

## 防衛省仕様書

D S P  
K 5001F

## 油性デッキペイント

制定 昭和 45. 3. 10

改正 平成 31. 3. 26

(PAINT, OIL)

## 1 総則

## 1.1 適用範囲

この仕様書は、艦船の鋼製甲板の塗装に用いる油性デッキペイント(以下、ペイントという。)について規定する。

注記 ペイントは、顔料及びフェノール樹脂ワニス、フタル酸樹脂ワニスを主な原料とし、これらを十分に練り合わせて液状にしたもので、DSP K 5405で希釈することができる。

## 1.2 種類

種類は、表1による。

表1-種類

種類	色番号	色名	基準値	納入単位(L)	物品番号
外部用	2705	暗い灰色(1)	N4	4	8010-315-8041-5
				18	8010-313-5892-5
内部用	2408	暗い灰青緑	5BG5.5/1	4	8010-315-8042-5
				18	8010-313-5883-5

注記 色番号、色名及び基準値は、NDS Z 8201による。

## 1.3 製品の呼び方

製品の呼び方は、仕様書の名称、種類、色番号、色名及び納入単位による。

例 油性デッキペイント 外部用 2705 暗い灰色(1) 18L

## 1.4 引用文書

この仕様書に引用する次の文書は、この仕様書に規定する範囲内において、この仕様書の一部をなすものであり、入札書又は見積書の提出時における最新版とする。

## a) 規格

- J I S G 3 1 4 1 冷間圧延鋼板及び鋼帯  
J I S G 3 3 0 3 ぶりき及びぶりき原板  
J I S K 2 2 6 5 - 1 引火点の求め方-第1部:タグ密閉法  
J I S K 5 5 7 2 フタル酸樹脂エナメル  
J I S K 5 6 0 0 - 1 - 1 塗料一般試験方法-第1部:通則-第1節:試験一般(条件及び方法)  
J I S K 5 6 0 0 - 1 - 2 塗料一般試験方法-第1部:通則-第2節:サンプリング  
J I S K 5 6 0 0 - 1 - 4 塗料一般試験方法-第1部:通則-第4節:試験用標準試験板  
J I S K 5 6 0 0 - 1 - 5 塗料一般試験方法-第1部:通則-第5節:試験板の塗装(はけ塗り)  
J I S K 5 6 0 0 - 2 - 2 塗料一般試験方法-第2部:塗料の性状・安定性-第2節:粘度  
J I S K 5 6 0 0 - 2 - 4 塗料一般試験方法-第2部:塗料の性状・安定性-第4節:密度(ピクノメータ法)  
J I S K 5 6 0 0 - 2 - 5 塗料一般試験方法-第2部:塗料の性状・安定性-第5節:分散度  
J I S K 5 6 0 0 - 2 - 7 塗料一般試験方法-第2部:塗料の性状・安定性-第7節:貯蔵安定性

J I S	K	5 6 0 0 - 3 - 4	塗料一般試験方法—第3部:塗膜の形成機能—第4節:製品と被塗装面との適合性
J I S	K	5 6 0 0 - 4 - 1	塗料一般試験方法—第4部:塗膜の視覚特性—第1節:隠ぺい力(淡彩色塗料用)
J I S	K	5 6 0 0 - 4 - 7	塗料一般試験方法—第4部:塗膜の視覚特性—第7節:鏡面光沢度
J I S	K	5 6 0 0 - 6 - 1	塗料一般試験方法—第6部:塗膜の化学的性質—第1節:耐液体性(一般的方法)
J I S	K	5 6 0 0 - 7 - 6	塗料一般試験方法—第7部:塗膜の長期耐久性—第6節:屋外暴露耐候性
J I S	K	5 6 0 1 - 1 - 1	塗料成分試験方法—第1部:通則—第1節:試験一般(条件及び方法)
J I S	K	5 6 0 1 - 1 - 2	塗料成分試験方法—第1部:通則—第2節:加熱残分
J I S	K	5 6 0 1 - 2 - 4	塗料成分試験方法—第2部:溶剤可溶物中の成分分析—第4節:アルキド樹脂
J I S	K	5 6 3 3	エッチングプライマー
J I S	K	5 6 5 1	アミノアルキド樹脂塗料
J I S	K	8 0 3 4	アセトン(試薬)
J I S	K	8 1 0 3	ジエチルエーテル(試薬)
J I S	K	8 1 5 0	塩化ナトリウム(試薬)
J I S	K	8 1 8 0	塩酸(試薬)
J I S	K	8 5 3 2	L(+)-酒石酸(試薬)
J I S	K	8 5 7 6	水酸化ナトリウム(試薬)
J I S	K	8 6 2 2	炭酸水素ナトリウム(試薬)
J I S	K	8 6 8 0	トルエン(試薬)
J I S	K	8 9 5 1	硫酸(試薬)
J I S	K	8 9 6 0	硫酸アンモニウム(試薬)
J I S	R	1 3 0 1	化学分析用磁器るつぼ
J I S	Z	1 5 0 6	外装用段ボール箱
J I S	Z	1 5 0 7	段ボール箱の形式
J I S	Z	1 6 0 2	金属板製18リットル缶
J I S	Z	1 6 2 0	鋼製ペール
N D S	Z	0 0 0 1	包装の総則
N D S	Z	8 2 0 1	標準色

## b) 仕様書

D S P	K	5 1 1 1	鉛・クロムフリープライマー
D S P	K	5 4 0 5	フタル酸樹脂系塗料用シンナー

## c) 法令等

装備品等の製造設備等の認定に関する訓令(昭和50年防衛庁訓令第44号)

## 2 製品に関する要求

## 2.1 認定

このペイントには、装備品等の製造設備等の認定に関する訓令が適用される。

## 2.2 品質

品質は、付表1の規定に適合しなければならない。

## 3 品質保証

## 3.1 認定検査・検査

認定検査及び検査の項目及び方法は、付表 1 によるものとし、それぞれの品質の規定に適合しなければならない。(認定検査及び検査の項目は、それぞれ○印をもって示す。)

### 3.2 認定検査・検査の一般条件

認定検査及び検査の一般条件は、JIS K 5600-1-1 及び JIS K 5601-1-1 によるほか、次による。

- a) 試験板に鋼板又はぶりき板を使用しているものは、JIS K 5600-1-4 の 5.1.3 及び 5.2.2 で溶剤洗浄によって調整したものを使用する。ガラス板を使用しているものは、JIS K 5600-1-4 の 5.5.3 で洗剤洗浄によって調整したものを使用する。
- b) 試験板は、付表 1 の試験方法に規定がないときは、JIS G 3141 に規定するSPCC-SBの鋼板(寸法は、約200 mm×100 mm×0.8 mmとする。)とする。
- c) 塗装方法は、付表 1 の試験方法に規定がないときは、JIS K 5600-1-5 のはけ塗りとする。
- d) 乾燥は、付表 1 の試験方法に規定がないときは、JIS K 5600-1-1 の 4.3 の常温乾燥とする。乾燥時間は、特に指定がないときは、24時間とする。
- e) 塗付け量は、付表 1 の試験方法に規定がないときは、100 cm<sup>2</sup>について約0.6 gとする。

### 3.3 試料採取方法

認定検査及び検査のための試料の採取方法は、JIS K 5600-1-2 による。

## 4 出荷条件

### 4.1 個装

個装は、次によるほか商慣習によるものとする。

#### 4.1.1 個装の方法

ペイントは、4.1.2 の容器に入れる。

#### 4.1.2 容器

容器は、次による。

- a) 種類は、4L<sup>1)</sup> 丸缶及び JIS Z 1620 のT形の1種2号M級のペール缶(以下、20L<sup>1)</sup> ペール缶という。)の2種類とする。

注<sup>1)</sup> 呼び容量を示す。

- b) 材料及び寸法は、表 2 による。

表 2 - 材料及び寸法

容器の種類	材 料		寸 法	
	材 質	厚さ	直径	高さ
4L丸缶	JIS G 3303 に規定するSPTE5.6 / 5.6を用いる。	0.26以上	175±10	230±10
20Lペール缶	JIS Z 1620 のT形の1種2号M級の規定による。			

- c) 構造は、次による。

#### 1) 4L丸缶

- 1.1) 胴板の接合は、JIS Z 1602 の参考図 1 に準じてサイドシームを施し、胴板ははんだ付け、接着剤付け又は電気溶接をしたものとする。
- 1.2) 天板及び地板と胴板の接合は、二重巻き締めをしたうえはんだ付けを施すか、又は接着剤を使用したものとする。

## K 5001F

- 1.3) 運搬などに耐える太さの亜鉛めっき針金製のつるを付けるものとし、つるの留め金は、胴体外面に付けるものとする。
- 1.4) 天板には、押し蓋を取り付けて充填口とする。充填口の直径は、ペイントのかくはん又は取り出しに差し支えないようできるだけ大きくする。蓋はダブル蓋とする。
- 2) 20Lペール缶の構造は、J I S Z 1 6 2 0のT形の1種2号M級の規定による。ただし、口金の形状、構造及び寸法は、商慣習による。
- d) 品質は、巻き締め、サイドシーム及び接着部が良好で、ひずみ、きず、しわ、さびその他使用上有害な欠点がなく、ペイント封入後通常の取り扱い及び保管をした場合に漏れがあってはならない。

## 4.2 外装

外装は、次によるほか商慣習によるものとする。

## 4.2.1 外装の方法

外装の方法は、次による。

- a) 容器に4L丸缶を使用した場合は、段ボール箱で外装するものとし、外装する缶の数量及び配列は、表3による。
- 注記 容器に20Lペール缶を使用した場合は、外装は行わない。

表3－外装する缶の数量及び配列

単位 個

容器の種類	数量	配 列		
		長さ方向の個数	幅方向の個数	深さ方向の個数
4L丸缶	4	2	2	1

- b) 段ボール箱に缶を入れた場合に、長さ、幅及び深さのそれぞれの方向に3 mm以上の隙間を生じないものとする。
- c) 段ボール箱の封かんには包装用布粘着テープを用い、外フラップの合わせ目を図1のように密封する。

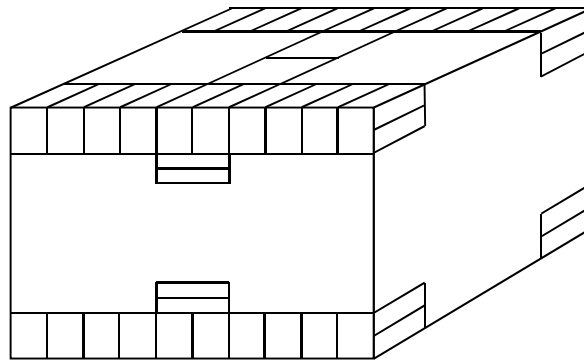


図1－封かん要領

## 4.2.2 外装材料

- a) 段ボール箱は、J I S Z 1 5 0 6の複両面段ボールの3種とする。ただし、段ボール箱の材料及び形式は、次による。
- 1) 接合材は、J I S Z 1 5 0 6の平線を用いる。
- 2) 形式は、J I S Z 1 5 0 7の0 2 0 1とする。
- b) 包装用布粘着テープは、幅50 mmのものを用いる。

## 4.2.3 外装の表示

外装の表示は、N D S Z 0 0 0 1による。ただし、陸上・海上・航空各自衛隊の標識は、“防衛省”と替えて表示する。

## 4.3 容器の表示

容器の表示は、NDS Z 0001によるほか、次による。

- a) 4L丸缶の外面塗装(OD色)の有無, 文字の色及び表示方法については, 商慣習による。
- b) 20Lペール缶の外面を塗装する場合は, JIS K 5572の2種又はJIS K 5651の2種2号に規定するOD色7.5Y3/1を1回塗装する。

#### 4.4 納入単位

納入単位は, 23℃における容量(L)とし, 4.1.2の4L丸缶及び20Lペール缶にそれぞれ4L及び18Lのペイントを封入するものとする。

付表 1 - 品質

項 目	規 定		認定 検査	検 査	試 験 方 法
	外部用	内部用			
容器の中での状態	かき混ぜたとき、堅い塊がなく て一樣になること。		○	○	J I S K 5 6 0 0 - 1 - 1 の 4.1.2 の a) による。
密度 (23 °C) g/cm <sup>3</sup>	製造工場の基準値±0.075		○	○	J I S K 5 6 0 0 - 2 - 4 のピクノメータ法 による。
粘度 KU値	68~83		○	○	J I S K 5 6 0 0 - 2 - 2 の箇条 5 によ る。ただし、試験の温度は23±0.5 °Cとする。
分散度 m	40以下		○	○	J I S K 5 6 0 0 - 2 - 5 による。
引火点 °C	22以上		○	○	J I S K 2 2 6 5 - 1 による。
塗装作業性	塗装作業に支障がないこと。		○	○	J I S K 5 6 0 0 - 1 - 1 の 4.2 の1回塗 りの場合による。ただし、試験板は鋼板(寸法 は、約500 mm×200 mm×1.0 mmとす る。)に乾燥塗膜の厚さが0.025±0.003 m mになるように、はけを用いて塗る。
乾 燥 時 間 h	指触乾燥	2以内	○	○	J I S K 5 6 0 0 - 1 - 1 の 4.3 の常温乾 燥による。ただし、試料は、ガラス板(寸法は、約 165 mm×120 mm×6.0 mmとする。)の 片面に隙間0.075 mmのフィルムアプリケーター を用いて塗り広げる。
	硬化乾燥	8以内	○	○	
塗膜の外観	良好であること。		○	○	J I S K 5 6 0 0 - 1 - 1 の 4.4 による。
鏡面光沢度(60度)	45以下	55以下	○	○	J I S K 5 6 0 0 - 4 - 7 による。ただし、 隙間0.075 mmのフィルムアプリケーターを用 いて1回塗り、室内に72時間置いたものを試験 片とする。
隠ぺい率 %	隠ぺい率試験紙に塗ったとき 塗付け量0.6 g/100 cm <sup>2</sup> で90以上		○	○	J I S K 5 6 0 0 - 4 - 1 の方法Bによる ほか、次のとおりとする。 塗り方は、はけ塗りとし、乾燥は標準状態で48 時間とする。 方法Bで測定した平均の三刺激値 Y <sub>w</sub> と Y <sub>B</sub> から 隠ぺい率 Y <sub>B</sub> /Y <sub>w</sub> ×100を計算する。
屋外暴露耐候性	12か月試験したとき、異常を 認めないこと。		○	—	J I S K 5 6 0 0 - 7 - 6 による。試験片 a) は4枚塗装し、3枚を試験片とし、1枚を見本 品とする。

付表 1 - 品質 (続き)

項 目	規 定		認定 検査	検査	試 験 方 法
	外部用	内部用			
上塗り適合性	上塗りした塗膜に異常を認めないこと。	—	○	—	鋼板(寸法は、約150 mm×70 mm×1.0又は0.8 mmとする。)にJIS K 5633を乾燥塗膜の厚さが0.008±0.003 mmになるように1回吹付け塗りし、室内に4時間置いたのちDSP K 5111鋼材用を乾燥塗膜の厚さが0.025±0.003 mmになるように1回吹付け塗りし、18時間室内に置いた後、さらに試料を乾燥塗膜の厚さが0.025±0.003 mmになるようにはけ塗りし、室内に96時間置く。JIS K 5600-3-4によって判定する。
耐水性	水に24時間浸したとき、異常を認めないこと。	—	○	—	JIS K 5600-6-1によるほか、次による。 4枚の鋼板(寸法は、約150 mm×70 mm×1.0又は0.8 mmとする。)に試料を塗り、96時間室内に放置・乾燥し、試験片とする。 試験片は、3枚を試験片とし、1枚を見本品として3枚の試験片を水に24時間浸す。 観察及び判定は、取り出した試験片の塗膜を直ちに目視で観察し、膨れ、しわ及びさびがないことを確認して室内に2時間放置した後、見本品の塗膜と比べて白化、もどり及び色の変化を調べる。このとき2枚以上の試験片の塗膜について異常がなければ“水に24時間浸せきたとき、異常を認めない”とする。ただし、試験片の周辺の幅約10 mmの部分の塗膜は、観察の対象としない。
	JIS K 5633を下塗りし、水に24時間浸したとき、異常を認めないこと。	—	○	—	上記試験方法による。ただし、試験片の作成は、この付表1の上塗り適合性の項目に規定する方法による。
溶剤不溶物 %	37~42	40~45	○	—	附属書Aによる。ただし、溶剤組成 <sup>b)</sup> は、指定したもとする。
溶剤不溶物中の二酸化チタン(TiO <sub>2</sub> ) %	23以上	30以上	○	—	附属書Bによる。

付表 1 - 品質 (続き)

項 目	規 定		認 定 検 査	検 査	試 験 方 法
	外部用	内部用			
加熱残分 %	66以上		○	—	J I S K 5 6 0 1 - 1 - 2による。
溶剤可溶物中のフェノール類の定性	フェノール類を含むこと。		○	—	附属書Cによる。
フタル酸の定性	フタル酸を含むこと。		○	—	J I S K 5 6 0 1 - 2 - 4による。
貯蔵安定性	12か月貯蔵したとき、異常を認めないこと。		○	—	J I S K 5 6 0 0 - 2 - 7の6による。
色	表 1 の色番号欄に示す色番号で表示される色を標準とし、それと比べて著しい差がないこと。		○	○	試験片の色とNDS Z 8 2 0 1の標準色見本とを拡散日光の下で目視によって比べる。試験片はぶりき板(J I S G 3 3 0 3の表面に曇りのないものを用い、大きさは約200 mm×50 mm×0.3 mmのものとする。)の片面に試料を塗装したものとする。

注<sup>a)</sup> 試験片は、次による。

試験片

塗 料	塗装方法		塗 装 回 数 回	塗 装 間 隔 h	上塗りまでの放 置時間 h	試験までの放 置時間 h
D S P K 5 1 1 1 鋼板用	下塗り	はけ塗り	2	24	24	—
油性デッキペイント	上塗り		2	18	—	96

注<sup>b)</sup> 溶剤の組成は、次による。

溶剤の組成

組 成	配合割合(容量比)
ジエチルエーテル	10
トルエン	6
メチルアルコール	4
アセトン	1



# 附属書A

## (規定)

### 溶剤不溶物

#### A.1 適用範囲

この附属書は、溶剤不溶物の定量について規定する。

#### A.2 要旨

試料に溶剤を加えて溶剤可溶物を溶かし、遠心分離して得た固形物を溶剤不溶物として、これを試料中の百分率として求める。

#### A.3 装置及び器具

装置及び器具は、次による。

- a) 遠心分離機は、3 000～15 000 rpm の性能を持つもの。
- b) 沈殿管は、ガラス製又はステンレス製で底が丸く、容量が50 mL のもの。

#### A.4 操作

操作は、次による。

- a) あらかじめ質量を測った沈殿管に試料10 gを正確に量り取る。
- b) 製品規格<sup>1)</sup>に規定する溶剤を約20 mL加えて、ガラス棒でよく混合する。ガラス棒についた固形物は、溶剤で沈殿管の中に洗い落とし<sup>2)</sup>、液量が沈殿管の約4/5になるまで溶剤を加える。
- c) 沈殿管は溶剤の蒸発を防ぐためにコルク栓で蓋をした後、遠心分離機にかけて3 000～15 000 rpmで20～30分間分離する<sup>3)</sup>。
- d) 沈殿管の中の上澄み液を取り出して保存し、溶剤可溶物の試験に用いる。
- e) 更に溶剤を毎回30 mLずつ用いて、b)～d)によって、混合・沈殿・流出の操作を3回繰り返す。
- f) 沈殿管の底を熱水の中に浸した後、木片に綿布を5, 6枚重ねた上に底を数回軽く打ち当て、この操作を繰り返して沈殿物を内壁から離す。
- g) 沈殿管を温度105±2 °Cの乾燥器中で2時間乾燥し<sup>4)</sup>デシケータ中で放冷した後、その質量を量って沈殿物の質量を求める。この溶剤不溶物を分析の試料として用いる場合には、めのう製乳鉢でよくすりつぶして均一にした後、はかり瓶に移し、温度105±2 °C<sup>4)</sup>の乾燥器中で約30分間乾燥した後、用いる。

注<sup>1)</sup> 試料がエマルジョン系塗料の場合は、水で2回、次に、JIS K 8034に規定するアセトンで2回、更にJIS K 8680に規定するトルエンとアセトンの1:1(容積比)の混合液を用いて2回、混合・沈殿・流出の操作を繰り返し、溶剤可溶物を除去する。

<sup>2)</sup> ガラス棒に固形物が付着する場合には、ガラス棒と沈殿管とは、常に一緒にして質量を量る。

<sup>3)</sup> 通常は、3 000～4 000 rpmで20～30分間遠心分離機にかける。ただし、カーボンブラック、クロム酸塩、有機顔料など分離しにくい顔料を含む場合は、8 000～15 000 rpmで30分間遠心分離機にかける。

<sup>4)</sup> 酸化銅(I)を含む場合は、温度55±2 °Cの乾燥器中で30分間乾燥し、デシケータ中で24時間放置して沈殿物の質量を求める。

A.5 計算

試料中の溶剤不溶物は、次の式によって算出する。

$$A = \frac{m_2}{m_1} \times 100$$

ここに、 $A$  : 溶剤不溶物(%)

$m_2$  : 沈殿物の質量(g)

$m_1$  : 試料の質量(g)

## 附属書B (規定) 溶剤不溶物中の二酸化チタンの定量

### B.1 適用範囲

この附属書は、溶剤不溶物中の二酸化チタンの定量(酸化還元滴定法)について規定する。

### B.2 要旨

金属アルミニウムを加えて二酸化チタンを還元しチオシアン酸カリウム溶液を指示薬として硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)溶液で滴定し、対応する二酸化チタンの量を溶剤不溶物中の百分率として求める。ただし、溶剤不溶物中にリボン、鉄、クロム酸塩などを含む場合、紺青、有機顔料を含む場合、酸化アンチモンを含む場合には、それぞれ除去した後、二酸化チタンを定量する。

#### B.2.1 試薬

試薬は、次による。

- a) 硫酸は、JIS K 8951に規定するもの。
- b) 硫酸アンモニウムは、JIS K 8960に規定するもの。
- c) 塩酸は、JIS K 8180に規定するもの。
- d) 塩酸(1+1)は、JIS K 8180に規定する塩酸を用いて調整する。
- e) 酒石酸は、JIS K 8532に規定するもの。
- f) 金属アルミニウムは、JIS H 4040に規定するアルミニウムで、種類 1070 引抜線A-1070WS直径3 mmのものを、1個が約3 gになるように切り、塩酸(1+5)<sup>1)</sup>で洗って直ちに用いる。

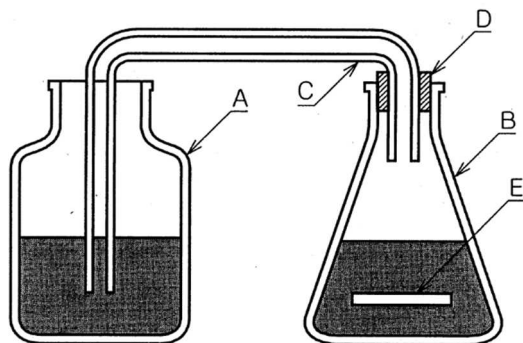
注<sup>1)</sup> JIS K 8180に規定する塩酸を用いて調整する。

- g) 炭酸水素ナトリウム溶液(飽和)は、JIS K 8622に規定する炭酸水素ナトリウムを用いて調整する。
- h) チオシアン酸カリウム溶液(飽和)は、JIS K 5601-1-1の3.3.2 c)に規定するもの。
- i) 0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)溶液は、JIS K 5601-1-1の3.3.1.16に規定するもの。

#### B.2.2 装置及び器具

装置及び器具は、次による。

- a) 還元装置は、一例を図B.1に示す。
- b) 磁器るつぼは、JIS R 1301に規定するPC1のB形30 mLとする。



- A : 広口瓶 500 mL  
[炭酸水素ナトリウム溶液(飽和)]
- B : 三角フラスコ 300 mL
- C : U字管 外径 10 mm
- D : ゴム栓
- E : 金属アルミニウム

図B.1 還元装置の一例

### B.2.3 操作

操作は、次による。

#### B.2.3.1 試料の処理

試料は、**附属書A**で得た溶剤不溶物を用いる。

##### B.2.3.1.1 リトポン・鉄・クロム酸塩・紺青・有機顔料・酸化アンチモンを含まない場合

- 三角フラスコ300 mLに二酸化チタンとして約2 gを含むように、試料を正確に量り取る。
- 硫酸 25 mLと硫酸アンモニウム 10 gを加え、はじめは徐々に加熱し、最後に強熱して二酸化チタンを溶かす。
- 以下、B.2.3.2によって操作して二酸化チタンを定量する。

##### B.2.3.1.2 リトポン・鉄・クロム酸塩を含む場合

- コニカルビーカー200 mLに二酸化チタンとして約2 gを含むように、試料を正確に量り取る。
- 塩酸(1+1)30 mLを加え、時計皿で覆って水浴上で加熱して溶かす。
- 熱水 100 mLを加えて、コニカルビーカーの内容物をろ紙(定量分析用5種C)を用いてろ過する。
- 温水を用いてコニカルビーカーの内容物を温水でろ紙に移し入れ、ろ紙とろ紙上の残留物とを温水で十分洗う。
- ろ紙とろ紙上の残留物とを磁器ろつぼに入れて、温度  $105 \pm 2$  °Cに保った乾燥器の中で約1時間乾燥した後、ガスバーナーで加熱して灰化する。
- ろつぼを冷やして、内容物を三角フラスコ 300 mLに移し、ろつぼの中の残留物は硫酸25 mLを用いて同じ三角フラスコに洗い入れる。
- 硫酸アンモニウム 10gを加え、はじめは徐々に、最後に強熱して溶かす。
- 以下、B.2.3.1によって二酸化チタンを定量する。

##### B.2.3.1.3 紺青・有機顔料を含む場合

- 磁器ろつぼに二酸化チタンとして約2 gを含むように、試料を正確に量り取る。
- ガスバーナーを用いて低温で加熱灰化して有機物を分解する。
- ろつぼを冷やした後、内容物をコニカルビーカー200 mLに移し、ろつぼの中の残留物は塩酸(1+1)30 mLを用いて先のコニカルビーカーに洗い入れ、時計皿で覆って水浴上で加熱して溶かす。
- 以下、B.2.3.1.2 c)~h)によって二酸化チタンを定量する。

##### B.2.3.1.4 酸化アンチモンを含む場合

- コニカルビーカー200 mLに二酸化チタンとして約2 gを含むように、試料を正確に量り取る。
- 塩酸 10 mLと酒石酸2~3 gを加え、時計皿で覆って徐々に加熱して酸化アンチモンを溶かす。
- 熱水 50 mLを加えて、コニカルビーカーの内容物をろ紙(定量分析用5種C)を用いてろ過する。
- 以下、B.2.3.1.2 d)~h)によって二酸化チタンを定量する。

#### B.2.3.2 定量

- B.2.3.1.1~B.2.3.1.4で得た試料の処理溶液を室温まで放冷した後、水 120 mLと塩酸 40 mLを徐々に加え、よく振り混ぜる。
- 金属アルミニウム約3 gを加えて、水素ガスを発生させ、ゴム栓つきU字管を差し込み、U字管の他端は、炭酸水素ナトリウム溶液(飽和)を300 mL入れた広口瓶 500 mLの液中に差し込む。
- 金属アルミニウムが完全に溶けて、溶液が透明な紫になった後、しばらく放冷し温度 50 °C以下になるまで流水で冷やす。  
1)
- ゴム栓付U字管を取り外し、ゴム栓とU字管の先端の内外を少量の水で洗い、三角フラスコに流し入れる。指示薬としてチオシアン酸カリウム溶液(飽和)約3mLを加え、直ちに0.1 mol/L硫酸アンモニウム鉄(III)溶液で滴定し、液のうすい茶色が30秒以上消えないときを終点とする。

注<sup>1)</sup> このとき炭酸水素ナトリウム溶液(飽和)は三角フラスコの中に逆流して二酸化炭素が発生し、逆流は止まる。還流するときは、空気を吸い込まないように注意して行う。

#### B.2.4 計算

溶剤不溶物中の二酸化チタンは、次の式によって算出する。

$$A = \frac{V \times F \times 0.007988}{m}$$

ここに、 $A$  : 溶剤不溶物中の二酸化チタン(%)

$V$  : 滴定に要した 0.01 mol/L 硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)溶液の量(mL)

$F$  : 0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)溶液のファクター

0.007988 : 滴定に要した 0.1 mol/L 硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)溶液 1 mol に相当する二酸化チタンの質量(g)

$m$  : 試料の質量(g)



## 附属書C (規定)

### 溶剤可溶物中のフェノール類の定性

#### C.1 要旨

溶剤可溶物質を加熱濃縮した後、アセトンに溶かし、水酸化ナトリウム溶液中に注ぎ入れて油脂分を分離させ、遊離のフェノール類を除いた後塩化ナトリウムで塩析して樹脂分を水酸化ナトリウムでアルカリ溶解して水に溶かし、硫酸で酸性にした後、ジエチルエーテルで抽出し塩化鉄(Ⅲ)溶液を加え、発色試験によってフェノール類の有無を調べる。

#### C.2 試薬

試薬は、次とする。

- アセトンは、JIS K 8034に規定するもの。
- 水酸化ナトリウム溶液(0.4 W/V %), (4 W/V %)は、JIS K 8576に規定する水酸化ナトリウムを用いて調整する。
- 塩化ナトリウムは、JIS K 8150に規定するもの。
- 硫酸(1+4)は、JIS K 8951に規定する硫酸を用いて調整する。
- 2,6-ジプロモキノクロロイミドは、JIS K 8491に規定するもの。
- 塩化鉄(Ⅲ)溶液(1 W/V %)は、JIS K 8142に規定する塩化鉄(Ⅲ)を用いて調整する。
- 水酸化ナトリウムは、JIS K 8576に規定するもの。
- ジエチルエーテルは、JIS K 8103に規定するもの。

#### C.3 器具

アルカリ融解操作が可能なるつば(ニッケル、白金、ジルコニウム製、等)。

#### C.4 操作

操作は、次による。

##### C.4.1 溶剤可溶物の分離

ワニスでは15 gを、エナメルでは溶剤不溶物の分離のときの第1回目の上澄み液の全量を、それぞれ試料として蒸発皿に取る。蒸発皿を水浴上で流動性がなくなるまで加熱して揮発物の大部分を蒸発させて濃縮物を作る。

##### C.4.2 遊離フェノール類の除去

- A.4.1の操作を終わった後、蒸発皿上の試料が固化する前にアセトン25 mLを加えて溶かす。
- ビーカー500 mLに水酸化ナトリウム溶液(0.4 W/V %)200 mLを入れて激しくかき混ぜながら、この中にアセトン溶液を徐々に入れる。
- 生成した懸濁液を水浴上で加熱し、液の上層に油脂分を分離させて取り除き、残った水溶液をかき混ぜながら樹脂が析出するまで、塩化ナトリウムを加えて静置して樹脂分を集め、液を流しだす。
- この液の一部を取り、2,6-ジプロモキノクロロイミド1 mgを加えて十分に懸濁させた後、水酸化ナトリウム溶液(4 W/V %)を加えて弱アルカリ性にしてフェノール類の発色反応を調べる。フェノールが存在するときは、青～青紫色となる。
- フェノール類の発色反応を認めたときは、ビーカーに残った樹脂をアセトンに溶かし、b)～d)の操作を繰り返す。
- フェノール類の発色反応が認められなくなったとき、樹脂をろ紙(定性分析用1種)に挟んで水分を除く。

#### C.4.3 定性

- a) るつぼに水酸化ナトリウム5 gを取り加熱融解し、過熱を止めてから4.2によって遊離フェノール類を除いた樹脂を加え、その上に水酸化ナトリウム5 gを載せてよくかき混ぜ、内容物が固化する前に再び弱火で加熱して水酸化ナトリウムの固形物が完全になくなり内部が均一状態となるまで十分にかき混ぜる。
- b) るつぼを放冷した後、ビーカー200 mLに入れ、水100 mLを加えて溶かす。ろ紙(定性分析用 1 種)でろ過し、るつぼ、ビーカー、ろ紙及び紙上の残留物を水で洗い、洗液とろ液とを合わせて約200 mLにする。
- c) この液を分液漏斗500 mLに入れ、硫酸(1+4)を用いてpH値約4とし、ジエチルエーテル50 mLを加えてよく振り動かした後静置する。
- d) 水層を除き、ジエチルエーテル層を毎回約50 mLの水で洗浄する。
- e) 洗液が中性になったときに水層を除き、更に水50 mLを加えてよく振り動かした後、塩化鉄(Ⅲ)溶液(1 W/V %)を5滴加え、分液漏斗を静かに振り回しながら塩化鉄(Ⅲ)溶液を混合する。
- f) 水層の一部をビーカー50 mLに取り分け、「同量の水に塩化鉄(Ⅲ)溶液を5滴加え、よく混合した液」と比較し水層の色が赤色～桃色に着色していることが認められたとき、“フェノール類が存在する”とする。