目	JIS規格	JSIA規格						
規格名称方法	さらし液 Calcium Hypochlorite Solution Ca(ClO) <sub>2</sub>	さらし液 Bleaching Solution						
適用範囲	工業薬品としてのさらし液（次亜塩素酸カルシウム液）	工業薬品としてのさらし液（次亜塩素酸カルシウムを有効成分とする水溶液）						
品質	次の規定に適合しなければならない <table border="1" style="margin-left: auto; margin-right: auto;"> <tr> <td>有効塩素</td> <td>8.0 %以上</td> </tr> </table> 注；この数値は出荷時のもの	有効塩素	8.0 %以上	品質規格を試験方法とは別に規定した <table border="1" style="margin-left: auto; margin-right: auto;"> <tr> <td colspan="2">表1 品質</td> </tr> <tr> <td>有効塩素</td> <td>8.0 %以上</td> </tr> </table> 備考(1)この数値は出荷時のもの (2)数値はJIS Z 8401により丸めた結果	表1 品質		有効塩素	8.0 %以上
有効塩素	8.0 %以上							
表1 品質								
有効塩素	8.0 %以上							
試料採取方法	容器数に応じて試料個数を決める	工程能力指数 ( $C_p$ ) に応じて3段階の試料採取方法を採用した $C_p$ 1.33未満 試料採取(I) $C_p$ 1.33以上～1.67未満 試料採取(II) $C_p$ 1.67以上 定期的試料採取						
試料採取器具	着色容器	塩化ビニル、ポリエチレン、ガラスなどの適切な材質のもの						
試料採取量	小型容器は最小1l 大型容器は約5l	500ml 以上						
試験方法	試験方法を一括して記載	要旨、試薬、操作、計算の項に区分						
単位表記	N、cc	mol、ml						
表示	記載なし	容器ごとに表示すべき項目を品質規格に規定						
一般注意事項	記載なし	参考欄に記述						
引用規格	記載なし	それぞれに対応する規格を掲載						
対応国際規格 関連規格	記載なし	該当なし						

## II. 逐条解説

### 1. 規格名称及び適用範囲

JIS規格の規格名称では、英文名ではCalcium Hypochlorite Solution、化学式では $\text{Ca}(\text{ClO})_2$ 、付記邦文名では「次亜塩素酸カルシウム液」となっていた。

しかし、さらし液は水酸化カルシウムの懸濁液に塩素ガスを吸収させて製造するもので、成分は次亜塩素酸カルシウム、塩化カルシウム、水酸化カルシウムなどの混合溶液であり、従来の表記方法の妥当性が議論された。

その結果、本規格では化学式は削除し、英文名はBleaching Solutionに、付記邦文名では「次亜塩素酸カルシウムを有効成分とする水溶液」に改めた。

### 2. 試料採取方法

1980年代に改定された工業薬品のJIS 38規格について試料採取方法を調査した結果、ロットの大きさで一義的に抜取り個数を決定する方法がほとんどであった。

今回は、これを見直しTQCの原点である『品質は工程で作り込む』ことを念頭において、工程能力に応じた抜取り個数の設定を検討した。

種々の議論はあったものの工程能力の指数としては、日本規格協会編「やさしいQC七つ道具」に記述されている工程能力指数 ( $C_p$ ) の採用が妥当であるとの結論に達し、本文の表2に記載されている3区分に分けることにした。

#### 2.1 試料採取 (I)

工程能力指数 ( $C_p$ ) 1.33未満が該当し、JIS K 1321-1994 (硫酸) を参考として大型容器、小型容器に分けた。

解説表2に小型容器の抜取り個数の新旧規格の対比を示した。

管理レベルを向上させる意味から  $\bar{x}-R$  管理図もしくは  $\bar{x}-R_s$  管理図を用いることを推奨する。

解説表2 小型容器の抜取り個数

容器個数	最小容器数	
	旧規格 (JIS)	新規格 (JSIA)
1 ~ 10		1
11 ~ 50		2
51 ~ 100		3
101 ~ 500		5
		500個を越える場合は100個ごとに1個を加える

## 2.2 試料採取（Ⅱ）

工程能力指数 ( $C_p$ ) が1.33以上1.67未満が該当し、大型容器についてはJIS規格の液体試料の採取方法に準じている。

小型容器にあつては1～2個の試料採取としたが、 $\bar{x}-R$ 管理図または  $x-R_s$  管理図による管理状態の確認が望ましい。

## 2.3 定期的な試料採取

工程能力指数 ( $C_p$ ) が1.67以上であり、かつ工程が管理状態にあることが主要特性の管理図などで確認できる場合は、ロットの設定は行わなくてもよい。

試料採取の目的は工程能力指数 ( $C_p$ ) が維持されているか否かを管理する事であり、工程能力指数 ( $C_p$ ) が1.67以上に保たれていれば合否判定の必要はなく、客先向けの試験成績表などには直近の定期測定値を記載できる。

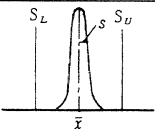
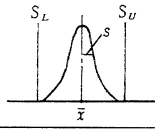
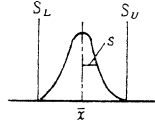
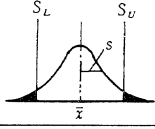
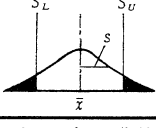
この場合の工程能力指数 ( $C_p$ ) は当該定期測定値から過去の定期測定値に遡って10ヶ程度のデータを用いて求めればよい。

当然のことながら工程能力指数 ( $C_p$ ) が1.67に達しなかった場合は、試料採取（Ⅱ）もしくは試料採取（Ⅰ）に直ちに移行しなければならない。

ここで定期的な試料採取の「定期」については、各々の工程、それぞれの特性値、工程能力によるが、日または週の単位で任意に決めて差支えない。

この試料採取方法は製造プラントの品質情報を利用した無試験検査〔JIS Z 9001 2.1(1)（抜取検査通則）〕と考えることができる。

解説表 3 工程能力の有無の判断基準

No.	$C_p$ (または $C_{p1}$ ) の値	分布と規格の関係	工程能力有無の判断	処 置
1	$C_p \geq 1.67$		工程能力は十分すぎる。	製品のばらつきが若干大きくなっていても心配ない。管理の簡素化やコスト低減の方法などを考える。
2	$1.67 > C_p \geq 1.33$		工程能力は十分である。	理想的な状態なので維持する。
3	$1.33 > C_p \geq 1.00$		工程能力は十分とはいえないがまずまずである	工程管理をしっかりと行い管理状態に保つ。 $C_p$ が1に近づくとも不良品発生のおそれがあるから、必要に応じて処置をとる。
4	$1.00 > C_p \geq 0.67$		工程能力は不足している。	不良品が発生している。全数選別、工程の管理・改善を必要とする。
5	$0.67 > C_p$		工程能力は非常に不足している	とても品質を満足する状態ではない。品質の改善、原因の追究を行い、緊急対策を必要とする。また、規格を再検討する。

細谷克也（1978）：100問100答シリーズ6 “現場のQC手法（上級編）”、p.73、日科技連



## 2.4 試料採取方法の運用例

ここはJIS K 1207（さらし液）の工場であり、月産500tの生産能力でローリー出荷をしている。月間稼働日数は約25日であり、工程能力は解説表4に示すとおりである。

解説表4 品質規格および工程能力

項目	JIS K 1207 品質規格	工程能力		
		n	$\bar{x}$	$\sigma$
有効塩素 %	8.0 以上	20	8.31	0.166

### (1) 工程能力指数 ( $C_p$ ) の計算

工程能力指数 ( $C_p$ ) を求めるには、先ず品質規格の数値をJIS Z 8401（数値の丸め方）に従って、解説表5に示す品質限度値を計算し、この数値を用いて求める。

算出され工程能力指数 ( $C_p$ ) を解説表5に示す。

解説表5 工程能力指数

項目	品質限度値	$C_p$
有効塩素 %	7.95	0.72

### (2) 試料採取方法の決定

工程能力指数 ( $C_p$ ) が1.33未満であり、この場合の試料採取方法は試料採取（I）となる。

出荷のローリーごとに試料採取し分析後に $\bar{x}-R$ 管理図による管理を行い、特にRチャートに注目し、当面は工程能力指数 ( $C_p$ ) が1.33以上になるように工程を管理していく。

## 3. 原案作成委員会 構成表

委員長	小野 宏	旭化成工業(株)専務理事交換膜事業部長
委員	橋本 俊夫	旭硝子(株)化学品事業本部品質・環境安全室品質保証グループ主幹技師
〃	安食 亮伍	旭化成工業(株)交換膜営業技術部主事
〃	大津 健治	ダイソー(株)生産技術部品質保証課長代理
〃	新宮領 宏	鐘淵化学工業(株)高砂工業所化成製造部電解課技術主任
〃	西尾 圭司	日本曹達(株)研究技術本部環境品質管理部主査
〃	鈴木 邦彦	東亜合成(株)名古屋工場品質保証部副主幹
〃	片岡 基	(株)トクヤマ経営企画室主席
〃	深町 修	東ソー(株)南陽事業所環境保安・品質保証部化学品検査課
〃	藤井 昇	鶴見曹達(株)研究部分析課長

