

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、日本プラスチック工業連盟(JPIF)/エポキシ樹脂技術協会(JSERT)/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。

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 21048:2004, Plastics—Epoxy resins—Determination of 1,2-glycol content を基礎として用いた。

この規格の一部が、技術的性質をもつ特許権、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、このような技術的性質をもつ特許権、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かかわる確認について、責任はもたない。

エピクロルヒドリンを原料としたエポキシ樹脂の製造において不純物として 1, 2-グリコールが生成される。1,2-グリコールは親水性をもっているため、電気絶縁材などの用途ではその含有量を低いレベルにコントロールすることが必要である。さらに、アミン類及び酸無水物類を硬化剤として使用したときなどは硬化速度に影響を及ぼす。このように、エポキシ樹脂中の 1,2-グリコール含有量の測定は、エポキシ樹脂を使用者及び製造業者双方にとって重要な要素となっている。

JIS K7146 には、次に示す附属書がある。

附属書（参考）JIS と対応する国際規格との対比表

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. 試薬	2
5.1 クロロホルム	2
5.2 メタノール	2
5.3 ベンジルトリメチルアンモニウムヒドロキシド (40 %メタノール溶液)	2
5.4 酢酸	2
5.5 オルト過よう素酸	2
5.6 0.2 mol/L オルト過よう素酸溶液	3
5.7 10 %硫酸溶液	3
5.8 20 %よう化カリウム溶液	3
5.9 炭酸ナトリウム (無水)	3
5.10 よう素酸カリウム	3
5.11 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液	3
5.12 1 %でんぷん溶液	3
6. 器具及び装置	4
6.1 はかり	4
6.2 マグネチックスターラー	4
6.3 pH メータ	4
6.4 ビュレット	4
6.5 三角フラスコ	4
6.6 全量ピペット	4
6.7 ビーカー	4
6.8 メスシリンダー	4
6.9 全量フラスコ	4
7. 試験手順	4
8. 結果の表示	4
9. 精度	5
10. 結果の報告	5
附属書 (参考) JIS と対応する国際規格との対比表	6

エポキシ樹脂中の 1,2-グリコール含有量の求め方

Plastics—Epoxy resins—Determination of 1,2-glycol content

序文 この規格は、2004 年に第 1 版として発行された **ISO 21048**, Plastics—Epoxy resins—Determination of 1,2-glycol content を翻訳し、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、原国際規格を変更している事項である。変更の一覧表をその説明を付けて、**附属書（参考）** に示す。

1. 適用範囲 この規格は、エポキシ樹脂中に含まれる 1,2-グリコール基の含有量を求める方法について規定する。

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 21048:2004, Plastics—Epoxy resins—Determination of 1,2-glycol content (MOD)

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。これらの引用規格は、その最新版（追補を含む。）を適用する。

JIS K 0557 用水・排水の試験に用いる水

JIS K 8322 クロロホルム（試薬）

JIS K 8355 酢酸（試薬）

JIS K 8625 炭酸ナトリウム（試薬）

JIS K 8637 チオ硫酸ナトリウム五水和物（試薬）

JIS K 8659 でんぷん（水溶性）（試薬）

JIS K 8891 メタノール（試薬）

JIS K 8913 よう化カリウム（試薬）

JIS K 8922 よう素酸カリウム（試薬）

JIS K 8951 硫酸（試薬）

JIS R 3503 化学分析用ガラス器具

JIS R 3505 ガラス製体積計

JIS Z 8401 数値の丸め方

JIS Z 8402-2 測定方法及び測定結果の精確さ（真度及び精度）—第 2 部：標準測定方法の併行精度及び再現精度を求めるための基本的方法

備考 **ISO 5725-2:1994**, Accuracy(trueness and precision)of measurement methods and results—Part 2: Basic method for determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement

method が、この規格と一致している。

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 1,2-グリコール (1,2-glycol) エポキシ樹脂中に含まれる 1,2-グリコール基 $[-CH(OH)CH_2OH]$ 。その含有量は、エポキシ樹脂 1 kg 当たりのモル(mol)で示す。

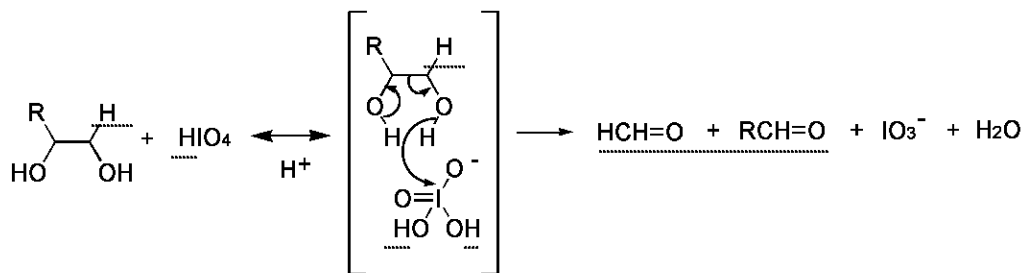
備考1. 隣接する水酸基二つで 1 mol に相当する。

2. 他の名称として、ビシナルヒドロキシル基、1,2-ジヒドロキシル基、 α -グリコール基などを用いる。

4. 原理 1,2-グリコールは、次の反応をもとに測定する。

1,2-グリコールは、過剰のオルト過よう素酸の存在下でアルデヒド化合物に酸化される（反応 1）。次いで、反応液に硫酸の存在下でよう化カリウムを加える（反応 2）。発生したよう素を標定済みのチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する（反応 3）。1,2-グリコールの含有量は、チオ硫酸ナトリウムの消費量から求める。

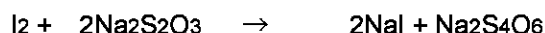
（反応 1）



（反応 2）



（反応 3）



5. 試薬 分析操作中、特に指定しない限り、分析用特級試薬及び JIS K 0557 に規定する水を用いる。

5.1 クロロホルム JIS K 8322 に規定するもの。

警告 クロロホルムは、有毒である。蒸気の吸入を避ける。皮膚及び目に触れないようにする。フードの下又はよく換気された場所で取り扱う。許容濃度は 10 µg/g (10 ppm) である。

5.2 メタノール JIS K 8891 に規定するもの。

警告 メタノールは、有毒である。蒸気の吸入を避ける。皮膚及び目に触れないようにする。フードの下又はよく換気された場所で取り扱う。許容濃度は 200 µg/g (200 ppm) である。

5.3 ベンジルトリメチルアンモニウムヒドロキシド (40 %メタノール溶液)

5.4 酢酸 JIS K 8355 に規定するもの。

5.5 オルト過よう素酸

5.6 0.2 mol/L オルト過よう素酸溶液

5.6.1 調製 ビーカー500 mL (6.7)にオルト過よう素酸(5.5)2.70 g～2.75 g の範囲ではかりとり、メタノール(5.2)450 mLを加えてマグネチックスターラー(6.2)を用いてかくはん溶解させる。溶液に pH 電極(6.3)を浸せきする。40 %ベンジルトリメチルアンモニウムヒドロキシド(5.3)をかくはん下で徐々に添加し、溶液を pH 7.0 に中和する。20 mL メスシリンダー(6.8)を用いて酢酸(5.4)15 mL と水 5 mL とを添加し、500 mL 全量フラスコ(6.9)を使用して標線までメタノール(5.2)を加える。

5.7 10 %硫酸溶液 JIS K 8951 に規定する硫酸の 10 %水溶液。水 90 g にかくはん下で硫酸 10 g を滴下する。

5.8 20 %よう化カリウム溶液 JIS K 8913 に規定するよう化カリウムの 20 %水溶液。よう化カリウム 20 g を水 80 g に溶解する。

5.9 炭酸ナトリウム（無水） JIS K 8625 に規定するもの。

5.10 よう素酸カリウム JIS K 8922 に規定するもの。

5.11 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液 JIS K 8637 に規定するチオ硫酸ナトリウムの 0.1 mol/L 水溶液。

5.11.1 調製 チオ硫酸ナトリウム五水和物(5.11)26.0 g と炭酸ナトリウム（無水）(5.9)0.2 g とをはかりとり、あらかじめ煮沸して密閉容器中で冷却保存した酸素を含まない水を加えて溶かし、1 L とし、密栓して保存する。2 日間放置した後用いる。

5.11.2 標定 よう素酸カリウム（容量分析用標準試薬）(5.10)を温度 130 °C で 2 時間乾燥し、デシケーターに入れて放冷する。250 mL 全量フラスコ(6.9)によう素酸カリウム(5.10)を 0.9 g～1.1 g の範囲で 0.1 mg の単位まではかりとり、水中に溶かし標線まで水を加える。300 mL 三角フラスコ(6.5)にその溶液を 25 mL 全量ピペット(6.6)を用いてはかりとり、よう化カリウム溶液(5.8)2 g と硫酸（1+1）2 mL とを加え、直ちに共栓で密栓し、静かに振り混ぜてから暗所に 5 分間放置する。指示薬としてでんぷん溶液(5.12)0.5 mL を加え、0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液(5.11)で滴定する。終点付近になったとき、でんぷん溶液（5.12）を 0.5 mL 加え、青色が無色に変わる点まで滴定を行う。

別に、300 mL 三角フラスコ(6.5)に全量ピペット(6.6)を用いて水 25 mL 及びよう化カリウム溶液(5.8)2 g とを加え、更に硫酸（1+1）2 mL を加えて密栓し、静かに振り混ぜてから暗所に 5 分間放置する。同様な操作で滴定し、空試験を実施し、滴定に要した量を求める。

5.11.3 濃度の計算 濃度は、次の式によって算出し、JIS Z 8401 によって有効数字 3 けたに丸める。

$$C = \frac{a \times p}{0.0035667 \times (V_1 - V_2) \times 10000}$$

ここに、

C :	チオ硫酸ナトリウム(5.11)の濃度(mol/L)
a :	はかりとったよう素酸カリウム(5.10)の質量(g)
p :	よう素酸カリウム(5.10)の純度(%)
0.003 566 7 :	0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム(5.11)1 mL に相当する よう素酸カリウム(5.10)の質量(g)
V_1 :	滴定に要したチオ硫酸ナトリウム(5.11)の容量(mL)
V_2 :	空試験に要したチオ硫酸ナトリウム(5.11)の容量 (mL)

5.12 1 %でんぷん溶液 JIS K 8659 に規定するでんぷんの 1 %水溶液。水溶性でんぷん 1 g を温水 99 g で溶解する。

6. 器具及び装置 器具及び装置は、次による。

- 6.1 はかり 0.1 mg の精度をもつもの。
- 6.2 マグネチックスターラー ポリテトラフルオロエチレン被覆のかくはん子をもつもの。
- 6.3 pHメータ pHで0.1のけたの精度をもち、校正済みのガラス複合電極及び電極スタンドをもつもの。
- 6.4 ビュレット JIS R 3505 に規定する容量 50 mL のもの。
- 6.5 三角フラスコ すり合わせガラス栓付きで、JIS R 3503 に規定する容量 300 mL のもの。
- 6.6 全量ピペット JIS R 3505 に規定する容量 5 mL, 20 mL, 25 mL のもの。
- 6.7 ビーカー JIS R 3503 に規定する容量 500 mL のもの。
- 6.8 メスシリンダー JIS R 3505 に規定する容量 20 mL, 100 mL のもの。
- 6.9 全量フラスコ JIS R 3505 に規定する容量 250 mL, 500 mL のもの。

7. 試験手順

- 7.1 試料は、表 1 に従って採取する。

表 1 試料の質量

1,2-グリコール含有量 w mol/kg	試料の質量 g
$w < 0.01$	10
$0.01 \leq w < 0.05$	8
$0.05 \leq w < 0.1$	4
$0.1 \leq w < 0.2$	2
$0.2 \leq w$	1

- 7.2 300 mL 三角フラスコ(6.5)に試料を 0.1 mg のけたまではかりとる。クロロホルム(5.1)25 mL を加え、透明な溶液になるまで加温しながら振り混ぜ、室温まで冷却する。
- 7.3 25 mL 全量ピペット(6.6)で 0.2 mol/L のオルト過ヨウ素酸溶液(5.6)を加える。共栓すり合わせの部分の水で湿らし、密栓する。よく振り混ぜた後 2 時間室温で放置し反応させる。
- 7.4 冷水 100 mL を加え、再び栓をする。マグネチックスターラー(6.2)を用いて 30 秒間激しくかくはんする。
- 7.5 三角フラスコ(6.5)の内壁とガラス製共栓とを少量の水で洗い、5 mL 全量ピペット(6.6)を用いて 10 % 硫酸(5.7)を加える。
- 7.6 20 mL 全量ピペット(6.6)を用いて 20 % よう化カリウム溶液(5.8)を加える。
- 7.7 マグネチックスターラー(6.2)を用いて 30 秒間よく混合し、かくはんしながら 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液(5.11)で滴定する。終点近くで薄黄色の溶液になったら、でんぷん溶液(5.12)を約 1 mL 加える。
- 7.8 さらに、滴定を続け青色が消えた点を終点とする。
- 7.9 試料を除いて、同じ試薬、同じ操作で空試験を行う。

- 8. 結果の表示 試料中の 1,2-グリコール含有量は、次の式によって算出する。

$$W = \frac{(V_2 - V_1) \times C}{2m_0}$$

ここに、
 W : 試料中の 1,2-グリコール含有量 (mol/kg)
 m_0 : 試料の質量(g)
 V_1 : 滴定に要したチオ硫酸ナトリウム溶液(5.11)の容量(mL)
 V_2 : 空試験に要したチオ硫酸ナトリウム溶液(5.11)の容量(mL)
 C : チオ硫酸ナトリウム溶液(5.11)の濃度(mol/L)

9. 精度 1,2-グリコール含有量の異なった 3 種類の市販されているエポキシ樹脂を用いて試験を行い、この試験結果から精度は **JIS Z 8402-2** によって求めた。

試験結果から得られた併行精度及び室間再現精度を、次に示す。

試料	1,2-グリコールの含有量 (平均値) (mol/kg)	併行精度 S_r	室間再現精度 S_R
試料 A (液状 BPA 型エポキシ樹脂)	0.029	0.002	0.003
試料 B (液状 BPA 型エポキシ樹脂)	0.063	0.002	0.002
試料 C (固形 BPA 型エポキシ樹脂)	0.24	0.02	0.02

参考 この試験の精度は、日本において 2000 年 1 月に 8 か所の研究機関で実施されたラウンドロビンテスト結果から求めた。

10. 結果の報告 報告には、次の事項を記載する。

- a) この規格の番号
- b) 試料の特定のために必要なもの
- c) 試験結果
- d) 試験年月日
- e) その他必要とする事項

附属書（参考）JIS に対応する国際規格との対比表

JIS K7146 : 2005 エポキシ樹脂中の 1,2-グリコール含有量の求め方		ISO 21048:2004 プラスチック－エポキシ樹脂－1,2-グリコール含有量の求め方					
(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項目ごとの評価及びその内容 表示箇所：本体 表示方法：点線の下線		(Ⅴ) JIS と国際規格との技術的差異の理由及び今後の対策
項目番号	内容		項目番号	内容	項目ごとの評価	技術的差異の内容	
1.適用範囲	エポキシ樹脂中の 1,2-グリコールを求める方法について規定する。	ISO 21048	1	JIS と同じ。	IDT	—	—
2.引用規格	JIS Z 8402-2		2	ISO 5725-2:1994	IDT	—	—
	JIS K 0557 JIS K 8322 JIS K 8355 JIS K 8625 JIS K 8637 JIS K 8659 JIS K 8891 JIS K 8913 JIS K 8922 JIS K 8951 JIS R 3503 JIS R 3505 JIS Z 8401		2	—	MOD/追加	JIS として規定されている規格を追加した。	技術的差異は軽微。

[illegible]

(Ⅰ) JIS の制定		(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項目ごとの評価及びその内容 表示箇所：本体 表示方法：点線の下線		(Ⅴ) JIS と国際規格との技術的差異の理由及び今後の対策
項目番号	内容		項目番号	内容	項目ごとの評価	技術的差異の内容	
6.器具及び装置	6.4 ビュレット 6.5 三角フラスコ 6.6 全量ピペット 6.7 ビーカー 6.8 メスシリンダー 6.9 全量フラスコ 6.1 はかり 6.2 マグネチックスターラー 6.3 pH メータ		6	JIS とほぼ同じ。	MOD/追加 IDT IDT IDT	JIS の器具があるものについては、器具の規定内容を JIS 番号で規定した。	技術的差異は軽微。
7.試験手順			7	JIS と同じ。	IDT		
8.結果の表示			8	JIS と同じ。	IDT		
9.精度			9	JIS と同じ。	IDT		
10.結果の報告			10	JIS とほぼ同じ。	MOD/追加	JIS では、試験場所を追加した	ISO 見直し時に修正提案する。

JIS と国際規格との対応の程度の全体評価：MOD

備考1. 項目ごとの評価欄の記号の意味は、次のとおりである。

- IDT…………… 技術的差異がない。
- MOD/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。
- MOD/変更…………… 国際規格の規定内容を変更している。

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、次のとおりである。

- MOD…………… 国際規格を修正している。