

艦船外げん用フタル酸樹脂エナメル

制定 昭和 45年 3月10日
改正 令和 5年 3月14日

(ENAMEL)

この改正票は、DSP K 5204F(艦船外げん用フタル酸樹脂エナメル)について
のものであり、DSP K 5204Fと併用される。

1.4 引用文書

a) 規格 中

“JIS H 4040 アルミニウム及びアルミニウム合金の棒及び線”及び

“JIS R 1301 化学分析用磁器るつぼ”を追加する。

3 品質保証

3.2 認定検査・検査の一般条件 中, b)～e)を次のように改め, f)を追加する。

b) 耐屈曲性に使用する試験板は、JIS G 3141に規定する鋼板（寸法は、約150×50×0.3mmとする。）のSPCC-SBとし、JIS K 5600-1-4の5.1.3の溶剤洗浄により調整されたものを用いるか、JIS G 3303に規定する電気めっきぶりき板（寸法は約150×50×0.3mmとする。）のSPTE 5.6/5.6T-2B（ブライツ仕上げ）とし、JIS K 5600-1-4の5.2.3（研磨による調整）によって調整されたぶりき板を用いる。なお、研磨に用いる耐水研磨紙は、粒度P280のシリコンカーバイド砂を用いた良質なものとする。

c) b)以外の試験板は、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200mm×100mm×0.8mmとする。）とする。

d) 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。

e) 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。

f) 塗付け量は、付表1の試験方法に規定がないときは、100cm²について約0.6gとする。

4 出荷条件

4.3 容器の表示 中

“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。”を

“b) 20Lペール缶の外面を塗装する場合は、JIS K 5572の2種に規定するOD色7.5Y3/1又はJIS K 5651の2種2号に規定するOD色7.5Y3/1若しくはその同等品を1回塗装する。”に改める。

附属書B

B.2.1 試薬 中

2.

K 5204F(1)

“c) 塩酸は、J I S K 8 1 1 0に規定するもの。”を

“c) 塩酸は、J I S K 8 1 8 0に規定するもの。”に

“d) 塩酸(1+1)は、J I S K 8 1 1 0に規定する塩酸を用いて調整する。”を

“d) 塩酸(1+1)は、J I S K 8 1 8 0に規定する塩酸を用いて調整する。”に改める。

B.2.3.1.2 リトポン・鉄・クロム酸塩を含む場合 中、h)を次のように改める。

h) a)～g)までの操作を3回繰返し、以下、B.2.3.2によって二酸化チタンを定量する。

艦船外げん用フタル酸樹脂エナメル
(ENAMEL)制定 昭和 45. 3. 10
改正 平成 31. 3. 26

1 総則

1.1 適用範囲

この仕様書は、艦船外げん用フタル酸樹脂エナメル(以下、エナメルという。)について規定する。

注記 エナメルは、顔料とフタル酸樹脂ワニスを主な原料とし、これらを十分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

色番号	色名	基準値	納入単位(L)	物品番号
2704	灰色(2)	N5	4	8010-315-8054-5
			18	8010-313-5877-5
注記 色番号、色名及び基準値は、N D S Z 8 2 0 1 による。				

1.3 製品の呼び方

製品の呼び方は、仕様書の名称、色番号、色名及び納入単位による。

例 艦船外げん用フタル酸樹脂エナメル 2704 灰色(2) 4L

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 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(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 - 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 - 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 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 - 1 塗料一般試験方法—第7部:塗膜の長期耐久性—第1節:耐中性塩水噴霧性
- 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 0 - 7 - 7 塗料一般試験方法—第7部:塗膜の長期耐久性—第7節:促進耐候性及び促進耐光性(キセノンランプ法)
- 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:溶剤可溶分中の成分分析—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 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 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 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

このエナメルには、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。アルミ板を使用しているものは、工業用エチルエーテルとJIS 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、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 cm²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

エナメルは、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、4L¹⁾ 丸缶及びJIS Z 1620のT形の1種2号M級のペール缶(以下、20L¹⁾ペール缶という。)の2種類とする。

注¹⁾ 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。
 - 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、エナメルのかくはん又は取り出しに差し支えないように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、エナメル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。

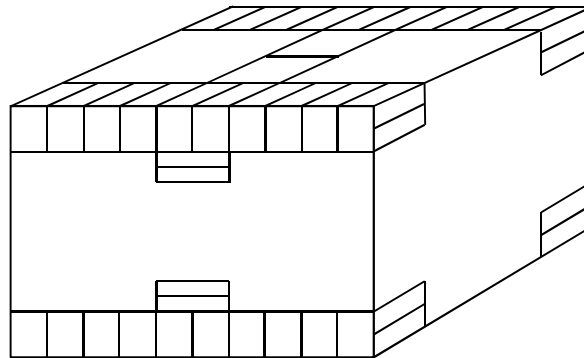


図1－封かん要領

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0201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のエナメル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
容器の中での状態	かき混ぜたとき、堅い塊がなく て一様になること。	○	○	J I S K 5 6 0 0 - 1 - 1 の 4.1.2 の a) による。
密度(23℃) g/cm ³	製造工場の基準値 ±0.05	○	○	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	63~78	○	○	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℃とす る。
分散度 μm	40以下	○	○	J I S K 5 6 0 0 - 2 - 5 による。
引火点 ℃	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2回 塗りの場合による。
乾燥時間 h	10以内	○	○	J I S K 5 6 0 0 - 1 - 1 の 4.3 の常温 乾燥の半硬化乾燥による。
塗膜の外観	塗膜の外観が正常であるこ と。	○	○	J I S K 5 6 0 0 - 1 - 1 の 4.4 によ る。
鏡面光沢度(60度)	45~65	○	○	J I S K 5 6 0 0 - 4 - 7 による。ただ し、試料を塗り終わってから室内に48時間置 いたものを試験片とする。
隠ぺい率 %	塗付け量0.5 g/100 cm ² 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4 8時間とする。 方法Bで測定した平均の三刺激値 Y _W と Y _B か ら隠ぺい率 Y _B /Y _W ×100を計算する。
促進耐候性	150時間試験したとき異常を 認めないこと。	○	—	J I S K 5 6 0 0 - 7 - 7 による。試験 方法は方法1とし、サイクルはサイクルAとす る。
耐屈曲性	105~110℃で5時間加熱 したのち、直径6 mm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、加熱後室内に1時間放冷したものを試験 片とする。また折り曲げに用いるマンドレルの 直径は6 mmとする。
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。 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。 4枚の試験片の内、1枚を見本品として、他の 3枚の試験片を水に18時間浸す

付表1-品質(続き)

項 目	規 定	認定 検査	検査	試 験 方 法
耐水性(続き)	<p>DSP K 5111 の軽合金用を下塗りし、 水に18時間浸したとき、 異常を認めないこと。</p>	○	—	<p>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10 mmの部分の塗膜は、観察の対象としない。</p> <p>上記試験要領による。ただし、試験片は、J I S H 4 0 0 0のA1050P-H24又はこれと同等の化学成分比を有するアルミ板(寸法は、約150 mm×70 mm×1.0 mmとする。)にJ I S K 5 6 3 3を1回吹き付け塗りし、4時間室温で乾燥したのちD S P K 5 1 1 1の軽合金用を1回吹き付け塗りする。24時間室温乾燥後さらに試料を1回吹き付け塗りし、96時間乾燥したものとす。</p>
耐塩水噴霧性	144時間試験したとき異常を認めないこと。	○	—	<p>J I S K 5 6 0 0 - 7 - 1によるほか、次による。</p> <p>試験片は4枚の鋼板(寸法は、約150 mm×70 mm×1.0又は0.8 mmとする。)のそれぞれ片面に1回塗り、更に周辺を塗り包み96時間室内に放置し乾燥して、そのうち3枚は、それぞれ一方の長辺から約3cmのところに、長辺に沿ってカッターナイフで生地に達するように塗膜にきずをつけこれを試験片とし、1枚を見本品とする。</p> <p>観察及び判定は、試験終了後の試験片の塗膜を観察して、しわ及び膨れを認めず、更に試験片を室内に24時間放置して乾燥した後、見本品の塗膜と比べて軟化の程度が著しくなく塗膜につけたきずから両側へそれぞれ3 mm以上の部分にさび及び膨れの無いときは“144時間試験して異常を認めない”とする。</p>
加熱残分 %	65以上	○	—	J I S K 5 6 0 1 - 1 - 2による。

付表 1 - 品質 (続き)

項 目	規 定	認定 検査	検査	試 験 方 法
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 の箇条 6 による。
溶剤不溶物 %	34~39	○	—	附属書 A による。 ただし、溶剤の組成 ^{a)} は、指定したものとする。
溶剤不溶物中の二酸化チタン (TiO ₂) の定量	38以上	○	—	附属書 B による。
溶剤可溶物中の無水フタル酸の定量 %	20以上	○	—	J I S K 5 6 0 1 - 2 - 4 の附属書 A による。
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 ^{b)} は4枚塗装し、3枚を試験片とし、1枚を見本品とする。
色	N D S Z 8 2 0 1 の色番号2704で表示される灰色(2)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N D S 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^{a)} 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

b) 試験片は、次による。

試験片

塗 料	塗装方法		塗装回数	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
	下塗り	はけ塗り				
D S P K 5 1 1 1	下塗り	はけ塗り	2	24	24	—
艦船外げん用フタル酸樹脂エナメル	上塗り	塗り	2	18	—	96

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¹⁾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²⁾、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3 000～15 000 rpmで20分～30分間分離する³⁾。
- 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⁴⁾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 °C⁴⁾の乾燥器中で約30分間乾燥した後、用いる。

注¹⁾ 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。

²⁾ 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。

³⁾ 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。

⁴⁾ 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。

10

K 5204F

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 8110に規定するもの。
- d) 塩酸(1+1)は、JIS K 8110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)¹⁾で洗って直ちに用いる。

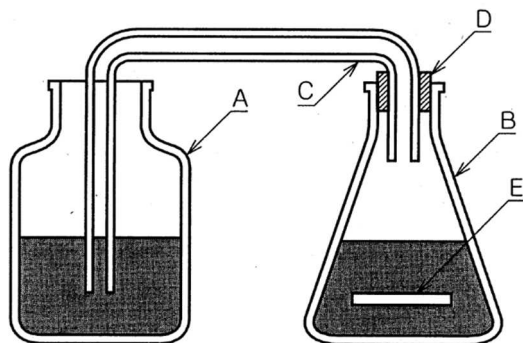
注¹⁾ JIS K 8180に規定する塩酸を用いて調整する。

- 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) 磁器るつばは、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 ± 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10 g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2g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、溶液が透明な紫色になった後、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3 mL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¹⁾ 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)