

目 次

	ページ
序文.....	1
1 適用範囲.....	1
2 引用規格.....	1
3 用語及び定義.....	2
4 試料の採取.....	3
5 試験方法.....	3
6 試験報告.....	3
附属書 A (規定) 銅含有量の求め方 (定量)	5
附属書 B (規定) マンガン含有量の求め方 (定量)	8
附属書 C (規定) 鉄含有量の求め方 (定量)	11
附属書 D (規定) 窒素吸着法による比表面積の求め方 (定量)	13
附属書 E (規定) 多点窒素吸着法 (BET 法) による比表面積の求め方 (定量)	19
附属書 F (規定) 粒状シリカの粒度分布の求め方 (定量)	20
附属書 G (規定) CTAB 吸着法による比表面積の求め方 (定量)	22
附属書 H (参考) シリカの分類及び物理的・化学的特性	27
附属書 JA (参考) シリカ含有量の求め方 (定量)	28
附属書 JB (参考) 色の比較法	31
附属書 JC (参考) ふるい残分の求め方 (定量)	32
附属書 JD (参考) 強熱減量の求め方 (定量)	34
附属書 JE (参考) JIS と対応する国際規格との対比表	35

まえがき

この規格は、工業標準化法第 12 条第 1 項の規定に基づき、日本ゴム工業会 (JRMA) 及び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制定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、経済産業省大臣が制定した日本工業規格である。

この規格は、著作権法で保護対象となっている著作物である。

この規格の一部が、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係る確認について、責任はもたない。

ゴム用配合剤—シリカ—試験方法

Rubber compounding ingredients—Silica—Test methods

序文

この規格は、2005 年に第 3 版として発行された ISO 5794-1 及び 2006 年に発行された Technical Corrigendum 1 (2006) を基に、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、この規格で点線の下線を施してある箇所は、対応国際規格を変更している事項である。変更の一覧表にその説明を付けて、附属書 JE に示す。

警告 この規格の利用者は、通常の実験室の作業に精通しているものとする。この規格は、その使用に関連して起こるすべての安全上の問題を取り扱おうとするものではない。この規格の利用者は、各自の責任において安全及び健康に対する適切な措置を取らなければならない。

1 適用範囲

この規格は、ゴム用配合剤として用いる沈降性水和シリカ（以下、“シリカ”という。）の物理的及び化学的特性の試験方法について規定する。

注記 この規格の対応国際規格及びその対応の程度を表す記号を、次に示す。

ISO 5794-1 : 2005, Rubber compounding ingredients—Silica, precipitated, hydrated—Part 1 : Non-rubber tests 及び Technical Corrigendum 1 (2006) (MOD)

なお、対応の程度を表す記号 (MOD) は、ISO/IEC Guide 21 に基づき、修正していることを示す。

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。これらの引用規格のうちで、西暦年を付記してあるものは、記載の年の版を適用し、その後の改正版（追補を含む。）は適用しない。西暦年の付記がない引用規格は、その最新版（追補を含む。）を適用する。

JIS K 0050 : 2005 化学分析方法通則

JIS K 0121 原子吸光分析通則

JIS K 5101-11-1 顔料試験方法—第 11 部：密度—第 1 節：ピクノメータ法

注記 対応国際規格：ISO 787-10 : 1993, General methods of test for pigments and extenders—Part 10 : Determination of density—Pyknometer method (MOD)

JIS K 5101-14-2 顔料試験方法—第 14 部：ふるい残分—第 2 節：湿式法（メカニカルフラッシング法）

注記 対応国際規格：ISO 787-18 : 1983, General methods of test for pigments and extenders—Part 18 : Determination of residue on sieve—Mechanical flushing procedure (IDT)

JIS K 5101-15-1 顔料試験方法—第 15 部：加熱減量—第 1 節：105 °C 揮発性物質

注記 対応国際規格：ISO 787-2 : 1981, General methods of test for pigments and extenders—Part 2 : Determination of matter volatile at 105 °C (IDT)

JIS K 5101-16-2 顔料試験方法—第 16 部：水溶分—第 2 節：常温抽出法

注記 対応国際規格：ISO 787-8 : 2000, General methods of test for pigments and extenders—Part 8 : Determination of matter soluble in water—Cold extraction method (IDT)

JIS K 5101-17-2 顔料試験方法—第 17 部：pH 値—第 2 節：常温抽出法

注記 対応国際規格：ISO 787-9 : 1981, General methods of test for pigments and extenders—Part 9 : Determination of pH value of an aqueous suspension (IDT)

JIS K 5600-1-2 塗料一般試験方法—第 1 部：通則—第 2 節：サンプリング

注記 対応国際規格：ISO 15528 : 2000, Paints, varnishes and raw materials for paints and varnishes—Sampling (IDT)

JIS K 6200 ゴム用語

JIS K 6216-1 ゴム用カーボンブラック—共通事項—第 1 部：試料採取方法

注記 対応国際規格：ISO 1124 : 1988, Rubber compounding ingredients—Carbon black shipment sampling procedures (IDT)

JIS K 8121 塩化カリウム (試薬)

JIS K 8180 塩酸 (試薬)

JIS K 8541 硝酸 (試薬)

JIS K 8576 水酸化ナトリウム (試薬)

JIS K 8819 ふっ化水素酸 (試薬)

JIS K 8863 ほう酸 (試薬)

JIS K 8951 硫酸 (試薬)

JIS P 3801 ろ紙 (化学分析用)

JIS R 3505 ガラス製体積計

JIS Z 8801-1 試験用ふるい—第 1 部：金属製網ふるい

ISO 3262-1 : 1997 Extenders for paints—Specifications and methods of test—Part 1 : Introduction and general test methods

ISO 3262-19 : 2000 Extenders for paints—Specifications and methods of test—Part 19 : Precipitated silica

ISO 4652-1 : 1994 Rubber compounding ingredients—Carbon black—Determination of specific surface area by nitrogen adsorption methods—Part 1 : Single-point procedures

ISO 18852 : 2005 Rubber compounding ingredients—Determination of multipoint nitrogen surface area (NSA) and statistical thickness surface area (STSA)

3 用語及び定義

この規格で用いる主な用語及び定義は、**JIS K 6200** によるほか、次による。

3.1

沈降性水和シリカ (precipitated hydrated silica)

水溶性のけい酸塩から得られる非結晶性の粒子。

4 試料の採取

試料の採取は、JIS K 5600-1-2 による。

5 試験方法

シリカの特性を求める試験方法は、表 1 による。

表 1—試験方法

特性	試験方法
シリカ含有量 % (質量分率)	ISO 3262-19 : 2000 の簡条 6 (ISO 3262-19 : 2000 の簡条 6 を翻訳したものを 附属書 JA に示す。)
色	ISO 3262-1 : 1997 の 5.1 (ISO 3262-1 : 1997 の 5.1 を翻訳したものを附 属書 JB に示す。)
ふるい残分 (45 μm) % (質量分率) 粉末状シリカ その他のシリカ	ISO 3262-19 : 2000 の簡条 8 又は JIS K 5101-14-2 のいずれか (ISO 3262-19 : 2000 の簡条 8 を翻訳したものを 附属書 JC に示す。)
105 °C の加熱減量 % (質量分率)	JIS K 5101-15-1 ^{a)}
密度 g/cm ³	JIS K 5101-11-1
1 000 °C の強熱減量 % (質量分率)	ISO 3262-1 : 1997 の 5.2 (ISO 3262-1 : 1997 の 5.2 を翻訳したものを附 属書 JD に示す。)
pH	JIS K 5101-17-2
水可溶分 % (質量分率)	JIS K 5101-16-2
銅含有量 μg/g	附属書 A
マンガン含有量 μg/g	附属書 B
鉄含有量 μg/g	附属書 C
窒素吸着法による比表面積 m ² /g	附属書 D, 附属書 E
粒状シリカの粒度分布 %	附属書 F
CTAB 吸着法による比表面積 m ² /g	附属書 G
注 ^{a)} JIS K 5101-15-1 では試料質量を 10 g ± 0.1 g としているが、この試験では試料質量約 2 g を採取し 0.1 g のけたまでひょう量する。	

6 試験報告

試験報告は、次による。

- a) この規格の番号、名称及び試験方法
- b) 試料の同定に必要なあらゆる情報
- c) 試験結果 試験結果は、次による。
 - 1) シリカ含有量
 - 2) 色
 - 3) ふるい残分（及び用いた試験方法）
 - 4) 105 °C の加熱減量
 - 5) 密度

- 6) 1 000 °Cの強熱減量
- 7) pH
- 8) 水可溶分
- 9) 銅含有量
- 10) マンガン含有量
- 11) 鉄含有量
- 12) 窒素吸着法による比表面積（及び用いた試験方法）
- 13) 粒状シリカの粒度分布（目開き 75 μm 及び 300 μm のふるい上残分並びに微粉分）
- 14) CTAB 吸着法による比表面積
- d) 試験中の異常
- e) この試験方法からの逸脱事項及びその理由
- f) この規格で規定していない試験方法で行った試験
- g) 試験の実施年月日

附属書 A

(規定)

銅含有量の求め方 (定量)

序文

この附属書は、シリカの特性を求める試験方法における銅含有量の求め方 (定量) について規定する。

A.1 原理

試料をふっ化水素酸と硫酸との混合溶液に浸せきし、けい素を四ふっ化けい素として蒸発させる。湿潤した試料中に残っている金属類は、塩酸を用いて溶解させる。その後、この溶液を希釈し、波長 324.7 nm に設定した原子吸光分析装置中に導入する。この測定方法は、銅濃度 125 µg/g までの測定に適用できる。また、試料濃度を 10 倍に薄めることによって、濃度 1 250 µg/g にまで適用できる。

警告 この測定を行う場合には、健康及び安全に対する適切な措置を取らなければならない。

A.2 試薬

試薬は、日本工業規格が制定されている場合は、それを用いる。水は、JIS K 0050 : 2005 の 8.1 (水及び試薬) に規定する種別 A3 又は A4 のいずれかを用いる。

A.2.1 アセチレン 圧縮ガスボンベに充てんしたアセチレンを用いる。

A.2.2 空気 コンプレッサから供給される圧縮空気を用いる。

A.2.3 塩酸 10 % (質量分率) 溶液 塩酸 10 % (質量分率) 溶液は、JIS K 8180 に規定する濃度 35 % (質量分率)、密度 (20 °C) 1.18 g/cm³ の塩酸 20 mL と水 50 mL とを混合して調製する。

A.2.4 ふっ化水素酸 40 % (質量分率) 溶液 ふっ化水素酸 40 % (質量分率) 溶液は、JIS K 8819 に規定する密度 (20 °C) 1.13 g/cm³ のもの。

A.2.5 硫酸 98 % (質量分率) 溶液 硫酸 98 % (質量分率) 溶液は、JIS K 8951 に規定する密度 (20 °C) 1.84 g/cm³ のもの。

A.2.6 硝酸 68 % (質量分率) 溶液 硝酸 68 % (質量分率) 溶液は、JIS K 8541 に規定する密度 (20 °C) 1.42 g/cm³ のもの。

A.2.7 銅標準液 (1 000 mg/L) 銅標準液 (1 000 mg/L) は、計量法校正事業者認定制度に基づく標準液 (以下、“JCSS のロゴ付き証明書を付した標準液”という。) 又はそれと同等の市販標準液を用いる。

A.2.8 銅標準液 (50 mg /L) 1 000 mg/L 銅標準液 (A.2.7 参照) 50.0 mL を分取し、全量フラスコ 1 000 mL に入れる。これに硝酸 5 mL を加えて、標線まで水を加えて混合する。この溶液 1 mL は、銅 50 µg を含む。

A.2.9 銅標準液 (10 mg /L) 50 mg/L 銅標準液 (A.2.8 参照) 50.0 mL を分取し、全量フラスコ 250 mL に入れる。これに硝酸 1 mL を加えて、標線まで水を加えて混合する。この溶液 1 mL は、銅 10 µg を含む。

なお、市販の標準銅水溶液があれば、A.2.8 及び A.2.9 の代わりに用いてもよい。

A.3 器具及び装置

器具及び装置は、次による。

A.3.1 白金皿 白金皿は、容積約 35 mL のもの。

A.3.2 原子吸光分析装置 原子吸光分析装置は、JIS K 0121 に規定する空気・アセチレンバーナを取り付

けたもの。

A.3.3 はかり はかりは、0.1 mg までひょう量できるもの。

A.4 試験の手順

A.4.1 試料

試料は、約 2 g を 0.1 mg のけたまで測定し(m_0)、白金皿 (A.3.1 参照) に入れる。

A.4.2 空試験

空試験は、測定と同時に行う。試料を除いて、同じ試薬及び同じ分析手順で行う。

A.4.3 検量線

A.4.3.1 標準液

6 本の全量フラスコ 50 mL に表 A.1 に示す量の 10 mg/L 銅標準液 (A.2.9 参照) をそれぞれ入れて、標線まで水を加えて混合する。

表 A.1—銅標準液

標準液 (A.2.9) の量 mL	銅濃度 mg/L
0.5	0.1
2.5	0.5
5.0	1.0
10.0	2.0
15.0	3.0
25.0	5.0

A.4.3.2 標準液の吸光度測定

準備した各標準液 (A.4.3.1 参照) を原子吸光分析装置 (A.3.2 参照) を用いて、操作マニュアルに従って波長 324.7 nm で吸光度を測定する。それぞれの標準液の測定後は、フレーム中に水を通し、バーナをよく洗浄する。

A.4.3.3 グラフの作成

グラフは、横軸を銅濃度 (mg/L)、縦軸を吸光度として、測定値をプロットし作成する。

A.4.4 試料の測定

A.4.4.1 試験液の準備

試験液の準備は、次による。

- 白金皿中にある試料 (A.4.1 参照) にふっ化水素酸 (A.2.4 参照) 10 mL 及び硫酸 (A.2.5 参照) 0.5 mL を加える。
- 白金皿をダクトフード下に置かれた砂浴上に置き、濃い白煙の発生が終わるまで加熱する。
- 残さを塩酸 (A.2.3 参照) 5 mL で溶解し、全量フラスコ 10 mL に移す。
- 移し終えた後に白金皿を水 1 mL で 2 度洗い、その洗液も全量フラスコに移す。
- 標線まで水を加えて、乾いたポリエチレンの容器に移す。

A.4.4.2 試験液の吸光度測定

試験液の吸光度測定は、次による。

- 試験液 (A.4.4.1 参照) 及び空試験液 (A.4.2 参照) を、原子吸光分析装置を用いて、操作マニュアルに従って波長 324.7 nm で吸光度を測定する。

- b) この測定を繰り返し行い、試験液及び空試験液の吸光度の平均値を記録する。
- c) 測定ごとにフレーム中に水を導入する。
- d) 試験液の吸光度が標準試料の一番高い銅濃度の吸光度よりも大きい場合には、試験液 5 mL を水で薄めて 50 mL にして再度測定を行う。薄めた溶液の結果で計算する。

A.5 試験結果の表示

試験結果の表示は、次による。

- a) 検量線を用いて、試験液及び空試験液の銅濃度を各々の吸光度から求める (M_1 , M_2)。
- b) 銅含有量 ω (Cu) は、次の式によって算出する。

$$\omega(\text{Cu}) = \frac{M_1 - M_2}{m_0} \times 10$$

ここに、
 $\omega(\text{Cu})$: 銅含有量 ($\mu\text{g/g}$)
 M_1 : 試験液の銅濃度 (mg/L)
 M_2 : 空試験液の銅濃度 (mg/L)
 m_0 : 試料の質量 (g)

A.4.4.2 の手順に従って、試験液を薄めている場合には、右辺の式に 10 を乗じる。結果を $0.1 \mu\text{g/g}$ のけたまで表す。

附属書 B (規定) マンガン含有量の求め方 (定量)

序文

この附属書は、シリカの特性を求める試験方法におけるマンガン含有量の求め方 (定量) について規定する。

B.1 原理

測定原理は、銅含有量の求め方 (附属書 A 参照) と同じである。ただし、吸光度の測定は、波長 279.5 nm を用いて行うこと及びマンガンの標準液を用いる部分は異なる。

この測定方法は、マンガン濃度 125 $\mu\text{g/g}$ までの測定に適用できる。また、試料濃度を 10 倍に薄めることによって、濃度 1 250 $\mu\text{g/g}$ にまで適用できる。

警告 この測定を行う場合には、健康及び安全に対する適切な措置を取らなければならない。

B.2 試薬

試薬は、日本工業規格が制定されている場合は、それを用いる。水は、JIS K 0050 : 2005 の 8.1 に規定する種別 A3 又は A4 のいずれかを用いる。

B.2.1 アセチレン アセチレンは、A.2.1 による。

B.2.2 空気 空気は、A.2.2 による。

B.2.3 塩酸 10 % (質量分率) 溶液 塩酸 10 % (質量分率) 溶液は、A.2.3 による。

B.2.4 ふっ化水素酸 40 % (質量分率) 溶液 ふっ化水素酸 40 % (質量分率) 溶液は、A.2.4 による。

B.2.5 硫酸 98 % (質量分率) 溶液 硫酸 98 % (質量分率) 溶液は、A.2.5 による。

B.2.6 硝酸 68 % (質量分率) 溶液 硝酸 68 % (質量分率) 溶液は、A.2.6 による。

B.2.7 マンガン標準液 (1 000 mg/L) マンガン標準液 (1 000 mg/L) は、JCSS のロゴ付き証明書を付した標準液又はそれと同等の市販標準液を用いる。

B.2.8 マンガン標準液 (50 mg/L) 1 000 mg/L マンガン標準液 (B.2.7 参照) 50.0 mL を分取し、全量フラスコ 1 000 mL に入れる。これに硝酸 5 mL を加えて、標線まで水を加えて混合する。この溶液 1 mL は、マンガン 50 μg を含む。

B.2.9 マンガン標準液 (10 mg/L) 50 mg/L マンガン標準液 (B.2.8 参照) 50.0 mL を分取し、全量フラスコ 250 mL に入れる。これに硝酸 1 mL を加えて、標線まで水を加えて混合する。この溶液 1 mL は、マンガン 10 μg を含む。

なお、市販の標準マンガン水溶液があれば、B.2.8 及び B.2.9 の代わりに用いてもよい。

B.3 器具及び装置

器具及び装置は、A.3 による。

B.4 試験の手順

B.4.1 試料

試料は、A.4.1 による。

B.4.2 空試験

空試験は、A.4.2 による。

B.4.3 検量線**B.4.3.1 標準液**

6本の全量フラスコ 50 mL に表 B.1 に示す量の 10 mg/L マンガン標準液(B.2.9 参照)をそれぞれ入れて、標線まで水を加えて混合する。

表 B.1—マンガン標準液

標準液(B.2.9)の量 mL	マンガン濃度 mg/L
0.5	0.1
2.5	0.5
5.0	1.0
10.0	2.0
15.0	3.0
25.0	5.0

B.4.3.2 標準液の吸光度測定

準備した各標準液 (B.4.3.1 参照) を原子吸光分析装置を用いて、操作マニュアルに従って波長 279.5 nm で吸光度を測定する。それぞれの標準液の測定後は、フレーム中に水を通し、バーナをよく洗浄する。

B.4.3.3 グラフの作成

グラフは、横軸をマンガン濃度 (mg/L)、縦軸を吸光度として、測定値をプロットし作成する。

B.4.4 試料の測定**B.4.4.1 試験液の準備**

試験液の準備は、A.4.4.1 による。

B.4.4.2 試験液の吸光度測定

試験液の吸光度測定は、次による。

- 試験液 (B.4.4.1 参照) 及び空試験液 (B.4.2 参照) を、原子吸光分析装置を用いて、操作マニュアルに従って波長 279.5 nm で吸光度を測定する。
- この測定を繰り返し行い、試験液及び空試験液の吸光度の平均値を記録する。
- 測定ごとにフレーム中に水を導入する。
- 試験液の吸光度が標準試料の一番高いマンガン濃度の吸光度よりも大きい場合には、試験液 5 mL を水で薄めて 50 mL にして再度測定を行う。薄めた溶液の結果で計算する。

B.5 試験結果の表示

試験結果の表示は、次による。

- 検量線を用いて、試験液及び空試験液のマンガン濃度を各々の吸光度から求める (M_1 , M_2)。
- マンガン含有量 $\omega(\text{Mn})$ は、次の式によって算出する。

$$\omega(\text{Mn}) = \frac{M_1 - M_2}{m_0} \times 10$$

ここに、 $\omega(\text{Mn})$: マンガン含有量 ($\mu\text{g/g}$)

M_1 : 試験液のマンガン濃度 (mg/L)
 M_2 : 空試験液のマンガン濃度 (mg/L)
 m_0 : 試料の質量 (g)

B.4.4.2 の手順に従って、試験液を薄めている場合には、右辺の式に 10 を乗じる。結果を $0.1 \mu\text{g/g}$ のけたまで表す。

附属書 C

(規定)

鉄含有量の求め方 (定量)

序文

この附属書は、シリカの特性を求める試験方法における鉄含有量の求め方 (定量) について規定する。

C.1 原理

測定原理は、銅含有量の求め方 (附属書 A 参照) と同じである。ただし、吸光度の測定は、波長 248.3 nm を用いて行うこと及び鉄の標準液を用いる部分は異なる。

この測定方法は、鉄濃度 125 µg/g までの測定に適用できる。また、試料濃度を 20 倍に薄めることによって、濃度 2 500 µg/g にまで適用できる。

警告 この測定を行う場合には、健康及び安全に対する適切な措置を取らなければならない。

C.2 試薬

試薬は、日本工業規格が制定されている場合は、それを用いる。水は、JIS K 0050 : 2005 の 8.1 に規定する種別 A3 又は A4 のいずれかを用いる。

C.2.1 アセチレン アセチレンは、A.2.1 による。

C.2.2 空気 空気は、A.2.2 による。

C.2.3 塩酸 10 % (質量分率) 溶液 塩酸 10 % (質量分率) 溶液は、A.2.3 による。

C.2.4 ふっ化水素酸 40 % (質量分率) 溶液 ふっ化水素酸 40 % (質量分率) 溶液は、A.2.4 による。

C.2.5 硫酸 98 % (質量分率) 溶液 硫酸 98 % (質量分率) 溶液は、A.2.5 による。

C.2.6 鉄標準液 (1 000 mg/L) 鉄標準液 (1 000 mg/L) は、JCSS のロゴ付き証明書を付した標準液又はそれと同等の市販標準液を用いる。

C.2.7 鉄標準液 (50 mg/L) 1 000 mg/L 鉄標準液 (C.2.6 参照) 50.0 mL を分取し、全量フラスコ 1 000 mL に入れる。これに塩酸 5 mL を加えて、標線まで水を加えて混合する。この溶液 1 mL は、鉄 50 µg を含む。

C.2.8 鉄標準液 (10 mg/L) 50 mg/L 鉄標準液 (C.2.7 参照) 50.0 mL を分取し、全量フラスコ 250 mL に入れる。これに塩酸 1 mL を加えて、標線まで水を加えて混合する。この溶液 1 mL は、鉄 10 µg を含む。

なお、市販の標準鉄水溶液があれば、C.2.7 及び C.2.8 の代わりに用いてもよい。

C.3 器具及び装置

器具及び装置は、A.3 による。

C.4 試験の手順

C.4.1 試料

試料は、A.4.1 による。

C.4.2 空試験

空試験は、A.4.2 による。

C.4.3 検量線

C.4.3.1 標準液

6本の全量フラスコ 50 mL に表 C.1 に示す量の 10 mg/L 鉄標準液（C.2.8 参照）をそれぞれ入れて、標線まで水を加えて混合する。

表 C.1—鉄標準液

標準液(C.2.8)の量 mL	鉄濃度 mg/L
0.5	0.1
2.5	0.5
5.0	1.0
10.0	2.0
15.0	3.0
25.0	5.0

C.4.3.2 標準液の吸光度測定

準備した各標準液（C.4.3.1 参照）を原子吸光分析装置を用いて、操作マニュアルに従って波長 248.3 nm で吸光度を測定する。それぞれの標準液を測定後は、フレーム中に水を通し、バーナをよく洗浄する。

C.4.3.3 グラフの作成

グラフは、横軸を鉄濃度 (mg/L)、縦軸を吸光度として、測定値をプロットし作成する。

C.4.4 試料の測定

C.4.4.1 試験液の準備

試験液の準備は、A.4.4.1 による。

C.4.4.2 試験液の吸光度測定

試験液の吸光度測定は、次による。

- 試験液（C.4.4.1 参照）及び空試験液（C.4.2 参照）を、原子吸光分析装置を用いて、操作マニュアルに従って波長 248.3 nm で吸光度を測定する。
- この測定を繰り返し行い、試験液及び空試験液の吸光度の平均値を記録する。
- 測定ごとにフレーム中に水を導入する。
- 試験液の吸光度が標準試料の一番高い鉄濃度の吸光度よりも大きい場合には、試料液 5 mL を水で薄めて 100 mL にして再度測定を行う。薄めた溶液の結果で計算する。

C.5 試験結果の表示

試験結果の表示は、次による。

- 検量線を用いて、試験液及び空試験液の鉄濃度を各々の吸光度から求める (M_1 , M_2)。
- 鉄含有量 $\omega(\text{Fe})$ は、次の式によって算出する。

$$\omega(\text{Fe}) = \frac{M_1 - M_2}{m_0} \times 10$$

ここに、
 $\omega(\text{Fe})$: 鉄含有量 (μg/g)
 M_1 : 試験液の鉄濃度 (mg/L)
 M_2 : 空試験液の鉄濃度 (mg/L)
 m_0 : 試料の質量 (g)

C.4.4.2 の手順に従って、試験液を薄めている場合には、右辺の式に 20 を乗じる。結果を 0.1 μg/g のけたまで表す。

附属書 D

(規定)

窒素吸着法による比表面積の求め方 (定量)

序文

この附属書は、シリカの特性を求める試験方法における窒素吸着法による比表面積の求め方 (定量) について規定する。

D.1 原理

同容量の 2 個のフラスコの一方には試料を入れ、もう一方のフラスコは空のままで、常温及び大気圧下で、それぞれを窒素で満たす。この 2 個のフラスコを液体窒素に浸す。

この温度で、試料は窒素を吸着し、試料を入れたフラスコと空のフラスコとの間に圧力差が生じる。差圧計を用いて圧力差を測定する。得られた圧力差、窒素を満たしたときの圧力及び試料の質量から、比表面積を算出する。この方法は ISO 4652-1 : 1994 の箇条 4 (B 法) に規定する方法と同様である。

警告 この測定を行う場合には、健康及び安全に対する適切な処置を取らなければならない。

D.2 試薬

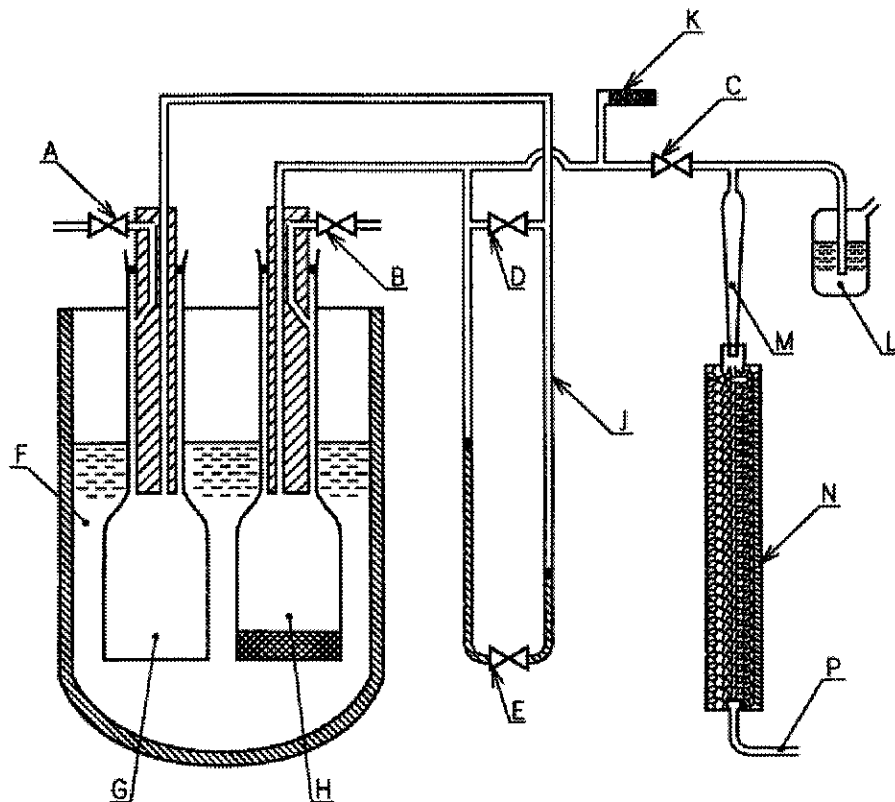
D.2.1 窒素 窒素は、圧力容器中のもの又は他の窒素精製装置から供給されるもので、組成が既知のものをを用いる。

D.2.2 液体窒素

D.3 器具及び装置

D.3.1 吸着装置¹⁾ の構成 (図 D.1 参照) 吸着装置の構成は、次による。

- a) 比較用フラスコ (G) と試料用フラスコ (H) とを、ガス漏れしないように配管で連結する。フラスコには、大気と連絡できるバルブ A 及びバルブ B がある。吸着させる窒素は、それぞれのフラスコに供給する。
- b) フラスコは、急激な温度変化に耐え得るガラス製で、容量約 100 mL のものを用いる。また、各フラスコを補償容積の校正なしに用いるために、2 個のフラスコ間の容量差は 0.1 % を超えてはならない。フラスコに入れるガラス管は、内径 5.00 ± 0.02 mm の精密な管で作る。
- c) 2 個のフラスコの間には、U 字管の差圧計を取り付ける。差圧計は、キャピラリーチューブで 2 個の吸着用フラスコに連結する。バルブ D で二つの吸着容器を分離又は連結できる。バルブ E で差圧計の両側の液体を分離又は連結できる。差圧計の測定液にはフタル酸ジブチル (DBP) を用いる。
- d) 窒素の吸着による容積の変化を正確に計算するために、差圧計の二つの腕は、内径 5.00 ± 0.02 mm の精密なガラス管で作る。試料用フラスコ (H) に接続するキャピラリーの長さは短いので、装置を準備するときに調整する補償容積として考慮する (D.7 参照)。



A～E : バルブ	K : 補償容積
F : ジュワー瓶	L : 安全バルブ
G : 比較用フラスコ	M : 流量計
H : 試料用フラスコ	N : 乾燥塔
J : 差圧計	P : 窒素入口

図 D.1—吸着装置の例

- e) 窒素は、バルブ C を通して供給する。バルブ A、バルブ B 及びバルブ D が開いている場合、両フラスコに窒素が流れる。バルブ A 及びバルブ D が閉じている場合、比較用フラスコ (G) は閉じており、試料用フラスコ (H) だけを窒素で置換できる。
- f) 測定を行うとき、バルブ A、バルブ B 及びバルブ C で囲む容積の部分だけを液体窒素によって測定温度に冷却する。常温又は常温に近い残りの容積は、全体の 10 % 以下にしなければならない。吸着フラスコの接続配管はキャピラリーであり、フラスコの首部もキャピラリーでほぼ完全に占める。これによって、室温にさらされる容積を最小に保持できる。

注記 新しい装置を使用した場合の調整の手順は、D.7 による。

注¹⁾ 吸着装置及び調整用サーモスタットは、Juwe GmbH 社 (Fuggerstr. 6, D-41352 Korschenbroich, Germany) 又は柴田化学器械工業株式会社から入手できる。この情報は、この規格の利用者の便宜のために参考として示すものであり、これによって指定又は承認するものではない。他の装置も、指定された要件を満たす場合は用いることができる。

D.3.2 調整用サーモスタット¹⁾ 調整用サーモスタットは、吸着フラスコの温度を一定に保つことができ、

窒素で置換又は脱気できるものを用いる。

D.3.3 はかり はかりは、0.1 mg までひょう量できるものを用いる。

D.3.4 乾燥器 乾燥器は、 105 ± 2 °C に維持できるものを用いる。

D.3.5 冷却容器 冷却容器は、液体窒素を入れることができるものを用いる。

D.4 試料の採取

試料の採取は、次による。

- a) 差圧計の読みは最大 400 mm であり、これは約 50 m² の表面積に相当する。試料質量は差圧計の Δh が 50 mm 以上となるように調整する。試料の比表面積の推定が困難なときには、幾つかの水準の試料質量で予備試験を行い、適切な試料質量を設定する。

注記 試料の比表面積に対応する試料質量は、表 D.1 を参照。

表 D.1—比表面積別試料質量の推奨値

比表面積 m ² /g	試料質量 g
20	0.6~0.8
30	0.4~0.6
40	0.3~0.5
80	0.2~0.3
120	0.15~0.2
140	0.1~0.15
> 200	< 0.1

- b) 予備乾燥していないシリカ試料を、ひょう量した試料用フラスコに、じょうごを用いて入れる。このとき、フラスコの壁及び首部に試料が付着しないように注意する。シリカの静電気による帯電及びこれによるフラスコ首部への付着を避けるために、ひょう量前後にフラスコを接地された銅板上に置く。
- c) 試料を入れた試料用フラスコの質量から、空の試料用フラスコの質量を差し引いて、試料の質量を 0.1 mg のけたまで求める。
- d) 実際のシリカ含有量を求めるため、試料用フラスコに入った試料質量から水分量を差し引く必要がある。このため、吸着装置フラスコ内のシリカ試料をひょう量後、ただちに、別のシリカ試料を用いて次のようにして水分量を求める。シリカ試料約 2 g を、すりガラスの栓が付いたひょう量瓶に 0.1 mg のけたまではかりとる。ひょう量瓶の栓を開けて、試料を乾燥器 (D.3.4 参照) を用いて温度 105 ± 2 °C で 2 時間乾燥する。乾燥器内のひょう量瓶に栓をして、デシケータに移し、室温まで放冷後、栓の付いたひょう量瓶と試料質量との合計を 0.1 mg のけたまではかる。乾燥前後の質量差から、試料中の水分量を算出する。
- e) 比表面積を求める前に、試料表面に吸着している物質をできるだけ除去するために、窒素で置換する。
- f) 150~160 °C (155~160 °C が望ましい) に調整したサーモスタットで囲い、 60 ± 5 min の間この脱着を行う。サーモスタットの熱電対をフラスコの底から 3 cm 上に位置するように調整する。フラスコを流れる窒素流量を 75 cm³/min に調整する。
- g) 脱着後、窒素を流しながら試料を室温まで放冷し、試験を行うまで密閉しておく。

D.5 試験の手順

試験の手順は、次による。

- a) 試料の入った試料用フラスコ (H) と窒素源とを連結し、バルブ B 及びバルブ C を開けて、バルブ D, バルブ A 及びバルブ E を閉じ、窒素を試料用フラスコに流す。
- b) バルブ D, バルブ A 及びバルブ E を開き、窒素を流しながら、両方のフラスコを 23 ± 2 °C に調整した水浴に浸す。
- c) 10～15 分後に、バルブ A, バルブ B, バルブ C 及びバルブ D を閉じて、フラスコ間で圧力差があるかどうかを確かめる。このとき圧力差があれば、再度バルブ D, バルブ C, バルブ B 及びバルブ A を順に開けて窒素を流す。バルブ A, バルブ B, バルブ C 及びバルブ D を閉じ、圧力差がないことを確認する。
- d) 圧力が平衡に達したらバルブ E を閉じ、バルブ C を閉じて窒素の供給を止める。
- e) フラスコを水浴から取り出し、フラスコの水滴をぬぐう。フラスコの首部にある下側の標線まで冷却容器 (D.3.5 参照) の液体窒素に浸し、1 分後にゆっくりとバルブ E を開ける。
- f) 差圧が安定してから、差圧計の読み (Δh) を 0.5 mm のけたまで読みとる。
- g) バルブ E を閉じる。フラスコから冷却容器を取り外し、約 40 °C に調整した水浴を取り付ける。数分後に窒素を流し、バルブ D, バルブ C, バルブ B, バルブ A 及びバルブ E を順に開ける。
- h) 連結配管が室温に達した後、バルブ A, バルブ D 及びバルブ E を閉じて、バルブ B 及びバルブ C を開いて試料用フラスコを取り外す。

D.6 試験結果の表示

D.6.1 計算による方法

窒素吸着比表面積 S_m は、次の式 (1) 及び式 (2) によって算出する。

$$S_m = 1.174 \times 10^{-7} \left[\frac{(1.05 \times 10^5) - p}{m} \right] \times \left[(13.71 + 6.656 \times 10^{-5} p) \Delta h + \frac{m}{\rho} \left(\frac{p}{77.6} - \frac{p_B}{295} \right) \right] \dots (1)$$

ここに、
 S_m : 窒素吸着比表面積 (m^2/g)
 p : 平衡圧力 (Pa)
 m : 水分量で校正した試料質量 (g)
 Δh : 差圧計の読み (mm)
 p_B : 大気圧 (Pa)
 ρ : 試料の密度 (2.0 g/cm^3)

$$p = \frac{109.6 p_B}{393.1 + (9.82 \times 10^{-3} \Delta h)} - 10.29 \Delta h \dots (2)$$

なお、比表面積が $1 \text{ m}^2/\text{g}$ 以上の場合は、

$$\frac{m}{\rho} \left(\frac{p}{77.6} - \frac{p_B}{295} \right)$$

の項は無視できる。結果を $1 \text{ m}^2/\text{g}$ のけたまで表す。

D.6.2 計算図表を用いる方法

計算は、計算図表 (図 D.2 参照) を用いて簡略化してもよい。

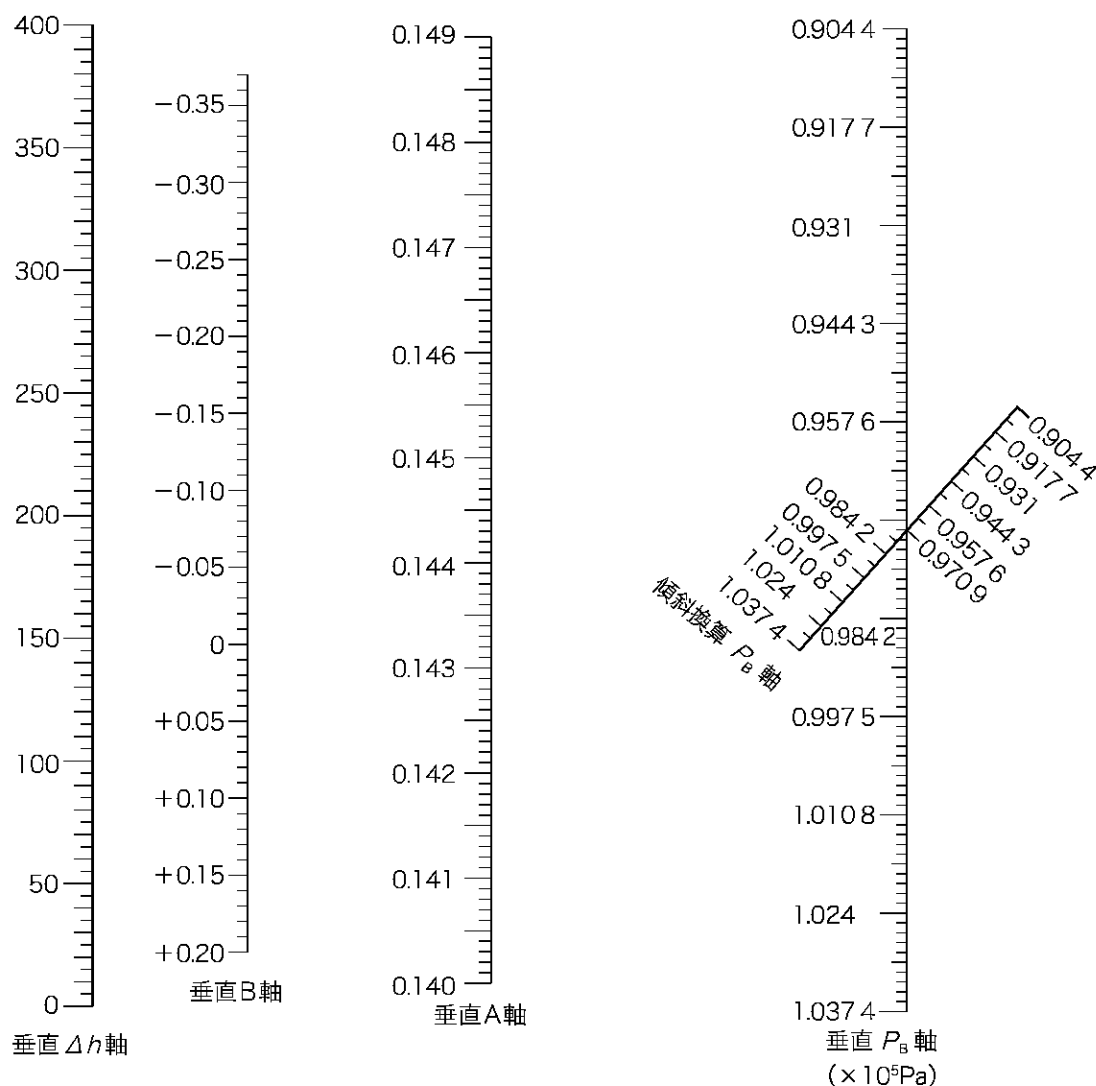


図 D.2—計算図表

垂直 Δh 軸上の測定値と垂直 p_B 軸上の測定値とを直線で結び、垂直 A 軸との交点を読みとり、その値 A を記録する。

垂直 Δh 軸上の測定値と傾斜換算 p_B 軸上の測定値とを直線で結び、垂直 B 軸との交点を読みとり、その値 B を記録する。

窒素吸着比表面積 S_m を、次の式 (3) によって算出する。

$$S_m = \frac{A \times \Delta h}{m} + \frac{B}{\rho \times p} \quad \text{..... (3)}$$

ここに、

S_m : 窒素吸着比表面積 (m^2/g)

A 及び B : 図 D.2 の計算図表から求めた値

Δh , m , ρ 及び p : D.6.1 参照

結果を $1 \text{ m}^2/\text{g}$ のけたまで表す。

D.7 吸着装置の調整方法

D.7.1 一般

新しい装置を使用できる状態にするとき又は手持ちの装置を点検するときは、補償容積 (図 D.1 の K)

が正しく調整されていること及び装置の気密性が保たれていることを確認しなければならない。

D.7.2 容積差比較試験

容積差比較試験は、次による。

- a) フラスコ間の容積差比較試験では、バルブ D の気密性が重要である (D.7.3 参照)。
- b) 空のフラスコを装置に取り付ける。次に、すべてのバルブを開けて装置内を窒素で置換する。このときの流量は、 $2.8 \pm 0.15 \text{ cm}^3/\text{s}$ とする。
- c) 窒素を流しながら、フラスコの下側の標線まで $23 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ の水浴に浸し、両フラスコが等しい温度になるようにする。温度が等しくなった後 (少なくとも 10 分後)、バルブ A、バルブ B、バルブ C、バルブ D の順に閉じて、装置を大気から遮断し、フラスコ間の連結を断つ。バルブ D を閉じて 2 分以内に圧力差を生じた場合、フラスコ間に温度差があることを示している。このときは、バルブ D、バルブ C、バルブ B、バルブ A の順に開けて再度装置内を窒素で置換する。数分後に圧力差の有無を確認する。圧力差のないことを確認した後、バルブ E を閉じる。水浴を外し、フラスコの水滴をぬぐい、首部の下側の標線まで冷却容器に入った液体窒素に浸す。
- d) フラスコが液体窒素温度に達してから (空のフラスコの場合には約 1 分)、ゆっくりバルブ E を開ける。比較用フラスコの容積と試料用フラスコの容積とが等しければ、圧力差がない。このときはバルブ E を閉じて、バルブ D を開ける。その後に冷却容器を取り外し、フラスコを徐々に温めるために約 $40 \text{ }^\circ\text{C}$ の水浴に浸す。フラスコがおおよそ室温に達してから水浴を取り外す。数分後、バルブ C、バルブ B、バルブ A をこの順で開けて装置内を窒素で置換する。
- e) フラスコを冷却したり、温めたりすると短時間に大きな圧力差を生じることがある。このとき U 字管の中のフタル酸ジブチルが装置の一方に入り込むことがあるので、バルブ E を開けてもそのようなことが起こらないようにしなければならない。
- f) 装置の調整中に圧力差が生じた場合、補償容積を室温で調整して、差圧計の両側の容積が等しくなるようにしなければならない。容積のバランスをとるために、この操作を繰り返す。

D.7.3 気密試験

バルブ E をゆっくり開け、液体窒素温度で容積のバランスをとっているときに、圧力差が増え続ける又は大きな (400 mm を超える) 圧力差を生じる場合、装置のガス漏れがあることを示している (バルブ A、バルブ B 及びバルブ C)。

バルブ D の気密性は圧力差から確認できないので、別の試験で確かめなければならない。この試験は、次のように行う。冷却容器に入れた液体窒素にフラスコを浸し、バルブ B、バルブ C 及びバルブ D を閉じて、バルブ A 及びバルブ E を開ける。バルブ A によって液柱で 300 mm の圧力差とした後、再びバルブ A を閉じ、圧力差の変化を観察する。

バルブ D の漏れによって生じる液柱の圧力差の変動は、10 分間で 1 mm 以下でなければならない。

D.7.4 操作試験

装置が正しく操作されているかどうかは、比表面積既知のシリカの比表面積を、使用前又は使用中に同じ方法で時々測定して確認する。

D.7.5 保守

U 字管内のフタル酸ジブチルは、汚染された場合、又は少なくとも 1 年に一度、交換しなければならない。乾燥塔内のシリカゲルも劣化した場合には、交換する。

附属書 E (規定) 多点窒素吸着法 (BET 法) による比表面積の求め方 (定量)

序文

この附属書は、シリカの特性を求める試験方法における多点窒素吸着法 (BET 法) による比表面積の求め方 (定量) について規定する。

E.1 適用範囲

この附属書は、Brunauer, Emmett 及び Teller (BET) ガス吸着理論に基づく多点法によるシリカの比表面積の求め方について規定する。ISO 18852 に規定するこの試験方法は、試料の調製及び取扱い、装置の校正、実験データに必要な精度並びに得られたデータを用いた比表面積の算出方法について規定する。

この試験方法は、比表面積 10~500 m²/g であるシリカの、窒素吸着法による比表面積を求めるために用いる。

E.2 原理

原理は、次による。

- a) この試験方法は、窒素分子の吸着によるシリカの比表面積の測定に用いる。
- b) 他の固体と同様に、シリカは特定条件下で窒素を吸着する。分圧の上昇に伴いシリカ表面を覆う窒素分子も増加する。ある段階において、窒素吸着分子はシリカ表面上に単分子層を形成する。

注記 この単分子層の量は、BET 式を用いて計算する。これを、窒素分子によって占められた面積と組み合わせ、固体の全表面積を求めることができる。

- c) この試験方法は、液体窒素温度において、幾つかの水準（少なくとも五つの水準）の窒素分圧下で、吸着窒素単分子層の量を測定する。
- d) 比表面積を測定する前に、シリカの表面に既に吸着している物質を除去することが必要である。減圧下での加熱による、この吸着異物除去は、二つの潜在的な誤差の可能性を取り除く。一つは異物の量、もう一つは異物が占める表面積に依存する誤差である。

E.3 試験の手順

試験の手順は、次による。

- a) 試料の採取は、JIS K 5600-1-2 による。
- b) 試験の手順は、試験開始前に試料を 110±5 °C で予備乾燥することを除き、ISO 18852 に従って行う。
- c) シリカの乾燥は、静電気の発生によって粉の取扱いが難しくなるため、水分量を 1 % 以上 (2~6 % の範囲が望ましい。) に保たなければならない。

注記 STSA (Statistical thickness surface area) のシリカへの適用法は、まだ確立されていない。

附属書 F

(規定)

粒状シリカの粒度分布の求め方 (定量)

序文

この附属書は、シリカの特性を求める試験方法における粒状シリカの粒度分布の求め方 (定量) について規定する。

F.1 原理

試料となる粒状シリカを層状のふるい (F.3.2 参照) の上にのせ、5 分間ふるいにかける。すべてのふるいを通った試料の質量、又は様々な大きさのふるいの上に残った試料の各々の質量から粒度分布を求める。この試験方法は、すべての種類の粒状シリカに適用する。

F.2 試料の採取

試料の採取は、JIS K 5600-1-2 又は JIS K 6216-1 による。

F.3 器具及び装置

器具及び装置は、次による。

F.3.1 ふるい振とう機²⁾

注²⁾ ふるい振とう機として、ロータップ式ふるい振とう機を用いることができる。この装置は W.S.Tyler 社 (8570 Tyler Boulevard, Mentor, Ohio 44060, USA) 又は筒井理化学器械株式会社から入手できる。この情報は、この規格の利用者の便宜のために参考として示すものであり、これによって指定又は承認するものではない。他の装置も、指定された要件を満たす場合は用いることができる。

F.3.2 ふるい ふるいは、JIS Z 8801-1 に規定する直径 200 mm、高さ 25 mm 又は 45 mm、目開きが 300 μm 及び 75 μm の標準網ふるいで、振とう機に合うものを用いる。

F.3.3 はかり はかりは、0.001 g までひょう量できるものを用いる。

F.4 試験の手順

試験の手順は、次による。

- a) 受け皿、目開き 75 μm のふるい及び目開き 300 μm のふるいの質量を、0.01 g のけたまではかる。
- b) 試料約 100 g を 0.01 g のけたまではかる (m_0)。また、試料 10 g を用いてもよい。
- c) ふるいを次の順序で下から上に向けて積み重ねる。
受け皿
目開き 75 μm のふるい
目開き 300 μm のふるい
- d) 試料を目開き 300 μm のふるいに投入し、ふるいのカバーを装着する。
- e) 組み立てたふるいを振とう機の上部にある留め金のところまでもち上げて、ちょう (蝶) ナットでしっかりと固定する。

- f) ハンマーを作動位置に置く。
- g) 設定した振とう時間に達すると、機器が自動的に停止する。
- h) ふるい及び受け皿の質量をはかる。
- i) ふるい及び受け皿にある試料の質量を算出する (m_1 , m_2 , m_3)。

F.5 試験結果の表示

受け皿にあるシリカは微粉分である。試験結果は、F.4 によって求めた試料質量の質量分率 (%) によって表す。

$$M_1 = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

$$M_2 = \frac{m_2}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

$$M_3 = \frac{m_3}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

ここに,	M_1 :	300 μm 以上のシリカの割合 (%)
	M_2 :	75~300 μm のシリカの割合 (%)
	M_3 :	微粉分の割合 (%)
	m_0 :	試料の質量 (g)
	m_1 :	目開き 300 μm のふるい上に残ったシリカの質量 (g)
	m_2 :	目開き 75 μm のふるい上に残ったシリカの質量 (g)
	m_3 :	受け皿に残ったシリカの質量 (g)

附属書 G

(規定)

CTAB 吸着法による比表面積の求め方 (定量)

序文

この附属書は、シリカの特性を求める試験方法における CTAB 吸着法による比表面積の求め方 (定量) について規定する。

G1 適用範囲

この附属書は、シリカの外面、すなわち非孔性の表面を反映した CTAB (臭化 *n*-ヘキサデシルトリメチルアンモニウム) 比表面積の求め方について規定する。

G2 原理

シリカ試料に CTAB 溶液を添加する。かくはん下で懸濁液を生成させ、シリカ表面に CTAB を吸着させる。液相の分離後、非吸着の CTAB を濁り滴定によって求める。

G3 試薬

試薬は、日本工業規格が制定されている場合には、それを用いる。

G3.1 ほう酸緩衝液 (pH 9.6) 蒸留水又は脱イオン水 (G3.4 参照) 500 mL を入れた全量フラスコ 1 000 mL (G4.15 参照) に、JIS K 8863 に規定するほう酸 3.101 g 及び JIS K 8121 に規定する塩化カリウム 3.708 g を添加し、JIS K 8576 に規定する水酸化ナトリウムを用いて作成した 1 mol/L の水酸化ナトリウム水溶液 36.85 mL をピペット (G4.13 参照) で添加する。固形分が溶解した後、全量フラスコに蒸留水又は脱イオン水を加え、マグネチックスターラで均一化する。

G3.2 CTAB 溶液 (0.0151 mol/L) 緩衝液 (G3.1 参照) 350 mL 及び蒸留水又は脱イオン水約 500 mL を入れた全量フラスコ 1 000 mL に、純度 99 % 以上の試薬グレード CTAB 5.50 g を溶解する。蒸留水又は脱イオン水を標線まで加え、溶液を 27~37 °C に温め溶解を進める。使用前に 22~25 °C に冷却する。

CTAB の結晶化の原因となるので、貯蔵時の温度が 22 °C 未満にならないように注意する。

G3.3 エアロゾル OT (スルホコはく酸ジ-2-エチルヘキシルナトリウム) 溶液 (0.003 89 mol/L) マグネチックスターラで 48 時間、激しくかくはんしながら、エアロゾル OT 1.730 g を蒸留水又は脱イオン水 1 000 mL に溶解する。使用前に 12 日間静置する。溶液はきつくふたをして冷所に貯蔵する。エアロゾル OT 溶液はゆっくりと生化学分解するおそれがあるので、2 か月以上の貯蔵は避ける。いったん開封したら、固形エアロゾル OT は、デシケータ中に保管する。

G3.4 蒸留水又は脱イオン水 蒸留水又は脱イオン水は、JIS K 0050 : 2005 の 8.1 に規定する種別 A3 又は A4 のいずれかを用いる。

G4 器具及び装置

器具及び装置は、次による。

G4.1 自動滴定装置 自動滴定装置は、波長 550 nm で光透過率を測定する光電検知機又は光度計及び 20 mL のビュレットを備えたもの。

G4.2 はかり はかりは、0.1 mg までひょう量できるもの。

G4.3 マグネチックスターラ

G4.4 マグネチックスピンバ

G4.5 メンブランフィルタ メンブランフィルタは、直径 47 mm 及び目開き 0.1 μm のもの。

G4.6 フィルタホルダ

G4.7 試料採取シリンダ 試料採取シリンダは、容積 30 mL でステンレススチール製、かつ、圧力 0.7 MPa に耐えるもの。

G4.8 遠心沈降機

G4.9 遠心沈降チューブ

G4.10 シリンジ

G4.11 シリンジ用フィルタ シリンジ用フィルタは、目開き 0.45 μm のものを用いることが望ましい。

G4.12 ガラス薬瓶

G4.13 ピペット ピペットは、JIS R 3505 に規定するクラス A の 5 mL、10 mL 及び 30 mL のもの。

G4.14 乾燥器 乾燥器は、 105 ± 1 $^{\circ}\text{C}$ に維持できるもの。

G4.15 全量フラスコ 全量フラスコは、容量 1 000 mL のもの。

G4.16 ビーカ

G4.17 ガラス・カロメル結合電極

G4.18 pH 計

G4.19 乳鉢及び乳棒

G4.20 ふるい ふるいは、目開き 150 μm のふるい及び受け皿を用いる。

G.5 試料調製

シリカは、事前乾燥することなく試験する。造粒されたシリカは、乳鉢及び乳棒で飛散しないように粉砕し、ふるい（G4.20 参照）に通す。

G.6 試験の手順

G6.1 試料

ふるいを通過したシリカ試料を 0.1 mg のけたまでガラス薬瓶中にひょう量し、質量 (m) を記録する。適切な試料質量を表 G.1 に示す。

表 G.1—比表面積及び試料質量

比表面積 (目安) m^2/g	試料質量 g
50	1.000
90	0.600
120	0.450
175	0.300
200	0.270

G6.2 吸着

吸着の手順は、次による。

a) マグネチックスピンバをガラス薬瓶に挿入し、CTAB 溶液（G3.2 参照）30.0 mL (V_1) を加える。この

とき溶液が泡立たないように注意する。CTAB 溶液 30.0 mL と質量で等価量 (g 単位) の CTAB 溶液を添加することもできる。CTAB 溶液の容積を変える場合には、CTAB 溶液の容積に比例してシリカ試料の量を変える必要がある。

- b) ガラス薬瓶にふたをし、35 分間かくはんする。懸濁液の温度を 23～27 °C に保持する。

G.6.3 分離方法

G.6.3.1 一般

CTAB 溶液からシリカを分離する方法は、次のいずれかの方法を用いる。

- a) 遠心沈降機を用いる分離 (G.6.3.2 参照)
- b) シリンジを用いる分離 (G.6.3.3 参照)
- c) メンブランフィルタを用いる分離 (G.6.3.4 参照)

G.6.3.2 遠心沈降機を用いる分離

遠心沈降機を用いる分離は、次による。

- a) シリカ及び CTAB 溶液の懸濁液を入れた遠心沈降チューブを遠心沈降機に挿入し、装置をスタートする。濁りのない上澄み液が生成するように遠心沈降条件を選択する。稼動中、溶液の温度を 27 °C 以下に保つ。
- b) 液相から滴定用の試料を採る (G.6.4 参照)。

G.6.3.3 シリンジを用いる分離

シリンジを用いる分離は、次による。

- a) 適正なシリンジにシリカの懸濁液 20 mL を満たす。
- b) 液相から滴定用の試料を採る (G.6.4 参照)。

G.6.3.4 メンブランフィルタを用いる分離

メンブランフィルタを用いる分離は、次による。

- a) 試料瓶の外側の付着水をぬぐう。試料を小さなじょうごを通して圧力セルに注ぐ。セルを圧力マニホールドにつなぎ、空気又は窒素による 0.7 MPa 加圧下でろ過する。ろ液の最初の 5 mL は捨て、ろ液の残りをガラス薬瓶に捕集する。捕集したろ液を均一化するため、かくはんする。
- b) 液相から滴定用のサンプルを採る (G.6.4 参照)。

G.6.4 滴定の手順

滴定の手順は、次による。

- a) 操作マニュアルに従って、自動滴定装置 (G.4.1 参照) を調整する。滴定パラメータを選択し、滴定の初期段階ではエアロゾル OT 溶液の添加速度を速くし (代表例として、 $10 \text{ cm}^3/\text{min}$ 又は $170 \text{ mm}^3/\text{s}$)、終点近くの滴定曲線の傾きに合わせて添加速度を遅くする (代表例として、 $0.4 \text{ cm}^3/\text{min}$ 又は $7 \text{ mm}^3/\text{s}$)。
- b) G.6.3.2, G.6.3.3 又は G.6.3.4 で得られた CTAB 溶液 10 mL をピペットではかりとり、ビーカー中でエアロゾル OT 溶液滴定する。過剰な泡立ちを避けるように注意する。
- c) 蒸留水又は脱イオン水 50 mL を添加する。
- d) ビーカを自動滴定装置にセットし、泡の発生がないように効果的な混合ができるように、かくはん速度を調整する。
- e) 滴定をスタートし、終点すなわち滴定曲線の変曲点に到達したときに、自動的に終了する。
- f) テストは複数回行う。

G.6.5 溶液の標準化

溶液の標準化は、次による。

- a) CTAB 溶液 5 mL に対するエアロゾル OT 溶液の消費量は、測定ごとに確認する（ブランク値 V_0 ）。
- b) CTAB 溶液 5 mL をピペットではかりとり、ビーカーに入れる。
- c) 蒸留水又は脱イオン水 55 mL を加える。
- d) G.6.4 の d) 及び e) の手順に従う。
- e) ブランク値を 3 回測定し、その平均値を計算式（G.7 参照）に用いる。

G.7 試験結果の表示

G.7.1 CTAB 溶液の濃度は正確に 0.015 1 mol/L と仮定できるが、エアロゾル OT 溶液の濃度は CTAB 溶液 5 mL の滴定から、次の式 (1) によって算出する（G.6.5 参照）。

$$c_{OT} = \frac{0.015 \text{ 1} \times 5}{V_0} \dots\dots\dots (1)$$

ここに、
 c_{OT} : エアロゾル OT 溶液の濃度 (mol/L)
 V_0 : ブランク滴定に要するエアロゾル OT 溶液の平均容積 (mL)

G.7.2 シリカに吸着された CTAB 量 (N_{ad}) は、次の式 (2) によって算出する。

$$N_{ad} = (2V_0 - V) \times c_{OT} \times \frac{1}{m} \times \frac{V_i}{V_t} \dots\dots\dots (2)$$

ここに、
 N_{ad} : シリカに吸着された CTAB 量 (mmol/g)
 V : 溶液 10 mL に対するエアロゾル OT 溶液の滴定容積 (mL)
 m : 試料の質量 (g)
 V_i : シリカに加えた CTAB 溶液の容積 (mL)
 V_t : 滴定に使用した CTAB 溶液の容積（ここでは 10 mL）

G.7.3 吸着された CTAB 分子 1 個の面積 A_{CTAB} を 0.35 nm^2 と仮定すると、比表面積 S' は次の式 (3) によって算出する。

$$S' = \frac{N_{ad} \times 0.35 \times 10^{-18} \times N_A}{1000} \dots\dots\dots (3)$$

ここに、
 S' : 比表面積 (m^2/g)
 N_A : アボガドロ定数 6.022×10^{23}

G.7.4 CTAB 比表面積は 105 °C で 2 時間乾燥したシリカに適用する〔乾燥手順は、D.4 d) を参照。〕。CTAB 比表面積 S は、次の式 (4) による。

$$S = \frac{S' \times 100}{(100 - VM)} \dots\dots\dots (4)$$

ここに、
 S : 乾燥シリカの CTAB 比表面積 (m^2/g)
 VM : シリカの揮発分 (%)

式 (4) に式 (2) 及び式 (3) を代入し、式 (5) となる。

$$S = \frac{(2V_0 - V) \times c_{OT} \times A_{CTAB} \times N_A \times V_i \times 100}{m \times (100 - VM) \times V_t \times 1000} \dots\dots\dots (5)$$

式 (5) に式 (1) 及び数値既知の値を代入し、式 (6) となる。

$$S = \frac{(2V_0 - V) \times 0.0151 \times 5 \times (0.35 \times 10^{-18}) \times (6.022 \times 10^{23}) \times 30 \times 100}{V_0 \times m \times (100 - VM) \times 10 \times 1000} \dots\dots\dots (6)$$

式 (6) を数値計算し、式 (7) となる。

$$S = \frac{(2V_0 - V) \times 4774}{V_0 \times m \times (100 - VM)} \dots\dots\dots (7)$$

附属書 H (参考) シリカの分類及び物理的・化学的特性

序文

この附属書は、規格本体について補足するものであって、規定の一部ではない。

H.1 概要

シリカのグレード数が増加することを防ぐ目的で、グレード数を限定し、ゴムの配合剤用途に適した材料の代表特性を示す。ただし、この特性に合致しない材料がゴムの配合剤用途に不適であることを意味するものではない。

H.2 比表面積に基づく分類

表 H.1 ではシリカの六つのグレードについて示す。比表面積の測定方法は、附属書 D 又は附属書 E による。

表 H.1—シリカの分類

グレード	比表面積 m ² /g
A	≥ 191
B	161 ~ 190
C	136 ~ 160
D	106 ~ 135
E	71 ~ 105
F	≤70

H.3 代表的な物理的・化学的特性値

表 1 に示す試験方法で測定した代表的な物理的・化学的特性値を、表 H.2 に示す。

表 H.2—代表的な物理的・化学的特性値

項目	代表的特性値
シリカ含有量	90.0 % (質量分率) 以上
色	見本試料と同等
ふるい残分 (45 μm) 粉末状シリカ	0.5 % (質量分率) 以下
105 °Cの加熱減量	4.0 ~ 8.0 % (質量分率)
密度	2.0 g/cm ³
1 000 °Cの強熱減量	7.0 % (質量分率) 以下
pH	5.0 ~ 8.0
水可溶分	3 % (質量分率) 以下
銅含有量	30 μg/g 以下
マンガン含有量	50 μg/g 以下
鉄含有量	500 μg/g 以下

附属書 JA

(参考)

シリカ含有量の求め方 (定量)

序文

この附属書は、ISO 3262-19 : 2000 の箇条 6 を基に、技術的内容を変更することなく作成した、シリカ含有量の求め方 (定量) について記載するものであって、規定の一部ではない。

JA.1 原理

試料を塩酸で繰り返し処理し乾燥する。できるだけ不溶解の無水けい酸にするため、 140 ± 5 °C で 2 時間加熱する。熱希塩酸を用い、沈殿物から塩素分を完全に抽出除去する。不純物を含んだ二酸化けい素を硫酸及びふっ化水素酸で処理した沈殿物を $1\,000$ °C で強熱加熱する。四ふっ化けい素を蒸発させ、シリカ含有量を質量損失によって計算する。

JA.2 試薬

試薬は、日本工業規格が制定されている場合には、それを用いる。水は、JIS K 0050 : 2005 の 8.1 に規定する種別 A3 又は A4 のいずれかを用いる。

JA.2.1 塩酸 32 % (質量分率) 溶液 塩酸 32 % (質量分率) 溶液は、JIS K 8180 に規定する塩酸を用いて作製した、濃度約 32 % (質量分率)、密度 (20 °C) 1.16 g/cm^3 のもの。

JA.2.2 塩酸 (1+1) 溶液 塩酸 (1+1) 溶液は、塩酸 (JA.2.1 参照) 1 部 (体積) を水 1 部 (体積) に加えて作製したもの。

JA.2.3 硫酸 (1+1) 溶液 硫酸 (1+1) 溶液は、JIS K 8951 に規定する、濃度約 96 % (質量分率)、密度 (20 °C) 1.84 g/cm^3 の硫酸 1 部 (体積) をゆっくりと水 1 部 (体積) に加えて作製したもの。

JA.2.4 ふっ化水素酸 40 % (質量分率) 溶液 ふっ化水素酸 40 % (質量分率) 溶液は、JIS K 8819 に規定する、濃度約 40 % (質量分率)、密度 (20 °C) 1.13 g/cm^3 のもの。

JA.3 器具及び装置

器具及び装置は、次による。

JA.3.1 るつぼ

JA.3.2 白金るつぼ

JA.3.3 水浴 水浴は、 100 °C に維持できるもの。

JA.3.4 赤外線乾燥器

JA.3.5 マッフル炉 マッフル炉は、 $1\,000 \pm 20$ °C に維持できるもの。

JA.3.6 乾燥器 乾燥器は、 140 ± 5 °C に維持できるもの。

JA.3.7 ろ紙 ろ紙は、JIS P 3801 に規定するもので、沈殿物の最小粒子を保持できる組織をもち、かつ、急速ろ過にならないものを用いる³⁾。

注³⁾ 例えば、ワットマン No.40 (JIS P 3801 の JIS5 種 B 相当) 若しくは No.41 (JIS P 3801 の JIS5 種 A 相当) 又はシュラヘル・シュール No.589/2 バイスバンドを用いることができる。

JA.3.8 デシケータ

JA.4 試験の手順

JA.4.1 測定回数

測定は、2 度繰り返して行う。

JA.4.2 試験試料

試験試料は、JIS K 5600-1-2 に規定する方法に準じて採取し、約 1 g(m_0) を 0.1 mg のけたまでするつばにはかりとる。

JA.4.3 測定の手順

測定の手順は、次による。

- a) はかりとった試験試料に塩酸 (JA.2.1 参照) 20 mL をゆっくり加え、赤外線乾燥器で蒸発乾燥させる。再び塩酸 20 mL を加え、蒸発乾燥する。もう一度この操作を繰り返す。3 回の蒸発後、るつばを 140 ± 5 °C の乾燥器 (JA.3.6 参照) に 2 時間入れる。
- b) 乾燥器からるつばを取り出し冷却する。るつば中の残さに塩酸 (1+1) 溶液 (JA.2.2 参照) 50 mL を加え、100 °C の水浴 (JA.3.3 参照) で約 20 分間温める。ろ紙 (JA.3.7 参照) を用いてろ過し、熱水で残さを洗浄し、洗浄液が中性になるまで洗浄を行う。
- c) 元のるつばにろ過液及び洗浄液を注ぎ、蒸発乾燥させる。残さに塩酸 10 mL を加え、更に 2 回この蒸発を繰り返す。3 回の蒸発後、乾燥器で 140 ± 5 °C、2 時間加熱する。
- d) るつば中の残さに塩酸 (1+1) 溶液 20 mL を加え、100 °C 水浴で約 10 分間温める。新しいろ紙でろ過し、熱水で残さを洗浄し、洗浄液が中性になるまで洗浄を行う。
- e) 必要に応じて、洗浄液にろ過器を通過したシリカがないか確認を行う。
- f) 白金るつばに二組の洗浄済みの沈殿物及びろ紙を入れる。低温で乾燥炭化させ、恒量になるまで 1000 ± 20 °C のマッフル炉 (JA.3.5 参照) で強熱加熱し (約 1 時間行うのがよい。), デシケータ中で冷却する。強熱加熱した沈殿物 (m_1) を 0.1 mg のけたまではかる。
- g) 強熱加熱後の白金るつば中の沈殿物を 2~3 mL の蒸留水で湿らす。硫酸 (1+1) 溶液 (JA.2.3 参照) 1 mL 及びふっ化水素酸 (JA.2.4 参照) 15 mL を加え、シロップ状になるまで、沸騰しないように注意しながら蒸発させる。冷却し、少量の蒸留水で白金るつばの内側面の付着物を洗い落とす。
- h) ふっ化水素酸 10 mL を更に加え、蒸発乾燥させる。四ふっ化けい素の蒸発が完全でなければ、更にふっ化水素酸 10 mL を加え、再び蒸発乾燥させる。
- i) 白色蒸気が出なくなるまで残さを加熱し、その後 1000 ± 20 °C のマッフル炉で 30 分間強熱加熱する。炉から取り出してデシケータ中で冷却し、強熱加熱後の残さ (m_2) を 0.1 mg のけたまではかる。

JA.5 全強熱減量 [W(TLI)] の求め方 (定量)

全強熱減量定量のための試料は、JIS K 5600-1-2 に規定する方法に準じて採取し、約 1 g (m_3) を 0.1 mg のけたまで白金るつばにはかりとる。

なお、シリカ含有量定量のための試験試料 (JA.4.2 参照) のひょう量及び全強熱減量定量のための試料のひょう量は同時に行ってもよい。試料を 1000 ± 20 °C のマッフル炉で恒量になるまで強熱加熱し (約 2 時間行うのがよい。), デシケータ中で冷却する。強熱加熱した試料 (m_4) を、0.1 mg のけたまではかる。

JA.6 試験結果の表示

シリカ含有量 $W(\text{SiO}_2)$ は、次の式 (1) によって算出する。

$$W(\text{SiO}_2) = \frac{(m_1 - m_2)}{m_0 \times \left[1 - \frac{W(\text{TLI})}{100} \right]} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

ここに、 $W(\text{SiO}_2)$: シリカ含有量 (%)
 m_0 : 試験試料の質量 (g)
 m_1 : 1 000 ± 20 °C 強熱加熱後の無水不純シリカの質量 (g)
 m_2 : ふっ化水素酸で処理し、強熱加熱処理した後の残さの質量 (g)
 $W(\text{TLI})$: 次の式 (2) で求めた全強熱減量 (%)

全強熱減量 $W(\text{TLI})$ は、次の式 (2) によって算出する。

$$W(\text{TLI}) = \frac{m_3 - m_4}{m_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

ここに、 $W(\text{TLI})$: 全強熱減量 (%)
 m_3 : 強熱加熱前の試料の質量 (g)
 m_4 : 強熱過熱後の試料の質量 (g)

2 度の繰返し測定の前平均を計算し、結果を 0.1 % のけたまで表す。

附属書 JB (参考) 色の比較法

序文

この附属書は、ISO 3262-1 : 1997 の 5.1 を基に、技術的内容を変更することなく作成した、色の比較法について記載するものであって、規定の一部ではない。

JB.1 試験の手順

試験の手順は、次による。

- a) 試料及び受渡当事者間で合意した比較試料のほぼ同量を、一枚の白色紙の上に置いた基準ガラス板上に置く。
- b) 二つの試料の間に薄いガラス板を垂直に置き、仕切りを作る。
- c) 二つの試料が薄いガラス板に接触するまで、試料を圧縮する。
- d) ガラス板を除き、他のもう一つのガラス板で二つの山の表面を平らにし、観察前にそのガラス板を除く。
- e) 拡散光中で試料の色を調べるか又は良好な日光が利用できない場合、人工の光の中で色の比較を行う。
- f) 受渡当事者間での合意の下に二つの試料にアルコール又は水を数滴注意深く加え、くずれない程度に湿らす。前記と同じ方法で色の比較を繰り返す。

JB.2 試験結果の表示

受渡当事者間で合意した比較試料との対比で、同等性を表記する。

附属書 JC

(参考)

ふるい残分の求め方 (定量)

序文

この附属書は、ISO 3262-19 : 2000 の箇条 8 を基に、技術的内容を変更することなく作成した、ふるい残分の求め方 (スプレー法) について記載するものであって、規定の一部ではない。

JC.1 原理

試料 (シリカ) を水に懸濁させ、その懸濁液をふるいに注ぐ。水をスプレーヘッドによってふるいに吹き付け、やわらかい凝集物をほぐしてふるいにかける。ふるい上の残分を乾燥し、ひょう量する。

注記 ISO 3262-19 : 2000 の箇条 8 に規定されているスプレー法は、やわらかい凝集物にほぐす力を与える。この力は、沈降シリカ特有の物理特性のために必要である。

JC.2 試薬

JC.2.1 水道水 水道水は、大気圧から約 200 kPa 高い圧力でろ過したものをを用いる。圧力は、スプレーヘッドから流れる流量 13.5 ± 0.3 L/min で制御する。

JC.3 器具及び装置

器具及び装置は、次によるものに加え、一般的な実験装置及びガラス器具を用いる。

JC.3.1 ふるい ふるいは、金属の枠及びりん青銅製又はステンレス製の金網で構成され、目開き 45 μ m 及び直径 200 mm のもの。

なお、ふるい作業中の懸濁液の跳ね返りによるロスを防止するために、りん青銅製又はステンレス製で高さ約 200 mm、直径 200 mm より少し小さく、ふるいの上に適合する円筒形の跳ね返り防止具の使用が望ましい。

JC.3.2 ふるいホルダ

JC.3.3 スプレーヘッド スプレーヘッドは、直径 60 mm で、ドリルで開けられた 1.0 ± 0.1 mm の穴が 76 個あるもの。

JC.3.4 ひょう量瓶

JC.3.5 乾燥器 乾燥器は、 105 ± 2 °C に維持できるもの。

JC.4 試験の手順

JC.4.1 測定数

測定は、2 度繰り返して行う。

JC.4.2 試料

試料の質量(m_0)を 0.1 mg のけたまでひょう量し、適切なビーカに入れる。試料はふるい (JC.3.1 参照) の残分が十分得られる量でなければならない。通常、試料は 10~100 g 必要である。

JC.4.3 測定の手順

測定の手順は、次による。

- a) スムーズに流れる懸濁液を調製するために、ビーカーの水をガラス棒でかくはんし、適量の試料を分散させる。
- b) スプレーヘッド（JC.3.3 参照）からの水量を、 13.5 ± 0.3 L/min に調整する。
- c) 懸濁液を注ぎ、必要な場合は、ふるいの上からビーカーを水で洗い流す。
- d) スプレーヘッドをふるいの上約 15 cm に保持する。円を描くようにスプレーヘッドを動かし、ふるいの壁を水で洗い流す。この洗浄を 5 分続ける。
- e) 残分を乾燥器（JC.3.5 参照）で 2 時間、 105 ± 2 °C で乾燥する。
- f) 残分を前もってひょう量したひょう量瓶に移し、0.1 mg のけたまで残分の質量 (m_1) をひょう量する。
- g) 残分の内容を記録する（例えば、異物など）。

JC.5 試験結果の表示

ふるい残分 $w(R)$ は、次の式によって算出する。

$$w(R) = \frac{m_1}{m_0} \times 100$$

ここに、
 $w(R)$: ふるい残分 (%)
 m_0 : 試料の質量 (g)
 m_1 : 残分の質量 (g)

2 度の繰返し測定の平均を計算し、結果を 0.1 % のけたまで表す。

附属書 JD

(参考)

強熱減量の求め方 (定量)

序文

この附属書は、ISO 3262-1 : 1997 の 5.2 を基に、技術的内容を変更することなく作成した、強熱減量の求め方について記載するものであって、規定の一部ではない。

JD.1 原理

試験試料を 1 000 °C で強熱加熱し、加熱前と加熱後との質量差によって強熱減量を計算する。

JD.2 器具及び装置

器具及び装置は、一般的な実験装置及びガラス器具を用いる。

JD.2.1 浅い白金皿又は磁器皿

JD.2.2 マッフル炉

JD.3 試験の手順

試験の手順は、次による。

- a) JIS K 5101-15-1 に規定する方法によって、事前に乾燥し、風袋を測定した白金皿又は磁器皿に、試料約 2 g を 1 mg のけたまではかる (m_0)。
- b) 試料を 1 000 ± 25 °C のマッフル炉で強熱加熱した後、五酸化りんのような乾燥剤を入れたデシケータ中ですぐに冷やす (m_1)。

JD.4 試験結果の表示

強熱減量 LI は次の式によって算出し、質量分率で表す。

$$LI = \frac{(m_0 - m_1)}{m_0} \times 100$$

ここに、

LI : 強熱減量 (%)

m_0 : 強熱加熱前の試料の質量 (g)

m_1 : 強熱加熱後の試料の質量 (g)

附属書 JE

(参考)

JIS と対応する国際規格との対比表

JIS K 6430 : 2008 ゴム用配合剤—シリカー試験方法				ISO 5794-1 : 2005, Rubber compounding ingredients—Silica, precipitated, hydrated—Part 1 : Non-rubber tests 及び Technical Corrigendum 1 (2006)			
(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箇条ごとの評価及びその内容		(Ⅴ) JIS と国際規格との技術的差異の理由及び今後の対策
箇条番号及び名称	内容		箇条番号	内容	箇条ごとの評価	技術的差異の内容	
3 用語及び定義			3		追加	JIS K 6200 を追加。	試験の利便性のために追加したものであり、実質的な差異はない。
附属書 A (規定) 銅含有量の求め方 (定量)			附属書 A		追加	この試験方法で使用する試薬及び原子吸光分析装置は、JIS K 0050, JIS K 8180, JIS K 8819, JIS K 8951, JIS K 8541 及び JIS K 0121 に規定するものを引用した。	試験の利便性のために追加したものであり、実質的な差異はない。
附属書 B (規定) マンガン含有量の求め方 (定量)			附属書 B		追加	この試験方法で使用する試薬及び原子吸光分析装置は、JIS K 0050, JIS K 8180, JIS K 8819, JIS K 8951, JIS K 8541 及び JIS K 0121 に規定するものを引用した。	試験の利便性のために追加したものであり、実質的な差異はない。
附属書 C (規定) 鉄含有量の求め方 (定量)			附属書 C		追加	この試験方法で使用する試薬及び原子吸光分析装置は、JIS K 0050, JIS K 8180, JIS K 8819, JIS K 8951 及び JIS K 0121 に規定するものを引用した。	試験の利便性のために追加したものであり、実質的な差異はない。
附属書 F (規定) 粒状シリカの粒度 分布の求め方 (定量)			附属書 F		追加	ふるいの高さ 45 mm を追加。	試験の利便性のためで、ISO に追加を提案する。

(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箇条ごとの評価及 びその内容		(Ⅴ)JIS と国際規格との技術的差異の 理由及び今後の対策
箇条番号及び名称	内容		箇条番号	内容	箇条ごとの評価	技術的差異の内容	
附属書 G (規定) CTAB 吸着法によ る比表面積の求め 方 (定量)			附属書 G	G8 精度	追加 削除	この試験方法で使用する試薬は, JIS K 8121, JIS K 8576, JIS K 8863 に規定するものを引用し, 水は JIS K 0050 に規定するものを引用し, ピペットは JIS R 3505 で規定するものを引用した。	試験の利便性のために追加したものであり, 実質的な差異はない。 ここでの精度は, 基となるデータ計算方法を, ISO/TR 9272 から引用しているが, JIS では TR を引用できない。さらに, 個々の精度データの記載もないため, この規格から削除した。 なお, 削除しても技術的な差異はない。

JIS と国際規格との対応の程度の全体評価: ISO 5794-1 : 2005, Technical corrigendum 1 : 2006 : MOD

注記 1 箇条ごとの評価欄の用語の意味は, 次による。

- 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。
- 削除……………国際規格の規定項目又は規定内容を削除している。

注記 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, 次による。

- MOD……………国際規格を修正している。