

規格番号	JIS G 1216-1 (制定)
規格名称	鉄及び鋼－ニッケル定量方法－第 1 部：ジメチルグリオキシムニッケル重量法
担当主査名	井田 巖

1. 制定の背景・目的

現行規格の **JIS G 1216**（鉄及び鋼－ニッケル定量方法）は、1997 年に改正されてから、2017 年に追補改正を行ったものの約 24 年経過し、この間、**JIS K 0050**（化学分析方法通則）、**JIS K 8001**（試薬試験方法通則）、**JIS Z 8402**〔測定方法及び測定結果の精確さ（真度及び精度）〕規格群及び **JIS G 1201**（鉄及び鋼－分析方法通則）が改正され、試薬名称、許容差の計算方法及び分析方法規格に要求される事項などが変化してきた。さらに、**JIS Z 8301**（規格票の様式及び作成方法）も 2019 年に改正されたことから、箇条及び注記の記載についての変更を含めて全体を見直す。

この規格は、第 1 部として、ジメチルグリオキシムニッケル重量法について規定し、現行規格の**附属書 1**を基とし、**ISO 4938:2016**に規定された重量法の操作を選択できる規定として、作成する。

2. 制定ポイント

- (1) 部編成様式への変更に伴い、規格群の定量方法の区分を表で示す（**表 1**）。
- (2) 試料溶液の調製（**9.2**）及び沈殿の生成操作（**9.3**）の選択基準の記載を変更し、分かりやすくする。
- (3) 妨害元素である銅の還元析出方法として、**ISO 4938**の操作（定電位電解法）を選択できる規定とする（**9.3.4**）。
- (4) **ISO 4938:2016**で新たに規定された、ジメチルグリオキシムニッケルをろ過分離して得る液中のニッケルを定量して、重量法の定量値に加算する操作を規定する（**9.5** 及び**附属書 A**）。
- (5) 許容差式を、**JIS Z 8402-6**により再解析し見直す（**表 4**）。

日本産業標準調査会：「産業標準案等審議・審査ガイドライン」に適合しているか否かの評価

「国家標準とすることの妥当性の判断基準」

1. 産業標準化の利点があると認める場合の項目（裏面参照）：ア、イ、ウ、エ
2. 産業標準化の欠点があると認める場合の項目（裏面参照）に該当しないことの確認：☒ 確認 未確認

「国が主体的に取り組む分野の判断基準」及び「市場適合性に関する判断基準」

3. ☒ 国が主体的に取り組む分野に該当している 又は 市場適合性を有している
4. 国が主体的に取り組む分野に該当する場合の項目（裏面参照）：1
5. 市場適合性を有している場合の項目（裏面参照）：

1. 産業標準化の利点があると認める場合
ア. 品質の改善若しくは明確化、生産性の向上又は産業の合理化に寄与する。
イ. 取引の単純公正化又は使用若しくは消費の合理化に寄与する。
ウ. 相互理解の促進、互換性の確保に寄与する。
エ. 効率的な産業活動又は研究開発活動の基盤形成に特に寄与する。
オ. 技術の普及発達又は国際産業競争力強化に寄与する。
カ. 消費者保護、環境保全、安全確保、高齢者福祉その他社会的ニーズの充足に寄与する。
キ. 国際貿易の円滑化又は国際協力の促進に寄与する。
ク. 中小企業の振興に寄与する。
ケ. 基準認証分野等における規制緩和の推進に寄与する。
コ. その他、部会又は専門委員会が認める工業標準化の利点
2. 産業標準化の欠点があると認める場合
ア. 著しく用途が限定されるもの又は著しく限られた関係者間で生産若しくは取引されるものに係るものである。
イ. 技術の陳腐化、代替技術の開発、需要構造の変化等によってその利用が縮小しているか、又はその縮小が見込まれる。
ウ. 標準化すべき内容及び目的に照らし、必要十分な規定内容を含んでいない。また、含んでいる場合であっても、その規定内容が現在の知見からみて妥当な水準となっていない。
エ. 当該案の内容及び既存のJISとの間で著しい重複又は矛盾がある。
オ. 対応する国際規格が存在する場合又はその仕上がりが目前である場合であって、当該国際規格等との整合化について、適切な考慮が行われていない。
カ. 対応する国際規格が存在しない場合、当該JISの制定又は改正の輸入への悪影響について、適切な考慮が行われていない。
キ. 原案中に特許権等を含む場合であって、特許権者等による非差別的かつ合理的条件での実施許諾を得ることが明らかに困難である。
ク. 原案が海外規格 (ISO及びIECが制定した国際規格を除く) その他他者の著作物を基礎とした場合、著作権に関する著作権者との調整が行われていない。
ケ. 技術が未成熟等の理由で、JISとすることが新たな技術開発を著しく阻害する恐れがある。
コ. 強制法規技術基準・公共調達基準との関係について、適切な考慮が行われていない。
サ. 工業標準化法の趣旨に反すると認められるとき。
4. 国が主体的に取り組む分野に該当する場合
1. 基礎的・基盤的な分野
2. 消費者保護の観点から必要な分野
3. 強制法規技術基準、公共調達基準等に引用される規格
4. 国の関与する標準化戦略等に基づき国際規格提案を目的としている規格
5. 市場適合性を有している場合
1. 国際標準をJIS化するなどの場合
2. 関連する生産統計等によって、市場におけるニーズが確認できる場合、又は将来において新たな市場獲得が予想される場合
3. 民間における第三者認証制度に活用されることが明らかな場合
4. 各グループ〔生産者等及び使用・消費者又はグループを特定しにくいJIS(単位、用語、製図、基本的試験方法等)にあっては中立者〕の利便性の向上が図られる場合

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 一般事項	2
5 要旨	2
6 試薬	2
7 器具	3
8 試料のはかりとり	3
9 操作	4
9.1 試料の分解	4
9.2 試料溶液の調製	4
9.3 沈殿の生成	5
9.4 沈殿のひょう量	7
9.5 ろ液中のニッケル定量	7
10 空試験	7
11 計算	7
12 許容差	8
附属書 A (規定) ろ液中のニッケル含有量の原子吸光分析方法による定量	9
附属書 JA (参考) JIS と対応国際規格との対比表	11

まえがき

この規格は、産業標準化法第 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制定すべきとの申出があり、経済産業大臣が制定した日本産業規格である。これによって、JIS G 1216:2017 は廃止され、その一部を分割して制定した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 G 1216 規格群（鉄及び鋼－ニッケル定量方法）は、次に示す部で構成する。

JIS G 1216-1 第 1 部：ジメチルグリオキシムニッケル重量法

JIS G 1216-2 第 2 部：ジメチルグリオキシム沈殿分離エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム・亜鉛逆滴定法

JIS G 1216-3 第 3 部：ジメチルグリオキシム吸光光度法

鉄及び鋼—ニッケル定量方法—

第 1 部：ジメチルグリオキシムニッケル重量法

Iron and steel—Determination of nickel— Part 1: Nickel dimethylglyoxime gravimetric method

序文

この規格は、2016 年に第 2 版として発行された ISO 4938 を基とし、技術的内容を変更して作成した日本産業規格である。

なおこの規格で、側線又は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。技術的差異の一覧表にその説明を付けて、附属書 JA に示す。

1 適用範囲

この規格は、鉄及び鋼中のニッケル定量方法のうち、ジメチルグリオキシムニッケル重量法について規定する。

この方法は、ニッケル含有率（質量分率）0.1 % 以上 30 % 以下の定量に適用する。

注記 1 JIS G 1216 規格群の定量範囲を表 1 に示す。

表 1—JIS G 1216 規格群の定量範囲

規格番号	定量範囲 [質量分率 (%)]
JIS G 1216-1	0.1 以上 30 以下
JIS G 1216-2	0.1 以上 30 以下
JIS G 1216-3	0.01 以上 5.0 以下

注記 2 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 4938:2016, Steel and iron—Determination of nickel content—Gravimetric or titrimetric method (MOD)

なお、対応の程度を表す記号“MOD”は、ISO/IEC Guide 21-1 に基づき、“修正している”ことを示す。

2 引用規格

次に掲げる引用規格は、この規格に引用されることによって、その一部又は全部がこの規格の要求事項を構成している。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 K 0121 原子吸光分析通則

JIS R 3503 化学分析用ガラス器具

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**簡条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**及び**JIS K 0121**による。

5 要旨

試料を適切な酸で分解し、くえん酸又はL(+)-酒石酸を加え、アンモニア水でアルカリ性とした後、ジメチルグリオキシムを加えて、生成するジメチルグリオキシムニッケルを沈殿させる。なお、試料に銅及び／又はコバルトを含有するときは、沈殿の生成に先立ち、酸化、マスキング、還元析出などの前処理を行う。

沈殿をろ過分離して乾燥し、恒量とした後、その質量をはかる。ろ液中のニッケルを原子吸光分析法で定量して、沈殿の質量から求めるニッケル量に合算する。

6 試薬

試薬は、次による。

6.1 塩酸

6.2 塩酸 (1+1, 2±100)

6.3 硝酸

6.4 硝酸 (1±2)

6.5 過塩素酸

6.6 過塩素酸 (2±100)

6.7 ふっ化水素酸

6.8 アンモニア水

6.9 アンモニア性洗浄水 温水約 500 mL に、アンモニア水 1, 2 滴を加え、混合する。この洗浄水は、使用の都度、調製する。

6.10 アルミニウム片 質量分率 99.99 %以上で、1.7 mm～3 mm の薄片状に切削したもの。

6.11 臭素酸カリウム

6.12 二硫酸ナトリウム (Na₂S₂O₇)

6.13 二硫酸カリウム

6.14 酢酸

6.15 くえん酸溶液 くえん酸一水和物 500 g をはかりとり、水に溶解し、水で 1 000 mL にうすめる。

6.16 L(+)-酒石酸溶液 (500 g/L)

6.17 L(+)-アスコルビン酸溶液 (10 g/L) 使用の都度、調製する。

6.18 くえん酸水素ニアンモニウム溶液 (100 g/L)

6.19 ジメチルグリオキシム溶液 ジメチルグリオキシム 10 g をはかりとり、エタノール (95) 1 000 mL に溶解する。又は、ジメチルグリオキシム 5 g をはかりとり、水酸化ナトリウム溶液 (20 g/L) 250 mL に溶解し、水で 500 mL にうすめる。

6.20 硫酸ヒドラジニウム溶液 (100 g/L)

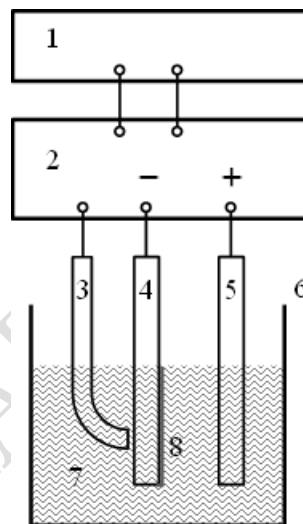
7 器具

器具は、次による。

7.1 ガラスろ過器 JIS R 3503 のるつぼ形ガラスろ過器 (G3)

7.2 定電位電解装置 参照電極 (飽和カロメル電極又は銀-塩化銀電極) 及び白金電極を備えたもの。

注記 簡条 9 では、飽和カロメル電極を用いる場合を記載している。また、図 1 には、装置の構成例を記載している。



記号説明

- 1: 電位掃引装置
- 2: ポテンショスタット
- 3: 参照電極 (飽和カロメル電極又は銀-塩化銀電極)
- 4: 作用電極 (白金電極)
- 5: 対極 (白金電極)
- 6: 電解槽 (ビーカー)
- 7: 試料溶液
- 8: 析出金属

図 1—定電位電解装置の構成

7.3 pH 計

8 試料のはかりとり

試料のはかりとり量は、表 2 による。

表 2—試料のはかりとり量

				単位 g
ニッケル定量範囲 [質量分率 (%)]				はかりとり量
0.1	以上	0.5	未満	3.0
0.5	以上	2	未満	1.0
2	以上	30	以下	0.50

9 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。過塩素酸の蒸発処理は、過塩素酸を使用しても安全な排気設備を備えた場所で行わなければならない。

9.1 試料の分解

試料の分解操作は、次による。

- 試料をはかりとって、ビーカー (300 mL) に移し入れる。
- 時計皿で覆い、塩酸 (6.1) 20 mL 及び硝酸 (6.3) 5 mL を加え、加熱して分解する。時計皿の下面を水で洗って、時計皿を取り除く。

9.2 試料溶液の調製

9.2.1 多量のけい素、クロムなどを含まない試料で、9.3.1～9.3.3 のいずれかを適用する場合

試料溶液の調製操作は、次による。

- 9.1 で得た溶液を、穏やかに加熱して蒸発し、乾固する。放冷した後、塩酸 (1+1) (6.2) 20 mL を加え、加熱して塩類を溶解し、温水約 50 mL を加える。
- 溶液をろ紙 (5 種 B) を用いてろ過し、ろ紙及び残さを、温塩酸 (2+100) (6.2) と温水とで交互に数回洗浄する。ろ液及び洗液をビーカー (500 mL) に受け、主溶液として保存する。
- ろ紙上に残さが認められない場合は、ろ紙を捨て、d) の操作を行う。
ろ紙上に残さを認めた場合は、残さを、ろ紙とともに白金ろつば (30 mL) に移し入れ、乾燥した後、ろ紙を灰化する。放冷した後、二硫酸カリウム (6.13) 又は二硫酸ナトリウム (6.12) 約 2 g を加え、加熱して残さを融解する。放冷した後、融成物を少量の塩酸 (1+1) 及び温水で溶解し、溶液をろ紙 (5 種 B) を用いてろ過する。ろ紙を温水で洗浄し、ろ液及び洗液を b) で保存しておいたビーカーに受け、これを主溶液とする。残さは、捨てる。
- 試料中のニッケル含有率 (質量分率) が 5 % 未満の場合は、主溶液をそのまま試料溶液とする。

試料中のニッケル含有率 (質量分率) が 5 % 以上の場合は、b) 又は c) で保存した主溶液を常温まで冷却した後、250 mL の全量フラスコに水を用いて移し入れ、水で標線までうすめる。この溶液をニッケル含有量が 10 mg ～ 25 mg となるように分取し、ビーカー (500 mL) に移し入れ、試料溶液とする。

9.2.2 多量のけい素、クロムなどを含む試料、及び／又は 9.3.4 を適用する試料の場合

試料溶液の調製操作は、次による。

- 9.1 で得た溶液に、ふっ化水素酸 (6.7) を数滴加え、更に過塩素酸 (6.5) を、試料のはかりとり量に応じて、表 3 によって加える。

- b) 加熱して、過塩素酸の白煙が発生するまで蒸発させる。乾いた時計皿で覆い、引き続き加熱して、クロムを二クロム酸に酸化する。

注記 二クロム酸に酸化すると、溶液は赤橙色となる。

多量のクロムを含む試料の場合は、過塩素酸の白煙を発生させながら塩酸 (6.1) を滴加して、大部分のクロムを二塩化二酸化クロムとして揮散させてもよい。

また、9.3.4 を適用する場合は、過塩素酸の残量が 10 mL 以下になるまで蒸発させる。

- c) 放冷した後、水を加えて液量を約 100 mL とし、塩類が溶解するまで加熱して沸騰させる。
- d) 溶液をろ紙 (5 種 B) を用いてろ過し、ろ紙及び残さを、過塩素酸 (2+100) (6.6) と温水とで交互に数回、最後に温水で十分に洗浄する。ろ液及び洗液をビーカー (500 mL) に受け、主溶液とする。
- e) 以降、9.2.1 c)～d) の操作を行う。なお、9.2.1 c) の融解の操作は、二硫酸ナトリウム (6.12) を用いる。

注記 二硫酸カリウムで融解すると、融生物を溶解して得た溶液が白濁することがある。

表 3—試薬の添加量

試料のはかりとり量 g	過塩素酸 (6.5) 添加量 mL	くえん酸溶液 (6.15) 又は L(+)-酒石酸溶液 (6.16) 添加量 mL
3.0	30	30
1.0	20	10
0.50	15	10

9.3 沈殿の生成

9.3.1 試料溶液中のコバルト及び銅の含有量が、いずれも 5 mg 未満の場合

沈殿の生成操作は、次による。

- a) 9.2 で得た試料溶液に、くえん酸溶液 (6.15) 又は L(+)-酒石酸溶液 (6.16) を、試料のはかりとり量に応じて、表 3 によって加え、更に溶液中のクロム量 0.1 g につき 20 mL を追加する。
- b) 水を加えて、液量を 200 mL とする。アンモニア水 (6.8) を加えて pH を 7 とし、更に過剰に約 2 mL 加えた後、温水で液量を 300 mL とする。
- c) この溶液を、沸騰直前まで加熱した後、溶液中のニッケルの予想含有量 10 mg につき 10 mL の割合でジメチルグリオキシム溶液 (6.19) を、溶液をかき混ぜながら少量ずつ加える。アンモニア水を加えて pH を 7 とし、更に過剰に約 2 mL 加え、3 分～5 分間かき混ぜる。
- d) 溶液を、沈殿生成後 30 分間以上静置する。

なお、試料のニッケル含有率が低い場合、又は沈殿の生成が不完全と認めた場合は、数時間静置して、沈殿を熟成させる。

- e) 生成した沈殿が、ジメチルグリオキシムニッケル以外の不純物を含有するおそれがある場合は、次の再沈殿操作を行う。

d) で得た沈殿を、ろ紙 (5 種 A) でろ過し、ろ液は、元のビーカーとは別のビーカー (500 mL) に受ける。ろ液中のニッケルを 9.5 によって定量し、簡条 11 で加算する。

ろ紙上の沈殿を、硝酸 (1+2) (6.4) 30 mL で溶解した後、ろ紙を温水で洗浄し、ろ液及び洗液を元のビーカーに受け、温水約 50 mL 及び、くえん酸溶液又は L(+)-酒石酸溶液 10 mL を加え、水で液量を 200 mL とする。

アンモニア水を加えて pH を 7 とし、更に過剰に約 2 mL 加えた後、温水で液量を 300 mL とする。以降、c) 及び d) の操作を行う。d) の溶液を静置する時間は、30 分間～1 時間でよい。

9.3.2 試料溶液中のコバルト含有量が 5 mg 以上、かつ、銅含有量が 5 mg 未満の場合

沈殿の生成操作は、次による。

a) 9.3.1 a) の操作を行う。

- b)** 水を加えて、液量を 200 mL とする。アンモニア水 (6.8) を加えて pH を 7 とし、更に過剰に約 2 mL 加えた後、酢酸 (6.14) 2 mL～5 mL を加えて弱酸性とする。
- c)** 臭素酸カリウム (6.11) 1 g～3 g を加え、加熱して液温を 80 °C に約 10 分間保持し、コバルトを酸化した後、温水で液量を 300 mL とする。
- d)** 以降、9.3.1 c)～e) の操作を行う。なお、ジメチルグリオキシム溶液 (6.19) を加える量は、溶液中のニッケルとコバルトとの合計予想含有量 10 mg につき 10 mL の割合とする。

9.3.3 試料溶液中のコバルト含有量が 2 mg 未満、かつ、銅含有量が 5 mg 以上の場合

沈殿の生成操作は、次による。

- a)** 9.2 で得た試料溶液に、L(+)-アスコルビン酸溶液 (6.17) 20 mL を加えてかきまぜ、5 分～10 分間放置し、銅をマスキングする。くえん酸溶液 (6.15) 又は L(+)-酒石酸溶液 (6.16) を、試料のはかりとり量に応じて、表 3 によって加え、更に溶液中のクロム含有量 0.1 g につき 20 mL を追加し、更に 10 mL 過剰に加える。
- b)** 以降、9.3.1 b)～e) の操作を行う。なお、ジメチルグリオキシム溶液 (6.19) を加える量は、溶液中のニッケルと銅との合計予想含有量 10 mg につき 10 mL の割合とする。

9.3.4 試料溶液中のコバルト含有量が 2 mg 以上、かつ、銅含有量が 5 mg 以上の場合

沈殿の生成操作は、次による。

a) 次のいずれかの方法により、銅を還元析出して除去する。**1) アルミニウム還元法** アルミニウムによる還元析出は、次による。

- 1.1)** 9.2.2 で得た試料溶液に、くえん酸水素二アンモニウム溶液 (6.18) 5 mL を加え、水で液量を約 150 mL とする。なお、この液量は、過塩素酸濃度が 0.5 mol/L～1.0 mol/L となるように、適宜減らす。

注記 9.2.2 b) で過塩素酸の残量を 10 mL とし、9.2.1 d) の分取操作を行わずに、1.1) で液量を 150 mL とした場合、過塩素酸濃度は 0.6 mol/L～0.8 mol/L となる。

- 1.2)** アルミニウム片 (6.10) 約 1 g を加え、穏やかに加熱して二クロム酸を還元した後、更に 3 分～5 分間加熱を続ける。
- 1.3)** ろ紙 (5 種 B) を用いて、析出した金属銅を、残ったアルミニウム片とともにろ過し、ろ紙及び残さを温水で 7、8 回洗浄する。ろ液及び洗液をビーカー (500 mL) に受け、硝酸 (6.3) 10 mL を加え、加熱して 5、6 分間沸騰し、鉄などを酸化する。残さは、捨てる。

2) 定電位電解法 定電位電解法による還元析出は、次による。

- 2.1)** 9.2.2 で得た試料溶液に、硫酸ヒドラジニウム溶液 (6.20) を滴加し、クロムを完全に還元する。

- 2.2)** 銅がカソード (白金電極) に析出し始める還元電位 -0.15 V (対飽和カロメル電極) から -0.30 V (対飽和カロメル電極) まで、徐々に電位を下げる定電位電解によって、溶液中の銅を除去する。約 40 分経過し、電流が非常に低い一定値となったときを、銅の析出完了とすることが望ましい。

試料溶液に水 20 mL を加え、電解を継続して、析出が完了したことを確認することが可能である。カソードが溶液に新たに浸せき (漬) した部分に、5 分経っても銅が析出しなければ、析出は完了している。電解回路を切り、カロメル電極、白金電極の順に取出して、水で洗浄する。洗液は、試

料溶液のビーカーに受ける。

- 2.3) 硝酸 (6.3) 約 5 mL を加えて、過塩素酸の濃厚な白煙が発生するまで、溶液を蒸発させる。ビーカーを乾燥した時計皿で覆い、引き続きクロムが完全に酸化するまで加熱した後、放冷する。溶液を、水 100 mL でうすめて、加熱して塩類を溶解し、約 5 分間沸騰させて塩素化合物を追い出す。
- b) くえん酸溶液 (6.15) 又は L(+)-酒石酸溶液 (6.16) を、試料のはかりとり量に応じて、表 3 によって加え、更に溶液中のクロム量 0.1 g につき 20 mL を追加する。
- c) 以降、9.3.2 b)～d) の操作を行う。なお、試料溶液のコバルト含有量が 2 mg 以上 5 mg 未満の場合は、9.3.1 b)～e) の操作を行ってもよい。

9.4 沈殿のひょう量

沈殿のひょう量操作は、次による。

- a) ガラス製ろ過器 (7.1) を、あらかじめ $115\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ で乾燥して、質量差が 0.3 mg 以内の恒量とする。
- b) 9.3 で得た沈殿を、このガラス製ろ過器でろ過し、アンモニア性洗浄水 (6.9) で十分に洗浄する。ろ液及び洗液は、元のビーカーとは別のビーカー (500 mL) に受ける。
- ろ液及び洗液中のニッケルを、9.5 により定量して、簡条 11 で加算する。
- c) 沈殿をガラス製ろ過器とともに $115\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ で約 1 時間乾燥し、デシケーター中で常温まで放冷した後、質量をはかる。恒量となるまでこの操作を繰り返し、得た質量からガラス製ろ過器の質量を差し引いて、ジメチルグリオキシムニッケルの質量とする。

9.5 ろ液中のニッケル定量

ろ液中のニッケルの定量を原子吸光分析方法によって行う手順は、次による。定量して得た値は、簡条 11 で加算する。なお、ろ液中のニッケル量が、試料中のニッケル含有率に比べて十分に少ないことがわかっている場合は、定量を行わなくてもよい。

- a) 9.4 b) で得たろ液及び洗液を加熱し、シロップ状となるまで蒸発させる。
- なお、9.3.1 e) の再沈殿操作によりろ液を得た場合は、これを、9.4 b) で得たろ液及び洗液に移し入れた後に、加熱する。
- b) 塩酸 (6.1) を 50 mL 加えて、液量が 10 mL～20 mL となるまで加熱した後、熱水 50 mL を加え沸騰させる。放冷した後、200 mL の全量フラスコに移し入れ、水で標線までうすめる。
- c) b) で得た溶液中のニッケル量は、附属書 A により定量する。定量値が、試料中のニッケル含有率 [質量分率 (%)] として 0.2 % を超えないことが望ましい。

注記 ろ液中のニッケル量が多い場合、ろ過が不完全である恐れがある。

10 空試験

試料を用いないで、9.1 b)～9.5 の手順に従って、試料と同じ操作を、試料と併行して行う。

11 計算

計算は、次の式による。

$$Ni = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.2032}{m \times \frac{B}{250}} \times 100 + w_f$$

ここで、
 Ni : 試料中のニッケル含有率 [質量分率 (%)]
 m_1 : 9.4 で得たジメチルグリオキシムニッケルの質量 (g)
 m_2 : 簡条 10 で得たジメチルグリオキシムニッケルの質量 (g)
 m : 簡条 8 ではかりとった試料の量 (g)
 B : 9.2.1 d) で分取した、試料溶液又は空試験溶液の量 (mL)
 ただし、分取の操作を行わなかった場合は、250 とする。
 w_f : A.5 で得たる液及び洗液中のニッケルの、試料中での含有率 [質量分率 (%)]

12 許容差

許容差は、表 4 による。

表 4— 許容差

ニッケル含有率 [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 (%)]
0.1 以上 19.6 以下	$f(n) \times [0.0027 \times (Ni) + 0.0049]$	$f(n) \times [0.0087 \times (Ni) + 0.0110]$
許容差計算式中の $f(n)$ の値は、JIS Z 8402-6 の表 1 [許容範囲の係数 $f(n)$] による。n 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、(Ni) は、許容差を求めるニッケル定量値の平均値 [質量分率 (%)] である。 ニッケル含有率 (質量分率) 19.6 % 超え 30 % 以下における許容差は、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。 注記 この許容差は、日本鉄鋼認証標準物質の認証値決定の分析結果から、ジメチルグリオキシムニッケル重量法による定量値を集計し、解析して求めた。なお、この分析においては、9.5 の操作を行っていない。		

附属書 A (規定)

ろ液中のニッケル含有量の原子吸光分析方法による定量

A.1 一般

9.5 で得たるろ液及び洗液中のニッケル含有量は、原子吸光分析方法によって定量する。

A.2 試薬

試薬は、次による。

なお、次の原液又は標準液の代わりに、濃度が同レベルで、トレーサビリティがとれ、かつ、他の成分¹⁾の混入がないか、又は微量でその量が既知である、市販の標準液を用いてもよい。この場合、規格で規定している濃度は、その液に記載されている濃度又はファクターで補正して用いる。

注¹⁾ 他の成分とは、ニッケル、塩酸及び硝酸以外の成分を指す。

A.2.1 ニッケル原液 (Ni : 1 000 µg/mL) ニッケル (質量分率 99.9 %以上) 1.000 g をはかりとって、ビーカー (200 mL) に移し入れ、時計皿で覆う。硝酸 (1+1) 40 mL を加え、穏やかに加熱して溶解し、引き続き加熱して窒素酸化物などを追い出す。常温まで冷却した後、時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除く。洗液は、ビーカーに入れる。溶液を 1 000 mL の全量フラスコに水を用いて移し入れ、水で標線までうすめてニッケル原液とする。

A.2.2 ニッケル標準液 (Ni : 100 µg/mL) ニッケル原液 (A.2.1) を、使用の都度、水で正確に 10 倍にうすめて、ニッケル標準液とする。

A.3 装置

装置は、次による。

A.3.1 原子吸光分析装置 アセチレン・空気フレーム及びニッケル中空陰極ランプを備えたもの。

警告 JIS K 0121 の 10. (安全) の項目を遵守する。

A.4 操作

A.4.1 検量線の作成

200 mL の全量フラスコを 5 個準備し、表 A.1 によってニッケル標準液 (A.2.2) を正確に加える。塩酸 (6.1) 50 mL を加えて、水で標線までうすめる。

A.4.2 原子吸光分析装置の調整

原子吸光分析装置 (A.3.1) の調整は、次によるほか、JIS K 0121 及び装置の製造業者の指示書に従う。
一 検量線用溶液の最高濃度溶液とゼロメンバーの吸光度との差が、最大となるようにバーナーの位置 (水平、垂直及び回転方向) 及び各ガス流量を調節する。

一 分光光度計が、測定する波長 (232.0 nm) に正確に調整されていることを確認する。

表 A.1—ニッケル標準液 (A.2.2) 添加量

ニッケル標準液添加量 mL	検量線用溶液中のニッケル量 mg
0	0
2	0.2
5	0.5
10	1.0
15	1.5

A.4.3 吸光度の測定

9.5 で得た溶液の一部を、水を用いてゼロ点を調整した原子吸光分析装置のアセチレン・空気フレーム中に噴霧し、ニッケル中空陰極ランプから放射される、波長 232.0 nm の光の吸光度を測定する。

A.4.4 検量線の作成

A.4.1 で調製した検量線用溶液の各液について、A.4.3 の手順によって、9.5 で得た溶液と併行して吸光度を測定し、得た吸光度と溶液中のニッケル量との関係線を作成し、その関係線を原点を通るように平行移動して、検量線とする。

A.5 計算

A.4.3 で得た吸光度と A.4.4 で得た検量線とから、ニッケル含有量を求め、ろ液中のニッケル含有量を試料中の含有率 [質量分率 (%)] に換算した値を、次の式によって算出する。

$$w_f = \frac{(m_3 - m_4)}{m \times 1\,000 \times \frac{B}{250}} \times 100$$

ここで、 w_f : 9.5 で得た、ろ液及び洗液中のニッケルの、試料中での含有率 [質量分率 (%)]

m_3 : 9.5 で得た、ろ液及び洗液中のニッケル含有量 (mg)

m_4 : 簡条 10 で得た、ろ液及び洗液中のニッケル含有量 (mg)

m : 簡条 8 ではかりとった試料の量 (g)

B : 9.2.1 d) で分取した、試料溶液又は空試験溶液の量 (mL)
ただし、分取の操作を行わなかった場合は、250 とする。

附属書 JA

(参考)

JIS と対応国際規格との対比表

JIS G 1216-1		ISO 4938:2016, (MOD)		
a) JIS の箇条番号	b) 対応国際規格の対応する箇条番号	c) 箇条ごとの評価	d) JIS と対応国際規格との技術的差異の内容及び理由	e) JIS と対応国際規格との技術的差異に対する今後の対策
1	1	変更	ニッケル含有率（質量分率）適用範囲の下限を、JIS は 0.1 %、ISO 規格は 1 %と規定している。JIS は、日本鉄鋼認証標準物質の認証値決定の実績から、適用範囲を拡大した。	現状のままとする。
3	—	追加	JIS は、JIS Z 8301 の改正に伴い追加した。	現状のままとする。
4	—	追加	JIS は、定量方法に共通な一般事項を規定した。鉄及び鋼の定量における共通事項を、JIS G 1201 に規定し、原子吸光分析装置を用いた定量分析における共通事項は、JIS K 0121 に規定している。	現状のままとする。
5	3	変更	ISO 規格は、原理を記載しているが、JIS は、要旨を記載し、日本独自の操作を追記している。	現状のままとする。
6	4	変更	操作方法の追加及び変更により、使用する試薬の種類及び／又は濃度が異なる。	現状のままとする。
7.1	5.1	変更	ガラスフィルタの規格において、JIS と ISO 規格とで規定している孔径が異なる。	現状のままとする。
7.2	5.3	追加	JIS は、国内で多用している銀－塩化銀電極の使用を認めている。 JIS は、定電位電解装置の構成図を追加している。	現状のままとする。
—	6	削除	ISO 規格は、試料の採取方法を規定した ISO 14284 を引用している。JIS は、国際一致規格である JIS G 0417 を、JIS G 1201 に規定しており、規定内容は一致している。	—
8	7.1	変更	はかりとり量を、JIS は、ニッケル含有率（質量分率）により、ISO 規格は、ジメチルグリオキシムニッケルの生成量により規定している。	現状のままとする。
—	7.1	削除	ISO 規格は、はかりとりの最小読取値を規定している。JIS は、JIS G 1201 に規定しており、規定内容は一致している。	—
9.1 9.2	7.2.1	変更	JIS と ISO 規格とは、試料分解操作の区分が異なるが、技術的な差異はない。	—
9.2.1 c)	7.2.1	選択	JIS は、酸分解後のろ過操作において、残さ（渣）が認められない場合は、残さ（渣）処理の省略を認める規定としている。	現状のままとする。

a) JIS の箇条番号	b) 対応国際規格の対応する箇条番号	c) 箇条ごとの評価	d) JIS と対応国際規格との技術的差異の内容及び理由	e) JIS と対応国際規格との技術的差異に対する今後の対策
9.2.1 c) 9.2.2 e)	7.2.1	変更	残さ（渣）の融剤として、JIS は二硫酸ナトリウム又は二硫酸カリウムを、ISO 規格は亜硫酸水素ナトリウムを規定している。技術的な差異はない。	—
9.3	7.2.2	変更	JIS と ISO 規格とでは、沈殿生成操作の区分が異なるが、技術的な差異はない。	—
9.3.1 a) 9.3.3 a)	7.2.2.1 7.2.3	選択	鉄のマスキング剤として、ISO 規格のクエン酸に、JIS は、L(+)-酒石酸を追加し、いずれかを選択するとしている。	—
9.3.1 e) 9.5	7.2.2 7.2.4	変更	ISO 規格は、ろ液中のニッケルを定量し、ニッケル含有率の計算に含めることを、要求事項として規定している。JIS は、これを許容事項としている。	現状のままとする。
9.3.2 c)	7.2.2.3	変更	コバルトを酸化する試薬として、JIS は臭素酸カリウムを、ISO 規格はヘキサシアノ鉄（Ⅲ）カリウムを規定している。	現状のままとする。
9.3.4 b)	7.2.2.4	選択	銅の析出方法として、ISO 規格の定電位電解法に、JIS は、金属アルミニウムによる還元析出法を追加し、いずれかを選択するとしている。	現状のままとする。
9.4	7.2.4	変更	ガラス製ろ過器及び沈殿を恒量とする温度を、JIS は 115 °C ± 5 °C、ISO 規格は 110 °C と規定している。	現状のままとする。
10	—	変更	JIS は、空試験を規定している。ISO 規格は、空試験を規定していない。	現状のままとする。
11	8.1.1	変更追加	JIS は、空試験の結果、及び分取率を計算式に含めている。ISO 規格は、空試験の結果の項を、空のろつぼの質量としている。また、分取操作がないため、分取率の項がない。技術的な差異はない。	—
12	8.2	変更	JIS は、許容差を、日本鉄鋼認証標準物質の認証値決定の分析結果を集計し、解析して独自に求めている。国内の分析技術の実態を反映しており、ISO 規格と差がある。	現状のままとする。
—	9	削除	ISO 規格は、試験報告の記載事項を規定している。JIS は、製品規格で規定する。	現状のままとする。
—	Annex A Annex B	削除	ISO 規格は、許容差を求めるための国際共同実験の情報を記載している。JIS は、独自に許容差を求めている。	現状のままとする。
A.2	C.2.2 C.2.3	選択	JIS は、市販の標準液の使用を認める規定を追加している。	現状のままとする。
A.4.2	C.4.2	変更	JIS は、JIS K 0121 を引用している。技術的な差異はない。	—
A.4.3	C.4.3	変更	技術的な差異はない。	—

a) JIS の箇条番号	b) 対応国際規格の対応する箇条番号	c) 箇条ごとの評価	d) JIS と対応国際規格との技術的差異の内容及び理由	e) JIS と対応国際規格との技術的差異に対する今後の対策
A.4.4	C.4.4	変更	JIS は、得た吸光度と溶液中のニッケル量との関係線を、原点を通るように平行移動して、検量線としている。技術的な差異は小さい。	現状のままとする。
A.5	C.5	変更	JIS は、分取をする場合があるため、分取量を考慮した式としている。	現状のままとする。
注記 1 箇条ごとの評価欄の用語の意味を、次に示す。 － 削除：対応国際規格の規定項目又は規定内容を削除している。 － 追加：対応国際規格にない規定項目又は規定内容を追加している。 － 変更：対応国際規格の規定内容又は構成を変更している。 － 選択：対応国際規格の規定内容とは異なる規定内容を追加し、それらのいずれかを選択するとしている。 注記 2 JIS と対応国際規格との対応の程度の全体評価の記号の意味を、次に示す。 － MOD：対応国際規格を修正している。				