

防衛省仕様書改正票

ジンクロメートプライマー

(PRIMER COATING)

D S P

K 5102F(2)

制定 昭和 45. 3. 10

改正 平成 29. 12. 22

この改正票は、DSP K 5102F(ジンクロメートプライマー)についてのものであり、DSP K 5102F(1)を含め累積記載されている。この改正票はDSP K 5102Fと併用される。

表 1 を次のように改める。

表 1 - 種類

種類	納入単位(kg)	物品番号
鋼材用	4	8010-315-8051-5
	16	8010-322-4041-5
軽合金用	4	8010-322-4040-5
	16	8010-322-4039-5

1.3 中 “18 L”を“16 kg”に改める。

1.4 a) 中 “J I S Z 1 6 2 0 鋼製ペール”を削除し、“J I S Z 1 5 1 6 外装用段ボール箱”及び“J I S Z 1 6 0 7 金属板製 ふた・口金”を追加する。

1.4 c) 中 “危険物の規制に関する規則(昭和34年総理府令第55号)”及び“危険物船舶運送及び貯蔵規則(昭和32年運輸省令第30号)”を追加する。

4.1.2 を次のように改める。

4.1.2 容器

容器は、次による。ただし、4 kg用丸缶に代えて金属板製4リットル缶(ふたはJ I S Z 1 6 0 7のB形でポリエチレン製の中ふたを使用し、べろ付きで運搬などに耐える手環を付けたもの)を使用する場合は、調達要領指定書による。

a) 種類は、4 kg用丸缶及び16 kg用角缶とする。

b) 材料及び寸法は、表 2 による。

表 2 - 材料及び寸法

単位 mm

容器の種類	材 料		寸 法	
	材 質	厚 さ	直 径	高 さ
4 kg用丸缶	J I S G 3 3 0 3 に規定するSPTE5. 6 / 5. 6を用いる。	0. 26以上	175±10	230±10
16 kg用角缶	J I S Z 1 6 0 2 に規定する金属板製18リットル缶又は同等品 <sup>a)</sup>			

注<sup>a)</sup> 形状、寸法、材質等が同等な容器であって、危険物の規制に関する規則第41条～第43条又は危険物船舶運送及び貯蔵規則第8条に定める基準に適合するもの

c) 構造は、次による。

1) 4 kg用丸缶の構造は、次による。

- 1.1) 胴板の接合は、J I S Z 1 6 0 2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上、はんだ付けを施すか、又は接着剤を使用したものとする。
- 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、押しぶたを取り付けて充てん口とする。充てん口の直径は、プライマー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。ふたはダブルぶたとする。

2) 16 kg用角缶の構造は、J I S Z 1 6 0 2による。ただし、ふたはJ I S Z 1 6 0 7のB形でポリエチレン製の中ぶたを使用し、べろ付きで運搬などに耐える手環を付けたものとする。

4.2.1 を次のように改める。

#### 4.2.1 外装の方式

外装の方式は、次による。

a) 容器は、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。

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
4 kg用丸缶	4	2	2	1
16 kg用角缶	1	1	1	1

b) 4 kg用丸缶の外装は、段ボール箱に入れた場合に、長さ、幅及び深さのそれぞれの方向に3 mm以上のすきまを生じないように行うものとする。

c) 4 kg用丸缶の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。

d) 16 kg用角缶の外装は、手環取り出し用の穴から手環が使用できるように行うものとし、容器側面の表示を外装で覆うことがないようにする。

4.2.2 を次のように改める。

#### 4.2.2 外装材料

外装材料は、次による。

a) 4 kg用丸缶の段ボール箱は、J I S Z 1 5 0 6に規定する複両面段ボールの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、平線を用いる。
- 2) 形式は、J I S Z 1 5 0 7の0201とする。

b) 4 kg用丸缶の段ボール箱の封かんを用いる包装用布粘着テープは、幅50 mmのものとする。

c) 16 kg用角缶用の段ボール箱は、J I S Z 1 5 0 6に規定する外装用段ボール箱とし、図 2 を標準とする。ただし、段ボール箱の材料及び形式は、次による。

- 1) 材料は、J I S Z 1 5 1 6の両面段ボール又は複両面段ボールとし、段の種類はA段又はB段とする。
- 2) 形式は、J I S Z 1 5 0 7の0502とする。

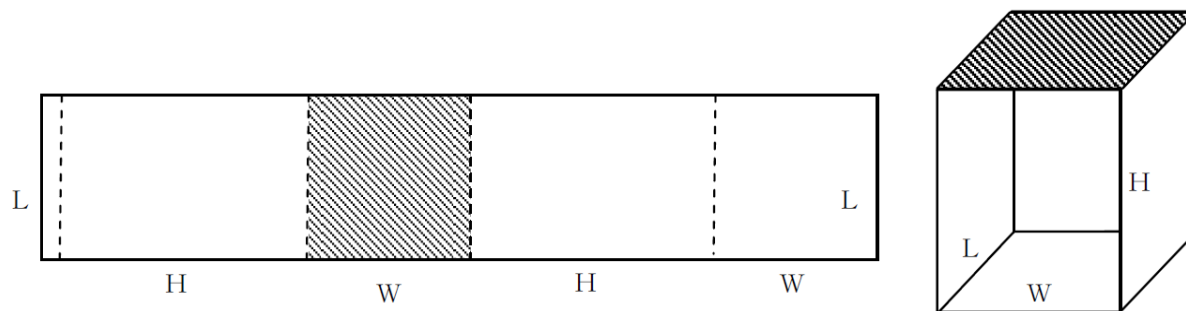


図 2 - 外装用段ボール箱

4.3 を次のように改める。

#### 4.3 容器の表示

容器の表示は、N D S Z 0 0 0 1によるほか、商慣習による。

4.4 を次のように改める。

#### 4.4 納入単位

納入単位は、4.1.2の4 kg用丸缶及び16 kg用角缶にそれぞれ4 kg及び16 kgのプライマーを封入するものとする。

#### 附属書C 中

C.3 b) を次のように改める。

b) 沈殿物は、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

C.4 g) を次のように改める。

g) 沈殿管を温度 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ の乾燥器中で2時間乾燥しデシケーターで放冷した後、その質量を量って沈殿物の質量を求める。この溶解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 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ の乾燥器中で約30分間乾燥した後、用いる。

#### 附属書D 中

D.3 a) を次のように改める。

a) エタノール(99.5)は、J I S K 8 1 0 1に規定するもの。

#### 附属書E 中

E.2 を次のように改める。

#### E.2 要旨

溶剤不溶物に塩化アンモニウム溶液を加えて酸化亜鉛を溶かし、キシレノールオレンジ溶液を指示薬としてエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム溶液で亜鉛をキレート滴定し、対応する酸化亜鉛の量を溶剤不溶物中の百分率として求める。ジクロロメートを含むときは、ジクロロメートを滴定して亜鉛分を差し引く。

4.  
K 5102F(2)

E.4 b) を次のように改める。

b) 少量のエタノール(99.5)で潤した後、塩化アンモニウム溶液(10% $\nu$ %)100 mLを加え、時計皿で覆って振り動かしながら約5分間煮沸して溶かす。

附属書 F 中

“E.1 適用範囲”を“F.1 適用範囲”に改める。

“E.2 要旨”を“F.2 要旨”に改める。

“E.2.2 試薬”を“F.3 試薬”に改める。

“E.2.3 操作”を“F.4 操作”に改める。

“E.2.4 計算”を“F.5 計算”に改める。

F.4 m)を次のように改める。

m) pH 試験紙でpH 値が1.7~2.8 になっていることを確認した後、N-パラメキシフェニル-パラフェニレンジアミン塩酸塩希釈粉末を約0.1 g 加え、0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム溶液で直ちに滴定する。このとき、終点の近くではゆっくりと滴定し、液の色が紫から無色又はうすい黄色になったときを終点とする。

附属書 G 中

“G.2.2 試薬”を“G.3 試薬”に改める。

“G.2.3 装置及び器具”を“G.4 装置及び器具”に改める。

“G.2.4 操作”を“G.5 操作”に改める。

“G.2.4.1 試料の処理”を“G.5.1 試料の処理”に改める。

“G.2.4.1.1 リトボン・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”を“G.5.2 リトボン・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”に改める。

“G.2.4.1.2 リトボン・鉄・クロム酸塩を含む場合”を“G.5.3 リトボン・鉄・クロム酸塩を含む場合”に改める。

“G.2.4.1.3 紺青・有機顔料を含む場合”を“G.5.4 紺青・有機顔料を含む場合”に改める。

“G.2.4.1.4 酸化アンチモンを含む場合”を“G.5.5 酸化アンチモンを含む場合”に改める。

“G.2.4.2 定量”を“G.5.6 定量”に改める。

“G.2.5 計算”を“G.6 計算”に改める。

## ジंकクロメートプライマー

(PRIMER COATING)

## 1 総則

## 1.1 適用範囲

この仕様書は、鋼材及び軽合金材のさび止めに用いるジंकクロメートプライマー（以下、プライマーという。）について規定する。

注記 プライマーは、ジंकクロメート、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、D S P K 5 4 0 5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	納入単位(L)	物品番号
鋼材用	4	8010-315-8051-5
	18	8010-322-4041-5
軽合金用	4	8010-322-4040-5
	18	8010-322-4039-5

## 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 ジंकクロメートプライマー 鋼材用 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 K 2 2 0 1 工業ガソリン  
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 H 4 0 0 0 アルミニウム及びアルミニウム合金の板及び条  
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 2 4 3 5 - 3 ベンゼン・トルエン・キシレン - 第3部: キシレン  
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

- J I S K 5600 - 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 5600 - 5 - 1 塗料一般試験方法 - 第5部:塗膜の機械的性質 - 第1節:耐屈曲性(円筒形マンドレル法)
- J I S K 5600 - 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 5600 - 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 5601 - 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 5601 - 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 5601 - 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 5651 アミノアルキド樹脂塗料
- J I S K 8101 エタノール(99.5)(試薬)
- J I S Z 1506 外装用段ボール箱
- J I S Z 1507 段ボール箱の形式
- J I S Z 1602 金属板製18リットル缶
- J I S Z 1620 鋼製ペール
- N D S Z 0001 包装の総則

## b) 仕様書

- D S P K 5201 外部用フタル酸樹脂エナメル(つや有)
- D S P K 5405 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

このプライマーには、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、J I S K 5600 - 1 - 1及びJ I S K 5601 - 1 - 1によるほか、次による。

- a) 試験板は、J I S K 5600 - 1 - 4の3.3で溶剤洗浄により調製したものを使用する。ただし、アルミニウム合金板を使用しているものは、J I S K 8101とJ I S K 2435 - 3のキシレンの等容量混合液で十分に洗って乾か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、J I S G 3141に規定するSPCC - SBの鋼板(寸法は、約200mm×100mm×0.8mm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、J I S K 5600 - 1 - 5により、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、J I S K 5600 - 1 - 1の4.3により、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、100cm<sup>2</sup>について約0.6g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

プライマーは、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SPT E5.6 / 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。
- 1.3) 運搬などに耐える太さの垂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、押しぶたを取り付けて充てん口とする。充てん口の直径は、プライマー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。ふたはダブルぶたとする。

- 2) 20Lペール缶の構造は、JIS Z 1620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3mm以上のすきま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。

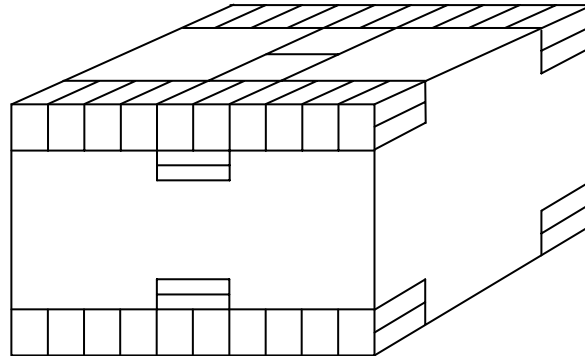


図1 - 封かん要領

#### 4.2.2 外装材料

- a) 段ボール箱は、J I S Z 1506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 1506の平線を用いる。
  - 2) 形式は、J I S Z 1507の0201とする。
- b) 包装用布粘着テープは、幅50mm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 0001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、N D S Z 0001によるほか、次による。

- a) 4L丸缶の外装塗装(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ペール缶の外装を塗装する場合は、J I S K 5572の2種又はJ I S 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のプライマー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
	鋼材用	軽合金用			
容器の中での状態	かき混ぜたとき、堅い塊がなく 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。
粘度 KU値	68 ~ 83				J I S K 5 6 0 0 - 2 - 2 の 5 . による。 ただし、試験の温度は $23 \pm 0.5$ とする。
密度 (23 ) g / ml	製造工場の基準値 $\pm 0.07$				J I S K 5 6 0 0 - 2 - 4 の比重瓶法 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。
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。
	硬化乾燥	15以内 8以内			
上塗り適合性	上塗りした塗膜に異常を認め ないこと。				鋼材用は、附属書 A による。
					軽合金用は、附属書 B による。
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。
耐屈曲性	直径6mmのマンドレルの折り 曲げに耐えること。				J I S K 5 6 0 0 - 5 - 1 による。ただ し、試験板は鋼板(寸法は、約150mm×50m m×0.3mmとする。)とし、試験片を24時間放 置した後、105 ~ 115 で5時間加熱し、室内 に1時間放置した後行う。
耐水性	水に18時間浸したとき、異常 を認めないこと。				J I S K 5 6 0 0 - 6 - 1 によるほか、 次による。 鋼材用は、4枚の鋼板(寸法は、約150mm× 70mm×1.0又は0.8mmとする。)に、軽合金 用は、J I S H 4 0 0 0 の A 2 0 2 4 P 又 は、これと同等の化学成分比を有する4枚のアル ミニウム合金板(寸法は、約150mm×70 mm×1.0mmとする。)に試料を塗り、72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18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18時間浸せきして も異常を認めない”とする。ただし、試験片の周 辺の幅約10mmの部分の塗膜は、観察の対象 としない。

付表 1 - 品質 ( 続き )

項 目	規 定		認 定 検 査	検 査	試 験 方 法
	鋼材用	軽合金用			
屋外暴露耐候性	12か月の試験で表面にさびがなく、塗膜をはがしたとき、さびの程度が標準試料に比べて大きくないこと。				J I S K 5 6 0 0 - 7 - 6 による。ただし、上塗りに用いる塗料は、D S P K 5 2 0 1 の明るい灰色(1)(N7.5)とする。試験片は4枚の鋼板(寸法は、約300mm×150mm×1.0又は0.8mmとする。)のそれぞれの片面に吹付け塗りした後、室内に96時間放置乾燥する。3枚を試験片とし、1枚を見本品とする。
貯蔵安定性	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 - 2 - 7 の 6 . による。
耐ミネラルスピリット性	ミネラルスピリット(J I S K 2 2 0 1 の4号)に18時間浸したとき、異常を認めないこと。				J I S K 5 6 0 0 - 6 - 1 によるほか、次による。 鋼材用は、4枚の鋼板(寸法は、約150mm×70mm×1.0又は0.8mmとする。)に、軽合金用は、4枚のぶき板(寸法は、約150mm×50mm×0.3mm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枚を見本品とする。次に3枚の試験片をミネラルスピリットに18時間浸す。 観察及び判定は、取り出した試験片をミネラルスピリットから取り出して、ミネラルスピリットに着色及び濁りを認めず、試験片の塗膜に膨れ、割れ及びはがれを認めず、見本品の塗膜と比べて粘着性の増加及び色とつやの変化の程度が著しくないときは、“ミネラルスピリットに18時間浸しても異常を認めない”とする。ただし、試験片の周辺の幅約10mmの部分の塗膜は、観察の対象としない。
加熱残分 %	64以上				J I S K 5 6 0 1 - 1 - 2 による。
溶剤不溶物 %	40以上	45以上			附属書Cによる。ただし、溶剤組成 <sup>a)</sup> は、指定したものとする。
溶剤可溶物中の無水フタル酸の定量%	27以上	20以上			J I S K 5 6 0 1 - 2 - 4 による。

付表1 - 品質 (続き)

項 目	規 定		認定 検査	検査	試 験 方 法						
	鋼材用	軽合金用									
溶 剤 不 溶 物 中 の 組 成	ジクロクロメート( $\text{CrO}_3 \times 2.4$ )%	10以上	48以上			附属書Dによる。ただし、得られた $\text{CrO}_3$ (%)の値に2.4を乗じて得たジクロクロメート(%)とする。					
	酸化亜鉛( $\text{ZnO}$ )%	10以上	14以上			附属書Eによる。					
	酸化鉄( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) %	50以上				附属書Fによる。					
	二酸化チタン( $\text{TiO}_2$ ) %		12以上			附属書Gによる。					
引火点	22以上				J I S K 2 2 6 5 - 1による。						
注 <sup>a)</sup> 溶剤の組成は、次による。											
溶剤の組成											
<table border="1"> <thead> <tr> <th>組 成</th> <th>配合割合(容量比)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>トルエン</td> <td>1</td> </tr> <tr> <td>アセトン</td> <td>1</td> </tr> </tbody> </table>						組 成	配合割合(容量比)	トルエン	1	アセトン	1
組 成	配合割合(容量比)										
トルエン	1										
アセトン	1										



# 附属書A (規定) 上塗り適合性(鋼材用)

## A.1 適用範囲

この附属書は、ジnkクロメートプライマー鋼材用の上塗り適合性についての試験方法について規定する。

## A.2 試験要領

- a) 試験片は、試料を6枚の鋼板(寸法は、約150mm×70mm×1.0又は0.8mmとする。)のそれぞれの片面に1回吹き付け塗した後、3枚は、室内に18時間放置して乾燥し、他の3枚は、 $130 \pm 3$  に保ったJ I S K 5600-1-1の3.2に規定する恒温器の中に45分間置いてから室内に1時間放置する。  
同時にD S P K 5201の色番号1801(白, 9.5)の塗料を別の鋼板の片面に1回吹き付け塗した後、室内に24時間置いたものを見本品とする。
- b) 操作は、自然乾燥及び加熱乾燥したそれぞれの3枚の試験片にa)で用いたD S P K 5201の色番号1801(白, 9.5)の塗料を1回吹き付け塗した後、室内に24時間放置し乾燥する。
- c) 観察及び判定は、試験片と見本品との塗膜を目視で観察し、試験片の上塗り塗膜に試料による色のにじみ、むら、しわ、穴、割れ及びはがれの状態を確認し、見本品と比較する。  
なお、その差が著しくないときは、“上塗りした塗膜に異常を認めない”とする。



## 附属書B (規定) 上塗り適合性(軽合金用)

### B.1 適用範囲

この附属書は、ジnkクロメートプライマー軽合金用の上塗り適合性についての試験方法について規定する。

### B.2 試験要領

- a) 試験片は、試料を J I S H 4 0 0 0 の A 2 0 2 4 P 又は、これと同等の化学成分比を有する3枚のアルミニウム合金板(寸法は、約150mm×70mm×1.0mmとする。)のそれぞれの片面に1回はけ塗りした後、室内に18時間放置して乾燥する。

同時に D S P K 5 2 0 1 の色番号1801(白, 9.5)の塗料を別のアルミニウム合金板の片面に1回吹き付け塗りした室内に24時間置いたものを見本品とする。

- b) 操作は、3枚の試験片にa)で用いたD S P K 5 2 0 1の色番号1801(白, 9.5)の塗料を1回吹き付け塗りした後、室内に24時間放置し乾燥する。

- c) 観察及び判定は、試験片と見本品との塗膜を目視で観察し、試験片の上塗り塗膜に試料による色のにじみ、むら、しわ、穴、割れ及びはがれの状態を確認し、見本品と比較する。

なお、その差が著しくないときは、“上塗りした塗膜に異常を認めない”とする。





## 附属書C (規定) 溶剤不溶物

### C.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。

### C.2 要旨

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

### C.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、3,000～15,000rpm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そこが丸く、要領が50mLのもの。

### C.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10g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20mL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ふたをした後、遠心分離機にかけて3,000～15,000rpmで20分～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30mL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 $105 \pm 2$  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。この溶解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 $105 \pm 2$  <sup>4)</sup>の乾燥器中で焼く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、J I S K 8034に規定するアセトンで2回、更にJ I S 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、3,000～4,000rpm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、有機顔料など分離にくい顔料を含む場合は、8,000～15,000rpmで30分間遠心分離機にかける。

<sup>4)</sup> 酸化銅( )を含む場合は、温度 $55 \pm 2$  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。

## C.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D (規定) 溶剤不溶物中の無水クロム酸の定量

### D.1 適用範囲

この附属書は、溶剤不溶物の無水フタル酸の定量、酸化還元滴定法について規定する。

### D.2 要旨

溶解不溶物に硫酸を加えてクロム酸塩顔料を溶かし、硝酸銀( )溶液と過硫酸アンモニウム溶液を加え、酸化精製したクロム酸イオンを硫酸二アンモニウム鉄( )溶液で還元した後、過剰分を過マンガン酸カリウム溶液で滴定し、対応する無水クロム酸の量を溶解不溶物中の百分率として求める。

### D.3 試薬

試薬は、次による。

- エタノール(99.5)は、J I S K 8101に規定するもの。
- 硫酸(1+5)は、J I S K 8951に規定する硫酸を用いて調整する。
- 0.02mol/L過マンガン酸カリウム溶液は、J I S K 5601-1-1の3.3.1.5に規定するもの。
- 硝酸銀( )溶液(2.5<sup>W</sup>/<sub>V</sub>%)は、J I S K 8550に規定する硝酸銀( )1gを、水に溶かして40mLとする。
- 過硫酸アンモニウム溶液(20<sup>W</sup>/<sub>V</sub>%)は、J I S K 8252過硫酸アンモニウム4gを、水に溶かして20mLとする。この溶液は使用の都度調整する。
- 0.1mol/L硫酸アンモニウム鉄( )溶液は、J I S K 5601-1-1の3.3.1.17に規定するもの。
- 塩酸(1+5)は、J I S K 8180に規定する塩酸を用いて調整する。

### D.4 操作

操作は、次による。

- 試料は、附属書Cで得た溶剤不溶物を用いる。コニカルピーカー500mLに無水クロム酸として約0.05gを含むように試料を正確に量り取る。
- 少量のエタノール(99.5)で潤した後、硫酸(1+5)50mLを加え、時計皿で覆い、約30分間水浴上で加熱して溶かす。
- 少量の水を用いて時計皿、コニカルピーカーの内壁を洗う。不溶物があるときは、コニカルピーカー500mLにろ紙(定量分析用5種B)を用いてろ過し、コニカルピーカー、ろ紙及びろ紙上の残留物を水で十分洗う。
- 水を加えて250mLとした後、内容物を温度75~80℃に保ちながら0.02mol/L過マンガン酸カリウム溶液2mLを加え、その温度で硝酸銀( )溶液(2.5<sup>W</sup>/<sub>V</sub>%)10mLと過硫酸アンモニウム溶液(20<sup>W</sup>/<sub>V</sub>%)20mLとを加える。
- 過マンガン酸イオンの色が現れないときは更に過硫酸アンモニウム溶液(20<sup>W</sup>/<sub>V</sub>%)を追加する。
- 沸騰石を入れて、時計皿で覆い、10~15分間煮沸して過剰の過硫酸アンモニウムを分解する。
- 煮沸中に過マンガン酸イオンの色が消えたときには、更に過硫酸アンモニウム溶液(20<sup>W</sup>/<sub>V</sub>%)を追加して煮沸を繰り返す。
- 塩酸(1+5)5mLを加えて5から10分間煮沸し、過マンガン酸を分解する。このときの溶液の色は黄色になる。
- 溶液は、コニカルピーカー500mLにろ紙(定量分析用5種B)を用いてろ過し、時計皿、コニカルピーカー、ろ紙及びろ紙上の残留物を水で洗い、更に水を加えて300mLとする。
- 内容物を室温まで放冷した後、0.1mol/L硫酸二アンモニウム鉄( )溶液を正確に30mL加える。溶液の色は黄色からうす

い青に変わる。色が変わらないときは更に 0.1mol/L 硫酸二アンモニウム鉄( )溶液を正確に 10mL 加える。

k) 過剰の 0.1mol/L 硫酸二アンモニウム鉄( )溶液を 0.02mol/L 過マンガン酸カリウム溶液で滴定し、うすい紅色が約 30 秒間持続するときを終点とする。

l) 別に b) 以下と同様に空試験を行う。

#### D.5 計算

溶剤不溶物中の無水フタル酸は、次の式によって算出する。

$$A_2 = \frac{(V_2 - V_3) \times F_2}{m_2} \times 0.003334 \times 100$$

ここに、

$A_2$ : 溶剤不溶物中の無水クロム酸 (%)

$V_2$ : 空試験に要した 0.02mol/L マンガン酸カリウム溶液の量 (mol)

$V_3$ : 滴定に要した 0.02mol/L マンガン酸カリウム溶液の量 (mol)

$F_2$ : 0.02mol/L マンガン酸カリウム溶液の量 (mol) のファクタ

0.003334: 0.02mol/L マンガン酸カリウム溶液 1 mL に相当する無水クロム酸の質量 (g)

$m_2$ : 試料の質量 (g)

## 附属書 E (規定) 溶剤不溶物中の酸化亜鉛の定量

### E.1 適用範囲

この附属書は、溶剤不溶物中の酸化亜鉛の定量について規定する。

### E.2 要旨

溶剤不溶物に塩化アンモニウム溶液を加えて酸化亜鉛を溶かし、キシレノールオレンジ溶液を指示薬としてエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム溶液で亜鉛をキレート滴定し、対応する酸化亜鉛の量を溶剤不溶物中の百分率として求める。ジンクロメートを含むときは、ジンクロメートを敵定して亜鉛分を差し引く。

### E.3 試薬

試薬は次による。

- a) エタノール(99.5)は、J I S K 8 1 0 1 に規定するもの。
- b) 塩化アンモニウム溶液(10<sup>W</sup>/V%)は、J I S K 8 1 1 6 に規定する塩化アンモニウムを用いて調整する。
- c) 酢酸 - 酢酸ナトリウム緩衝液(pH値5)は、J I S K 5 6 0 1 - 1 - 1 の3.3.3 に規定するもの。
- d) キシレノールオレンジ溶液(0.1<sup>W</sup>/V%)は、J I S K 5 6 0 1 - 1 - 1 の3.3.2 b) に規定するもの。
- e) 0.01mol エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム溶液は、J I S K 5 6 0 1 - 1 - 1 の3.3.1.3 に規定するもの。

### E.4 操作

操作は次による。

- a) 試料は、附属書 C で得た溶剤不溶物を用いる。コニカルビーカー300mLに酸化亜鉛として約 0.2gを含むように試料を正確に量り取る。
- b) 少量のエタノール(99.5)で潤した後、塩化アンモニウム溶液(10<sup>W</sup>/V%)100mLを加え、時計皿で覆って振り動かしながら 5 分間煮沸して溶かす。
- c) 内容物をコニカルビーカー500mLにろ紙(定量分析用5種C)を用いてろ過し、時計皿、コニカルビーカー、ろ紙及びろ紙上の残留物を温水で十分に洗い、放冷した後、ろ液と洗浄液を全量フラスコ250mLに移し入れ、水を標線まで加える。
- d) 全量フラスコの中から正確に 25mLをコニカルビーカー300mLに分取し、水 70mLと酢酸 - 酢酸ナトリウム緩衝液(pH値5)5mLとを加える。
- e) 指示薬としてキシレノールオレンジ溶液(0.1<sup>W</sup>/V%)0.3mLを加え、0.01mol/Lエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム溶液で滴定し、液の色が赤紫からだいたい色を経て黄色に変わったときを終点とする。

### E.5 計算

#### E.5.1 試料にジンクロメートを含まない場合

$$A = \frac{V \times F \times 0.000\ 813\ 9}{m \times 25/250} \times 100$$

ここに、A : 溶剤不溶物中の酸化亜鉛 (%)

V : 滴定に要した 0.01mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム溶液の量 (mL)

F : 0.01mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム溶液のファクター

0.000 813 9 : 0.01mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム溶液1mL に相当する酸化亜鉛の質量 (g)

E.5.2 試料にジクロロメートが含まれる場合には、附属書Dによって定量試験を行い、無水クロム酸を求め次の式によってジクロロメートに含まれる亜鉛を酸化亜鉛(B%)として算出し、これをAから差し引く。

a) ジクロロメート(一種)を含む場合

$$B = D \times 2.3 \times 0.38$$

ここに、 $B$  : ジクロロメート(一種)に含まれる亜鉛(酸化亜鉛%として)

$D$  : 無水クロム酸(%)

2.3 : 無水クロム酸からジクロロメート(一種)への換算係数

0.38 : ジクロロメート(一種)に含まれる亜鉛(酸化亜鉛%として)の比率

b) ジクロロメート(二種)を含む場合

$$B = D \times 5.9 \times 0.71$$

ここに、 $B$  : ジクロロメート(二種)に含まれる亜鉛(酸化亜鉛%として)

$D$  : 無水クロム酸(%)

5.9 : 無水クロム酸からジクロロメート(二種)への換算係数

0.71 : ジクロロメート(二種)に含まれる亜鉛(酸化亜鉛%として)の比率

## 附属書F (規定) 溶剤不溶物中の酸化鉄の定量

### E.1 適用範囲

この附属書は、溶剤不溶物中の酸化鉄の定量(キレート滴定法)について規定する。

### E.2 要旨

溶剤不溶物に塩酸を加えて酸化鉄( )を溶かし、水酸化ナトリウム溶液を加えて水酸化鉄( )として沈殿させて分離する。この水酸化鉄( )を塩酸で溶かし、N - パラメトキシフェニル - パラフェニレンジアミン塩基を指示薬としてエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム溶液で鉄を滴定し、対応する酸化鉄( )の量を溶剤不溶物中の百分率として求める。

#### E.2.2 試薬

- エタノール(99.5)は、J I S K 8101に規定するもの。
- 塩酸は、J I S K 8180に規定するもの。
- 塩酸(1+1)、(1+50)は、J I S K 8180に規定する塩酸を用いて調整する。
- 水酸化ナトリウム溶液(30<sup>W</sup>/<sub>V</sub>%)は、J I S K 8576に規定する水酸化ナトリウムを用いて調整する。
- 水酸化ナトリウムは、J I S K 8231に規定するもの。
- アンモニア水(1+1)は、J I S K 8085に規定するアンモニア水を用いて調整する。
- 酢酸ナトリウム(20<sup>W</sup>/<sub>V</sub>%)は、J I S K 8372に規定する酢酸ナトリウム(無水)を用いて調整する。
- N - パラメトキシフェニル - パラフェニレンジアミン塩酸塩希釈粉末は、J I S K 5601 - 1 - 1の3.3.2.fに規定するもの。
- 0.01mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム溶液は、J I S K 5601 - 1 - 1の3.3.1.3に規定するもの。

#### E.2.3 操作

操作は、次による。

- 操作は、附属書Cで得た溶剤不溶物を用いる。コニカルビーカー200mLに酸化鉄( )として約 0.2gを含むように試料を正確に量り取る。
- 少量のエタノール(99.5)で潤わせた後、塩酸 25gを加え、時計皿で覆って、暗色の粒子がなくなるまで水浴上で加熱して溶かす。
- 水 50mLを加える。不溶物があるときは、コニカルビーカー500mLにろ紙(定量分析用5種C)を用いてろ過し、時計皿、コニカルビーカー、ろ紙及びろ紙上の残留物を水で十分に洗う。
- 水酸化ナトリウム溶液(30<sup>W</sup>/<sub>V</sub>%)を加えて中和し更に過酸化ナトリウム2gを加え、静かに数分煮沸して沈殿を生成させた後、しばらく静置する。
- 生成した沈殿は、ろ紙(定量分析用5種A)を用いてろ過し、ろ紙と沈殿とを温水で十分に洗う。
- 沈殿に塩酸(1+1)40mLを徐々に注いで、元のコニカルビーカー500mLに溶かしながら入れる。ろ紙は温塩酸(1+50)で十分洗う。
- ろ液と洗液とを合わせて、水酸化ナトリウム溶液(30<sup>W</sup>/<sub>V</sub>%)を加えて再び沈殿を生成させ、数分間煮沸する。
- 沈殿はろ紙(定量分析用5種A)を用いてろ過し、ろ紙と沈殿とを温水で十分に洗う。
- 沈殿に塩酸(1+1)40mLを徐々に注いで、元のコニカルビーカー500mLに溶かしながら入れる。ろ紙は温塩酸(1+50)

K 5102F

で十分洗い、放冷する。

- j) ろ液と洗液を全量フラスコ 250mL に移し入れ、水を標線まで加える。この溶液を試料溶液とする。
- k) 全量フラスコの中から正確に 25mL をコニカルピーカー 300mL に分取し、水を 75mL 加える。
- l) アンモニア水 (1 + 1) を加えて水酸化鉄の茶色の沈殿をわずかに生成させ、次に塩酸 (1 + 1) を数滴加えてよく振り混ぜて沈殿を溶かした後、酢酸ナトリウム溶液 (20<sup>W</sup>/V %) を滴加して、液の色がわずかに酸化鉄の赤茶色が現れる程度にし、最後に塩酸 (1 + 1) を 2, 3 滴加えると液はうすい黄色になる。
- m) pH 試験紙で pH 値が 1.7 ~ 2.8 になっていることを確認した後、N - パラメキシフェニル - パラフェニレンジアミン塩酸塩希釈粉末を約 0.1g 加え、0.01mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム溶液で直ちに敵定する。このとき、終点の近くではゆっくりと滴定し、液の色が紫から無職又はうすい黄色になったときを終点とする。

## E.2.4 計算

溶剤不溶物中の酸化鉄 ( ) は、次の式によって算出する。

$$A = \frac{V \times F \times 0.0007985}{m \times 25 / 250} \times 100 = \frac{V \times F \times 0.7985}{m}$$

ここに、A : 溶剤不溶物中の酸化鉄 ( ) (%)

V : 滴定に要した 0.01mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム溶液の量 (mL)

F : 0.01mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム溶液のファクター

0.0007985 : 滴定に要した 0.01mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム 1mol に相当する酸化鉄 ( ) の質量 (g)

m : 試料の質量 (g)

25 / 250 : 試料溶液の分取比



## 附属書 G (規定) 溶剤不溶物中の二酸化チタンの定量

### G.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。

### G.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( )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、溶剤不溶物中にリトボン、鉄、クロム酸鉛などを含む場合、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。

#### G.2.2 試薬

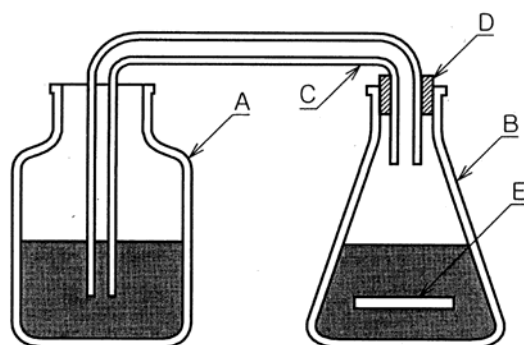
試薬は、次による。

- a) 硫酸は、J I S K 8951に規定するもの。
- b) 硫酸アンモニウムは、J I S K 8960に規定するもの。
- c) 塩酸は、J I S K 8110に規定するもの。
- d) 塩酸(1+1)は、J I S K 8110に規定する塩酸を用いて調整する。
- e) 酒石酸は、J I S K 8532に規定するもの。
- f) 金属アルミニウムは、J I S H 4040に規定するアルミニウムで、種類 1070 引抜線 A - 1070WS 直径3mmのものを、1個が約3g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> J I S 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、J I S 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、J I S K 5601-1-1の3.3.2 c)に規定するもの。
- i) 0.1mol/L 硫酸アンモニウム鉄( )溶液は、J I S K 5601-1-1の3.3.1.16に規定するもの。

#### G.2.3 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 G.1 に示す。
- b) 磁性るつぼは、J I S R 1301に規定するPC1のB形30mLとする。



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

図 G.1 還元装置の一例

## G.2.4 操作

操作は、次による。

## G.2.4.1 試料の処理

試料は、附属書Cで得た溶剤不溶物を用いる。

## G.2.4.1.1 リトボン・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

- a) 三角フラスコ300mLに二酸化チタンとして約2gを含むように、試料を正確に量り取る。
- b) 硫酸25mLと硫酸アンモニウム10gとを加え、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。
- c) 以下、G.2.4.2によって操作して二酸化チタンを定量する。

## G.2.4.1.2 リトボン・鉄・クロム酸塩を含む場合

- a) コニカルピーカー200mLに二酸化チタンとして約2gを含むように、試料を正確に量り取る。
- b) 塩酸(1+1)30mLを加え、時計皿で覆って水浴上で加熱して溶かす。
- c) 熱水100mLを加えて、コニカルピ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。
- d) 温水を用いてコニカルピ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。
- e) ろ紙とろ紙上の残留物とを磁器のつぼに入れて、温度 $105 \pm 2$  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。
- f) ろつぼを冷やして、内容物を三角フラスコ300mLに移し、ろつぼの中の残留物は硫酸25mLを用いて同じ三角フラスコに洗い入れる。
- g) 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。
- h) 以下、G.2.4.1によって二酸化チタンを定量する。

## G.2.4.1.3 紺青・有機顔料を含む場合

- a) 磁性ろつぼに二酸化チタンとして約2gを含むように、試料を正確に量り取る。
- b) 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。
- c) ろつぼを冷やした後、内容物をコニカルピーカー200mLに移し、ろつぼの中の残留物は塩酸(1+1)30mLを用いて先のコニカルピーカーに洗い入れ、時計皿で覆って水浴上で加熱して溶かす。
- d) 以下、G.2.4.1.2 c)~h)によって二酸化チタンを定量する。

## G.2.4.1.4 酸化アンチモンを含む場合

- a) コニカルピーカー200mLに二酸化チタンとして約2gを含むように、試料を正確に量り取る。
- b) 塩酸10mLと酒石酸 $2 \sim 3$ gとを加え、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。
- c) 熱水50mLを加えて、コニカルピ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。
- d) 以下、G.2.4.1.2 d)~h)によって二酸化チタンを定量する。

## G.2.4.2 定量

- a) G.2.4.1.1~G.2.4.1.4で得た試料の処理溶液を室温まで放冷した後、水120mLと塩酸40mLを徐々に加え、よく振り混ぜる。
- b) 金属アルミニウム約3g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300mL入れた広口瓶500mLの液中に差し込む。
- c) 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 $50$  以下になるまで流水で冷やす。<sup>1)</sup>
- d) 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 $0.1 \text{ mol/L}$ 硫酸アンモニウム鉄( )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。

#### G.2.5 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 0.01mol/L 硫酸アンモニウム鉄 ( ) 溶液の量 (mL)

$F$  : 0.1mol/L 硫酸アンモニウム鉄 ( ) 溶液のファクター

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

$m$  : 試料の質量 (g)