

ポリビニルホルマール試験方法

Testing Methods for Polyvinyl Formal

1. 適用範囲 この規格は、アセタール化度約 70 モル%以上のポリビニルホルマールの試験方法について規定する。

備考 この規格の中で { } を付けて示してある単位及び数値は、国際単位系 (SI) によるものである。参考として併記したものである。

2. 用語の意味

2.1 揮発分 揮発分とは、ポリビニルホルマールを $105\pm 2^{\circ}\text{C}$ で恒量になるまで乾燥した場合の減量 (%) をいう。

2.2 遊離酸 遊離酸とは、ポリビニルホルマールに含まれる酸相当物を酢酸含量 (%) として表したものをいう。

3. 試料の採取方法 同一生産ロットに属する容器 (10~25kg 入り) 50 個ごとにランダムに 5 個を抜き取り、それらの容器からランダムに約 100g ずつを取り、よく混合して供試試料 (以下、試料という。) とする。50 個未満の数については、10 個及びその数ごとに 1 個を抜き取り、上記と同様にして試料を調製する。

4. 試験項目

- (1) 揮発分
- (2) 灰分
- (3) 遊離酸
- (4) 組成
- (5) 粘度

5. 試験方法 試験に用いる器具は、特に規定するものの外は次による。

- (1) 化学用体積計 JIS R 3505 (ガラス製化学用体積計)
- (2) 分析用ガラス器具 JIS R 3503 (化学分析用ガラス器具)
- (3) 化学はかり ひょう量 100~200g, 感量 1mg

5.1 揮発分**5.1.1 器具**

引用規格 : 5 ページに示す。

(1) はかりびん 平形はかりびん 50mm×30mm

(2) 化学はかり

(3) 乾燥器

(4) デシケーター 乾燥剤はシリカゲルを用いる。

5.1.2 操作 試料約 2g を、あらかじめ質量を量ったはかりびんに正確に量り取り、105±2℃で恒量になるまで乾燥し、デシケーター中で放冷後、その質量を量り、次の式により小数点以下 2 けたまで求め、揮発分を算出する。値は 3 回の測定の平均値で表す。

$$R = \frac{s - W}{s} \times 100$$

ここに R : 揮発分 (%)
 s : 試料の質量 (g)
 W : 乾燥後の試料の質量 (g)

5.2 灰分

5.2.1 器具

(1) 磁器るつぼ JIS R 1301 (化学分析用磁器るつぼ) に規定するるつぼ 50ml

(2) 化学はかり

(3) デシケーター 乾燥剤はシリカゲルを用いる。

5.2.2 操作 試料約 2g を質量の分かった磁器るつぼに正確に量り取り、あらかじめ 400～500℃で灰化した後、750～800℃で恒量になるまで強熱灰化し、デシケーター中で放冷後その質量を量り、次の式により小数点以下 2 けたまで求め、灰分を算出する。

$$A = \frac{a}{s} \times 100$$

ここに A : 灰分 (%)
 a : 灰分の質量 (g)
 s : 試料の質量 (g)

5.3 遊離酸

5.3.1 試薬

(1) **N/20 水酸化カリウム溶液** JIS K 8574 [水酸化カリウム (試薬)] に規定する水酸化カリウム 1 級を用い、JIS K 8006 (試薬の含量試験中滴定に関する基本事項) の 2.(9) に準じて調製し、標定を行う。

ただし

(調製) N/2 水酸化カリウム溶液約 100ml に炭酸を含まない水を加えて約 1l とする。

(標定) JIS K 8005 (容量分析用標準試薬) に規定するスルファミン酸 1～1.3g を正確に量り取り、水に溶解して 250ml とし、その 25ml を用いる。

(2) **フェノールフタレイン 0.1% 溶液** JIS K 8799 [フェノールフタレイン (試薬)] に規定するフェノールフタレイン特級を用い JIS K 8006 の 3.により調製する。

(3) **ピリジン-メチルアルコール混液** JIS K 8777 [ピリジン (試薬)] に規定するピリジン 1 級と JIS K 8891 [メチルアルコール (メタノール) (試薬)] に規定するメチルアルコール 1 級を容量で 3 : 2 の割合に混合して調製する。

5.3.2 器具

(1) 共せん付三角フラスコ 200ml

(2) ミクロビュレット 5ml, 最小目盛 0.01ml

(3) メスシリンダー 50ml

(4) 化学はかり

5.3.3 操作 試料約 2g を正確に量り取り、共せん付三角フラスコに移し、ピリジン－メチルアルコール混液 50ml を加えて加温溶解し、冷却後 N/20 水酸化カリウム溶液でフェノールフタレインを指示薬として 1 分間微紅色を保つ点まで滴定し、その滴定量を a ml とする。

別に空試験を行い、これに要した N/20 水酸化カリウム溶液の滴定量を b ml とし、次の式により小数点以下 2 けたまで求め、遊離酸を算出する。

$$S = \frac{0.003 \times (a - b) \times F}{s} \times 100$$

ここに S : 遊離酸 (%)
 F : N/20 水酸化カリウム溶液の力価
 s : 試料の質量 (g)

5.4 組成

5.4.1. 酢酸ビニル

(1) 試薬

- (a) **N/10 水酸化カリウム溶液** JIS K 8574 に規定する水酸化カリウム 1 級を用い JIS K 8006 の 2.(9)により調製し標定を行う。
- (b) **N/5 水酸化カリウム溶液** JIS K 8574 に規定する水酸化カリウム 1 級を用い JIS K 8006 の 2.(7)に準じて調製する。ただし、水酸化カリウム約 14g を取る。
- (c) **N/10 塩酸** JIS K 8180 [塩酸 (試薬)] に規定する塩酸 1 級を用い、JIS K 8006 の 2.(3)により調製。
- (d) **フェノールフタレイン 1%溶液** JIS K 8799 に規定するフェノールフタレイン特級を用い JIS K 8006 の 3.により調製。
- (e) **ピリジン－メチルアルコール混液** 5.3.1(3)で調製したもの。

(2) 器具

- (a) **共せん付三角フラスコ** 300mL で(f)の冷却器と共通のテーパー擦り合わせを持つもの。
- (b) **ビュレット** 25ml, 最小目盛 0.1ml 及び 50ml, 最小目盛 0.1ml
- (c) **ピペット** 全量ピペット 25ml, メスピペット 10ml
- (d) **メスシリンダー** 50ml
- (e) **化学はかり**
- (f) **冷却器** 球管冷却器 300mm, 脚部に(a)の共せん付三角フラスコと共通のテーパー擦り合わせを持つもの。
- (g) **水浴**

(3) 操作 試料約 1g を正確に量り取り、共せん付三角フラスコに移し、ピリジン－メチルアルコール混液 50ml を加えて加温溶解し、N/5 水酸化カリウム溶液 25ml をピペットからよく振り混ぜながら加え、冷却器を付けて沸騰水浴中で 1 時間加熱する。冷却後 N/10 塩酸 50ml をビュレットからよく振り混ぜながら加え、30 分間放置後フェノールフタレイン溶液 1ml を加え、過剰の塩酸を N/10 水酸化カリウム溶液で微紅色を呈する点まで滴定し、その滴定量を a ml とする。

別に空試験を行い、それに要した N/10 水酸化カリウム溶液の滴定量を b ml とし、次の式により小数点以下 1 けたまで求め、酢酸ビニルを算出する。

$$V_{AC} = \frac{0.86 \times (a - b) \times F}{s \times (100 - R)} \times 100$$

ここに V_{AC} : 酢酸ビニル (%)
 F : N/10 水酸化カリウム溶液の力価
 s : 試料の質量 (g)
 R : 揮発分 (%)

5.4.2 ビニルアルコール

(1) 試薬

- (a) **N/2 水酸化カリウム溶液** JIS K 8574 に規定する水酸化カリウム 1 級を用い, JIS K 8006 の 2.(8)により調製し標定を行う。
- (b) **ピリジン-無水酢酸混液** JIS K 8886 [無水酢酸 (試薬)] に規定する無水酢酸特級 6ml と JIS K 8777 に規定するピリジン 1 級 94ml をよく混合して調製する。
 かつ色びんに保存し, 調製後 1 週間を経過したものは使用してはならない。
- (c) **フェノールフタレイン溶液** 5.4.1(1)(d)で調製したもの。
- (d) **ジクロロエタン** JIS K 8465 [1, 2-ジクロロエタン (試薬)] に規定する 1, 2-ジクロロエタン 1 級。

(2) 器具

- (a) 共せん付三角フラスコ 5.4.1(2)(a)と同じもの,
- (b) ビュレット 50ml, 最小目盛 0.1ml
- (c) ピペット 全量ピペット 15ml
- (d) メスシリンダー 25ml, 100ml
- (e) 化学はかり
- (f) 冷却器 5.4.1(2)(f)と同じもの
- (g) 水浴

- (3) **操作** 試料約 1g を正確に量り取り, 共せん付三角フラスコに移し, ピリジン-無水酢酸混液 15ml をピペットで加えて溶解し, 冷却器をつけて沸騰水浴中で 3 時間加熱する。冷却後ジクロロエタン 25ml を冷却器の上部から流し入れて中を洗浄し, 冷却器をとりはずし, フラスコをよく振り混ぜる。次に水 100ml を加え, せんをして激しく振とうした後 30 分間放置する。

フェノールフタレイン溶液 1ml を加え, 生成した酢酸を N/2 水酸化カリウム溶液で激しく振り混ぜながら 1 分間微紅色を保つ点まで滴定し, その滴定量を a ml とする。

別に空試験を行い, これに要した N/2 水酸化カリウム溶液の滴定量を b ml とし, 次の式により小数点以下 1 けたまで求め, ビニルアルコールを算出する。

$$V_A = \frac{2.2 \times (b - a) \times F}{s \times (100 - R)} \times 100$$

ここに V_A : ビニルアルコール (%)
 s : 試料の質量 (g)
 R : 揮発分 (%)
 F : N/2 水酸化カリウム溶液の力価

5.4.3 ビニルホルマール ビニルホルマール (%) は、測定した酢酸ビニル (%) 及びビニルアルコール (%) を 100 から引いて小数点以下 1 けたまで算出する。

5.5 粘度

5.5.1 試薬

フルフラール JIS K 8833 [フルフラール (試薬)] に規定するフルフラール 1 級の 159～162℃の留分

5.5.2 器具

(1) 共せん付三角フラスコ 200ml

(2) 粘度計 回転粘度計，毛细管粘度計，ヘプラー粘度計のいずれを用いてもよい。ただし試験結果には使用粘度計を付記し，回転粘度計の場合にはローターと回転数を付記する。

(3) 上ざらばかり ひょう量 100～200g，感量 10mg 及びひょう量 500g，感量 500mg

(4) 恒温水そう

(5) 水浴

(6) 真空乾燥器

5.5.3 操作 フルフラール $90 \pm 0.5\text{g}$ を共せん付三角フラスコに量り取り，これに乾燥試料⁽¹⁾ $10 \pm 0.02\text{g}$ を加え，1 時間以上膨潤後，約 80℃の水浴中で時々振り混ぜて溶解する。恒温水そうに 1 時間静置した後，粘度を $30 \pm 0.1^\circ\text{C}$ 又は $50 \pm 0.1^\circ\text{C}$ で JIS Z 8803 (粘度測定方法) に準じて測定する。値は 3 回の測定の平均値をセンチポアズ (cP) { $\text{mPa}\cdot\text{s}$ } で表す (10 位まで)。

注⁽¹⁾ 乾燥試料 試料を圧力約 50mmHg {6.67kPa}，温度約 50℃で 3 時間減圧乾燥したもの。

6. 試験結果の丸め方 各試験によって得られた試験結果は，規定の数値の 1 けた下の位まで求め，JIS Z 8401 (数値の丸め方) により丸める。

引用規格：

JIS K 8005 容量分析用標準試薬

JIS K 8006 試薬の含量試験中滴定に関する基本事項

JIS K 8180 塩酸 (試薬)

JIS K 8465 1, 2-ジクロロエタン (試薬)

JIS K 8574 水酸化カリウム (試薬)

JIS K 8777 ピリジン (試薬)

JIS K 8799 フェノールフタレイン (試薬)

JIS K 8833 フルフラール (試薬)

JIS K 8886 無水酢酸 (試薬)

JIS K 8891 メチルアルコール (メタノール) (試薬)

JIS R 1301 化学分析用磁器うつば

JIS R 3503 化学分析用ガラス器具

JIS R 3505 ガラス製化学用体積計

JIS Z 8401 数値の丸め方

JIS Z 8803 粘度測定方法

関連規格：JIS Z 8203 国際単位系 (SI) 及びその使い方

高分子部会ポリビニルホルマール試験方法専門委員会 構成表（昭和 44 年 2 月 1 日制定のとき）

	氏名	所属
(委員会長)	長 野 正 満	名古屋工業大学
	五 島 春 夫	チッソ株式会社
	平 井 宗 之	電気化学工業株式会社
	鈴 木 宗 彦	昭和電線電纜株式会社
	安 福 幸 雄	古河電気工業株式会社
	久 保 進	倉茂電工株式会社
	野 田 三 彦	住友電気工業株式会社
	荒 井 溪 吉	社団法人高分子学会
	大 橋 桂 次	工業技術院標準部
	菊 地 一 寛	通商産業省化学工業局
(事務局)	山 脇 政 次	工業技術院標準部繊維化学規格課
	伊 藤 定 義	工業技術院標準部繊維化学規格課
(事務局)	青 木 誠 治	工業技術院標準部繊維化学規格課（昭和 52 年 5 月 1 日改正のとき）
	石 川 哲之介	工業技術院標準部繊維化学規格課（昭和 52 年 5 月 1 日改正のとき）