

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、日本石鹼洗剤工業会(JSDA)／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 3304:1997** は改正され、この規格に置き換えられる。

改正に当たっては、日本工業規格と国際規格との対比、国際規格に一致した日本工業規格の作成及び日本工業規格を基礎にした国際規格原案の提案を容易にするために、**ISO 456:1973**, Surface active agents—Analysis of soaps—Determination of free caustic alkali, **ISO 457:1983**, Soaps—Determination of chloride content—Titrimetric method, **ISO 672:1978**, Soaps—Determination of moisture and volatile matter content—Oven method, **ISO 673:1981**, Soaps—Determination of content of ethanol-insoluble matter, **ISO 684:1974**, Analysis of soaps—Determination of total free alkali, **ISO 685:1975**, Analysis of soaps—Determination of total alkali content and total fatty matter content, **ISO 1066:1975**, Analysis of soaps—Determination of glycerol content—Titrimetric method, **ISO 1067:1974**, Analysis of soaps—Determination of unsaponifiable, unsaponified and unsaponified saponifiable matter, **ISO 2272:1989**, Surface active agents—Soaps—Determination of low contents of free glycerol by molecular absorption spectrometry, **ISO 4318:1989**, Surface active agents and soaps—Determination of water content—Azeotropic distillation method, **ISO 4323:1977**, Soaps—Determination of chlorides content—Potentiometric method, **ISO 4325:1990**, Soaps and detergents—Determination of chelating agent content—Titrimetric method 及び **ISO 8212:1986**, Soaps and detergents—Techniques of sampling during manufacture を基礎として用いた。

この規格の一部が、技術的性質をもつ特許権、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、このような技術的性質をもつ特許権、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かかわる確認について、責任をもたない。

JIS K 3304 には、次に示す附属書がある。

附属書（参考）**JIS** と対応する国際規格との対比表

目 次

	ページ
序文	1
1. 適用範囲	1
2. 引用規格	2
3. 定義	3
4. 試験項目	3
4.1 化学試験	3
4.2 pH 値	3
5. 一般事項	3
6. 試験試料の調製	3
6.1 対象	3
6.2 器具	3
6.3 縮分	4
7. 化学試験	5
7.1 水分	5
7.2 石油エーテル可溶分	7
7.3 総アルカリ及び総脂肪質	8
7.4 純石けん分	10
7.5 遊離アルカリ	12
7.6 全遊離アルカリ	15
7.7 エタノール不溶分	16
7.8 水不溶分	16
7.9 塩化物	17
7.10 グリセリン	20
7.11 エチレンジアミン四酢酸（エデト酸）	24
8. pH 値	25
9. 試験報告	25
附属書（参考）JIS と対応する国際規格との対比表	26

石けん試験方法

Test methods for soaps

序文 この規格は、1973年に第1版として発行された **ISO 456**, Surface active agents—Analysis of soaps—Determination of free caustic alkali, 1983年に第2版として発行された **ISO 457**, Soaps—Determination of chloride content—Titrimetric method, 1978年に第1版として発行された **ISO 672**, Soaps—Determination of moisture and volatile matter content—Oven method, 1981年に第2版として発行された **ISO 673**, Soaps—Determination of content of ethanol-insoluble matter, 1974年に第1版として発行された **ISO 684**, Analysis of soaps—Determination of total free alkali, 1975年に第1版として発行された **ISO 685**, Analysis of soaps—Determination of total alkali content and total fatty matter content, 1975年に第1版として発行された **ISO 1066**, Analysis of soaps—Determination of glycerol content—Titrimetric method, 1974年に第1版として発行された **ISO 1067**, Analysis of soaps—Determination of unsaponifiable, unsaponified and unsaponified saponifiable matter, 1989年に第2版として発行された **ISO 2272**, Surface active agents—Soaps—Determination of low contents of free glycerol by molecular absorption spectrometry, 1989年に第2版として発行された **ISO 4318**, Surface active agents and soaps—Determination of water content—Azeotropic distillation method, 1977年に第1版として発行された **ISO 4323**, Soaps—Determination of chlorides content—Potentiometric method, 1990年に第2版として発行された **ISO 4325**, Soaps and detergents—Determination of chelating agent content—Titrimetric method 及び 1986年に第1版として発行された **ISO 8212**, Soaps and detergents—Techniques of sampling during manufacture を翻訳し、技術的内容を変更して作成した日本工業規格である。

なお、この規格で側線又は点線の下線を施してある箇所は、原国際規格を変更している事項である。変更の一覧表をその説明を付けて、**附属書（参考）**に示す。

1. 適用範囲 この規格は、石けん（ただし、成分として界面活性剤及び合成洗剤を含まないもの）の試験方法について規定する。

備考 この規格の対応国際規格を、次に示す。

なお、対応の程度を表す記号は、**ISO/IEC Guide 21**に基づき、IDT（一致している）、MOD（修正している）、NEQ（同等でない）とする。

ISO 456:1973, Surface active agents—Analysis of soaps—Determination of free caustic alkali (MOD)

ISO 457:1983, Soaps—Determination of chloride content—Titrimetric method (MOD)

ISO 672:1978, Soaps—Determination of moisture and volatile matter content—Oven method (MOD)

ISO 673:1981, Soaps—Determination of content of ethanol-insoluble matter (MOD)

ISO 684:1974, Analysis of soaps—Determination of total free alkali (MOD)

ISO 685:1975, Analysis of soaps—Determination of total alkali content and total fatty matter content (MOD)

- ISO 1066:1975, Analysis of soaps—Determination of glycerol content—Titrimetric method (MOD)
- ISO 1067:1974, Analysis of soaps—Determination of unsaponifiable, unsaponified and unsaponified saponifiable matter (MOD)
- ISO 2272:1989, Surface active agents—Soaps—Determination of low contents of free glycerol by molecular absorption spectrometry (MOD)
- ISO 4318:1989, Surface active agents and soaps—Determination of water content—Azeotropic distillation method (MOD)
- ISO 4323:1977, Soaps—Determination of chlorides content—Potentiometric method (MOD)
- ISO 4325:1990, Soaps and detergents—Determination of chelating agent content—Titrimetric method (MOD)
- ISO 8212:1986, Soaps and detergents—Techniques of sampling during manufacture (MOD)

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 K 0050 化学分析方法通則
- 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 0115 吸光光度分析通則
- JIS K 3362 合成洗剤試験方法
- 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 8034 アセトン（試薬）
- JIS K 8101 エタノール (99.5)（試薬）
- JIS K 8102 エタノール (95)（試薬）
- JIS K 8103 ジエチルエーテル（試薬）
- JIS K 8105 エチレングリコール（試薬）
- JIS K 8136 塩化すず (II) 二水和物（試薬）
- JIS K 8155 塩化バリウム二水和物（試薬）
- JIS K 8180 塩酸（試薬）
- JIS K 8256 過よう素酸ナトリウム（試薬）
- JIS K 8271 キシレン（試薬）
- JIS K 8295 グリセリン（試薬）
- JIS K 8316 クロモトロープ酸二ナトリウム二水和物（試薬）
- JIS K 8541 硝酸（試薬）
- JIS K 8574 水酸化カリウム（試薬）
- JIS K 8576 水酸化ナトリウム（試薬）
- JIS K 8577 水酸化バリウム八水和物（試薬）
- JIS K 8593 石油エーテル（試薬）
- JIS K 8622 炭酸水素ナトリウム（試薬）
- JIS K 8643 チモールブルー（試薬）
- JIS K 8799 フェノールフタレイン（試薬）

JIS K 8842 プロモチモールブルー (試薬)
JIS K 8844 プロモフェノールブルー (試薬)
JIS K 8982 硫酸アンモニウム鉄 (III)・12 水 (試薬)
JIS K 8983 硫酸銅 (II) 五水和物 (試薬)
JIS K 8987 硫酸ナトリウム (試薬)
JIS M 8100 粉塊混合物—サンプリング方法通則
JIS P 3801 ろ紙 (化学分析用)
JIS R 3503 化学分析用ガラス器具

備考 ISO 383:1976, Laboratory glassware—Interchangeable conical ground joints からの引用事項は、この規格の該当事項と同等である。

JIS Z 8802 pH 測定方法

3. 定義 この規格で用いる主な用語の定義は、次による。

a) **石けん** 高級脂肪酸ナトリウム塩又は高級脂肪酸カリウム塩を主成分とする物質

4. 試験項目

4.1 化学試験 化学試験の項目は、次のとおりとする。

- a) 水分
- b) 石油エーテル可溶分
- c) 総アルカリ及び総脂肪質
- d) 純石けん分
- e) 遊離アルカリ
- f) 全遊離アルカリ
- g) エタノール不溶分
- h) 水不溶分
- i) 塩化物
- j) グリセリン
- k) エチレンジアミン四酢酸 (エデト酸)

4.2 pH 値

5. 一般事項 試験に共通する一般事項は、JIS K 0050 による。

6. 試験試料の調製

6.1 対象 試験試料の対象は、次のとおりとする。

- a) **固形石けん** 棒状、1 個状、錠剤状などの石けん。
- b) **粉塊石けん** 粉末状、粒状、フレーク状、チップ状などの石けん。
- c) **軟質石けん** ペースト状、ゲル状などの石けん。
- d) **液状石けん** 透明液状、乳濁液状などの石けん。

6.2 器具 器具は、次のとおりとする。

- a) ナイフ

b) 電気ミキサ

c) 二分器 JIS M 8100 に規定する表 4 (粒度及び二分器の種類) の 6 号によるもの。

d) 分割用へら 円すい四分法の分割に用いるステンレス鋼製又は合成樹脂製の平板 (図 1 参照)。

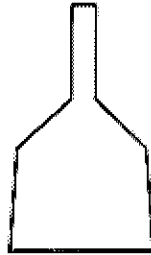


図 1 分割用へら

e) かき混ぜ棒又はかき混ぜ機

6.3 縮分 次の方法のいずれかを用いて、適切な量の試験試料が得られるまで縮分を繰り返す。

a) 四分割法 四分割法は、固形石けんに適用する。切断面が試料の中心を通り、互いに直角となるようにナイフを用いて切断し、八等分する。試料の対角線上の相対する $\frac{1}{8}$ 分を二つ取り $\frac{1}{4}$ の量とする。これをスライスするか又はさいの目に切った後、電気ミキサで粉砕し、試験試料とする (図 2 参照)。

備考1. 乾固した石けんの場合、切断に“糸のこ”などを使用するとよい。

2. 水分の多い石けんで、電気ミキサを使用すると受器の壁などに付着して均一な粉砕が困難になる場合は、使用しないでよい。

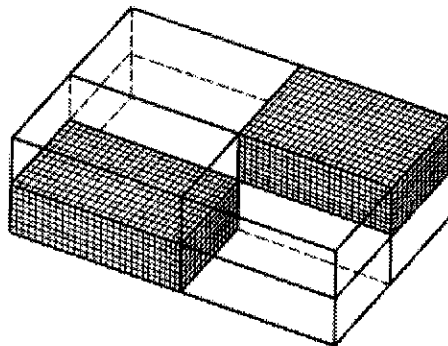


図 2 四分割法

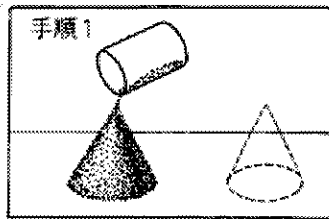
b) 二分器による方法 二分器による方法は、粉塊石けんに適用する。試料を混合してピーカー又は適切な容器に入れ、二分器の本体に均一に落下させ試料を二分割する。そのいずれか一方をランダムに選ぶ。粒状、フレーク状及びチップ状の石けんは、あらかじめ電気ミキサで粉砕した後、この方法を用いる。

c) 円すい四分方法 円すい四分方法は、粉塊石けんに適用する。試料を混合してピーカー又は適切な容器に入れ、堅い清潔な平面上に円すい形に積み上げる。この操作を 1, 2 回繰り返す。円すいが完全に対称であることを確認した後、すい頂部を、水平に保持した分割用へらを回転させて平らにする。

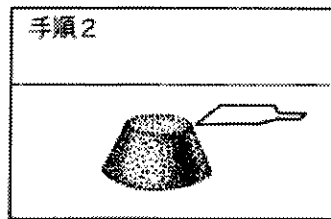
次に、分割用へらを用いて、すい体の中心を通り、鉛直に押し下げるようにして切断し、これを扇形に四等分する。相対する四等分の二つを捨て、残りの二つを混合する (図 3 参照)。

粒状、フレーク状及びチップ状の石けんは、あらかじめ電気ミキサで粉砕した後、この方法を用い

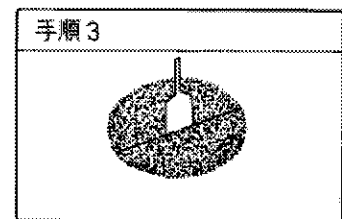
る。



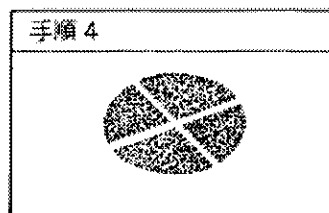
試料を堅い清潔な平面上で円すい形に積み上げる。
場所を変えて操作を更に1, 2回繰り返す。



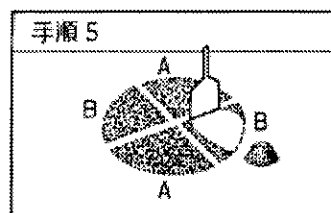
すい頂部を水平に保持した分割用へらを回転させ、軽く押し下げて平らにする。



すい体の中心を通るように分割用へらを鉛直に押し下げるようにして切断し、これを扇形に四等分する。



四等分した試料



対角のA, Aを取り、B, Bを捨てる。

図 3 円すい四分方法

- d) **均一混合による方法** 均一混合による方法は、軟質石けん及び液状石けんに適用する。試料の全量をビーカーなどの容器に移し、かき混ぜ棒又はかき混ぜ機で均一に混合し、その一部を試験試料とする。

7. 化学試験

7.1 水分

7.1.1 **試験方法の種類** 試験方法は、次の2種類とする。

a) 加熱乾燥法

b) 蒸留法

7.1.2 **加熱乾燥法** 加熱乾燥法は、次のとおりとする。

a) **要旨** 試料を 105 ± 2 °C で乾燥したときの減量をはかり、水分とする。

b) **器具** 器具は、次のとおりとする。

1) **乾燥器** 105 ± 2 °C に調節できるもの。

2) **皿又ははかり瓶** 外径 50~90 mm, 深さ 30~45 mm の平底蒸発皿又は平形はかり瓶。

3) **かき混ぜ棒** ガラス製のもの。

4) **砂** 洗浄して乾燥したもの。例えば、海砂。

c) **操作** 操作は、次のとおりとする。

1) 皿又ははかり瓶にかき混ぜ棒を入れ、 105 ± 2 °C に調節した乾燥器で乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量をはかる。

2) 乾燥温度で液化する石けんの場合は、あらかじめ、皿又ははかり瓶に砂約 10 g を加えて操作する。

- 3) この皿又ははかり瓶に試料約 5 g を 1 mg のけたまではかりとり、砂を用いた場合は、かき混ぜ棒で混ぜ合わせた後、 105 ± 2 °C に調節した乾燥器に入れる。
 - 4) 1 時間加熱後、乾燥器から取り出し、冷却してからかき混ぜ棒を用いて試料を粉末にする。
 - 5) 再び乾燥器に入れ、1 時間後に取り出し、デシケーター中で放冷した後、質量をはかる。
 - 6) 4)～5)の操作を繰り返し、連続 2 回のひょう量の差が 10 mg 以下になるまで続ける。
- d) **計算** 水分は、式(1)によって算出する。

$$C = \frac{m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

ここに、
 C : 水分 (質量分率%)
 m_1 : 減量 (g)
 m : 試料の質量 (g)

7.1.3 蒸留法 蒸留法は、次のとおりとする。

- a) **要旨** 試料をキシレンとともに蒸留し、留出分離した水及び水に可溶でキシレンに不溶の揮発分をはかり水分とする。この方法は 5 %以上の水分を含む試料に適用し、水溶性の揮発分、例えば、エタノールを含む試料には適用しない。
- b) **試薬** 試薬は、JIS K 8271 に規定するキシレン。
- c) **装置** 装置は、JIS K 3362 の 7.21.2 (蒸留法) 図 10 に規定する水分蒸留装置とする。
- d) **操作** 操作は、次のとおりとする。
 - 1) 留出水分が 2～5 mL になるように試料約 10～15 g を蒸留フラスコに 10 mg のけたまではかりとり、キシレン 100～300 mL 及び水分を含まない沸石を加え装置を組み立てる。
 - 2) 冷却器の上端からキシレンを蒸留フラスコへあふれるまで検水管に流し込み、冷却器の上端を綿で軽く栓をする。
 - 3) フラスコを加熱し、1 分間約 100 滴の速度で蒸留し、大部分の水が留出した後は 1 分間約 200 滴とする。
 - 4) 検水管に水が留出しなくなってから更に 30 分間蒸留を続けた後、加熱をやめ、冷却管及び検水管内部に水滴が付着したときは、らせん状針金で落とし、約 5 mL のキシレンで洗い落とす。
 - 5) 5 分間以上放置してキシレン層が透明になった後、20 °C の水量を読み、留出した水の量とする。
- e) **計算** 水分は、次の式(2)によって算出する。

$$C = \frac{1.0 \times V}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

ここに、
 C : 水分 (質量分率%)
 V : 留出した水の量 (mL)
 m : 試料の質量 (g)
 1.0 : 水の密度

備考1. 水分蒸留装置内部は、使用前にあらかじめ硝酸と過酸化水素水との混液（例えば、6 mol/L 硝酸 3+30 % H_2O_2 ）で洗浄後、水洗、乾燥しておく。

2. 検水管の刻度 1 目盛の誤差は 0.05 mL 以下とするが、市販測定装置は校正を行った方がよい。

参考 蒸留フラスコ中の内容物が加熱によって泡立つ場合には、加熱脱水したオレイン酸又はオレイルアルコールを入れるとよいことがある。

7.2 石油エーテル可溶分

7.2.1 要旨 この方法は、試料に含まれる遊離の脂肪酸以外の成分で、石油エーテルに溶解する物質（不けん化物及び可けん化物の未けん化分の総量）を抽出し、定量するもので、抽出された脂肪酸は、水酸化カリウムで滴定して、オレイン酸に換算して差し引く。

7.2.2 試薬 試薬は、次のとおりとする。

a) **中性エタノール (95)** JIS K 8102 に規定するエタノール (95) を緩やかに 5 分間煮沸して二酸化炭素を除き、室温まで流水で急冷し、フェノールフタレイン溶液 (10 g/L) を数滴加え、0.1 mol/L アルコール性水酸化カリウム溶液を用いて 30 秒間薄い紅色を保つまで中和したもの。

使用直前に調製する。

b) **炭酸水素ナトリウム溶液** (10 g/L) JIS K 8622 に規定する炭酸水素ナトリウム 10 g を水に溶解して 1 000 mL としたもの。

c) **石油エーテル** JIS K 8593 に規定するもので、30～60 °C で留出したもの。

d) **0.1 mol/L アルコール性水酸化カリウム溶液** JIS K 8574 に規定する水酸化カリウム 7 g を 5 mL の水に溶解し、JIS K 8102 に規定するエタノール (95) を加えて 1 000 mL とし、二酸化炭素を遮って 2～3 日間放置した後の上澄み液。

標定 本品 25 mL にフェノールフタレイン溶液 (10 g/L) 数滴を加え、JIS K 8001 に規定する 0.1 mol/L 塩酸溶液を用いて紅色が消えるまで滴定する。

e) **フェノールフタレイン溶液** (10 g/L) JIS K 8001 の 4.4 (指示薬) による。

f) **硫酸ナトリウム** JIS K 8987 に規定するもの。

7.2.3 器具 器具は、次のとおりとする。

a) **マイクロビュレット** 2 mL, 0.05 mL 目盛付

b) **乾燥器** 7.1.2 b) 1) による。

7.2.4 操作 操作は、次のとおりとする。

a) 試料約 5 g をビーカー 200 mL に 1 mg のけたまではかりとり、中性エタノール (95) 50 mL と炭酸水素ナトリウム溶液 (10 g/L) 50 mL とを加え、70 °C 以下に加熱溶解して放冷する。

b) 不溶物があればろ過して分液漏斗に移し、ビーカー及びろ紙上の不溶物を少量の中性エタノール (95) と炭酸水素ナトリウム溶液 (10 g/L) との等量混合液で洗い、分液漏斗に合わせる。

c) 分液漏斗に石油エーテル 50 mL を加え、1 分間激しく振り混ぜ抽出した後、明らかに二層に分かれるまで放置する。

d) 水層を第二の分液漏斗 500 mL に移し、石油エーテル 50 mL を加え、同様に振り混ぜた後放置する。

e) さらに、水層は第三の分液漏斗 500 mL に移し、石油エーテル 50 mL を加え、再び同様に振り混ぜ抽出する。

f) 第二及び第三の分液漏斗中の石油エーテル抽出液は、第一の分液漏斗に移し、それぞれの分液漏斗は少量の石油エーテルで洗い、第一の分液漏斗に合わせる。

g) 第一の分液漏斗に中性エタノール (95) と水との等量混合液 50 mL ずつを加え、洗液がフェノールフタレイン溶液 (10 g/L) 数滴によって薄い紅色を呈しなくなるまで洗う。

h) 洗液を抜き取り、石油エーテル抽出液に硫酸ナトリウムを加えて脱水し、あらかじめ乾燥し恒量にした質量既知の三角フラスコ 300 mL に乾燥ろ紙を用いてろ過する。

i) 分液漏斗とろ紙とを少量の石油エーテルで 2, 3 回洗い、三角フラスコに加える。

- j) 水浴上で石油エーテルの大部分を、穏やかに乾燥空気又は窒素ガスを流してこん（痕）跡の溶剤を除く。
- k) 三角フラスコを 105 ± 2 °C に調節した乾燥器で 5 分間加熱し、デシケーター中で放冷して質量をはかる。
- l) k) の操作を繰り返し、連続 2 回のひょう量の差が 2 mg 以下になるまで繰り返す。
- m) 次に、残留物に中性エタノール (95) 数 mL を加えて溶解し、フェノールフタレイン溶液 (10 g/L) を数滴加え、マイクロビュレットを用いて 0.1 mol/L アルコール性水酸化カリウム溶液で滴定し、30 秒間薄い紅色を保つときを終点とする。

7.2.5 計算 石油エーテル可溶分は、式(3)によって算出する。

$$C = \frac{m_1 - \frac{V \times M}{1000} \times \frac{f}{10}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

ここに、
 C: 石油エーテル可溶分（質量分率％）
 m_1 : 石油エーテル抽出量 (g)
 V: 滴定に要した 0.1 mol/L アルコール性水酸化カリウム溶液の量 (mL)
 f: 0.1 mol/L アルコール性水酸化カリウム溶液のファクター
 M: 脂肪酸の平均分子量
 m: 試料の質量 (g)

備考 脂肪酸の平均分子量として一般的にはオレイン酸の 282 を使用する。

7.3 総アルカリ及び総脂肪質

7.3.1 要旨 この方法は、石けんの総アルカリ及び総脂肪質を同時に定量するもので、脂肪酸塩以外の界面活性剤を含む場合には適用しない。

備考1. 総アルカリ 無機酸によって滴定される石けん中のアルカリ分の総量。これには、石けんとして結合しているアルカリ分とアルカリ金属の水酸化物又は炭酸塩及びこの試験条件で滴定されるある種のけい酸塩などのアルカリ分とを含む。

2. 総脂肪質 石けんを規定の条件で、無機酸を用いて分解して得た水に不溶の脂肪質。これには、脂肪酸塩以外の石けんに含まれる不けん化物、油脂、樹脂酸などを含む。

7.3.2 総アルカリ 総アルカリは、次のとおりとする。

- a) **要旨** 試料を一定量の無機酸標準液で分解し、遊離した脂肪質を石油エーテルで抽出、分離し、水層中に含まれる過剰の酸を水酸化ナトリウム溶液で滴定して、総アルカリを定量する。この方法は、着色した石けんで、その色がメチルオレンジの終点を妨害する場合には適用しない。
- b) **試薬** 試薬は、次のとおりとする。
- 1) **石油エーテル** 7.2.2 c) による。
 - 2) **0.5 mol/L 硫酸** JIS K 8001 の 4.5（滴定用溶液）に規定するもの。
 - 3) **1 mol/L 塩酸** JIS K 8001 の 4.5（滴定用溶液）に規定するもの。
 - 4) **1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液** JIS K 8001 の 4.5（滴定用溶液）に規定するもの。
 - 5) **メチルオレンジ溶液** JIS K 8001 の 4.4（指示薬）に規定するもの。
- c) **操作** 操作は、次のとおりとする。
- 1) 試料約 5 g をビーカー 200 mL に 1 mg のけたまではかりとり、水 100 mL を加え加熱溶解する。
 - 2) これを分液漏斗 500 mL に移し、ビーカーを少量の水で洗い、分液漏斗に合わせる。

- 3) メチルオレンジ溶液を指示薬として、激しく振り混ぜながら酸性になるまでビュレットで 0.5 mol/L 硫酸又は 1 mol/L 塩酸を加える。
 - 4) さらに、5 mL 過剰に加え、分解に要した酸の量を正しくはかる。
 - 5) 放冷後、石油エーテル 100 mL を加え、1 分間激しく振り混ぜて抽出した後、明らかに二層に分かれるまで放置する。
 - 6) 水層を第二の分液漏斗 500 mL に移し、石油エーテル 50 mL を加え、同様に振り混ぜた後放置する。
 - 7) 水層は第三の分液漏斗 500 mL に移し、石油エーテル 30 mL を加え、再び同様に振り混ぜ抽出する。
 - 8) 水層は三角フラスコ 300 mL に抜き取る。
 - 9) 第二及び第三の分液漏斗中の石油エーテル抽出液は、第一の分液漏斗に移した後、それぞれの分液漏斗は少量の石油エーテルで洗い、洗液は第一の分液漏斗に合わせる。
 - 10) 石油エーテル抽出液の洗浄は水 25 mL ずつを用い、まず、第二及び第三の分液漏斗を洗い、続いて第一の分液漏斗に移して行う。洗液がメチルオレンジ溶液で中性となるまで洗浄を行う。
 - 11) すべての洗液は水層を入れた三角フラスコに集め、これをメチルオレンジ溶液を指示薬として 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する。
- d) **計算** 総アルカリは、式(4)又は式(5)によって算出する。

1) **ナトリウム石けんの場合**

$$C = 0.040 \times (V_1 f_1 - V_2 f_2) \times \frac{100}{m} \dots\dots\dots (4)$$

2) **カリウム石けんの場合**

$$C = 0.056 \times (V_1 f_1 - V_2 f_2) \times \frac{100}{m} \dots\dots\dots (5)$$

ここに、
 C : 総アルカリ (質量分率%)
 V_1 : 加えた 0.5 mol/L 硫酸又は 1 mol/L 塩酸の量 (mL)
 V_2 : 滴定に要した 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の量 (mL)
 f_1 : 0.5 mol/L 硫酸又は 1 mol/L 塩酸のファクター
 f_2 : 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液のファクター
 m : 試料の質量 (g)

7.3.3 **総脂肪質** 総脂肪質は、次のとおりとする。

- a) **要旨** 総アルカリで得た抽出液から石油エーテルを留去した後、残留分をエタノールに溶解し、脂肪酸を水酸化カリウム溶液で中和する。エタノールを蒸発させ、生成したカリウム石けんの質量をはかり総脂肪質を定量する。
- b) **試薬** 試薬は、次のとおりとする。
- 1) **中性エタノール (99.5)** JIS K 8101 に規定するエタノール (99.5) を緩やかに 5 分間煮沸して二酸化炭素を除き、室温まで流水で急冷し、フェノールフタレイン溶液 (10 g/L) を数滴加え、0.1 mol/L アルコール性水酸化カリウム溶液を用いて 30 秒間薄い紅色を保つまで中和したもの。使用直前に調製する。
 - 2) **0.5 mol/L アルコール性水酸化カリウム溶液** JIS K 8574 に規定する水酸化カリウム 33 g を 25 mL の水に溶解し、JIS K 8102 に規定するエタノール (95) を加えて 1 000 mL とし、二酸化炭素を遮って 2~3 日間放置した後の上澄み液。

標定 本品 25 mL にフェノールフタレイン溶液 (10 g/L) 数滴を加え、JIS K 8001 に規定する 0.5 mol/L 塩酸溶液を用いて紅色が消えるまで滴定する。

- 3) フェノールフタレイン溶液 (10 g/L) 7.2.2 e)による。
- 4) アセトン JIS K 8034に規定するもの。
- 5) 硫酸ナトリウム 7.2.2 f)による。
- c) 器具 器具は、7.1.2 b) 1)による乾燥器とする。
- d) 操作 操作は、次のとおりとする。
- 1) 7.3.2 で得られた石油エーテル抽出液に硫酸ナトリウムを加えて脱水し、あらかじめ乾燥し恒量にした質量既知の三角フラスコ 300 mL に乾燥ろ紙を用いてろ過する。
 - 2) 分液漏斗とろ紙を少量の石油エーテルで 2, 3 回洗い、三角フラスコに加える。
 - 3) 水浴上で石油エーテルを留去し、残量が約 10 mL になった後、放冷し、中性エタノール (99.5) 約 20 mL を加えて溶解する。
 - 4) フェノールフタレイン溶液 (10 g/L) 数滴を加え、0.5 mol/L アルコール性水酸化カリウム溶液で滴定し、30 秒間薄い紅色を保つときを終点とする。滴定に要した量を記録する。
 - 5) 次に、水浴上でエタノールを蒸発させる。蒸発が終わりに近付いたら三角フラスコを回転させて、カリウム石けんを三角フラスコの壁及び底部に薄く広げる。大部分のエタノールが蒸発した後、放冷する。
 - 6) 次に、水分を除くためアセトン 10~15 mL を加え、水浴上で蒸発させ、乾燥空気又は窒素ガスを緩やかに流しながらカリウム石けんを乾燥させる。
 - 7) 三角フラスコを 105 ± 2 °C に調整した乾燥器で 15 分間加熱し、デシケーター中で放冷して質量をはかる。
 - 8) 7)の操作を繰り返し、連続 2 回のひょう量の差が 5 mg 以下になるまで繰り返す。
- e) 計算 総脂肪質は、式(6)によって算出する。

$$C = \frac{m_1 - V \times \frac{1}{1000} \times \frac{f}{2} (39 - 1)}{m} \times 100$$

$$= \frac{m_1 - (V \times \frac{f}{2} \times 0.038)}{m} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

ここに、 C : 総脂肪質 (質量分率%)
 m_1 : 乾燥したカリウム石けんの質量 (g)
 V : 0.5 mol/L アルコール性水酸化カリウム溶液の量 (mL)
 f : 0.5 mol/L アルコール性水酸化カリウム溶液のファクター
 39 : カリウム (K) の原子量
 1 : 水素 (H) の原子量
 m : 試料の質量 (g)

7.4 純石けん分

7.4.1 要旨 試料を酸分解し、生じた脂肪酸を石油エーテルで抽出し、水酸化カリウムで中和してその量を求め、7.2 で得られた石油エーテル可溶分を差し引いて、純石けん分を算出する。

7.4.2 試薬 試薬は、次のとおりとする。

- a) 0.5 mol/L 硫酸又は 1 mol/L 塩酸 7.3.2 b) 2)又は 7.3.2 b) 3)による。
- b) メチルオレンジ溶液 7.3.2 b) 5)による。
- c) 石油エーテル 7.2.2 c)による。

- d) 中性エタノール (99.5) 7.3.3b) 1)による。
- e) 硫酸ナトリウム 7.2.2 f)による。
- f) 0.5 mol/L アルコール性水酸化カリウム溶液 7.3.3b)2)による。
- g) フェノールフタレイン溶液 (10 g/L) 7.2.2e)による。
- h) アセトン 7.3.3b)4)による。

7.4.3 器具 器具は、7.1.2b)1)による乾燥器とする。

7.4.4 操作 操作は、次のとおりとする。

- a) 試料約 5 g をビーカー200 mL に 1 mg のけたまではかりとり、水 100 mL を加えて加熱溶解する。
- b) これを分液漏斗 500 mL に移しビーカーを少量の水で洗い、分液漏斗に合わせる。
- c) メチルオレンジ溶液を指示薬として、激しく振り混ぜながら酸性になるまで 0.5 mol/L 硫酸又は 1 mol/L 塩酸⁽¹⁾を加える。

注⁽¹⁾ アルカリ分の多い石けんの場合は、酸の濃度を高くしてよい。

- d) 放冷後、石油エーテル 100 mL を加え、1 分間激しく振り混ぜて抽出した後、明らかに二層に分かれるまで放置する。
- e) 水層を第二の分液漏斗 500 mL に移し、石油エーテル 50 mL を加え、同様に振り混ぜた後、放置し、水層は第三の分液漏斗 500 mL に移し、石油エーテル 30 mL を加え、再び同様に振り混ぜ抽出する。
- f) 第二及び第三の分液漏斗中の石油エーテル抽出液は、第一の分液漏斗に移した後、それぞれの分液漏斗は少量の石油エーテルで洗い、洗液は第一の分液漏斗に合わせる。
- g) 第一の分液漏斗に水 25 mL ずつを加え、洗液がメチルオレンジ溶液で中性となるまで洗浄を行う。
- h) 洗浄した石油エーテル抽出液は、硫酸ナトリウムで脱水し、あらかじめ乾燥し恒量にした質量既知の三角フラスコ 300 mL に乾燥ろ紙を用いてろ過する。分液漏斗及びろ紙を少量の石油エーテルで 2, 3 回洗い、三角フラスコに加える。
- i) 水浴上で石油エーテルを留去し、残量が約 10 mL になった後、放冷し、中性エタノール (99.5) 約 20 mL を加えて溶解する。
- j) フェノールフタレイン溶液 (10 g/L) 数滴を加え、0.5 mol/L アルコール性水酸化カリウム溶液で滴定し、30 秒間薄い紅色を保つときを終点とする。
- k) 次に、水浴上でエタノールを蒸発させる。蒸発が終わりに近付いたら三角フラスコを回転させて、カリウム石けんを三角フラスコの壁及び底部に薄く広げる。大部分のエタノールが蒸発した後、放冷する。
- l) 次に、水分を除くためアセトン 10~15 mL を加え、水浴上で蒸発させ、乾燥空気又は窒素ガスを緩やかに流しながらカリウム石けんを乾燥させる。
- m) 三角フラスコを 105±2 °C に調節した乾燥器で 15 分加熱し、デシケーター中で放冷して質量をはかる。
- n) m)の操作を繰り返し、連続 2 回のひょう量の差が 5 mg 以下になるまで繰り返す。

7.4.5 計算 純石けん分は、式(7)又は式(8)によって算出する。

a) ナトリウム石けんの場合

$$C = \frac{m_1 - V \times \frac{1}{1000} \times f \times \frac{1}{2} (39 - 23)}{m} \times 100 - P$$

$$= \frac{m_1 - \frac{1}{2} V \times f \times 0.016}{m} \times 100 - P \quad \text{..... (7)}$$

ここに、
 C: 純石けん分 (質量分率%)
 m₁: カリウム石けんの質量 (g)
 V: 0.5 mol/L アルコール性水酸化カリウム溶液の量 (mL)
 f: 0.5 mol/L アルコール性水酸化カリウム溶液のファクター
 39: カリウム (K) の原子量
 23: ナトリウム (Na) の原子量
 m: 試料の質量 (g)
 P: 石油エーテル可溶分 (質量分率%)

b) カリウム石けんの場合

$$C = \frac{m_1}{m} \times 100 - P \quad \text{..... (8)}$$

7.5 遊離アルカリ

7.5.1 試験方法の種類 試験方法は、次の3種類とする。

- a) **A 法** [エタノール (99.5) 法] この方法は、ナトリウム石けんに含まれる遊離アルカリの定量に適用する。炭酸カリウムがエタノールに溶解するため、カリウム石けんには適用しない。また、アルカリビルダーの多いナトリウム石けんには適用しない。
- b) **B 法** (塩化バリウム法) この方法は、カリウム石けん、ナトリウム石けん及び両者が混合した石けんに適用するが、炭酸アルカリが多い場合は適用しない。
 また、A 法に比較して精度が低いので、微量の遊離アルカリの定量には適用しない。
- c) **C 法** [エタノール (95) 法] この方法は、主として炭酸塩、けい酸塩などのアルカリ性無機塩を含むナトリウム石けんに適用する。この方法は、カリウム石けんには適用しない。

7.5.2 A 法 [エタノール (99.5) 法] A 法は、次のとおりとする。

- a) **要旨** 中性にしたエタノール (99.5) に試料を溶解し、アルコール性塩酸溶液を用いて遊離か性アルカリを滴定する。着色した石けんで、その色がフェノールフタレイン溶液の終点を妨害する場合には適用しない。
- b) **試薬** 試薬は、次のとおりとする。
- 1) **中性エタノール (99.5)** JIS K 8101 に規定するエタノール (99.5) を緩やかに5分間煮沸して二酸化炭素を除き、フェノールフタレイン溶液 (10 g/L) を数滴加え、約 70 °C で 0.1 mol/L アルコール性水酸化カリウム溶液を用いて 30 秒間薄い紅色を保つまで中和したもの。使用直前に調製する。
 - 2) **0.1 mol/L アルコール性塩酸溶液** JIS K 8180 に規定する塩酸 10 mL に JIS K 8101 に規定するエタノール (99.5) 1 000 mL を加えたもの。

標定 白金るつぼ中で 500～600 ℃で乾燥した JIS K 8005 に規定する炭酸ナトリウム 1～1.5 g を 1 mg のけたまではかりとり水に溶解して 250 mL とし、その 25 mL をプロモフェノールブルー溶液 (1 g/L) ⁽²⁾を指示薬として色が青から黄に変わるまで本品を用いて滴定する（終点に近付けば溶液を煮沸して二酸化炭素を除き、冷却後、滴定を続行する。）。

注⁽²⁾ JIS K 8844 に規定するプロモフェノールブルー 0.10 g を JIS K 8102 に規定するエタノール (95) 20 mL に溶解し、水を加えて 100 mL としたもの。

3) フェノールフタレイン溶液 (10 g/L) 7.2.2 c)による。

c) **器具** 器具は、500 mL 還流冷却器付の三角フラスコとする。

d) **操作** 操作は、次のとおりとする。

1) 試料約 5 g を三角フラスコ 500 mL に 10 mg のけたまではかりとり、中性エタノール (99.5) 200 mL を加え、還流冷却器を取り付けて完全に溶解するまで煮沸する。

2) 約 70 ℃まで放冷し、フェノールフタレイン溶液 (10 g/L) 0.5 mL を加え、0.1 mol/L アルコール性塩酸溶液を用いて薄い紅色が消えるまで滴定する。

e) **計算** 遊離アルカリは、式(9)によって算出する。

$$C = \frac{0.4 \times V \times f}{m} \dots\dots\dots (9)$$

ここに、
 C : 遊離アルカリ (NaOH) (質量分率%)
 V : 滴定に用いた 0.1 mol/L アルコール性塩酸溶液の量 (mL)
 f : 0.1 mol/L アルコール性塩酸溶液のファクター
 m : 試料の質量 (g)

7.5.3 B 法 (塩化バリウム法) B 法は、次のとおりとする。

a) **要旨** 試料の溶液に塩化バリウム溶液を加え、石けんと炭酸塩とを沈殿させ、0.1 mol/L 塩酸を用いて、溶液に残留する遊離か性アルカリを滴定する。カリウム石けんとナトリウム石けんとが混合されている石けんの場合は、水酸化カリウム、水酸化ナトリウムのいずれか一方で遊離アルカリを示す。

b) **試薬** 試薬は、次のとおりとする。

1) 0.1 mol/L 塩酸 JIS K 8001 に規定するもの。

2) 指示薬 JIS K 8799 に規定するフェノールフタレイン 1 g と JIS K 8643 に規定するチモールブルー 0.5 g を熱エタノール (95) 100 mL に溶解しろ過したもの。

3) 中性エタノール (体積分率 60 %) 水 75 mL と JIS K 8102 に規定するエタノール (95) 125 mL を緩やかに 10 分間煮沸して二酸化炭素を除き、室温まで流水で急冷し、2)の指示薬約 1 mL を混合する。

次に、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液又は 0.1 mol/L 水酸化カリウム溶液を用いて紫が現れるまで中和し、緩やかに 10 分間煮沸した後、室温まで流水で急冷し、0.1 mol/L 塩酸を用いて紫が消失するまで中和したもの。使用直前に調製する。

4) **塩化バリウム溶液** 水 90 mL を緩やかに 10 分間煮沸して二酸化炭素を除き、室温まで流水で急冷し、JIS K 8155 に規定する塩化バリウム 10 g を溶解した後、2)の指示薬 0.5 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液又は 0.1 mol/L 水酸化カリウム溶液を用いて紫が現れるまで中和したもの。使用直前に調製する。

c) **器具** 器具は、7.5.2 c)による三角フラスコとする。

d) **操作** 操作は、次のとおりとする。

- 1) 試料約 4 g を三角フラスコ 500 mL に 10 mg のけたまではかりとり、中性エタノール(体積分率 60 %) 200 mL を加え、水浴上で加熱溶解した後、還流冷却器を取り付けて 10 分間煮沸する。
 - 2) 沸騰容液に塩化バリウム溶液 15 mL を少しずつ加え、よく混ぜ合わせる。
 - 3) 室温まで流水で急冷し、指示薬 1 mL を加え、直ちに 0.1 mol/L 塩酸で色が緑に変わるまで滴定する。
- e) 計算 遊離アルカリは、式(10)又は式(11)によって算出する。

1) カリウム石けんの場合

$$C = \frac{0.56 \times V \times f}{m} \dots\dots\dots (10)$$

2) ナトリウム石けんの場合

$$C = \frac{0.4 \times V \times f}{m} \dots\dots\dots (11)$$

ここに、
 C : 遊離アルカリ (質量分率%)
 V : 滴定に用いた 0.1 mol/L 塩酸の量 (mL)
 f : 0.1 mol/L 塩酸のファクター
 m : 試料の質量 (g)

7.5.4 C 法 [エタノール (95) 法] C 法は、次のとおりとする。

- a) 要旨 試料を中性にしたエタノール (95) に溶解し、不溶分をろ過した後、アルコール性塩酸溶液で遊離性アルカリを滴定する。着色した石けんで、その色がフェノールフタレインの終点を妨害する場合には適用しない。
- b) 試薬 試薬は、次のとおりとする。
- 1) 中性エタノール (95) JIS K 8102 に規定するエタノール (95) を緩やかに 5 分間煮沸して二酸化炭素を除き、フェノールフタレイン溶液 (10 g/L) を数滴加え、約 70 °C で 0.1 mol/L アルコール性水酸化カリウム溶液を用いて 30 秒間薄い紅色を保つまで中和したもの。使用直前に調製する。
 - 2) 0.1 mol/L アルコール性塩酸溶液 7.5.2 b) 2) による。
 - 3) フェノールフタレイン溶液 (10 g/L) 7.2.2 e) による。
- c) 器具 器具は、次のとおりとする。
- 1) 三角フラスコ 7.5.2 c) による。
 - 2) ガラスろ過器 JIS R 3503 に規定するもので、ろ過板の細孔記号 3 のもの。
- d) 操作 操作は、次のとおりとする。
- 1) 試料約 5 g を三角フラスコ 500 mL に 10 mg のけたまではかりとり、中性エタノール (95) 200 mL を加え、還流冷却器を取り付けて水浴上で加熱溶解する。
 - 2) 溶液を、あらかじめ加熱したガラスろ過器を用いてろ過し、不溶分と三角フラスコ及びガラスろ過器を、沸点近くまで加熱した中性エタノール (95) 50 mL を用いて洗い、洗液をろ液に合わせ、水浴上で加熱煮沸する。
 - 3) 約 70 °C まで放冷し、フェノールフタレイン溶液 (10 g/L) 数滴を加え、0.1 mol/L アルコール性塩酸溶液で薄い紅色が消えるまで滴定する。

e) **計算** 遊離アルカリは、式(12)によって算出する。

$$C = \frac{0.4 \times V \times f}{m} \dots\dots\dots (12)$$

ここに、
 C : 遊離アルカリ (NaOH) (質量分率%)
 V : 滴定に用いた 0.1 mol/L アルコール性塩酸溶液の量 (mL)
 f : 0.1 mol/L アルコール性塩酸溶液のファクター
 m : 試料の質量 (g)

7.6 全遊離アルカリ

7.6.1 要旨 全遊離アルカリは遊離か性アルカリ及び遊離炭酸アルカリの総量。試料を中性にしたエタノールに溶解し、既知量の硫酸で遊離アルカリを中和した後、過剰の酸をアルコール性水酸化カリウム溶液で逆滴定して、全遊離アルカリを定量する。この方法は炭酸アルカリ、けい酸アルカリなどのアルカリピルダーを配合した石けんには適用しない。

7.6.2 試薬 試薬は、次のとおりとする。

- a) **中性エタノール (95)** 7.5.4 b) 1)による。
- b) **0.5 mol/L 硫酸** 7.3.2 b) 2)による。
- c) **0.1 mol/L アルコール性水酸化カリウム溶液** 7.2.2 d)による。
- d) **フェノールフタレイン溶液 (10 g/L)** 7.2.2 e)による。

7.6.3 器具 器具は、次のとおりとする。

- a) **三角フラスコ** 300 mL 還流冷却器付
- b) **メスピペット** 5 mL

7.6.4 操作 操作は、次のとおりとする。

- a) 試料約 5 g を三角フラスコ 300 mL に 1 mg のけたまではかりとり、中性エタノール (95) 100 mL を加え、還流冷却器を取り付け徐々に加熱して溶解する。
- b) メスピペットを用いて 0.5 mol/L 硫酸 3.0 mL を加え 10 分間煮沸する。
- c) 約 70 °C まで放冷し、フェノールフタレイン溶液 (10 g/L) 数滴を加え、0.1 mol/L アルコール性水酸化カリウム溶液で滴定し、薄い紅色を 30 秒間保つときを終点とする。

7.6.5 計算 全遊離アルカリは、式(13)又は式(14)によって算出する。

a) **ナトリウム石けんの場合**

$$C = 0.040 \times \frac{V_1 f_1 - \frac{V_2 f_2}{10}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (13)$$

b) **カリウム石けんの場合**

$$C = 0.056 \times \frac{V_1 f_1 - \frac{V_2 f_2}{10}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (14)$$

ここに、
 C : 全遊離アルカリ (質量分率%)
 V_1 : 0.5 mol/L 硫酸の使用量 (mL)
 V_2 : 滴定に要した 0.1 mol/L アルコール性水酸化カリウム溶液の量 (mL)
 f_1 : 0.5 mol/L 硫酸のファクター
 f_2 : 0.1 mol/L アルコール性水酸化カリウム溶液のファクター
 m : 試料の質量 (g)

7.7 エタノール不溶分

7.7.1 要旨 試料をエタノール (95) に溶解, ろ過して不溶の物質の質量をはかり, エタノール不溶分とする。

7.7.2 試薬 試薬は, JIS K 8102 に規定するエタノール (95)。

7.7.3 器具 器具は, 次のとおりとする。

a) **三角フラスコ** 7.5.2 c) による。

b) **ろ紙又はガラスろ過器** JIS P 3801 に規定する定量分析用ろ紙 (5 種 C) 又は JIS R 3503 に規定するガラスろ過器で, ろ過板の細孔記号 3 のもの。

c) **乾燥器** 7.1.2 b) 1) による。

7.7.4 操作 操作は, 次のとおりとする。

a) 試料約 5 g を三角フラスコ 500 mL に 1 mg のけたまではかりとり, エタノール (95) 200 mL を加え, 還流冷却器を取り付けて水浴上で加熱, 溶解する。

b) この溶液をろ紙又はガラスろ過器を用いてろ過する。ろ紙又はガラスろ過器は, あらかじめ, 105 ± 2 °C に調節した乾燥器で乾燥し冷却後, 質量をはかったものを用いる。

c) 三角フラスコに残った不溶分は, 沸点近くまで加熱した少量のエタノール (95) を用いて 2, 3 回洗浄を繰り返し, 不溶分を完全にろ紙又はガラスろ過器に移す。

d) さらに, 温かいエタノール (95) でよく洗浄しながらろ過する。

e) ろ紙又はガラスろ過器を 105 ± 2 °C に調節した乾燥器で 1 時間加熱し, デシケーター中で放冷し質量をはかる。

f) 連続 2 回のひょう量の差が 1 mg 以下になるまで e) の操作を繰り返す。

7.7.5 計算 エタノール不溶分は, 式(15)によって算出する。

$$C = \frac{m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (15)$$

ここに, C: エタノール不溶分 (質量分率%)

m_1 : 残分 (g)

m: 試料の質量 (g)

備考1. 低温でろ過したり, ろ過の時間が長引いたりするとエタノール溶液が固化することがあり, この場合は, あらかじめガラスろ過器を加温しておくか, 又は保温漏斗を使用するなど, 温度の高いうちろ過する。

2. けい酸塩を多く含む場合は, 不溶分を三角フラスコの底から完全に離せない場合は, あらかじめ質量をはかった三角フラスコを用いて操作し, 洗浄後の三角フラスコも, ろ紙又はろ過器と同様に加熱, 放冷して質量をはかり, 前回との差が 1 mg 以下になるまで加熱, 放冷, ひょう量を繰り返し, フラスコに付着した残分の質量を加えて算出する。

7.8 水不溶分

7.8.1 要旨 試料をエタノールに溶解し, 不溶物質を更に温水に溶解, ろ過して不溶物質の質量をはかり水不溶分とする。

7.8.2 試薬 試薬は, 7.7.2 によるエタノール (95)。

7.8.3 器具 器具は, 次のとおりとする。

a) **三角フラスコ** 7.5.2 c) による。

b) **ろ紙又はガラスろ過器** 7.7.3 b) による。

c) **乾燥器** 7.1.2 b) 1)による。

7.8.4 操作 操作は、次のとおりとする。

- a) 試料約 5 g を 7.7.4 によって操作し、ろ紙又はガラスろ過器に集めたエタノール不溶分を乾燥させないで温水を用いてビーカー 300 mL に洗い移す。
- b) 5 分間緩やかに煮沸した後、ろ紙又はガラスろ過器でろ過する。
- c) ビーカー中の不溶分を少量の温水で洗う操作を 2, 3 回繰り返す、不溶分を完全にろ紙又はガラスろ過器に移し、温水で十分に洗浄する。
- d) ろ紙又はガラスろ過器を 105 ± 2 °C に調節した乾燥器で 1 時間加熱し、デシケーター中で放冷後、質量をはかる。
- e) 連続 2 回のひょう量の差が 1 mg 以下になるまで d) の操作を繰り返す。

7.8.5 計算 水不溶分は、式(16)によって算出する。

$$C = \frac{m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (16)$$

ここに、 C : 水不溶分 (質量分率%)

m_1 : 残分 (g)

m : 試料の質量 (g)

7.9 塩化物

7.9.1 試験方法の種類 試験方法は、次の 2 種類とする。

- a) **滴定法** 塩化物として質量分率 0.1 % 以上を含む石けんに適用する。この方法は、脂肪酸塩以外の界面活性剤を含む石けんには適用しない。
- b) **電位差滴定法** 石けん及び脂肪酸塩以外の界面活性剤を含む石けんに適用する。

7.9.2 滴定法 滴定法は、次のとおりとする。

- a) **要旨** 試料を硝酸で分解し、分離した脂肪酸をろ過して除き、ろ液を銀滴定して塩化物を定量する。
- b) **試薬** 試薬は、次のとおりとする。

1) **硝酸** JIS K 8541 に規定するもの。

2) **硝酸 (1+9)**

3) **0.1 mol/L 硝酸銀溶液** JIS K 8001 の 4.5 (滴定用溶液) に規定するもの。

4) **硫酸アンモニウム鉄 (III) 溶液 (100 g/L)** JIS K 8982 に規定する硫酸鉄(III) アンモニウム・12 水 10 g を水約 50 mL に溶解し、硝酸 5 mL を加えて酸性とし、更に水を加えて 100 mL とする。

5) **0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム溶液** JIS K 8001 の 4.5 (滴定用溶液) に規定するもの。

6) **ジエチルエーテル** JIS K 8103 に規定するもの。

c) **操作** 操作は、次のとおりとする。

- 1) 試料約 5 g をビーカー 100 mL に 10 mg のけたまではかりとり、水約 50 mL を加えて加熱溶解する。
- 2) 次に硝酸 (1+9) 20 mL⁽³⁾を加えて加熱し、脂肪酸を分離した後、冷却固化し傾斜しながらろ紙を用いて三角フラスコ 300 mL にろ過する。この場合、固化した脂肪酸はビーカーに残す。

注⁽³⁾ 炭酸アルカリなどアルカリ分を多く含む場合は、酸性になるまで加える。

- 3) ビーカー中の脂肪酸を少量の熱水を用いて融解し分離した後、冷却固化し、傾斜しながらろ紙に洗い流し、洗液を三角フラスコに集める。

- 4) この操作を洗液に塩化物の反応がなくなるまで洗浄を繰り返す⁽⁴⁾。

注⁽⁴⁾ 少量の洗液をビーカーに取り硝酸 1 滴を加えて酸性とし、0.1 mol/L 硝酸銀溶液 1 滴を加えたと

きに乳濁又は沈殿が生じなくなるまで洗浄を繰り返す。

- 5) 三角フラスコ中の溶液に硝酸 5 mL を加えた後、直ちに 0.1 mol/L 硝酸銀溶液 25 mL をピペットで加え、続いてジエチルエーテル約 5 mL を加えてよく振り混ぜる。
 - 6) 硫酸アンモニウム鉄 (III) 溶液 (100 g/L) 2~3 mL を加えた後、0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム溶液を用いて三角フラスコを激しく振り混ぜながら赤褐色が残るまで滴定する。
- d) 計算 塩化物は、式(17)又は式(18)によって算出する。

1) 塩化ナトリウム (NaCl) の場合

$$C = 0.00585 \times (25f_1 - Vf_2) \times \frac{100}{m} \dots\dots\dots (17)$$

2) 塩化カリウム (KCl) の場合

$$C = 0.00746 \times (25f_1 - Vf_2) \times \frac{100}{m} \dots\dots\dots (18)$$

ここに、 C: 塩化物 (質量分率%)
 V: 滴定に要した 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム溶液の量 (mL)
 f_1 : 0.1 mol/L 硝酸銀溶液のファクター
 f_2 : 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム溶液のファクター
 m: 試料の質量 (g)

7.9.3 電位差滴定法 電位差滴定法は、次のとおりとする。

- a) 要旨 試料を硝酸で分解し、脂肪酸をろ過して除き、指示電極として塩化物イオン電極、比較電極として飽和銀―塩化銀電極を用いて硝酸銀溶液で電位差滴定し、塩化物を定量する。

- b) 試薬 試薬は、次のとおりとする。

1) 硝酸 7.9.2 b) 2)による。

- 2) 0.1 mol/L 硝酸銀溶液 硝酸銀 17 g を水に溶解して 1 000 mL としたものを着色瓶に入れ暗所に保存する。標定は電位差滴定で行う。

- 3) 0.1 mol/L 塩化ナトリウム溶液 JIS K 8005 に規定する塩化ナトリウムを白金るつぼ中で 500~650 °C に 40~50 分間保ち、硫酸デシケーター中で放冷した後、その 2.922 g を水に溶解して 500 mL にしたもの。

- 4) メチルオレンジ溶液 7.3.2 b) 5)による。

- c) 装置及び器具 装置及び器具は、次のとおりとする。

- 1) 電位差計 感度 5 mV、測定範囲±500 mV のもの。
- 2) 指示電極 塩化物イオン電極
- 3) 比較電極 二重液絡形飽和銀―塩化銀電極
- 4) マグネチックスターラー
- 5) ミクロビュレット 10 mL、0.05 mL 目盛付。

参考1. 指示電極には、塩化物イオン電極の代わりに銀イオン電極も使用できる。

2. 比較電極には、通常飽和銀―塩化銀電極又は飽和塩化第一水銀電極が用いられるが、規定銀―塩化銀電極、規定塩化第一水銀電極、規定硫酸第一水銀電極なども使用できる。

- d) 操作 操作は、次のとおりとする。

1) 試料溶液の調製 試料溶液の調製は、次のとおりとする。

- 1.1) 塩化物が NaCl として質量分率 0.1% 以下の場合は約 10 g、質量分率 0.1% 以上の場合は 1~3 g になるように試料の適量をビーカー 100 mL に 1 mg のけたまではかりとり、水約 50 mL を加えて加

熱溶解する。

- 1.2) メチルオレンジ溶液を 2 滴加え硝酸で酸性とした後、過剰に硝酸数滴を加え脂肪酸が分離するまで加熱する。
- 1.3) 冷却固化した後水層をろ過し、ろ紙を少量の水で洗浄した後、洗液をろ液に合わせて試料溶液とする。
- 2) **電位差滴定** 電位差滴定は、次のとおりとする。
 - 2.1) 装置を組み立て、電源を入れる。
 - 2.2) 200 mL の滴定槽に試料溶液を入れ、水を加えて約 100 mL とし、かくはん子を入れ、次いで指示電極と比較電極を差し入れる。
 - 2.3) 装置が安定した後、電位差計のゼロ点を補正して試料溶液の電位差を読みとる。
 - 2.4) 次に、マイクロビュレットを用いて 0.1 mol/L 硝酸銀溶液の一定量を滴定槽に滴加し、試料溶液をかき混ぜる。
 - 2.5) かき混ぜをやめ、液の流動が止まり電位差が一定になったときの電位差とマイクロビュレットの読みを記録する。
 - 2.6) さらに、0.1 mol/L 硝酸銀溶液の一定量を滴加して同様な操作を繰り返し、前回との読み取り電位差の差 ($\Delta_1 E$) の最大値を求める。この場合、終点近くでは、0.1 mol/L 硝酸銀溶液を 0.05 mL ずつ滴加する。
 - 2.7) 式(19)によって、滴定の終点に相当する 0.1 mol/L 硝酸銀溶液の量 V_{EQ} (mL) を算出する(表 1 参照)。

$$V_{EQ} = V_0 + 0.05 \times \frac{b}{B} \dots\dots\dots (19)$$

- ここに、
 V_{EQ} : 滴定の終点に相当する 0.1 mol/L 硝酸銀溶液の量 (mL)
 V_0 : $\Delta_1 E$ が極大値を示す直前の読み取り電位差値に対応する 0.1 mol/L 硝酸銀溶液の量 (mL)
 0.05 : 滴定終点で加えた 0.1 mol/L 硝酸銀溶液の量 (mL)
 b : $\Delta_1 E$ 間の差 ($\Delta_2 E$ がプラスの最後の値) (mV)
 B : $\Delta_2 E$ のプラスの最後の値とマイナスの最初の値の絶対値の和

表 1 V_{EQ} の計算例

0.1 mol/L 硝酸銀溶液の量 mL	読み取った電位差 E mV	$\Delta_1 E$	$\Delta_2 E$
4.90	249	19	
4.95	268	34	+15
5.00	302	25	— 9
5.05	327	18	— 7
5.10	345		

$$V_{EQ} = 4.95 + 0.05 \times \frac{15}{15+9} = 4.981$$

- 3) **硝酸銀溶液のファクターの標定** ピペットを用い 0.1 mol/L 塩化ナトリウム溶液 5 mL 及び 10 mL を乾燥した 200 mL の滴定槽に別々にはかりとり、それぞれを硝酸で酸性にした後、水を加えて約 100 mL とし、d) 2) に準じて電位差滴定を行い、式(20)によって 0.1 mol/L 硝酸銀溶液のファクターを算出する。

$$f = \frac{5}{V_1 - V_2} \dots\dots\dots (20)$$

ここに、
 f : 0.1 mol/L 硝酸銀溶液ファクター
 V_1 : 0.1 mol/L 塩化ナトリウム溶液 10 mL に対する V_{EQ} (mL)
 V_2 : 0.1 mol/L 塩化ナトリウム溶液 5 mL に対する V_{EQ} (mL)
 5: 用いた 0.1 mol/L 塩化ナトリウム溶液の容量差 (mL)

- e) **計算** 塩化物は、式(21)又は式(22)によって算出する。

1) **塩化ナトリウム (NaCl) の場合**

$$C = \frac{5.85 \times \frac{f}{10} \times (V_4 - V_3)}{m} \dots\dots\dots (21)$$

2) **塩化カリウム (KCl) の場合**

$$C = \frac{7.46 \times \frac{f}{10} \times (V_4 - V_3)}{m} \dots\dots\dots (22)$$

ここに、
 C : 塩化物 (質量分率%)
 f : 0.1 mol/L 硝酸銀溶液のファクター
 V_3 : 次の式で求められる空試験の量 (mL)
 $V_3 = 2V_2 - V_1$
 V_4 : d) 2.7) で求めた試料に対する V_{EQ} (mL)
 m : 試料の質量 (g)

備考 電位差滴定法として自動滴定を用いてもよい (JIS K 0113 参照)。

7.10 グリセリン

7.10.1 **試験方法の種類** 試験方法は、次の 2 種類とする。

a) **滴定法** 質量分率 0.5% 以上のグリセリンを含む石けんに適用する。

b) **分光光度法** 質量分率 0.5% 以下のグリセリンを含む石けんに適用する。

二つ以上の隣接する水酸基をもつグリコール類などの有機物を含む場合は適用しない。

7.10.2 **滴定法** 滴定法は、次のとおりとする。

a) **要旨** 試料を硫酸で分解し、脂肪酸を石油エーテルで抽出し、水層に残ったグリセリンを過よう素酸で酸化してぎ酸とホルムアルデヒドにし、生成したぎ酸を水酸化ナトリウム溶液で滴定しグリセリンを求める。

b) **試薬** 試薬は、次のとおりとする。

1) **石油エーテル** 7.2.2 c) による。

2) **エチレングリコール溶液 (体積分率 50 %)** JIS K 8105 に規定するエチレングリコール 50 mL に水を加えて 100 mL としたもの。

3) **硫酸 (1+7)**

4) **水酸化ナトリウム溶液 (8 g/100 mL)** JIS K 8576 に規定する水酸化ナトリウム 8 g に水を加えて 100

mL としたもの。

5) **水酸化ナトリウム溶液 (0.2 g/100 mL)** JIS K 8576 に規定する水酸化ナトリウム 0.2 g に水を加えて 100 mL としたもの。

6) **0.125 mol/L 水酸化ナトリウム溶液** JIS K 8576 に規定する水酸化ナトリウム 6 g に水 1 000 mL を加え、JIS K 8577 に規定する水酸化バリウム八水和物を用いて新たに作った飽和水酸化バリウム溶液を沈殿が生じなくなるまで加え、二酸化炭素を遮り 2～3 日間放置した後の上澄み液。

標定 真空デシケーター中で乾燥した JIS K 8005 に規定するアミド硫酸 1.5～2 g を 1 mg のけたまではかりとり、水に溶解して 250 mL とし、その 25 mL をプロモチモールブルー溶液 (体積分率 0.1 %)⁵⁾ を指示薬として色が黄から青に変わるまで本品を用いて滴定する。

注⁵⁾ JIS K 8842 に規定するプロモチモールブルー 0.10 g を JIS K 8102 に規定するエタノール (95) 20 mL に溶解し、水を加えて 100 mL としたもの。

7) **メチルオレンジ溶液** 7.3.2 b) 5) による。

8) **過よう素酸ナトリウム溶液** JIS K 8256 に規定する過よう素酸ナトリウム 60 ± 0.5 g を室温で 0.05 mol/L 硫酸 120 mL を含む水に溶解して 1 000 mL としたもの。濁りがあればろ過板の細孔記号 3 のガラスろ過器でろ過し、着色瓶に入れ冷暗所に保存する。

c) **装置及び器具** 装置及び器具は、次のとおりとする。

1) **マグネチックスターラー**

2) **pH 計** ガラス電極付

d) **操作** 操作は、次のとおりとする。

1) 試料約 10 g をビーカーに 250 mL に 1 mg のけたまではかりとり、水約 100 mL を加えて加熱溶解する。

2) 分液漏斗 250 mL に移し、ビーカーを少量の水で洗い、分液漏斗に合わせる。

3) メチルオレンジ溶液を指示薬として、激しく振り混ぜながら酸性になるまで硫酸 (1+7) を加えた後、放冷する。

4) 冷却後、石油エーテル 100 mL を加え、振り混ぜて水層を分離させる。

5) 水層を第二の分液漏斗に抜き取り、石油エーテル 50 mL で抽出し静置する。

6) 水層を第三の分液漏斗に抜き取り、石油エーテル 50 mL で抽出し、静置して水層を全量フラスコ 250 mL に抜き取る。

7) 石油エーテル層を分液漏斗 500 mL に集め、水約 50 mL ずつを用いて 2 回洗い、洗液は全量フラスコ中の水層に合わせ、水を加えて 250 mL とし、試料溶液とする。

8) 推定グリセリン (質量分率 %) に対応する表 2 の採取量によって試料溶液を三角フラスコ 500 mL に取り、緩やかに 5 分間煮沸し、二酸化炭素と石油エーテルとを除去する。

9) 三角フラスコにソーダ石灰管を付けて放冷し、冷却後、液をビーカー 500 mL に移し、水を加えて約 250 mL とする。

10) 液の pH 値が 3 より小さいときはガラス電極を挿入し、マグネチックスターラーを動かし pH 値が 3 になるまで水酸化ナトリウム溶液 (8 g/100 mL) を滴加する。

11) 次に水酸化ナトリウム溶液 (0.2 g/100 mL) を 1 滴ずつ加え、pH 値を 8.1 ± 0.1 に調節する。

12) この溶液にピペットを用いて表 2 に示す過よう素酸ナトリウム溶液の量を加え、よくかき混ぜてから時計皿を載せ、暗所に室温で 30 分間放置する。

13) 次に、エチレングリコール溶液 (体積分率 50 %) 10 mL を加えてよくかき混ぜ、再び時計皿を載せ

暗所に室温で 20 分間放置する。

- 14) pH 計を用いて 0.125 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で pH 値 8.1±0.1 まで滴定し、その量を 0.05 mL まで記録する。
- 15) 水 100 mL を用いて試料を加えないで同様に操作する空試験を行う。ただし、最終滴定の pH 値は 6.5±0.1 とする。

表 2

試料中のグリセリンの推定値 質量分率%	試料溶液採取量 mL	過よう素酸ナトリウム溶液の量 mL
16 ~20	50	50
12 ~16	75	50
8 ~12	100	50
6 ~ 8	150	50
4 ~ 6	200	50
2.5~ 4	250	50
2.5 以下	250	25

参考 過よう素酸ナトリウム溶液 50 mL を用いてグリセリンを定量する最適条件は、試料溶液中のグリセリンが 0.3~0.5 g の場合である。

- e) 計算 グリセリンは、式(23)によって算出する。

$$C = 0.09210 \times (V_1 - V_2) \times \frac{f}{8} \times \frac{250}{V} \times \frac{100}{m}$$

$$= \frac{287.8 \times (V_1 - V_2) \times f}{V \times m} \dots\dots\dots (23)$$

ここに、
 C: グリセリン (質量分率%)
 V: 測定に用いた試料溶液の量 (mL)
 V₁: 滴定に要した 0.125 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の量 (mL)
 V₂: 空試験の滴定に要した 0.125 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の量 (mL)
 f: 0.125 mol/L 水酸化ナトリウム溶液のファクター
 m: 試料の質量 (g)

7.10.3 分光光度法 分光光度法は、次のとおりとする。

- a) 要旨 試料を硫酸で分解し、脂肪酸を石油エーテルで抽出する。水層に残ったグリセリンを過よう素酸で酸化し、ギ酸とホルムアルデヒドにする。生成したアルデヒドはクロモトロブ酸と反応して赤紫になり、この吸光度を測定し、グリセリン分を定量する。
- b) 試薬 試薬は、次のとおりとする。
- 1) 石油エーテル 7.2.2 c)による。
 - 2) 硫酸 (1+7)
 - 3) 硫酸 (1+1)
 - 4) 過よう素酸ナトリウム溶液 (0.03 mol/L) JIS K 8256 に規定する過よう素酸ナトリウム 1.6 g を全量フラスコ 250 mL にはかりとり 0.25 mol/L 硫酸 100 mL に溶解し、0.25 mol/L 硫酸を標線まで加えたもの。
 - 5) クロモトロブ酸溶液 JIS K 8316 に規定するクロモトロブ酸二ナトリウム二水和物 0.25 g を全量フラスコ 250 mL にはかりとり、水 10 mL に溶解し、次に硫酸 (5+1) を標線まで加えたもの。必要に応じてガラスろ過器でろ過する。この溶液は暗所に貯蔵しなければならない。10 mm セルで 571

nm における透過率が 75 % までは使用できる。

6) **塩化すず (II) 溶液** JIS K 8136 に規定する塩化すず (II) 二水和物 3.0 g を全量フラスコ 100 mL にはかりとり、塩酸 3 mL で溶解し、標線まで水を加えたもの。この溶液は新しく調製したものを使用する。

7) **グリセリン標準溶液** JIS K 8295 に規定するグリセリン 500.0 mg に相当する量を 7.10.2 によって定量し全量フラスコ 1 000 mL に入れ標線まで水を加える。よく混合したこの溶液 50 mL を別の全量フラスコ 1 000 mL に移し、標線まで水を加えてよく混ぜたもの。この溶液 1 mL 中には、グリセリン 25 µg を含む。

c) **装置及び器具** 装置及び器具は、次のとおりとする。

1) **マイクロピュレット** 5 mL, 0.05 mL 目盛付

2) **光度計** JIS K 0115 による。

d) **操作** 操作は、次のとおりとする。

1) **試料溶液の調製** 試料溶液の調製は、次のとおりとする。

1.1) ガラス栓付三角フラスコに試料 1~3 g を 1 mg のけたまではかりとる (表 3 参照)。

1.2) これに硫酸 (1+7) 10 mL を加え、脂肪酸が清澄液となるまで水浴上で加熱する。

1.3) この混合物を分液漏斗に移し、三角フラスコを石油エーテル 25 mL で 2 回と水 25 mL で 2 回洗浄し、その洗液もすべて分液漏斗に移す。

1.4) 分液漏斗を振り混ぜた後、分離した水層を三角フラスコにとる。石油エーテル層を 10 mL ずつの水で 2 回抽出する。この洗浄水を最初の水層に合わせ、水浴上で加熱して水層の石油エーテルを除く。

1.5) これを全量フラスコ 100 mL に移し、標線まで水を加える。三角フラスコの溶液が濁っている場合は、ろ紙を用いて全量フラスコに移し、ろ紙を水で洗浄しながら標線まで水を加える。これを試料溶液とする。

2) **測定** 測定は、次のとおりとする。

2.1) 試料溶液 1 mL 又は 2 mL をピペットを用いてガラス栓付三角フラスコにとる (表 3 参照)。

2.2) 0.03 mol/L 過よう素酸ナトリウム溶液 1 mL を加えて 15 分間放置する。

2.3) 次に、塩化すず (II) 溶液 1 mL とクロモトロブ酸溶液 10 mL とを加えて混合し、水浴上で 30 分間加熱する。

2.4) 室温まで冷却し、全量フラスコ 100 mL に移し、硫酸 (1+1) を標線まで加えて混合する。

2.5) この溶液を分光光度計又は光電光度計の 10 mm セルに満たし、最大吸収に相当する 571 nm 付近の波長で吸光度を測定する。

2.6) 別に水 2 mL を用いて空試験を行い、試料の吸光度の値から空試験の吸光度の値を差し引く。

表 3

試料中のグリセリンの推定値 質量分率 %	試料の量 g	試料溶液の量 mL
0.25~0.50	1	1
0.12~0.24	2	1
0.06~0.11	2	2
0.05 以下	3	2

3) **検量線の作成** 検量線の作成は、次のとおりとする。

3.1) 四つのガラス栓付三角フラスコ中にマイクロピュレットを用いて 0.40 mL, 0.80 mL, 1.40 mL 及び

2.00 mL のグリセリン標準溶液をとる。それぞれ 10 µg, 20 µg, 35 µg 及び 50 µg のグリセリンに相当する。

3.2) これに水を加えて 2 mL とし、d) 2) の測定と同様の操作を行って、検量線を作成する。

e) **計算** 検量線を用い、d) 2) によって求めた吸光度からグリセリン量 (µg) を読み取り、式(24)によって試料中のグリセリンを算出する。

$$C = \frac{m_1 \times 100 \times 100}{m \times V \times 1\,000 \times 1\,000}$$

$$= 0.01 \times \frac{m_1}{V \times m} \dots\dots\dots (24)$$

ここに、
 C : グリセリン (質量分率%)
 m₁ : 検量線から求めたグリセリン量 (µg)
 V : 使用した試料溶液の量 (mL)
 m : 試料の質量 (g)

7.11 エチレンジアミン四酢酸 (エデト酸)

7.11.1 **要旨** 試料を塩酸で分解し、水層に含まれるエチレンジアミン四酢酸 (エデト酸) (以下、EDTA という。) を硫酸銅溶液でキレート滴定する。

7.11.2 **試薬** 試薬は、次のとおりとする。

a) **塩酸 (1+1)**

b) **0.01 mol/L 硫酸銅(Ⅱ)溶液** JIS K 8983 に規定する硫酸銅(Ⅱ)五水和物 2.497 g を水に溶解して 1 000 mL とする。

c) **PAR 溶液** 4- (2-ピリジルアゾ) レゾルシノールナトリウム (一水和物) 0.1 g を水に溶解して 100 mL としたもの。

d) **PAN エタノール溶液** 1- (2-ピリジルアゾ) -2-ナフトール 0.1 g をエタノールに溶解し 100 mL としたもの。

標定 JIS K 8001 に規定する 0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 20 mL に水 80 mL を加え、必要に応じて 0.05 mol/L 塩酸を用いて pH 値 4~5 に調節し、PAR 溶液又は PAN エタノール溶液を加え、本品を用いて色が黄から赤に変わるまで滴定する。

7.11.3 **器具** 器具は、7.2.3 a) によるマイクロビュレットとする。

7.11.4 **操作** 操作は、次のとおりとする。

a) 推定 EDTA 量 0.003~0.005 g に対応する試料をビーカー 300 mL に取り、水 200 mL を加え、必要に応じて加熱して溶解する。

b) 次に、塩酸 (1+1) を加え pH 値 4~5 に調節する。必要によって分離した脂肪酸をぬれたろ紙を通して除去し、少量の水で洗った後、PAR 溶液又は PAN エタノール溶液を 4 滴加える。

c) マイクロビュレットで 0.01 mol/L 硫酸銅(Ⅱ)溶液を用いて色が黄から赤に変わるまで滴定する。

7.11.5 **計算** EDTA は、式(25)によって EDTA として計算する。

$$C = \frac{0.00292 \times V \times f \times 100}{m} \dots\dots\dots (25)$$

ここに、
 C : EDTA (質量分率%)
 V : 滴定に要した 0.01 mol/L 硫酸銅(Ⅱ)溶液の量 (mL)
 f : 0.01 mol/L 硫酸銅(Ⅱ)溶液のファクター
 m : 試料の質量 (g)

8. **pH 値** pH 値は、次のとおりとする。

- a) **要旨** 温度 0～95 ℃における規定の濃度の水溶液について、ガラス電極を用いた pH 計で pH 値を測定する。
- b) **装置** JIS Z 8802 の 4.2（形式）の表 1 に規定する形式 II とする。
- c) **操作** JIS Z 8802 の 7.2（測定方法）の手順によって、試料溶液の pH 値を測定する。
- d) **測定結果の記録** 測定値には、試料溶液の温度、濃度及び使用した pH 計の形式を記載する。測定値は、小数点以下 1 けたまで記録する。

備考 測定に使用する水の pH 値は、6.5～7.0 付近でなければならない。

9. **試験報告** 試験報告には、次の事項を記載する。

- a) 試験に必要と思われる試料の経歴
- b) 用いた方法に関する参照文献
- c) 結果と表現方法
- d) 試験条件
- e) この規格に記載されていないか、又は任意であるとみなされる操作の詳細及び結果に影響を与えたと思われるすべての事項

附属書（参考）JIS に対応する国際規格との対比表

JIS K 3304:2006 石けん試験方法		ISO 456:1973 界面活性剤－石けんの分析－遊離か（苛）性アルカリの定量 ISO 457:1983 石けん－塩化物の定量－滴定法 ISO 672:1978 石けん－水分及び揮発分の定量－乾燥器法 ISO 673:1981 石けん－エタノール不溶物の定量 ISO 684:1974 石けんの分析－全遊離アルカリの定量 ISO 685:1975 石けんの分析－全アルカリ及び全脂肪質の定量 ISO 1066:1975 石けんの分析－グリセリンの定量－滴定法 ISO 1067:1974 石けんの分析－不けん化性物質並びにけん化性物質のけん化及び未けん化の定量 ISO 2272:1989 界面活性剤－石けん－分光光度計による低濃度の遊離グリセリンの定量 ISO 4318:1989 界面活性剤及び石けん－水分の定量－共沸蒸留法 ISO 4323:1977 石けん－塩化物の定量－電位差法 ISO 4325:1990 石けん及び合成洗剤－キレート剤の定量－滴定法 ISO 8212:1986 石けん及び洗剤－製造過程中的の試料採取方法					
(Ⅰ)JIS の規定		(Ⅱ) 国際規格 番号	(Ⅲ)国際規格の規定		(Ⅳ) JIS と国際規格との技術的差異の項目ごとの評価及びその内容 表示箇所：本体 表示方法：点線の下線又は側線		(Ⅴ) JIS と国際規格との技術的差異の理由及び今後の対策
項目番号	内容		項目番号	内容	項目ごとの評価	技術的差異の内容	
1. 適用範囲	石けんについて、水分ほか 12 項目の試験方法を規定。	ISO 456	1	石けん中の、遊離か（苛）性アルカリの測定法を規定。	MOD/変更	ISO 規格は 1 規格 1 試験法であるが、JIS は複数の試験項目を一つの規格で規定。	JIS は家庭用品品質表示法で規定されているため、総合試験方法規格として一本化している。 石けんの性能を規定するための必要項目の試験法を追加。 石けんの性能を規定するため、必要のない項目の試験方法を削除。
		ISO 457	1	石けん中の塩化物の、滴定法による測定法を規定。			
		ISO 672	1	石けん中の水分及び揮発分の、乾燥器による測定法を規定	MOD/追加 MOD/削除	JIS は、純石けん分、水不溶分及び pH の試験法を追加。 ISO 4318, ISO 4325, ISO 8212 については界面活性剤、洗剤の項目をここでは削除している。	

(Ⅰ)JIS の規定		(Ⅱ) 国際規格 番号	(Ⅲ)国際規格の規定		(Ⅳ) JIS と国際規格との技術的差異の項目ごとの評価及びその内容 表示箇所：本体 表示方法：点線の下線又は側線		(Ⅴ) JIS と国際規格との技術的差異の理由及び今後の対策
項目番号	内容		項目番号	内容	項目ごとの評価	技術的差異の内容	
1. 適用範囲 (続き)		ISO 673	1	石けん中のエタノール不溶分の測定法を規定。	前のページ参照	前のページ参照	前のページ参照
		ISO 684	1	石けん中の全遊離アルカリの測定法を規定。			
		ISO 685	1	石けん中の全アルカリ量及び全脂肪質の同時測定法を規定。			
		ISO 1066	1	石けん中のグリセリンの、滴定法による測定法を規定。			
	石けんの試験方法を規定。	ISO 1067	1	石けん中の不けん化性物質並びにけん化性物質のけん化及び未けん化の測定法を規定。			
		ISO 2272	1	石けん中の低濃度遊離グリセリンの、分子吸光分析法による測定法を規定。			
		ISO 4318	1	界面活性剤及び石けん中の水分含有量の、共沸蒸留法による測定法を規定。			
		ISO 4323	1	石けん中の塩化物含有量の、電位差滴定法による測定法を規定。			
		ISO 4325	1	石けん及び洗剤のキレート剤含有量の測定方法を規定。			
		ISO 8212	1	石けん及び洗剤の製造過程中の試料採取及び調整法を規定。			

(Ⅰ)JIS の規定		(Ⅱ) 国際規格 番号	(Ⅲ)国際規格の規定		(Ⅳ) JIS と国際規格との技術的差異の項目ごとの評価及びその内容 表示箇所：本体 表示方法：点線の下線又は側線		(Ⅴ) JIS と国際規格との技術的差異の理由及び今後の対策
項目番号	内容		項目番号	内容	項目ごとの評価	技術的差異の内容	
2. 引用規格	JIS R 3503	ISO 4318	2	ISO 383	MOD/変更	JIS からの引用事項は、対応 ISO 規格の該当事項と同等である。	—
	JIS K 0050 ほか 合計 34 規格。	—	—	—	MOD/追加	—	JIS で規定したものを採用。実質的な差異はない。
	—	ISO 672, 684, 685 1066, 2272, 4318, 4325, 8212	—	ISO 383, ISO 385-1, ISO 607, ISO 862, ISO 1042, ISO 3696, ISO 6206, ISO 6353-3, ISO 8213	MOD/削除	—	
3. 定義	石けん	—	—	—	MOD/追加	—	この規格で規定する石けんを明確にするために必要。
	—	ISO 456	3	ソフト石けん中の遊離か（苛）性アルカリ	MOD/変更	JIS は、ほぼ同じ内容を本体 7.5.3 a)（要旨）で規定。	構成の変更であり、実質的差異はない。
	—	ISO 673	2	エタノール不溶物	MOD/変更	JIS は、ほぼ同じ内容を本体 7.7.1（要旨）で規定。	
	—	ISO 684	3	全遊離アルカリ	MOD/削除	JIS は、ほぼ同じ内容を本体 7.6.1（要旨）で規定。	構成の変更であり、実質的差異はない。
	—	ISO 685	3	全アルカリ，全脂肪質	MOD/削除	JIS は、ほぼ同じ内容を本体 7.3.1（要旨）で規定。	
	—	ISO 8212	3	8 件	MOD/削除	JIS は、ほぼ同じ内容を本体 6. で規定。	
4. 試験項目 4.1 化学試験	a)～k)まで 11 の 化学試験の項目。	—	—	—	MOD/追加	—	JIS は総合試験方法規格であり、この規格で扱う全試験項目を列記。

(Ⅰ)JIS の規定		(Ⅱ) 国際規格 番号	(Ⅲ)国際規格の規定		(Ⅳ) JIS と国際規格との技術的差異の項目ごとの 評価及びその内容 表示箇所：本体 表示方法：点線の下線又は側線		(Ⅴ) JIS と国際規格との技術的 差異の理由及び今後の対策
項目番号	内容		項目 番号	内容	項目ごとの評 価	技術的差異の内容	
4.2 pH 値	pH 値	—	—	—	MOD/追加	—	
5. 一般事項	試験に共通する一般 事項を規定。	—	—	—	MOD/追加	—	JIS は総合試験方法規格のため、 共通する一般事項を規定。
6. 試験試料 の調製	対象、器具及び縮分を 規定。	ISO 8212	4～8	原理、対象製品、装置、操 作手順及び試料採取・調製 報告書を規定している。	MOD/変更	ISO 規格は、製造過程から包装 時まで規定。JIS は、製品だけを 規定し、試料形態を限定してい る。	家庭用品品質表示法に基づき変 更した。この規格の次回改正時 に見直しを検討する。
7. 化学試験	—	—	—	—	—	—	—
7.1 水分	7.1.1 試験方法の種類 a) 加熱乾燥法	ISO 672		加熱乾燥法による水分測定 法を規定。	IDT	—	—
	b) 蒸留法	ISO 4318		蒸留法による水分測定法を 規定。			
	7.1.2 加熱乾燥法	ISO 672	4～8	JIS とほぼ同じ。	MOD/変更	ISO 規格は水分及び揮発分、JIS は水分としているが、実態は揮 発分を含む。 乾燥温度 ISO 規格は、103 ℃、 JIS は 105 ℃。	日本薬局法では乾燥温度を 105 ℃に規定。この規格の次回 改正時に見直しを検討する。
	7.1.3 蒸留法	ISO 4318	3～8	JIS とほぼ同じ。	MOD/変更	ISO 規格は共沸溶媒がキシレン 又は石油。JIS はキシレン。	

(Ⅰ)JIS の規定		(Ⅱ) 国際規格 番号	(Ⅲ)国際規格の規定		(Ⅳ) JIS と国際規格との技術的差異の項目ごとの評価及びその内容 表示箇所：本体 表示方法：点線の下線又は側線		(Ⅴ) JIS と国際規格との技術的差異の理由及び今後の対策
項目番号	内容		項目番号	内容	項目ごとの評価	技術的差異の内容	
7.2 石油エーテル可溶分	石油エーテル可溶分 (不けん化物＋可けん化物の未けん化分)	ISO 1067	3～8	非けん化性物及び未けん化物並びにけん化物	MOD/変更	ISO 規格は溶媒がヘキサン, JIS は石油エーテル。	日本薬局方では乾燥温度を 105 ℃に規定。この規格の次回改正時に見直しを検討する。
						乾燥温度：ISO 規格は 103 ℃, JIS は 105 ℃。	
7.3 総アルカリ及び総脂肪質	7.3.1 要旨 7.3.2 総アルカリ 7.3.3 総脂肪質	ISO 685	4～9	JIS とほぼ同じ。	MOD/変更	乾燥温度：ISO 規格は 103 ℃, JIS は 105 ℃。	日本薬局方では乾燥温度を 105 ℃に規定。この規格の次回改正時に見直しを検討する。
7.4 純石けん分	純石けん分	—	—	—	MOD/追加	対応 ISO 規格はないが, ISO 685 及び ISO 1067 を応用して JIS に規定。	家庭用品品質表示法に純石けん分として規定されている。この規格の次回改正時に見直しを検討する。
7.5 遊離アルカリ	7.5.1 試験方法の種類 A 法, B 法及び C 法の三つを規定。	ISO 456		A 法及び B 法の二つを規定。	MOD/追加	—	我が国で実施されている C 法を追加。この規格の次回改正時に見直しを検討する。
	7.5.2 A 法 [エタノール(99.5)法]	ISO 456	4	JIS とほぼ同じ。	MOD/削除	ISO 規格の再現性の項目を削除。	この規格の次回改正時に見直しを検討する。
	7.5.3 B 法 (塩化バリウム法)	ISO 456	5	JIS とほぼ同じ。	MOD/追加	ISO 規格はカリウム石けんの計算式を規定。JIS は, カリウム及びナトリウム石けんの計算式を列記。	技術上の差異なし。 単純な編集上の差異で実質的な差はない。
					MOD/削除	ISO 規格の再現性の項目を削除。	この規格の次回改正時に見直しを検討する。

(Ⅰ)JISの規定		(Ⅱ) 国際規格 番号	(Ⅲ)国際規格の規定		(Ⅳ) JIS と国際規格との技術的差異の項目ごとの評価及びその内容 表示箇所：本体 表示方法：点線の下線又は側線		(Ⅴ) JIS と国際規格との技術的差異の理由及び今後の対策
項目番号	内容		項目番号	内容	項目ごとの評価	技術的差異の内容	
	7.5.4 C 法 [エタノール(95)法]	—	—	—	MOD/追加	—	我が国では、アルカリ性無機塩を含むナトリウム石けんに適用されている。この規格の次回改正時に見直しを検討する。
7.6 全遊離アルカリ	全遊離アルカリ	ISO 684	4～9	JIS とほぼ同じ。	MOD/変更	滴定時の温度：ISO 規格は室温，JIS は約 70 ℃。	室温での滴定では固化する場合があります，ISO 規格の改正提案を検討する。
7.7 エタノール不溶分	エタノール不溶分	ISO 673	3～8	JIS とほぼ同じ。	MOD/変更	乾燥温度：ISO 規格は 103 ℃，JIS は 105 ℃。	日本薬局方では乾燥温度を 105 ℃に規定。この規格の次回改正時に見直しを検討する。
7.8 水不溶分	水不溶分	—	—	—	MOD/追加	対応 ISO 規格は存在しないが，ISO 673 を応用して JIS に規定。	この規格の次回改正時に見直しを検討する。
7.9 塩化物	7.9.1 試験方法の種類 a) 滴定法	ISO 457		滴定法による測定法を規定。	IDT	—	—
	b) 電位差滴定法	ISO 4323		電位差滴定法による測定法を規定。	IDT	—	—
	7.9.2 滴定法	ISO 457	2～7	原理，試薬，器具，試料調製，手順及び結果の表し方を規定。	MOD/変更	ISO 規格は水系，JIS はジエチルエーテルを使用。	この規格の次回改正時に見直しを検討する。
	7.9.3 電位差滴定法	ISO 4323	3～8	原理，試薬，器具，試料調製，手順及び結果の表し方を規定。	MOD/変更	ISO 規格は塩化カリウム，JIS は塩化ナトリウムを使用。JIS に塩化カリウム計算式の記載追加。	この規格の次回改正時に見直しを検討する。
7.10 グリセリン	7.10.1 試験方法の種類 a) 滴定法	ISO 1066	—	滴定法による測定法を規定。	IDT	—	—

(Ⅰ)JIS の規定		(Ⅱ) 国際規格 番号	(Ⅲ)国際規格の規定		(Ⅳ) JIS と国際規格との技術的差異の項目ごとの評価及びその内容 表示箇所：本体 表示方法：点線の下線又は側線		(Ⅴ) JIS と国際規格との技術的差異の理由及び今後の対策
項目番号	内容		項目番号	内容	項目ごとの評価	技術的差異の内容	
7.10 グリセリン（続き）	b) 分光光度法	ISO 2272	—	分光光度法による測定法を規定。	IDT	—	—
	7.10.2 滴定法	ISO 1066	4～9	JIS とほぼ同じ。	MOD/変更	ISO 規格は N/8 水酸化ナトリウムの規定度、JIS は 0.125 mol/L 水酸化ナトリウム溶液のファクターとして計算式に記載。	単純な編集上の差異なので実質的に差異はない。
	7.10.3 分光光度法	ISO 2272	3～8	JIS とほぼ同じ。	MOD/変更	ISO 規格は水による空試験を記載。JIS は空試験の削除。	水による空試験のため、実質的には、技術的差異はない。
7.11 エチレンジアミン四酢酸（エデト酸）	要旨，試薬，器具，操作及び計算を規定。	ISO 4325	3～8	原理，試薬，器具，試料調製，手順及び結果の表し方を規定。	MOD/変更	ISO 規格は 1 指示薬，JIS は，二つの指示薬を列記。 ISO 規格は緩衝液として酢酸塩緩衝液を用い，JIS は，pH 調製用塩酸（1+1）を兼用。	この規格の次回改正時に見直しを検討する。
8. pH 値	—	—	—	—	MOD/追加	—	この規格の次回改正時に見直しを検討する。
9. 試験報告	試験報告に記載すべき項目を規定。	ISO 8212 以外		JIS と同じ。	IDT	—	—
		ISO 8212	8	JIS とほぼ同じ。	MOD/変更	ISO 規格は，石けん製造工程からの試料採取・調整を記載。JIS は製品における試料調製での試験報告。よって製造工程部分を削除し，一般試験報告と同じ形式に変更した。	—

JIS と国際規格との対応の程度の全体評価：MOD

- 備考1.** 項目ごとの評価欄の記号の意味は、次のとおりである。
- IDT…………… 技術的差異がない。
 - MOD/削除…………… 国際規格の規定項目又は規定内容を削除している。
 - MOD/追加…………… 国際規格にない規定項目又は規定内容を追加している。
 - MOD/変更…………… 国際規格の規定内容を変更している。
- 2. JIS** と国際規格との対応の程度の全体評価欄の記号の意味は、次のとおりである。
- MOD…………… 国際規格を修正している。