

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、ウレタン原料工業会(JURA)／日本プラスチック工業連盟(JPIF)／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、経済産業大臣が制定した日本工業規格である。

これによって JIS K 1557:1970 は廃止され、JIS K 1557-1, JIS K 1557-2, JIS K 1557-3, JIS K 1557-4 及び JIS K 1557-5 に置き換えられる。

制定に当たっては、日本工業規格と国際規格との対比、国際規格に一致した日本工業規格の作成及び日本工業規格を基礎にした国際規格原案の提案を容易にするために、ISO 14899:2001, Plastics—Polyols for use in the production of polyurethane—Determination of basicity を基礎として用いた。

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。

JIS K 1557 の規格群には、次に示す部編成がある。

JIS K 1557-1 第 1 部：水酸基価の求め方

JIS K 1557-2 第 2 部：水分量の求め方

JIS K 1557-3 第 3 部：不飽和度の求め方

JIS K 1557-4 第 4 部：塩基性度の求め方

JIS K 1557-5 第 5 部：色数、粘度、酸価及び pH の求め方

目 次

	ページ
序文.....	1
1. 適用範囲.....	1
2. 引用規格.....	1
3. 定義.....	2
4. 原理.....	2
5. 試料の採取.....	2
6. 妨害事項.....	2
7. 試薬.....	2
7.1 0.01 mol/L 塩酸標準溶液.....	2
7.2 フタル酸水素カリウム.....	2
7.3 メタノール.....	2
8. 装置.....	2
8.1 自動滴定装置.....	2
8.2 ビュレット.....	2
8.3 はかり.....	2
8.4 滴定フラスコ.....	2
8.5 マグネチックスターラ.....	2
9. 操作.....	3
10. 結果の表示.....	3
11. 精度及びかたより.....	3
11.1 精度.....	3
11.2 かたより.....	3
12. 試験報告.....	4

プラスチック— ポリウレタン原料ポリオール試験方法— 第4部：塩基性度の求め方

Plastics—Polyols for use in the production of polyurethane— Part 4: Determination of basicity

序文 この規格は、2001年に第1版として発行された ISO 14899, Plastics—Polyols for use in the production of polyurethane—Determination of basicity を翻訳し、技術的内容及び規格票の様式を変更することなく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“参考”は、原国際規格にはない事項である。

警告 この規格の使用者は、一般的な実験操作に精通しているのが望ましい。この規格は、これを利用することによって生じる安全に関するすべての問題の処置を意図しているものではない。適切な安全及び健康に関する基準の策定、及び国のすべての規制への適合の確保は、この規格の使用者の責務である。

1. 適用範囲 この規格は、ポリウレタンの原料として用いるポリエーテルポリオールに含まれる微量塩基性物質の求め方について規定する。ポリオール中の微量塩基性物質を把握することは、ポリウレタンプレポリマーの製造中に反応生成物がゲル化するのを防止するために重要である。また、常に一定で再現性のある反応挙動を保証するためにも、ポリウレタンの製造に用いるポリオールの塩基性度を管理することが有用である。この試験方法は、品質管理、製品の検定及び研究に用いることができる。

分析可能範囲は KOH として、0～50 µg/g である。この試験方法は、アミン開始剤のポリオールには適用できない。測定値は、CPR (controlled polymerization rate) 単位として報告してもよい。

備考 この規格の対応国際規格を、次に示す。

なお、対応の程度を表す記号は、ISO/IEC Guide 21 に基づき、IDT (一致している)、MOD (修正している)、NEQ (同等でない) とする。

ISO 14899:2001, Plastics—Polyols for use in the production of polyurethane—Determination of basicity (IDT)

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、発行年を付記してあるものは、記載の年の版だけがこの規格の規定を構成するものであって、その後の改正版・追補には適用しない。発効年を付記していない引用規格は、その最新版 (追補を含む。) を適用する。

JIS K 8001 試薬試験方法通則

備考 ISO 6353-1:1982, Reagents for chemical analysis—Part 1: General test methods からの引用事項は、この規格の該当事項と同等である。

ISO 3696:1987, Water for analytical laboratory use—Specification and test methods

ISO 6353-2:1983, Reagents for chemical analysis—Part 2: Specifications—First series

ISO 6353-3:1987, Reagents for chemical analysis—Part 3: Specifications—Second series

3. 定義 この規格で用いる主な用語の定義は、次による。

3.1 ポリウレタン (polyurethane) 有機ジイソシアネート又はポリイソシアネートとジヒドロキシル化合物又はポリヒドロキシル化合物との反応によって生成するポリマー。

3.2 CPR 値 (controlled polymerization rate value) ポリオール (試料) 30 g 中の塩基性物質のマイクロ当量値 (ポリオール 30 g 中のミリ当量)。

4. 原理 ポリオール試料 (30 g) のメタノール溶液に含まれる塩基性物質の量を、0.01 mol/L 塩酸で滴定することによって、空試験と比較して求める。

5. 試料の採取 試料は、よく混合した容器から十分に清浄で乾燥したほうけい酸ガラス容器 (軟質ガラス容器は不可) に注ぎ入れる。ライン又はバルブから採取する場合は、試料を採取する前に、試料でライン内を十分に共洗いする。試験するまで試料容器に封をしておく。

6. 妨害事項 試料中に誤って混入した酸性又は塩基性の物質によって試験誤差が生じる。緩衝作用のある物質によって、滴定の終点が不明りょうとなり、試験に影響を与えることがある。また、試料によっては滴定曲線に複数の変曲点が生じることもある。この試験は、アミン開始剤のポリオールには適用できない。

7. 試薬 すべての分析において、化学分析用純度の試薬を用いる。特に指示がなければ、試薬は JIS K 8001 の附属書 2, ISO 6353-2 及び ISO 6353-3 の規定に従う。測定値が信頼できるような、十分に純度の高いものであれば、他の品質の試薬を用いてもよい。

特に指示がなければ、水は ISO 3696 の等級 2 を用いる。

7.1 0.01 mol/L 塩酸標準溶液 フタル酸水素カリウム (7.2) を標準物質として用いて適切に調製し標定する。0.000 1 mol/L まで標定する。

7.2 フタル酸水素カリウム 認証された容量分析用標準物質を用いる。

7.3 メタノール ISO 6353-2 に規定する試験級。

8. 装置

8.1 自動滴定装置 一對の電極又はガラス/カロメル複合電極並びに 5 mL ビュレット及び記録計を備え、複数の終点を測定できるもの。

8.2 ビュレット ビュレット又は自動ビュレットで、50 mL の容量で 0.1 mL まではかり取れるもの。

8.3 はかり 30 g の試料を ± 1 mg までひょう量できるもの。

8.4 滴定フラスコ 滴定フラスコ又は他の適切な容器で容量 100 mL のもの。

8.5 マグネチックスターラ かくはん棒又は同等のものを備えたもの。

9. 操作

9.1 最大容量 5 mL のビュレットをもつ自動滴定装置 (8.1) を準備する。

9.2 メタノール (7.3) 50 mL を溶媒の空試験用に 100 mL 滴定フラスコ (8.4) に加える。

備考 一般的な自動滴定装置は、100 mL の滴定容器を備えている。他の滴定装置の場合、受け入れられる方法としては、150 mL 滴定容器にメタノール 100 mL を使用することである。

9.3 0.01 mol/L 塩酸 (7.1) で空試験用溶媒の滴定を行い、滴定量を記録する。滴定曲線における最終の変曲点を終点とする。空試験での 0.01 mol/L 塩酸の使用量は、0.2 mL 未満が望ましい。

9.4 100 mL 滴定フラスコに試料約 30 g を 1 mg まで正しくはかりとる。メタノール 50 mL を加え、よく混ざるまでかくはんする (9.2 の備考参照)。

9.5 0.01 mol/L 塩酸で滴定し、終点⁽¹⁾までの滴定量を記録する。

注⁽¹⁾ 試料によっては 3 個の変曲点がみられることがあるが、最後の変曲点を終点とする。

10. 結果の表示

10.1 CPR 値を、次の式によって算出する。

$$C = (V_s - V_B) M \times 1\,000 \times \frac{30}{m}$$

ここに、
 C : CPR 値
 V_s : 試料滴定に要した塩酸量 (mL)
 V_B : 空試験に要した塩酸量 (mL)
 M : 塩酸のモル濃度 (mol/L)
 m : 試料の質量 (g)

10.2 塩基性度を試料 1 g 当たりの KOH 量 ($\mu\text{g KOH/g}$) として、次の式によって算出する。

$$N = (V_s - V_B) M \times 1\,000 \times \frac{56.1}{m}$$

ここに、
 N : 塩基性度 ($\mu\text{g KOH/g}$)

11. 精度及びかたより

11.1 精度

11.1.1 結果の妥当性を判断するために、11.1.2 及び 11.1.3 に示す繰返し精度と再現精度の基準を使用する。

備考 精度のデータは、CPR 値が 0.3~1.2 の範囲にある 5 種類の市販品ポリオール試料を用いて、8 か所の試験室でのラウンドロビンテストによって割り出した。データは ASTM 委員会 D-20、又は、米国プラスチック協会ポリウレタン原料分析委員会 (PURHAC) から得られる。

11.1.2 繰返し精度 (同一人) 同一人、同一日及び同一装置で測定した二つの結果の差が、CPR 値で 0.2 を超える場合は、疑わしいと判断するのがよい。この繰返し精度は、ASTM E 180 に従って集めた試験データから計算したものである。

11.1.3 再現精度 (複数試験室) 同一の試験試料について異なる試験室で測定したそれぞれの平均値の差が CPR で 0.6 を超える場合は、疑わしいと判断するのがよい。この再現精度は、ASTM E 180 に従って集めた試験データから計算したものである。

11.2 かたより かたよりは、測定結果の期待値と、採択された参照値との差である。この測定法のかたよりは確定されていない。

12. 試験報告 試験報告書には、次の事項を含まなければならない。

- a) この規格番号
- b) 試料を特定するための必要事項
- c) CPR 値で 0.1 の位まで、又は、 $\mu\text{g KOH/g}$ での結果
- d) この規格には規定していないが、結果に影響があるかもしれない補足事項又は詳細
- e) 試験年月日

関連規格

JIS K 1557-1 プラスチックーポリウレタン原料ポリオール試験方法ー第 1 部：水酸基価の求め方

ASTM E 180, Standard Practice for Determining the Precision of ASTM Methods for Analysis and Testing of Industrial and Specialty Chemicals