資 料

544.81:678.632'5'28'275

エポキシサイド樹脂の確認試験

H. W. Rudd & J. J. Zonsved.

J. Oil & Colour Chemists' Association, 39, 314 (1956)

エポキシサイド樹脂の確認法として Foucry [Peint., Pig., Vern., 30, 925 (1954)] の提案した方法を詳細に検討した。この試験法は樹脂（あるいは樹脂を含む抽出液）の濃硫酸溶液を用いて次のようにして発色反応を行わしめる。

- (1) 硝酸を加え、次いで NaOH で中和する。
- (2) Dénigès 試薬 (HgO の硫酸溶液) の添加。

樹脂溶液の調製ならびに試験法

純粋な樹脂は単に粉碎して 0.25 g を 98% H_2SO_4 に室温で注意深く振とうしながら溶解する。樹脂が溶液あるいはワニスとして存在する場合には 0.5 g 採取する。ペイントの場合は、まず溶剤（ジエチルエーテル 10, ベンゼン 6, メタノール 4 * アセトン 1 の容量比混合溶剤が一般に良好）でうすめてベヒクルを抽出し、遠心分離にかけて顔料を分離し、溶剤を蒸気浴で除く。残分 0.25 g を上述のように H_2SO_4 に溶解する。

試験 1.: 樹脂の硫酸溶液 1 ml に 63% (W/W) の硝酸 1 ml を加え、混合物を振とうして 5 分間放置する。この溶液を 5% NaOH 100 ml 中によくかきまぜながら注ぎ込む。エポキシサイド樹脂あるいは樹脂エステルが存在すれば、直に橙赤色に発色する。

試験 2.: HgO 2.5 g を熱水 50 ml に溶解し（必要ならば濾過）、これに濃硫酸 10 ml を徐々に加えて Dénigès 試薬を調製する。樹脂の硫酸溶液 1 ml にこの試験を 5 ml 加え、混合物をよく振とうし 30 分放置する。あるいは振とうせずに試薬を試薬管の壁にそって流し込んでよい。エポキシサイド樹脂あるいはその誘導体が存在するときは橙色の沈澱を生ずる。

実 験 結 果

種々の樹脂及び混合物、ならびに油、溶剤などについて試験 1 および 2 を試みた結果を表 I-N に示す。

表 I. Foucry 試験 1. 及び 2. で陽性反応を示す樹脂及び樹脂混合物

エポキシサイド樹脂 (4 種)
エポキシサイド樹脂エステル (アマ, アマ/ロジン, ヒマおよび脱水ヒマ脂肪酸)
エポキシサイド樹脂/フェノール樹脂 (数種)
エポキシサイド樹脂/尿素-ホルムアルデヒド樹脂

エポキシサイド樹脂エステル/尿素-ホルムアルデヒド樹脂
エポキシサイド樹脂エステル/メラミン-ホルムアルデヒド樹脂

表 II. Foucry 試験 1. および 2. で発色反応を示さない樹脂油, および混合物

フェノールホルムアルデヒド樹脂 (3 種)
ブチル化尿素-ホルムアルデヒド樹脂 (2 種)
ブチル化メラミン-ホルムアルデヒド樹脂
油変性アルキッド樹脂 (4 種)
アマニ油 (アルカリ精製)
桐 油
脱水ヒマシ油脂脂肪酸
ウッド・ロジン (American WG)
脱ロウダンマー
塩素化ゴム

表 III. Foucry 試験 1. および 2. で陰性反応を示す溶剤その他

ホワイトスピリット エトキシエタノール
キシレン エトキシエチルアセテート
トルエン フェノール
n-ブタノール ジフェニロールプロパン
メチルエチルケトン

表 IV. 種々の物質の発色反応

	反応	
	1.	2.
Non-phenolic epoxide	—	—
Phenylglycidyl ether	+	+(弱)
p-Octylphenylglycidyl ether	—	+(弱)
Resorsinoglycidyl ether	—	—

結 果 の 考 察

実験の結果からは、エポキシサイド基もジフェニロールプロパンも共に単独では発色反応の原因とはならない。2 種の試験に陽性を示すためには、次のような構造が必要と考えられ、したがってこの反応はジフェニロールプロパンからつくられたエポキシサイド樹脂に特有の反応である。

この外、すでに提案されている数種の方法について詳細に検討したが、いずれも信頼できないことが分った。

(K. U.)