規格番号	JIS G 1216-3（制定）
規格名称	鉄及び鋼－ニッケル定量方法－第 3 部：ジメチルグリオキシム吸光光度法
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 3 部として，ジメチルグリオキシム吸光光度法について規定し，旧規格の**附属書 4** 及び**附属書 5** を基として作成する。

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）**附属書 4** を水酸化鉄沈殿分離法，**附属書 5** をくえん酸マスキング法として区別する（**8.1**）。
（3）鉄をより具体的に規定する（**6.8**）。
（4）ニッケル標準液として，市販の金属標準液の使用を認める（**6.14**）。
（5）試料溶液の調製の選択基準の記載を変更し，分かりやすくする（**8.2.1** 及び **8.3.1**）。
（6）光度計を分光光度計とし，補償用対照液を対照液として呈色液の吸光度を測定する方法に変更する（**8.2.3** 及び **8.3.3**）。
（7）計算式を，一つの式に統合する（**箇条** 11）。
（8）許容差式を，**JIS Z 8402-6** により再解析し見直す（**表 7**）。

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 試料のはかりとり …… 3
8 操作 …… 3
8.1 操作方法 …… 3
8.2 水酸化鉄沈殿分離法 …… 3
8.3 くえん酸マスキング法 …… 5
9 空試験 …… 6
9.1 水酸化鉄沈殿分離法の場合 …… 6
9.2 くえん酸マスキング法の場合 …… 6
10 検量線の作成 …… 6
10.1 水酸化鉄沈殿分離法の場合 …… 6
10.2 くえん酸マスキング法の場合 …… 7
11 計算 …… 7
11.1 水酸化鉄沈殿分離法の場合 …… 7
11.2 くえん酸マスキング法の場合 …… 7
12 許容差 …… 8
附属書 JA（参考）JIS と対応国際規格との対比表 …… 9

JIS DRAFT 2021/06/02

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

JIS DRAFT 2021/06/02

日本産業規格（案）　JIS G 1216-3：9999

鉄及び鋼－ニッケル定量方法－ 第 3 部：ジメチルグリオキシム吸光光度法

Iron and steel－Determination of nickel－
Part 3: Dimethylglyoxime spectrophotometric method

JIS DRAFT 2021/06/02

序文

この規格は，2016 年に第 2 版として発行された **ISO 4939** 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吸光光度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）0.01 %以上 5.0 %以下の定量に適用する。

ただし，水酸化鉄沈殿分離法（**8.2**）は，分取した試料溶液中にマンガン 2 mg，コバルト 0.3 mg 以上を含む場合には適用しない。また，くえん酸マスキング法（**8.3**）は，マンガン含有率（質量分率）5 %以上の試料には適用しない。

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 4939:2016, Steel－Determination of nickel－Dimethylglyoxime spectrophotometric 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 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

試料を適切な酸で分解し，アンモニア水でアルカリ性としてよう素を加えて，ニッケルを酸化した後，ジメチルグリオキシムを加えて，ジメチルグリオキシムニッケル錯体を生成させる。ニッケル含有率によって，鉄を水酸化鉄として沈殿させて分離する，又はくえん酸でマスキングする。分光光度計を用いて，440 nm 又は 530nm 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　硝酸

6.3　硝酸（1＋1）

6.4　過塩素酸

6.5　王水

6.6　アンモニア水

6.7　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。

6.8　鉄　純度の高い鉄で，ニッケル含有率（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。くえん酸マスキング法（**8.3**）を適用する場合は，ニッケル含有率（質量分率）が 0.01 %未満であることが保証されているものを用いてもよい。

注記　くえん酸マスキング法を適用する場合は，空試験に用いる鉄中のニッケル量を無視できる。

6.9　よう素溶液　よう素 2.6 g をはかりとり，よう化カリウム 10 g を加え，水約 100 mL で完全に溶解した後，水で 1 000 mL にうすめる。この溶液は，褐色瓶に保存する。

6.10 塩化ナトリウム

6.11 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。

6.12 エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物（以下，EDTA2Na という。）

6.13 ジメチルグリオキシム溶液　ジメチルグリオキシム 1 g をはかりとり，水酸化ナトリウム溶液（10 g/L）

JIS DRAFT 2021/06/02

100 mL に溶解する。

6.14 ニッケル標準液 次の標準液の代わりに，濃度が標準液と同レベルで，トレーサビリティーがとれ，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。

6.14.1 ニッケル標準液 A（Ni：500 μg/mL） ニッケル（質量分率 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，時計皿で覆い，硝酸（1＋1）20 mL を加え，穏やかに加熱して溶解する。過塩素酸 20 mL を加え，引き続き加熱して，過塩素酸の濃厚な白煙が発生し，その後ビーカーの内部が透明になってから，更に 2，3 分間加熱を続ける。放冷した後，時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き，水約 100 mL を加えて塩類を溶解する。常温まで冷却した後，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標準液 A とする。

6.14.2 ニッケル標準液 B（Ni：250 μg/mL） ニッケル（質量分率 99.9 %以上）0.250g をはかりとって，ビーカー（300 mL）に移し入れ，時計皿で覆い，硝酸（1＋1）10 mL を加え，穏やかに加熱して溶解する。過塩素酸 20 mL を加え，引き続き加熱して，過塩素酸の濃厚な白煙が発生し，その後ビーカーの内部が透明になってから，更に 2，3 分間加熱を続ける。放冷した後，時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き，水約 100 mL を加えて塩類を溶解する。常温まで冷却した後，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標準液 B とする。

7 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

操作方法	はかりとり量
水酸化鉄沈殿分離法（**8.2**）	0.50
くえん酸マスキング法（**8.3**）	0.20

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。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。

8.1 操作方法

操作方法は，**表 3** による。

表 3－操作方法

ニッケル定量範囲［質量分率（%）］	操作方法
0.01 以上 1.0 以下	水酸化鉄沈殿分離法（**8.2**）
1.0 以上 5.0 以下	くえん酸マスキング法（**8.3**）

8.2 水酸化鉄沈殿分離法

8.2.1 試料溶液の調製

JIS DRAFT 2021/03/02

8.2.1.1　硝酸及び過塩素酸で分解容易な試料の場合

試料溶液の調製は，次による。

a)　試料をはかりとって，三角フラスコ（300 mL）に移し入れる。

b)　過塩素酸（**6.4**）15 mL 及び硝酸（**6.2**）5 mL を加え，加熱して分解し，更に加熱して過塩素酸の濃厚な白煙を発生させる。放冷した後，水約 100 mL を加えて振り混ぜ，塩類を溶解する。常温まで冷却した後，溶液を 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。

8.2.1.2　クロムを含む試料の場合

試料溶液の調製は，次による。

a)　試料をはかりとって，三角フラスコ（300 mL）に移し入れる。

b)　塩酸（**6.1**）10 mL 及び硝酸（**6.2**）5 mL を加え，加熱して分解する。

c)　過塩素酸（**6.4**）15 mL～20 mL を加え，引き続き加熱して過塩素酸の濃厚な白煙を発生させ，クロムを二クロム酸に酸化する。

d)　**表 4** に示す分取量中のクロム量が 1 mg 以下となる場合は，次の塩化ナトリウムによるクロムの揮散処理を省略してもよい。

c)で得た溶液に，更に加熱を続けながら，塩化ナトリウム（**6.10**）0.1 g～0.5 g を少量ずつ数回に分けて加え，大部分のクロムを二塩化二酸化クロムとして揮散させる。

e)　**c)**又は **d)**で得た溶液を放冷した後，水約 100 mL を加え，振り混ぜて塩類を溶解する。常温まで冷却した後，溶液を 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。

8.2.2　呈色

8.2.1 で得た試料溶液を，**表 4** に従って 100 mL の全量フラスコに分取し，水で液量を約 50 mL とする。よう素溶液（**6.9**）10 mL を加えて振り混ぜ，5 分～10 分間静置する。アンモニア水（**6.6**）20 mL を加え，流水中で常温まで冷却する。なお，分取した試料溶液中に銅を 0.3 mg 以上を含み，吸光度の測定を **8.2.3.2** によって行う場合には，15 ℃以下に冷却する。

ジメチルグリオキシム溶液（**6.13**）3 mL を加え，水で標線までうすめ，呈色液とする。

表 4－分取量

単位 mL

ニッケル含有率 ［質量分率（%）］	分取量
0.01 以上　0.20 未満	50
0.20 以上　0.50 未満	20
0.50 以上　1.0 以下	10

8.2.3　吸光度の測定

8.2.3.1　分取溶液中の銅含有量が 0.3mg 未満の場合

8.2.2 で得た呈色液の一部を，乾いたろ紙（5 種 A）でろ過する。ろ液の最初の数 mL は捨て，その後のろ液の一部を分光光度計の吸収セル（10 mm）に取り，呈色後 30 分以内に，水を対照液として 440 nm の波長における吸光度を測定する。

8.2.3.2　分取溶液中の銅含有量が 0.3 mg 以上の場合

JIS DRAFT 2021/06/02

8.2.2 で得た呈色液の一部を，乾いたろ紙（5 種 A）でろ過する。ろ液の最初の数 mL は捨て，その後のろ液の約 30 mL を乾いたビーカー（100 mL）に受ける。EDTA2Na （**6.12**）0.1 g を加え，振り混ぜて溶解し，直ちに溶液の一部を分光光度計の吸収セル（10 mm）に取り，EDTA2Na 添加後 5 分以内に，水を対照液として 440 nm の波長における吸光度を測定する。

8.3 くえん酸マスキング法

8.3.1 試料溶液の調製

8.3.1.1 銅含有率（質量分率）3 %未満の試料の場合

試料溶液の調製は，次による。

a) 試料をはかりとって，三角フラスコ（300 mL）に移し入れる。

b) 王水（**6.5**）20 mL を加え，加熱して分解する。

c) 過塩素酸（**6.4**）15 mL を加え，引き続き加熱して過塩素酸の濃厚な白煙を発生させ，クロムを二クロム酸に酸化する。

d) 試料中のクロム含有率（質量分率）が 10 %未満の場合は，次の塩化ナトリウムによるクロムの揮散処理を省略してもよい。

c)で得た溶液を，更に加熱を続けながら塩化ナトリウム（**6.10**）0.1 g～0.5 g を少量ずつ数回に分けて加え，大部分のクロムを二塩化二酸化クロムとして揮散させる。

e) **c)**又は **d)**で得た溶液を放冷した後，水約 100 mL を加え，振り混ぜて塩類を溶解する。常温まで冷却した後，溶液を 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。

8.3.1.2 銅含有率（質量分率）3 %以上の試料の場合

試料溶液の調製は，次による。

a) 試料をはかりとって，三角フラスコ（300 mL）に移し入れる。

b) 王水（**6.5**）20 mL を加え，加熱して分解する。

c) 過塩素酸（**6.4**）15 mL を加え，引き続き加熱して過塩素酸の濃厚な白煙を発生させ，クロムを二クロム酸に酸化する。更に加熱を続け，過塩素酸の残量が 7 mL～10 mL になるまで蒸発させた後，放冷する。

d) 水約 100 mL を加えて塩類を溶解し，アルミニウム片（**6.7**）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。析出した金属銅を，残ったアルミニウム片とともに，ろ紙（5 種 B）でろ過する。ろ紙及び残さを温水で 7，8 回洗浄し，ろ液及び洗液は，ビーカー（300 mL）に受ける。

e) **d)**で得た溶液に，硝酸（1＋1）（**6.3**）5 mL 及び過塩素酸 5 mL を加え，時計皿で覆い，加熱して過塩素酸の濃厚な白煙を発生させる。放冷した後，時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き，水約 100 mL を加え，振り混ぜて塩類を溶解する。常温まで冷却した後，溶液を 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。

8.3.2 呈色

8.3.2.1 コバルト含有率（質量分率）3 %未満の試料の場合

8.3.1 で得た試料溶液 10 mL を，100 mL の全量フラスコに分取し，くえん酸溶液（**6.11**）10 mL を加えた後，水で液量を約 50 mL とする。アンモニア水（**6.6**）10 mL を加えて振り混ぜた後，全量フラスコを流水

JIS DRAFT 2021/06/02

に浸して常温まで冷却する。よう素溶液（**6.9**）10mL 及びジメチルグリオキシム溶液（**6.13**）3 mL を加え，水で標線までうすめて呈色液とする。

8.3.2.2　コバルト含有率（質量分率）3 %以上の試料の場合

2 個の 100 mL の全量フラスコに，**8.3.1** で得た試料溶液をそれぞれ 10 mL 分取し，くえん酸溶液（**6.11**）10 mL を加えた後，水で液量を約 50 mL とする。アンモニア水（**6.6**）10 mL を加えて振り混ぜた後，全量フラスコを流水に浸して常温まで冷却する。

一方の全量フラスコには，よう素溶液（**6.9**）10 mL 及びジメチルグリオキシム溶液（**6.13**）3 mL を加え，水で標線までうすめて呈色液とする。もう一方の全量フラスコには，よう素溶液 10 mL だけを加え，水で標線までうすめて補償用対照液とする。

8.3.3　吸光度の測定

8.3.3.1　コバルト含有率（質量分率）3 %未満の試料の場合

8.3.2.1 で得た呈色液の一部を，分光光度計の吸収セル（10 mm）に取り，呈色後 30 分以内に，水を対照液として 530 nm の波長における吸光度を測定する。

8.3.3.2　コバルト含有率（質量分率）3 %以上の試料の場合

8.3.2.2 で得た呈色液の一部を，分光光度計の吸収セル（10 mm）に取り，呈色後 30 分以内に，補償用対照液を対照液として，530 nm の波長における，吸光度を測定する。

9　空試験

9.1　水酸化鉄沈殿分離法の場合

鉄（**6.8**）0.500 g を三角フラスコ（300 mL）にはかりとり，以降，**8.2.1.1 b)**，**8.2.2** 及び **8.2.3** の手順，又は **8.2.1.2 b)～e)**，**8.2.2** 及び **8.2.3** の手順に従って，試料と同じ操作を試料と併行して行う。

9.2　くえん酸マスキング法の場合

鉄（**6.8**）0.200 g を三角フラスコ（300 mL）にはかりとり，以降，**8.3.1.1 b)～e)**，**8.3.2** 及び **8.3.3** の手順，又は **8.3.1.2 b)～e)**，**8.3.2** 及び **8.3.3** 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

10.1　水酸化鉄沈殿分離法の場合

6 個の三角フラスコ（300 mL）を準備し，それぞれに鉄（**6.8**）0.500 g をはかりとって，移し入れ，更にニッケル標準液 B（**6.14.2**）を**表 5** に従って正確に加える。以降，**8.2.1.1 b)**，**8.2.2** 及び **8.2.3.1** の手順に従って操作し，得た吸光度と呈色液中のニッケ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。

JIS DRAFT 2021/06/02

表 5－水酸化鉄沈殿分離法のニッケル標準液添加量

ニッケル含有率 ［質量分率（%）］	使用する ニッケル標準液	ニッケル標準液添加量 mL	呈色液中のニッケル量 mg
0.01 以上　0.20 未満	標準液 B（**6.14.2**）	0，0.50，1.0，2.0，3.0，4.0	0，0.025，0.05，0.1，0.15，0.2
0.20 以上　0.50 未満	標準液 B（**6.14.2**）	0，2.0，4.0，6.0，8.0，10.0	0，0.04，0.08，0.12，0.16，0.2
0.50 以上　1.0 以下	標準液 B（**6.14.2**）	0，4.0，8.0，12.0，16.0，20.0	0，0.04，0.08，0.12，0.16，0.2
注記　呈色液中のニッケル量は，**表 4** に従って分取して調製した，検量線溶液中のニッケル量である。			

10.2　くえん酸マスキング法の場合

6 個の三角フラスコ（300 mL）を準備し，それぞれに鉄（**6.8**）0.200 g をはかりとって，移し入れ，更にニッケル標準液 A（**6.14.1**）を**表 6** に従って正確に加える。以降，**8.3.1.1 b)～e)**，**8.3.2.1** 及び **8.3.3.1** の手順に従って操作し，得た吸光度と呈色液中のニッケ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。

表 6－くえん酸マスキング法のニッケル標準液添加量

ニッケル含有率 ［質量分率（%）］	使用する ニッケル標準液	ニッケル標準液添加量 mL	呈色液中のニッケル量 mg
1.0 以上　5.0 以下	標準液 A（**6.14.1**）	0，4.0，8.0，12.0，16.0，20.0	0，0.08，0.16，0.24，0.32，0.4
注記　呈色液中のニッケル量は，検量線溶液中のニッケル量である。			

11　計算

11.1　水酸化鉄沈殿分離法の場合

8.2.3 及び **9.1** で得た吸光度と，**10.1** で作成した検量線とから相当するニッケル検出量（mg）を求め，試料中のニッケル含有率を，式(1)によって算出する。

$$Ni = \frac{m_1 - (m_2 - m_3 \times B)}{m \times 1\,000 \times B} \times 100 \qquad (1)$$

ここで，
Ni：　試料中のニッケル含有率［質量分率（%）］
m_1：　分取した試料溶液中のニッケル検出量（mg）
m_2：　分取した空試験液中のニッケル検出量（mg）
m_3：　**9.1** ではかりとった鉄（**6.8**）0.500 g 中に含まれるニッケルの量（mg）
鉄中のニッケル含有率（質量分率）が，0.001 %未満であることが保証されている場合は，0 とする。
m：　**箇条 7** ではかりとった試料の量（g）
B：　試料溶液及び空試験溶液の分取比
分取量（**表 4**）／250 で求める

11.2　くえん酸マスキング法の場合

8.3.3 及び **9.2** で得た吸光度と，**10.2** で作成した検量線とから相当するニッケル検出量（mg）を求め，試料中のニッケル含有率を，式(2)によって算出する。

$$\mathrm{Ni} = \frac{m_1 - m_2}{m \times 1\,000 \times B} \times 100 \qquad (2)$$

JIS DRAFT 2021/06/02

ここで，　Ni：　試料中のニッケル含有率［質量分率（%）］
m_1：　分取した試料溶液中のニッケル検出量（mg）
m_2：　分取した空試験液中のニッケル検出量（mg）
m：　**箇条 7** ではかりとった試料の量（g）
B：　試料溶液及び空試験溶液の分取比
10／250 とする。

12　許容差

許容差は，**表 7** による。

表 7－許容差

操作方法	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（%）］
水酸化鉄沈殿分離法	0.01 以上	1.0 未満	$f(n)$×［0.004 0×（Ni）＋0.000 4］	$f(n)$×［0.011 7×（Ni）＋0.000 8］
くえん酸マスキング法	1.0 以上	5.0 以下	$f(n)$×［0.002 7×（Ni）＋0.002 4］	$f(n)$×［0.006 5×（Ni）＋0.006 4］

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。

注記　水酸化鉄沈殿分離法の許容差は，ニッケル含有率（質量分率）0.018 %以上 0.94 %以下の試料を用い，共同実験した結果から求めた。くえん酸マスキング法の許容差は，日本鉄鋼認証標準物質の認証値決定の定量結果を集計して解析した。

JIS DRAFT 2021/06/02

附属書 JA
（参考）
JIS と対応国際規格との対比表

JIS G 1216-3	**ISO 4939**: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）適用範囲を，**JIS** は 0.01 %以上 5.0 %以下，**ISO** 規格は 0.1 %以上 2.0 %以下と規定している。**JIS** は，日本鉄鋼認証標準物質の認証値決定の実績，及び国内共同実験結果の解析結果から，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** に規定している。	現状のままとする。
5	3	変更	**ISO** 規格は, 原理を規定しているが, **JIS** は，要旨を規定し，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。
6.14	4.7	追加	**JIS** は，市販標準溶液の使用を認めている。	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。	－
7	7.1	変更	はかりとり量を，**ISO** 規格は，一律 0.5 g と規定している。**JIS** は，操作方法によりはかりとり量を変更している。	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。	－
8.1 8.2 8.3	7.3	追加	**JIS** は，ニッケル含有率（質量分率）が低い場合に，水酸化鉄沈殿分離法を適用することから，これを追加している。含有率が高い場合は，**ISO** 規格と同一原理の方法（くえん酸マスキング法）を適用している。	現状のままとする。
8.3.1	7.2.1	変更 追加	**JIS** は, クロムの揮散処理を行うと規定している。さらに，銅含有率（質量分率）が高い場合の操作を追記している。**ISO** 規格は，酸分解後に残さ（渣）又は沈殿を認めた場合は，ろ過分離する規定としている。	現状のままとする。

JIS DRAFT 2021/06/02

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
8.3.2	7.2.2 7.2.3	変更	**JIS** は，コバルト含有率が高い場合は，吸光度測定の補償用対照液を調製すると規定している。**ISO** 規格は，全ての場合において補償用対照液を調製する。ただし，コバルト，銅又はマンガンが共存許容量を超える場合は，試料溶液の分取量を減らす規定としている。	現状のままとする。
8.3.3	7.3.4	変更	**ISO** 規格は，535 nm における吸光度を測定している。**JIS** のくえん酸マスキング法では, 530 nm における吸光度を測定している。	現状のままとする。
9	7.2	変更	空試験において，試料の代わりに，**JIS** は純鉄を用いるが，**ISO** 規格は，用いない。	現状のままとする。
10	7.4	変更	**JIS** と **ISO** 規格との操作方法の違いを反映して，標準液の添加量が異なるが，技術的な差異はない。	―
12	9	変更	**JIS** は，許容差を，国内共同実験結果，及び日本鉄鋼認証標準物質の認証値決定の解析結果から独自に求めている。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。
―	10	削除	**ISO** 規格は，試験報告の記載事項を規定している。**JIS** は，製品規格で規定している。	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。

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。

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。

JIS DRAFT 2021/06/02