

目 次

	ページ
序文	1
1 適用範囲	1
2 引用規格	1
3 種類	2
4 品質	2
5 試験方法	2
5.1 一般事項	2
5.2 試料採取方法	2
5.3 過酸化水素濃度	2
5.4 安定度	4
5.5 蒸発残分	5
5.6 遊離酸 (H ₂ SO ₄ として)	5
6 表示	6

まえがき

この規格は、工業標準化法第 14 条によって準用する第 12 条第 1 項の規定に基づき、日本無機薬品協会 (JICIA) 及び財団法人日本規格協会 (JSA) から、工業標準原案を具して日本工業規格を改正すべきとの申出があり、日本工業標準調査会の審議を経て、経済産業大臣が改正した日本工業規格である。

これによって、**JIS K 1463:1971** は改正され、この規格に置き換えられた。

この規格は、著作権法で保護対象となっている著作物である。

この規格の一部が、特許権、出願公開後の特許出願、実用新案権又は出願公開後の実用新案登録出願に抵触する可能性があることに注意を喚起する。経済産業大臣及び日本工業標準調査会は、このような特許権、出願公開後の特許出願、実用新案権又は出願公開後の実用新案登録出願に係る確認について、責任はもたない。

過酸化水素

Hydrogen peroxide

序文

この規格は、1962年に制定され、その後1回の改正を経て今日に至っている。前回の改正は1971年に行われたが、その後の試験方法の見直し及び新しい分析装置に対応するために改正した。

なお、対応国際規格は現時点で制定されていない。

1 適用範囲

この規格は、工業用の過酸化水素について規定する。この規格の過酸化水素は、過酸化水素水溶液のことをいう。

2 引用規格

次に掲げる規格は、この規格に引用されることによって、この規格の規定の一部を構成する。これらの引用規格は、その最新版（追補を含む。）を適用する。

- JIS H 6202 化学分析用白金皿
- JIS K 0050 化学分析方法通則
- JIS K 0067 化学製品の減量及び残分試験方法
- JIS K 0113 電位差・電流・電量・カールフィッシャー滴定方法通則
- JIS K 0557 用水・排水の試験に用いる水
- JIS K 8001 試薬試験方法通則
- JIS K 8005 容量分析用標準物質
- JIS K 8102 エタノール（95）（試薬）
- JIS K 8247 過マンガン酸カリウム（試薬）
- JIS K 8541 硝酸（試薬）
- JIS K 8576 水酸化ナトリウム（試薬）
- JIS K 8896 メチルレッド（試薬）
- JIS K 8951 硫酸（試薬）
- JIS R 1302 化学分析用磁器蒸発ざら
- JIS R 3503 化学分析用ガラス器具
- JIS R 3505 ガラス製体積計
- JIS Z 8802 pH測定方法

3 種類

過酸化水素の種類は、次の2種類とする。

- a) 質量分率 60 %過酸化水素
- b) 質量分率 35 %過酸化水素

4 品質

過酸化水素は、箇条 5 によって試験を行ったとき、表 1 の規定に適合しなければならない。

表 1—品質

項目	種類	
	質量分率 60 %過酸化水素	質量分率 35 %過酸化水素
過酸化水素濃度 質量分率%	60.0～61.0	35.0～36.0
安定度 %	97.0 以上	97.0 以上
蒸発残分 質量分率%	0.05 以下	0.05 以下
遊離酸 (H ₂ SO ₄ として) 質量分率%	0.05 以下	0.05 以下

5 試験方法

5.1 一般事項

試験に共通する一般事項は、JIS K 0050 及び JIS K 8001 による。分析に用いる水は、JIS K 0557 に規定する A2 又は A3 の水を用いる。

警告 過酸化水素は、目、皮膚、粘膜などに対し刺激性をもつため、接触に注意するとともに、取扱いに当たっては、保護めがねなどの保護具を着用する。

5.2 試料採取方法

試料は、全体を代表するように、受渡当事者間の協定に基づく合理的な方法によって採取する。

5.3 過酸化水素濃度

5.3.1 一般

試料に硫酸を加え、過マンガン酸カリウム溶液で滴定する。

5.3.2 試薬

試薬は、分析用の試薬を用い、次による。

- a) **しゅう酸ナトリウム** JIS K 8005 に規定する容量分析用標準物質。
- b) **過マンガン酸カリウム** JIS K 8247 に規定するもの。
- c) **硫酸 (1+4)** 水 400 mL に JIS K 8951 に規定する硫酸を 100 mL の割合で、冷却しながら静かに加え調製する。

5.3.3 試験器具

- a) **ガラスろ過器** JIS R 3503 に規定する 17G4 又は 25G4。
- b) **平形はかり瓶**
- c) **ガラスビュレット又は電動ビュレット**

5.3.4 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液の調製

- a) 過マンガン酸カリウム約 3.3 g をはかりとり、フラスコ 2 L に移し入れ、水約 1 050 mL を加えて溶かす。調製する量に応じて、過マンガン酸カリウムと水との量を同じ割合で増減する。

- b) 1～2 時間穏やかに煮沸した後、18 時間以上暗所に放置する。
- c) 放置した上澄み液を、ガラスろ過器を用いてろ過する。ろ過の前後に水洗しない。
- d) ろ過した後、洗浄した褐色瓶に入れてよく混合し、暗所に保存する。

5.3.5 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液の標定

- a) しゅう酸ナトリウムを 200 ℃で約 60 分間加熱した後、デシケーターに入れ 30 分間以上放冷する。
- b) 滴定容器に a) のしゅう酸ナトリウム約 0.2 g を 0.1 mg のけたまではかりとり、水 80 mL を加えて溶かす。
- c) b) に硫酸 (1+4) 20 mL を加え、静かにかき混ぜながらビュレットを用い、0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液を予想する終点の約 2 mL 前まで約 1 分間に加え、紅色が消えるまで放置する。
- d) さらに、55～60 ℃に加熱し滴定を続ける。終点前の 0.5～1.0 mL は 1 滴ずつ加え、色が消えてから次の 1 滴を加える。微紅色が 30 秒間消えない点を終点とする。
- e) 別に硫酸 (1+4) 20 mL 及び水 80 mL を 55～60 ℃に加熱し、空試験を行う。
- f) ファクター(f)は、次の式によって算出する。

$$f = \frac{a}{0.006\,700 \times (V_s - V_b)} \times \frac{A}{100}$$

ここに、

- f : 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液のファクター
- a : はかりとったしゅう酸ナトリウムの質量 (g)
- A : しゅう酸ナトリウムの純度 (質量分率%)
- 0.006 700: 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 1 mL に相当するしゅう酸ナトリウムの質量 (g)
- V_s : 滴定に要した 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液の体積 (mL)
- V_b : 空試験に要した 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液の体積 (mL)

- g) 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液は、不純物、保存環境などによってファクターが経時変化しやすいため、保存中の溶液について期間を定め、再標定を行う。

5.3.6 操作

- a) 試料は、平形はかり瓶に、表 2 に示す量を 0.1 mg まではかりとる。

表 2—試料量

	単位 g
質量分率 60 %過酸化水素	1.0
質量分率 35 %過酸化水素	1.7

- b) a) の試料は、全量フラスコ 250 mL に移す。すべての試料を移すために、平形はかり瓶を水で洗浄しながら全量フラスコに移す。その後、水を標線まで加えよく振り混ぜる。
- c) b) から 20 mL を全量ピペットでコニカルビーカー 200 mL にとり、硫酸 (1+4) 10 mL を加える。
- d) c) の溶液を 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液で滴定し、微紅色が 30 秒間消えない点を終点とする。
- e) 5.3.5 及び 5.3.6 で用いる、0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液の液温は、同じとする。液温に違いがある場合は、JIS K 8001 の 3.7 (4) に従って温度補正を行う。
- f) 5.3.5 及び 5.3.6 の滴定を行うときに、JIS K 0113 に規定する電位差滴定装置を用いて、0.02 mol/L 過マ

ンガン酸カリウム溶液の滴定及び終点の検出を行うことができる。この場合、指示電極には白金電極を用い、終点の測定は電位差変化率が最大となる点とする。

5.3.7 測定値の算出

次の式を用いて、過酸化水素濃度を求める。

$$A = \frac{0.001701 \times B \times f}{S \times \frac{20}{250}} \times 100$$

ここに、
 A : 過酸化水素濃度 (質量分率%)
 0.001701 : 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 1 mL に相当する過酸化水素の質量 (g)
 B : 滴定に要した 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液の体積 (mL)
 f : 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液のファクター
 S : 試料の質量 (g)

5.4 安定度

5.4.1 一般

一定体積の試料を沸騰水浴中で一定時間加熱し、冷却後、元の体積に合わせ過酸化水素濃度を測定する。

5.4.2 試験器具

- a) **全量フラスコ** JIS R 3505 に規定する容量 50 mL のもの。このフラスコは、安定度の測定専用とする。
- b) **アルミはく** 市販のアルミはくを約 50 mm 角に切ったもの。
- c) **水浴** 試料を入れたとき、引き続いて沸騰状態を保てるような熱容量及び加熱能力が大きなもの。
- d) **恒温槽** 温度設定範囲が少なくとも $15 \sim 25 \text{ }^{\circ}\text{C}$ であり、温度調節精度が $\pm 1 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 以内のもの。

5.4.3 操作

- a) 試料を、水で十分洗浄した後、試料で共洗いした全量フラスコ¹⁾の標線を超えるまで入れ、 $15 \sim 25 \text{ }^{\circ}\text{C}$ の範囲の一定の温度に設定された恒温槽に 30 分間つけた後、ピペットで標線まで試料を抜き取る。

注¹⁾ 使用する全量フラスコは、汚染によって異常値が出やすいため、通常と異なる測定値が検出された場合は、JIS K 8576 に規定する水酸化ナトリウムを用いて調製した 100 g/L 溶液を、全量フラスコに満たして 1 時間以上放置し、次に水で洗い、更に JIS K 8541 に規定する硝酸を用いて調製した硝酸 (1+7) 溶液を満たして 3 時間以上放置し、再び水で十分に洗うとよい。

- b) 全量フラスコは、口部をアルミはくで覆い、フラスコの首部が通る孔を開けた天板を通して、沸騰水浴中で標線が沸騰水浴の水面下に没するように固定し、 5 時間加熱する。その際、水浴の天板は、沸騰水浴からの水蒸気によって全量フラスコの首部が熱せられないように、ゴムシートなどによって全量フラスコとのすき(隙)間を最小限とする。
- c) 加熱後、直ちに a) の恒温槽に 30 分間つけ、加熱前の温度まで冷却し、水を標線まで加えよく混合する。5.3 によって過酸化水素濃度の測定を行う。

5.4.4 測定値の算出

次の式を用いて、安定度を求める。

$$H = \frac{J'}{J} \times 100$$

ここに, H : 安定度 (%)
 J : 加熱後の過酸化水素濃度 (質量分率%)
 J : 加熱前の過酸化水素濃度 (質量分率%)

5.5 蒸発残分

5.5.1 一般

試料を白金によって分解した後, 沸騰水浴上で蒸発乾固して残分を求める。

5.5.2 試験器具

- a) **蒸発皿** JIS H 6202 に規定する白金蒸発皿 75 番, 又は JIS R 1302 に規定する磁器蒸発皿丸底形 80 mm 若しくは平底形 80 mm のもの。蒸発皿の質量の恒量は, JIS K 0067 に規定する方法によって, 0.1 mg のけたまで求める。
- b) **水浴** 試料を入れたとき, 引き続いて沸騰状態を保てるような熱容量及び加熱能力が大きなもの。
- c) **恒温乾燥器** 105~110 °C の温度範囲に調節できるもの。

5.5.3 操作

- a) ビーカー 50 mL に試料約 40 g を 10 mg のけたまではかりとる。
- b) 水 10 mL を入れた質量既知の蒸発皿に, 試料を数回に分けて加える。磁器蒸発皿を用いる場合は, 蒸発皿に白金はく又は白金線を入れておく。
- c) 少量の水でビーカー内を洗浄し, その洗浄液を蒸発皿に加える。分解が激しい場合は, 蒸発皿を冷水で冷却し調節する。
- d) 分解が収まったら沸騰水浴上で蒸発乾固する。磁器蒸発皿を用いる場合は, 沸騰水浴上に移す前に, 白金はく又は白金線を少量の水で洗い取り出しておく。
- e) 105~110 °C に調節した恒温乾燥器中で 2 時間乾燥する。
- f) 乾燥後デシケーター中で 30 分間放冷し, 残分を蒸発皿ごと 0.1 mg のけたまではかる。

5.5.4 測定値の算出

次の式を用いて, 蒸発残分を求める。

$$C = \frac{W_1 - W_2}{S} \times 100$$

ここに, C : 蒸発残分 (質量分率%)
 W_1 : 残分と蒸発皿の質量 (g)
 W_2 : 蒸発皿の質量 (g)
 S : はかりとった試料の質量 (g)

5.6 遊離酸 (H_2SO_4 として)

5.6.1 一般

試料を水で希釈し, 水酸化ナトリウム溶液で中和滴定する。

5.6.2 試薬

- a) **メチルレッド溶液 (1.0 g/L エタノール)** JIS K 8001 に規定する方法によって調製したもの。
 - 1) JIS K 8896 に規定するメチルレッド 0.10 g を, JIS K 8102 に規定するエタノール (95) 100 mL に溶かして調製する。
- b) **0.01 mol/L 水酸化ナトリウム溶液** JIS K 8001 の 4.5 (滴定用溶液) の(19.1)によって調製した, 有効なファクターをもつ 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液を用いて調製したもの。

- 1) 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 10 mL を全量フラスコ 1 000 mL に正確にはかりとり、二酸化炭素を含まない水を標線まで加えて混合した後、ポリエチレン容器に保存する。この溶液は、使用時に調製する。
- 2) ファクターは、1 mol/L 水酸化ナトリウムの値を用いる。

5.6.3 試験器具

- a) ガラスビュレット又は電動ビュレット
- b) pH 計 指示薬を使用しない場合に使用する。

5.6.4 操作

- a) 試料約 30 g を 10 mg のけたまではかりとり、コニカルビーカー 300 mL に移し入れ、水約 150 mL を加える。
- b) 指示薬としてメチルレッド溶液 2～3 滴を加え、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定し、溶液の色が黄色に変わった点を終点とする。
- c) b)の終点を求めるときに pH 計を使用する場合は、JIS Z 8802 に規定された方法に従い、終点は pH 5.3 とする。

注記 滴定を行うときに、JIS K 0113 に規定する電位差滴定装置を使用する場合は、指示電極は pH 電極を用いるとよい。

5.6.5 測定値の算出

次の式を用いて、遊離酸を求める。

$$E = \frac{0.00049 \times G \times f}{S} \times 100$$

- ここに、
- E : 遊離酸 (H_2SO_4 として) (質量分率%)
 - 0.00049 : 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL に相当する硫酸の質量 (g)
 - G : 滴定に要した 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の体積 (mL)
 - f : 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム溶液のファクター
 - S : はかりとった試料の質量 (g)

6 表示

包装単位ごとに、次の事項を表示する。タンクローリーなどでは送り状などに表示してもよい。

- a) 規格番号及び種類
- b) 正味質量
- c) 製造年月又はその略号 (ロット番号)
- d) 製造業者名又はその略号
- e) 取扱上の注意事項