

## 目 次

	ページ
1 適用範囲 .....	1
2 引用規格 .....	1
3 用語及び定義 .....	1
4 一般事項 .....	1
5 要旨 .....	1
6 試薬 .....	1
7 試料のはかりとり .....	2
8 操作 .....	2
8.1 試料溶液の調製 .....	2
8.2 テルルの還元 .....	3
8.3 吸光度の測定 .....	3
9 空試験 .....	3
10 検量線の作成 .....	3
11 計算 .....	3
12 許容差 .....	3

## まえがき

この規格は、産業標準化法第 16 条において準用する同法第 14 条第 1 項の規定に基づき、認定産業標準作成機関である一般社団法人日本鉄鋼連盟（JISF）から、産業標準の案を添えて日本産業規格を改正すべきとの申出があり、経済産業大臣が改正した日本産業規格である。これによって、JIS G 1234:1981 は改正され、この規格に置き換えられた。

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又は実用新案権に抵触する可能性があることに注意を喚起する。経済産業大臣は、このような特許権、出願公開後の特許出願及び実用新案権に関わる確認について、責任はもたない。

JIS DRAFT 2020/05/27

# 鉄及び鋼—テルル定量方法— 塩化すず（Ⅱ）還元吸光光度法

Iron and steel—Determination of tellurium—  
Tin（Ⅱ）chloride reduction spectrophotometric method

## 1 適用範囲

この規格は、鋼中のテルル定量方法について規定する。

この方法は、鋼中のテルル含有率（質量分率）0.01%以上0.30%以下の定量に適用する。

ただし、モリブデン含有率（質量分率）1%以上又はセレンを含む試料には適用できない。

## 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 G 1201** 鉄及び鋼—分析方法通則

**JIS Z 8402-6** 測定方法及び測定結果の精確さ（真度及び精度）—第6部：精確さに関する値の実用的な使い方

## 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 G 1201**の**箇条3**（用語及び定義）による。

## 4 一般事項

定量方法に共通な一般事項は、**JIS G 1201**による。

## 5 要旨

試料を硝酸及び過塩素酸で分解し、過塩素酸白煙処理をする。乾固近くまで濃縮した後、塩酸溶液とする。溶液中のテルルを塩化すず（Ⅱ）で還元した後、アラビアゴムで懸濁させ、分光光度計を用いて、420 nmの波長における吸光度を測定する。

## 6 試薬

試薬は、次による。

### 6.1 塩酸

### 6.2 塩酸 (1+1, 1+100)

### 6.3 硝酸 (1+1)

### 6.4 過塩素酸

**6.5 鉄** 純度の高い鉄で、テルル含有率（質量分率）が、0.001 %未満であることが保証されているか、又は0.01 %以下で値が特定されているもの。特定された値としては、妥当性が確認されていれば、認証値でなくてもよい。

**6.6 塩化すず (Ⅱ) 溶液** 塩化すず (Ⅱ) 二水和物 50 g を塩酸 50 mL に溶解したもの。この溶液は、使用の都度、調製する。

**6.7 アラビアゴム溶液** アラビアゴム粉末 5 g をはかりとり、水 100 mL を加えて溶かした後、残さを脱脂綿を用いてろ過したもの。この溶液は、使用の都度、調製する。

**6.8 テルル原液 (Te : 1 000 µg/mL)** 金属テルル (99.9 %以上) 0.500 g をはかりとってビーカー (300 mL) に移し入れ、時計皿で覆う。硝酸 (1+1) 10 mL 及び塩酸 10 mL を加え、加熱して完全に分解する。常温まで冷却した後、時計皿の下面を水で洗って取り除き、500 mL の全量フラスコに移し入れ、水で標線までうすめる。

**6.9 テルル標準液 (Te : 50 µg/mL)** テルル原液 (6.8) を、使用の都度、水で正確に 20 倍にうすめてテルル標準液とする。

## 7 試料のはかりとり

試料のはかりとり量は、0.50 g とする。

## 8 操作

**警告** 過塩素酸の蒸気は、アンモニア、亜硝酸蒸気又は有機物が存在すると爆発する危険があるので、安全な排気設備を備えた場所で処理しなければならない。

### 8.1 試料溶液の調製

試料溶液の調製は、次による。

- 試料をはかりとってビーカー (300 mL) に移し入れ、硝酸 (1+1) (6.3) 5 mL と過塩素酸 (6.4) 8 mL とを加え、時計皿で覆う。加熱して試料を分解し、ビーカー内壁が透明になり、過塩素酸の蒸気がビーカーの内壁を伝わって還流する状態となるまで加熱を続け、クロムを二クロム酸に酸化する。
- 時計皿をずらして加熱を続け、塩酸 (6.1) を少量ずつ数回に分けて、ビーカーの内壁に沿って滴加し、クロムの大部分を褐色の二塩化二酸化クロムとして揮散させる。褐色の煙が発生しなくなるまで、塩酸の滴加を繰り返す。さらに、白煙が発生するまで加熱を続け、残ったクロムを二クロム酸に酸化する。なお、クロム含有率（質量分率）1 %未満の試料は、この揮散操作を省略してもよい。
- 時計皿をずらして加熱を続け、乾固近くまで濃縮する。放冷した後、塩酸 (1+1) (6.2) 10 mL を加え、再び時計皿を覆い、加熱して塩類を溶解し、約 5 分間穏やかに沸騰させる。放冷した後、時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除く。
- 100 mL の全量フラスコに移し入れ、水を加えて液量を約 40 mL とする。なお、けい素含有率（質量分率）1 %以上の試料は、e)による。
- c)のビーカーに、水 10 mL を加えてから、ろ紙 (5 種 A) でろ過し、塩酸 (1+100) (6.2) で洗浄する。

ろ液と洗液を 100 mL の全量フラスコに集め、水を加えて液量を約 40 mL とする。残さは捨てる。

## 8.2 テルルの還元

8.1 d)又は 8.1 e)で得た試料溶液を 20 °C~40 °Cとし、塩化すず(Ⅱ)溶液(6.6) 5 mLを加えてテルルを還元し、直ちにアラビアゴム溶液(6.7) 2 mLを加え、軽く振り混ぜて、水で標線までうすめる。

## 8.3 吸光度の測定

8.2で得た溶液の一部を分光光度計の吸収セル(光路長 10 mm)に取り、水を対照液として 420 nm の波長における吸光度を測定する。

## 9 空試験

試料と同量の鉄(6.5)をはかりとり、8.1~8.3の手順に従って、試料と同じ操作を試料と併行して行う。

## 10 検量線の作成

数個のビーカー(300 mL)を準備し、それぞれに鉄(6.5) 0.500 gをはかりとり、テルル標準液(6.9) 0 mL~30 mLを段階的に正確に加えて、時計皿で覆う。硝酸(1+1)(6.3) 5 mLと過塩素酸(6.4) 8 mLとを加え、加熱して分解した後、過塩素酸の白煙を発生させる。以下、8.1 c)~8.3の手順に従って、試料と同じ操作を試料と併行して行う。得た吸光度と検量線溶液中のテルル量との関係線を作成し、その関係線が原点を通るように平行移動して検量線とする。

## 11 計算

8.3及び箇条9で得た吸光度と、箇条10で作成した検量線とから相当するテルル検出量(μg)を求め、試料中のテルル含有率を、次の式によって算出する。

$$Te = \frac{(m_1 - m_2 + m_3)}{m \times 1\,000\,000} \times 100$$

$$= \frac{m_1 - m_2 + m_3}{m \times 10\,000}$$

ここで

$Te$  : 試料中のテルル含有率 [質量分率 (%) ]

$m_1$  : 試料のテルル検出量 (μg)

$m_2$  : 空試験(箇条9)のテルル検出量 (μg)

$m_3$  : 箇条9ではかりとった鉄(6.5)に含まれるテルル量(μg)  
鉄中のテルル含有率が0.001%未満であることが保証されている場合は、0とする。

$m$  : はかりとった試料の質量 (g)

## 12 許容差

許容差は、表1による。

表1—許容差

テルル含有率 [質量分率 (%)]	室内再現許容差 ( $R_w$ ) [質量分率 (%)]	室間再現許容差 ( $R$ ) [質量分率 (%)]
0.023 以上 0.30 以下	$f(n) \times [0.0245 \times (Te) + 0.0003]$	$f(n) \times [0.0567 \times (Te) + 0.0011]$
<p>許容差計算式中の <math>f(n)</math> の値は、JIS Z 8402-6 の表 1 [許容範囲の係数 <math>f(n)</math>] による。<math>n</math> の値は、室内再現許容差の場合は同一分析室内における分析回数、室間再現許容差の場合は分析に関与した分析室数である。また、(<math>Te</math>) は、許容差を求めるテルル定量値の平均値 [質量分率 (%)] である。</p> <p>テルル含有率 (質量分率) 0.01 % 以上 0.023 % 未満における許容差は、JIS G 1201 の 7.3 (許容差が規定されていない場合の取扱い方) による。</p> <p><b>注記</b> この表の許容差は、テルル含有率 (質量分率) 0.023 % 以上 0.217 % 以下の試料を用い、共同実験した結果から求めたものである。</p>		

JIS DRAFT 2020/05/27