

日本ソーダ工業会規格

次亜塩素酸カルシウム試験方法 JSIA 07-2-1998 (高度さらし粉試験方法)

Testing method of calcium hypochlorite (Testing method of high test bleaching powder)

1. 適用範囲 この規格は、工業薬品としての次亜塩素酸カルシウム（高度さらし粉）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)⁽¹⁾ に応じて、表1の区分とする。

注⁽¹⁾ 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高度さらし粉であって、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、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) ポリエチレン缶、ドラム缶、袋などからの試料採取は、乱数さい、乱数表、その他の方法によって表2の個数をランダムに抽出し、各容器から試料を採取、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。

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。

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) ポリエチレン缶、ドラム缶、袋などからの試料採取は、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以上で、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。

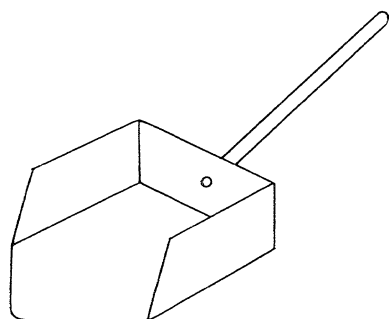
2.2 器具

- (1) スコップ
- (2) さし

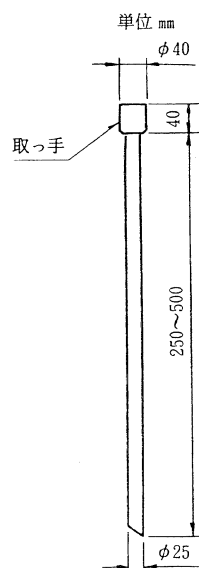
図1に示すような形状で塩化ビニルなどの適切な材質で作られたものを用いる。

図1 採取器具の一例

(1) スコップ



(2) さし



2.3 操 作 操作は、次のとおり行う。

- (1) 容器からの試料採取 紙袋などの場合は、口部又は胴部からスコップ又はさしを用いて採取する。
ポリエチレン缶などの場合は、充てん口からスコップを用いて採取する。

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ぷん溶液指示薬を用い、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) でんぷん溶液 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4gを量り瓶に取り、速やかに栓をし、0.001gまで量る。

(b) これを乳鉢に移し、手早く少量の水を用いて十分にすりくだき、のり状とする。

(c) 全量フラスコ500ml中に、洗い移し、水を標線まで加え、栓をして約10分間放置した後、振り混ぜる。

(d) その50mlを全量ピペットで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、指示薬としてでんぷん溶液数滴を加え、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、でんぷん溶液は、溶液が薄い黄色になってから加える。

(e) 空試験として、水50mlを用いて(d)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。

$$C = \frac{0.003545(V_1 - V_0) \times F}{W \times \frac{50}{500}} \times 100$$

ここに、C : 有効塩素 (%)

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)

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)

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1mlの有効塩素相当量 (g)

参考 試料採取上の注意事項

- (1) 高度さらし粉は、酸化性危険があるので、取扱いには十分な注意が必要である。
 - ・密封容器中で加熱又は異物混入で急激な分解をおこすと酸素ガスなどを発生し、容器を破裂させることがある。
 - ・熱、火気、グリス、油又は還元性物質などと接触すると急激な分解をおこし発熱し、可燃物を燃焼させることがあるので、これらのものと直接接触させてはならない。
- (2) 高度さらし粉は、酸性物質（塩酸、硫酸、硝酸など）と接触させてはならない（有害な塩素ガス発生）。
- (3) 試料容器は、運搬に適するもので、かつ、容器の破損がおきにくい構造、材質のものとする。
また、吸湿しないように密閉できるものとする。
試料容器の取扱いは慎重丁寧を旨とし、特に水ぬれに注意するとともに、落下又は衝撃などによって容器を傷め、飛散させてはならない。
- (4) 試料採取作業員には、あらかじめ高度さらし粉取扱い時の危険性を十分に教育し、危険に対する注意を指示しておく。
- (5) 試料採取は、必要な保安上の知識をもつ者によって、又はその監督下で行わなければならない。
試料採取作業に当たっては、保護めがね、ゴム手袋、防じん（塵）マスク、ゴム靴、ゴム又はニール衣などの保護具を着装すること。
- (6) 飛散物、この薬品の汚染物及び不要試料は、中和などの適切な処理をしないで、そのまま廃棄してはならない。
飛散した薬品は、できるだけ回収する。回収物は、必ず10倍以上の水を入れた別のプラスチック製容器か、鉄製容器に入れ、安全な場所に保管する。
回収できない飛散物は、完全に中和処理を行う。
一般廃棄物として、ごみ収集業者等への処理を行ってはならない。

JSIA 07 -1998

さらし粉 解説

I. 概要

1. 改正の経緯

さらし粉は昭和26年12月にJIS K 1425（さらし粉）として制定された。その後昭和34年2月に改正、昭和53年と昭和58年に確認が行われている。

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（07-1）と試験方法（07-2）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

JIS規格では「さらし粉及び高度さらし粉」であったが、品質の種類の変更に伴って「次亜塩素酸カルシウム（高度さらし粉）」に改めた。

2.2 種類

JIS規格では、さらし粉が1号、2号、3号の3種類と高度さらし粉が1号、2号の2種類に規定されていた。

JIS規格のさらし粉に該当する製品は既に国内では販売されていない実情から削除して、本規格では高度さらし粉に該当するものを1種、2種として規定する事に改めた。

2.3 品質

(1) 品質と試験方法に分けて規格を制定した。

(2) JIS規格のさらし粉に該当するものを削除し、高度さらし粉に該当するものを残した。

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に鑑みた場合、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。

2.5 試料採取器具

JIS規格では試料採取器具などの寸法などを定めていたが、試料採取の目的にかなえば特に規定する必要はないので、形状、寸法などを例示するに止めた。

2.6 試料採取箇所

JIS規格では試料採取器具などを定めていたが、現在の製品品質からすれば容器中で不均一ということはないので特定しなかった。

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SI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 計 算

JIS規格では計算式の係数が0.003546であったが、IUPAC原子量および同位体存在比委員会原子量資料(1987)により、0.003545に改めた。

2.9 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。

3. JIS K 1425とJSIA 07規格の比較

JIS K 1425とJSIA 07の規格の概要を比較して解説表1に示す。

解説表1 JIS K 1310とJSIA 07の対照表

項 目	J I S 規 格					J S I A 規 格		
規格名称	さらし粉及び高度さらし粉					次亜塩素酸カルシウム (高度さらし粉)		
適用範囲	工業薬品としてのさらし粉及び高度さらし粉					工業薬品としての次亜塩素酸カルシウムを主成分とする高度さらし粉		
種 類	さらし粉 1号、2号、3号 高度さらし粉 1号、2号					次亜塩素酸カルシウム 1種、2種		
品 質	さらし粉					品質規格を試験方法とは別に規定した表1品質		
	1号		2号		3号	1号		2号
	有効塩素%	33以上	32以上	30以上	70以上	60以上	有効塩素%	70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) に応じた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	採取器具の形状、寸法を規定					採取器具の形状、寸法を例示		
試料採取	採取箇所を特定					採取箇所を特定せず		
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		
計算式の係数	0.03546					0.003545		
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		
試料採取上の注意事項	記載なし					注意事項について記載		
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

JIS規格の規格名称は「さらし粉及び高度さらし粉」と規定されていたが、本規格では有効塩素30%以上のさらし粉に該当する製品を、既に国内では流通していない実情から削除したために規格名称の変更が必要になった。

審議の過程では「さらし粉」、「高度さらし粉」、「次亜塩素酸カルシウム」などが候補になったが、流通過程や文献資料において有効塩素が60%以上のものは一般的に「高度さらし粉」の名称が採用されており、この名称を残す意見が多かった。

本規格では、一般に分かりやすい「次亜塩素酸カルシウム」の化学名を採用し、従来から用いられてきた「高度さらし粉」の名称も併記で採用した。

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、ロットの大きさに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、基本的には旧規格の抜取り率を参考にしている。

解説表2に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	1
11 ~ 50	2	2
51 ~ 100	3	3
101 ~ 500	5	5
501 ~ 1000	10	
1000 ~	1,000 個を越える場合は端数に対してこの表を適用して加算	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未満の場合であり、理想的な管理が行われている製造工程から製造される製品に適用される。

1～2個の試料採取としたが、 $\bar{x}-R$ 管理図または $\bar{x}-R_s$ 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。

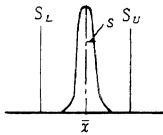
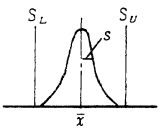
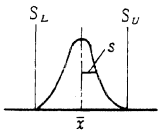
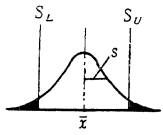
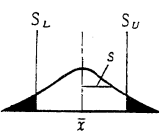
この場合の工程能力指数 (C_p) は当該定期測定値から過去の定期測定値に遡って10ヶ程度のデータを用いて求めればよい。

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 1425 (さらし粉) 1種の工場であり、月産30 tの生産能力で15kg缶入りを生産している。

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 1425 品質規格	工 程 能 力		
		n	\bar{x}	σ
有効塩素 %	70 以上	20	73.21	0.71

(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。
算出された工程能力指数 (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 %	69.5	1.74

(2) 試料採取方法の決定

工程能力指数 (C_p) が1.67以上であり、この場合の試料採取方法は定期的な試料採取となる。
どの程度の頻度にするかは、工程能力指数 (C_p) と製造工程の管理状況を考慮して決定する。
例えば1回/日または1回/週程度が適当と考えられる。

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