

1. 制定/改正の別

制定

2. 産業標準案の番号及び名称

規格番号 JIS G 1228-2

規格名称 鉄及び鋼－窒素定量方法－第2部：アンモニア蒸留分離吸光光度法

3. 主務大臣

経済産業大臣

4. 制定・改正の内容等に関する事項**(1) 制定改正の必要性及び期待効果****【必要性】**

JIS G 1228:1997は、鉄及び鋼中の窒素定量方法を規定したもので、5種類の定量方法を規定している。現行規格は、2006年に追補改正を行ったものの約25年経過したが、この間、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ため、最新の技術的内容を導入したJISに改正する必要がある。

改正にあたり、“複数の分析方法が規定されている規格を改正する場合には、分析方法ごとに部編成規格として制定する”とした、原案作成団体（日本鉄鋼連盟鉄鋼標準化センター 鋼材規格及び原料規格検討会）の統一見解に従い、規格の使用実態アンケートの結果も踏まえ、新たに分析原理別に3分割して制定するものである。この規格は、“第2部：アンモニア蒸留分離アミド硫酸吸光光度法”として制定し、併せてJIS G 1228を廃止する。

【期待効果】

現行規格を分割制定することによって、規格使用者の利便性が高まるとともに、鉄鋼材料の成分組成が迅速かつ正確に評価され、効率的な産業活動に寄与することが期待できる。

(2) 制定の場合は規定する項目を、改正の場合は改正点

主な規定項目は、次のとおり。

- 1 適用範囲
- 2 引用規格
- 3 用語及び定義
- 4 一般事項
- 5 要旨
- 6 試薬
- 7 装置及び器具
- 8 試料のはかりとり
- 9 操作
- 10 空試験
- 11 検量線の作成
- 12 計算
- 13 許容差

(3) 制定・改正の主旨**① 利点がある場合にその項目(コード等一覧参照)**

ア, イ

② 欠点があるとする項目に該当しないことを確認(コード等一覧参照)

確認

③ 国が主体的に取り組む分野に該当しているか、又は市場適合性を有しているか。

国が主体的に取り組む分野

④ 国が主体的に取り組む分野に該当する場合の内容

幅広い関係者が活用する統一的な方法を定める規格

⑤ 市場適合性を有している場合の内容**⑥ 市場適合性を明らかにする根拠、理由等(定量的なデータ等)**

コード等一覧

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

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見込める場合であって、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。

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

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 装置及び器具	4
8 試料のはかりとり	6
9 操作	7
9.1 一般	7
9.2 試料溶液の調製	7
9.3 呈色及び吸光度の測定	8
10 空試験	10
11 検量線の作成	10
12 計算	10
13 許容差	11
附属書 JA（参考）JIS と対応国際規格との対比表	12

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 1228:2006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 1228 規格群（鉄及び鋼－窒素定量方法）は、次に示す部で構成する。

JIS G 1228-1 第1部：アンモニア蒸留分離アミド硫酸滴定法

JIS G 1228-2 第2部：アンモニア蒸留分離吸光光度法

JIS G 1228-3 第3部：不活性ガス融解－熱伝導度法

鉄及び鋼—窒素定量方法—

第2部：アンモニア蒸留分離吸光光度法

Iron and steel—Determination of nitrogen—

Part 2: Spectrophotometric methods after ammonium distillation separation

序文

この規格は、2018年に第2版として発行されたISO 4945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、鉄及び鋼中の窒素定量方法のうち、アンモニア蒸留分離吸光光度法について規定する。

この方法は、窒素含有率（質量分率）0.000 5 %以上 0.050 %以下の定量に適用する。

ただし、窒化けい素を含む試料には適用しない。また、インドフェノール青法（9.3.3）は、鋼中の窒素定量にだけ適用する。

注記1 JIS G 1228 規格群の定量範囲を表1に示す。

表1—JIS G 1228 規格群の定量範囲

規格番号	定量範囲 [質量分率 (%)]
JIS G 1228-1	0.002 以上 0.5 以下
JIS G 1228-2	0.000 5 以上 0.050 以下
JIS G 1228-3	0.000 8 以上 0.5 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 4945:2018, Steel—Determination of nitrogen—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 K 8001 試薬試験方法通則

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**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**による。

5 要旨

試料を塩酸で分解し、不溶解残さ（渣）をろ過し、ろ液は保存する。不溶解残さを、硫酸及び硫酸カリウムで分解し、ろ液に合わせる。この溶液を水酸化ナトリウムでアルカリ性とした後、水蒸気蒸留を行い、留出したアンモニアを吸収液に吸収させる。吸収液中のアンモニウムイオンを、次のいずれかの方法で呈色錯体とする。

- くえん酸、りん酸二水素ナトリウム及び *p*-トルエンスルホンクロロアミドナトリウムを加えた後、ビス（3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロン）を加える。
- フェノール、次亜塩素酸ナトリウム及びペンタシアノニトロシル鉄（III）酸ナトリウムを加える。

分光光度計を用いて、540 nm 又は 640 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。なお、空試験値ができるだけ低い試薬を使用する。

注記1 6.13～6.16 は、ビスピラズロン法（9.3.2）だけで使用し、6.2, 6.7, 6.9, 6.11, 6.12 及び 6.19 は、インドフェノール青法（9.3.3）だけで使用している。

6.1 塩酸（1+1）

6.2 次亜塩素酸ナトリウム溶液 次亜塩素酸ナトリウム（NaClO）の有効塩素含有率（質量分率）が約 0.3 % になるように水でうすめる。この溶液は、10 °C 以下の温度で保存して3日間以上経過したものを使用する。

6.3 硫酸 使用の都度、次によって調製した濃縮硫酸を用いることが望ましい。必要量の硫酸をビーカーにとり、加熱濃縮して白煙を20分～30分間発生させた後、放冷し濃縮硫酸とする。

6.4 硫酸吸収液 硫酸 30 mL を水約 700 mL 中に少量ずつ加えて冷却した後、水で 1 000 mL にうすめ、更に、その 40 mL を水で 1 000 mL にうすめる。

6.5 ほう酸溶液 (5 g/L)

6.6 水酸化ナトリウム溶液 A 粒状の水酸化ナトリウム 500 g をポリエチレンなどの樹脂製の容器にはかりとり、水約 900 mL を少量ずつ加え、冷却しながらかき混ぜて溶解する。常温まで冷却した後、水で 1 000 mL にうすめる。

6.7 水酸化ナトリウム溶液 B 水酸化ナトリウム溶液 A (6.6) を 16 mL とり、水で 1 000 mL にうすめる。

6.8 硫酸カリウム

6.9 リン酸水素二ナトリウム溶液 リン酸水素二ナトリウム・12 水 36 g をはかりとって水に溶解し、水で 1 000 mL にうすめる。

6.10 硫酸銅 (Ⅱ) 五水和物

6.11 ペンタシアノニトロシル鉄 (Ⅲ) 酸ナトリウム溶液 ペンタシアノニトロシル鉄 (Ⅲ) 酸ナトリウム二水和物 10 g をはかりとって水に溶解し、水で 1 000 mL にうすめる。使用の都度、この溶液 25 mL を水で 1 000 mL にうすめる。

6.12 フェノールナトリウム溶液 水酸化ナトリウム溶液 A (6.6) 5 mL に水 85 mL を加えてかき混ぜ、冷却しながらフェノール 5 g を加えて溶解し、水で 100 mL にうすめる。この溶液は、使用の都度、調製する。

6.13 緩衝液 くえん酸一水和物 23 g をはかりとって水に溶解し、水で 1 000 mL にうすめて、くえん酸溶液 (21 g/L) とする。りん酸水素二ナトリウム 28 g をはかりとって水に溶解し、水で 1 000 mL にうすめて、りん酸水素二ナトリウム溶液 (28 g/L) とする。このくえん酸溶液 197 mL と、りん酸水素二ナトリウム溶液 203 mL とを、使用の都度、混合して使用する。

注記 2 この緩衝液の pH は、4.8 となる。

6.14 クロラミン T 溶液 p-トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物 (以下、クロラミン T という。) 5 g をはかりとって水に溶解し、水で 1 000 mL にうすめる。

6.15 ピラゾロン溶液 3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロン (以下、ピラゾロンという。) 2.5 g をはかりとって水を加え、加熱して溶解する。室温まで冷却した後、水で 1 000 mL にうすめる。

6.16 ビスピラゾロン溶液 ビス (3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロン) (以下、ビスピラゾロンという。) 0.100 g をはかりとって炭酸ナトリウム溶液 (26.5 g/L) 50 mL を加え、加熱して溶解する。常温まで冷却し、使用直前に水で 2 倍にうすめる。この溶液は、使用の都度、調製する。

6.17 窒素原液 (N : 1 mg/mL) 減圧にした硫酸デシケーター中であらかじめ乾燥した塩化アンモニウム 3.820 g をはかりとってビーカー (200 mL) に移し入れ、水約 100 mL を加えて溶解する。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窒素原液とする。

6.18 窒素標準液 (N : 2 µg/mL) 窒素原液 (6.17) を、使用の都度、水で正確に 500 倍にうすめて、窒素標準液とする。

6.19 メチルレッド溶液 調製は、JIS K 8001 の表 JA.6 [指示薬 (中和滴定用) の調製] による。

7 装置及び器具

装置及び器具は、次による。

7.1 ガラス器具 ガラス器具は、窒素定量専用のものを準備し、使用直前に十分洗浄する。

7.2 水蒸気蒸留装置 水蒸気蒸留装置は、次による（装置の例は、図 1、図 2 及び図 3 参照）。

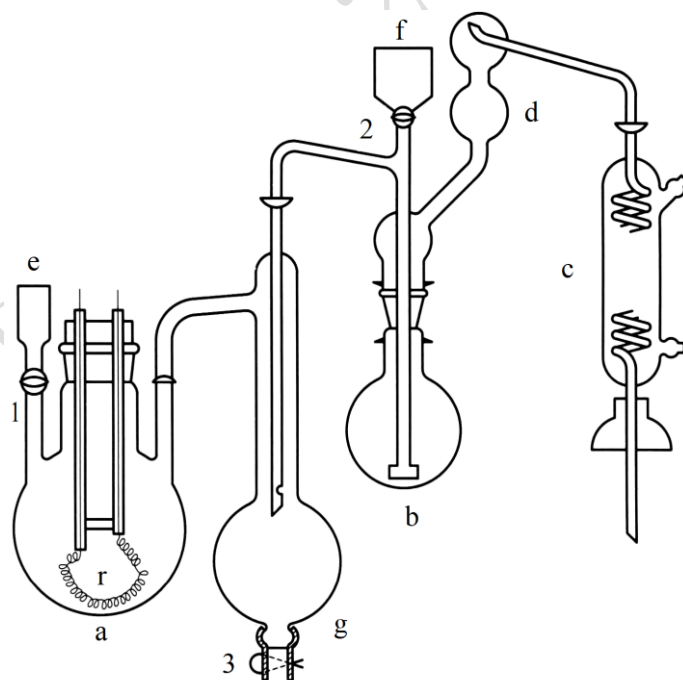
水蒸気蒸留装置は、硬質ガラスで作製し、水蒸気発生フラスコ (a)、蒸留フラスコ (b)、取入れ口 (e 及び f)、球室 (d) 及び蛇管冷却器 (c) からなる。各部は、すり合わせ連結を行って、スプリング又はクランプで固定する。受器は、100 mL の全量フラスコを使用する。水蒸気発生フラスコ (a) と蒸留フラスコ (b) との間には、トラップ (g) を連結してもよい。このトラップ (g) の底部の小管には、ピンチコックを付けたゴム管又は栓を備える。水蒸気発生フラスコ (a) の中には、突沸防止のため、細片状の金属すず 5 g～10 g を加えるとよい。

水蒸気蒸留装置が新しい場合、又は引き続き使用しなかった場合は、あらかじめ蛇管冷却器 (c) に水を通さないで 2 時間～3 時間水蒸気を通して洗浄する。引き続き定量を行う場合は、水蒸気を絶えず発生させておくとうい。

注記 抵抗加熱器が水蒸気発生フラスコに接触していると、加熱時にフラスコが割れる場合がある。

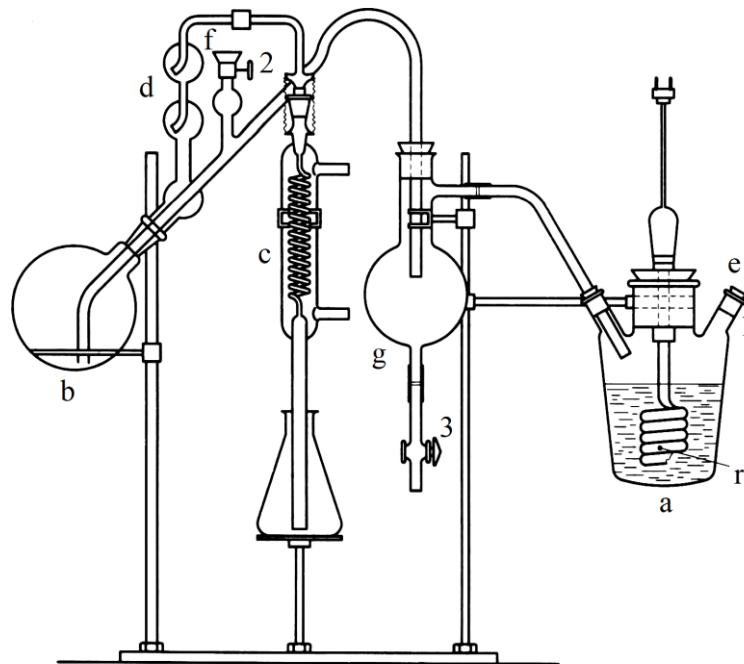
7.3 分光光度計 540 nm 及び 640 nm の波長における吸光度の測定に適した分光光度計を使用する。

7.4 水浴 沸騰水を使用する。



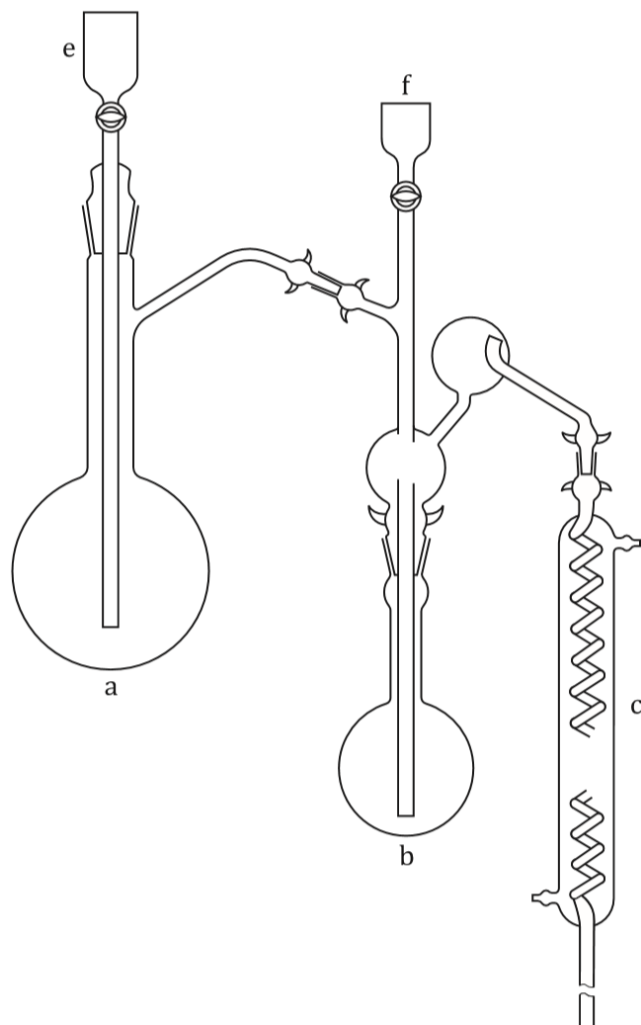
記号説明

- a : 水蒸気発生フラスコ (容積 : 2 L)
- b : 蒸留フラスコ
- c : 蛇管冷却器
- d : 球室
- e : 取入れ口 (水蒸気発生器)
- f : 取入れ口 (蒸留フラスコ)
- g : トラップ
- r : 熱源 (抵抗加熱器)
- 1, 2, 3 : 栓

図 1—水蒸気蒸留装置の例 (その 1)**記号説明**

- a : 水蒸気発生フラスコ (容積 : 2 L)
- b : 蒸留フラスコ
- c : 蛇管冷却器
- d : 球室
- e : 取入れ口 (水蒸気発生器)
- f : 取入れ口 (蒸留フラスコ)
- g : トラップ
- r : 熱源 (抵抗加熱器)
- 1, 2, 3 : 栓

図 2—水蒸気蒸留装置の例 (その 2)



記号説明

- a : 水蒸気発生フラスコ（容積：1 L）
- b : 蒸留フラスコ
- c : 蛇管冷却器
- e : 取入れ口（水蒸気発生器）
- f : 取入れ口（蒸留フラスコへ）

図 3－水蒸気蒸留装置の例（その 3）

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

呈色方法	窒素定量範囲 [質量分率（％）]	試料のはかりとり量 g
ビスピラズロン法 (9.3.2)	0.000 5 以上 0.002 未満	4.0
	0.002 以上 0.02 以下	2.0
インドフェノール青法 (9.3.3)	0.000 5 以上 0.005 未満	2.0
	0.005 以上 0.05 以下	1.0

9 操作

9.1 一般

操作は、すべての窒素化合物源を排気できる換気装置を設置した分析室で行う。また、使用する水の中にも窒素化合物を含んではならない。

9.2 試料溶液の調製

9.2.1 試料の分解

試料の分解操作は、次による。

- a) 試料をはかりとってビーカー（300 mL）又は三角フラスコ（300 mL）に移し入れ、時計皿で覆う。なお、三角フラスコの場合は、漏斗をフラスコの口に載せる。
せん（銑）鉄及び鋳鉄試料は、試料の粒度によって窒素の偏析があるので、149 μm ～840 μm （20 メッシュ～100 メッシュ相当）の粒度のものを使用する。
- b) 塩酸（1+1）（6.1）を表 3 に従って加え、穏やかに加熱して分解する。時計皿の下面又は漏斗の先端を水で洗って、時計皿又は漏斗を取り除く。

表 3—塩酸の添加量

試料のはかりとり量 g	塩酸（1+1）の添加量 mL
1.0 又は 2.0	30
4.0	50

- c) b) で得た溶液を、ろ紙（5 種 B 又は 5 種 C）を用いてろ過し、ろ液をビーカー（300 mL）に受ける。
なお、ろ紙は、微細な窒化物を含まない試料の場合は、ろ紙（5 種 B）でもよいが、窒化物の粒径が不明な場合は、ろ紙（5 種 C）を使用することが望ましい。窒化ほう素のような微細な窒化物が存在することが分かっている場合には、孔径 0.2 μm 未満のメンブランフィルターを用いて減圧ろ過する。
- d) ビーカー又は三角フラスコを水で洗い、ビーカー又は三角フラスコの内壁に付着した粒子をポリスマンを用いてこすり落とし、洗液とともに c) のろ紙を通してろ過する。ろ紙をできるだけ少量の水で洗浄する。ろ液及び洗液は、c) のビーカーに受ける。得た溶液を試料溶液 S₁ として保存する。

9.2.2 不溶解残さの処理

不溶解残さの処理操作は、次による。なお、不溶解残さ中に窒素が含まれていないことがあらかじめ分かっている場合には、この操作を省略してもよい。

- a) 不溶解残さをろ紙とともに三角フラスコ（300 mL）に移し入れ、硫酸カリウム（6.8）10 g、硫酸銅（Ⅱ）五水和物（6.10）1 g 及び硫酸（6.3）20 mL を加える。
- b) 徐々に加熱して水分を蒸発させた後、フラスコの口に漏斗を載せ、335 $^{\circ}\text{C}$ ～350 $^{\circ}\text{C}$ で引き続き 60 分間加熱して残さを分解する。なお、突沸防止のため、塩酸（1+1）、次に水酸化ナトリウム溶液 A（6.6）中で沸騰させて水で十分に洗浄した、多孔質のセラミックス片を少量加えて加熱してもよい。これを放冷した後、水 50 mL を加え、5 分間沸騰させて二酸化硫黄を除去し、放冷する。得た溶液を試料溶液 S₂ として保存する。

9.2.3 水蒸気蒸留装置の準備

水蒸気蒸留装置 (7.2) の準備操作は、次による (図 1, 図 2 又は図 3 参照)。なお、この操作に併せて窒素汚染量を確認してもよい。

- 水蒸気発生フラスコ (a) に取入れ口 (e) から水約 2 L を入れる。蒸留フラスコ (b) に取入れ口 (f) から水酸化ナトリウム溶液 A (6.6) 120 mL を加え、取入れ口 (f) を少量の水で洗って洗液を蒸留フラスコ (b) に入れる。
- 栓 1 及び栓 3 を開いたまま、栓 2 を閉じて水蒸気発生フラスコ (a) 中の水を加熱して沸騰させ、水蒸気を取入れ口 (e) から発散させる。栓 1 を閉じ、トラップ (g) の排出管から水蒸気を約 1 分間放散させる。
- ほう酸溶液 (6.5) 20 mL を入れた三角フラスコ (300 mL) を蛇管冷却器 (c) の下に置いて受器とし、蛇管冷却器の先端をほう酸溶液の中に浸す。栓 1、栓 2 及び栓 3 を閉じ、水蒸気を蒸留フラスコ (b) に送って蒸留を行い、蛇管冷却器 (c) に通じて約 100 mL の留出液を回収する。
- 受器を下げ、蛇管冷却器の先端を液面から離し、更に留出液を 10 mL 回収する。蛇管冷却器の先端部を射水して洗浄し、洗液は受器に受ける。
- 水蒸気発生フラスコの熱源 (r) を切り、蒸留フラスコ (b) 中の溶液をサイホン作用によってトラップ (g) に吸い上げ、栓 3 を開いて排出する。

9.2.4 水蒸気蒸留

水蒸気蒸留の操作は、次による (図 1, 図 2 又は図 3 参照)。

- 水酸化ナトリウム溶液 A (6.6) を、栓 2 を開いて取入れ口 (f) から蒸留フラスコ (b) へ表 4 に従って加え、できるだけ少量の水で洗い落とす。100 mL の全量フラスコに硫酸吸収液 (6.4) 5 mL 又は水 10 mL をとり、受器とする。

表 4—水酸化ナトリウム溶液の添加量

試料のはかりとり量 g	不溶解残さの処理 (9.2.2) の有無	水酸化ナトリウム溶液 A の添加量 mL
4.0	有	120
	無	60
1.0 又は 2.0	有	110
	無	50

- 蛇管冷却器 (c) の先端が吸収液に浸るように受器を置き、試料溶液 S_1 及び S_2 を取入れ口 (f) から蒸留フラスコ (b) へ移し入れ、できるだけ少量の水で洗い落とす。さらに、水を加えて蒸留フラスコ (b) 内の液量を約 250 mL とする。

注記 9.2.2 の操作を省略した場合は、試料溶液 S_1 だけを移し入れる。

- 栓 1、栓 2 及び栓 3 を閉じ、水蒸気を蒸留フラスコ (b) へ送って、受器の液量が約 90 mL となるまで蒸留を行う。
- 受器を下げて蛇管冷却器 (c) の先端を液面から離し、しばらく蒸留を続けて蛇管冷却器 (c) の内部を洗浄する。さらに、蛇管冷却器 (c) の先端部を射水して洗浄し、洗液は受器に受ける。
- 水蒸気発生フラスコの熱源 (r) を切り、蒸留フラスコ (b) 中の溶液をサイホン作用によってトラップ (g) に吸い上げ、栓 3 を開いて排出し、装置を次の分析に供する。

9.3 呈色及び吸光度の測定

9.3.1 呈色方法

呈色方法は、表 5 による。

表 5—呈色方法

窒素定量範囲 [質量分率 (%)]	呈色方法
0.000 5 以上 0.02 以下	ビスピラズロン法 (9.3.2) 又はインドフェノール青法 (9.3.3)
0.02 超え 0.05 以下	インドフェノール青法 (9.3.3)

9.3.2 ビスピラズロン法

ビスピラズロン法の呈色操作及び吸光度の測定は、次による。

a) 呈色操作

- 1) 9.2.4 d) で得た留出液が入った受器に水を加えて、標線までうすめる。
- 2) この溶液を、表 6 に従って 100 mL の全量フラスコに分取する。

表 6—試料溶液の分取量

窒素定量範囲 [質量分率 (%)]	分取量 mL
0.000 5 以上 0.005 未満	50
0.005 以上 0.01 未満	25
0.01 以上 0.02 以下	10

- 3) 水を加えて液量を約 50 mL とし、緩衝液 (6.13) 5 mL 及びクロラミン T 溶液 (6.14) 2 mL を加えて振り混ぜ、20 ℃～25 ℃で 5 分間静置する。
- 4) ビスピラズロン溶液 (6.16) 10 mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置する。
- 5) ピラズロン溶液 (6.15) 10 mL を加えて振り混ぜ、6 分～10 分間放置した後、水で標線までうすめる。

b) 吸光度の測定

a) 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、水を対照液として 540 nm の波長における吸光度を測定する。

9.3.3 インドフェノール青法

インドフェノール青法の呈色操作及び吸光度の測定は、次による。

a) 呈色操作

- 1) 9.2.4 d) で得た留出液が入った受器に水を加えて、標線までうすめる。
- 2) この溶液を、表 7 に従って 100 mL の全量フラスコに分取する。

表 7—試料溶液の分取量

窒素定量範囲 [質量分率 (%)]	分取量 mL
0.000 5 以上 0.01 未満	50
0.01 以上 0.02 未満	25
0.02 以上 0.05 以下	10

- 3) メチルレッド溶液 (6.19) 1 滴を指示薬として加え、水酸化ナトリウム溶液 B (6.7) で中和し、必要ならば水を加えて液量を約 50 mL とする。
- 4) フェノールナトリウム溶液 (6.12) 5 mL 及びりん酸二水素ナトリウム溶液 (6.9) 5 mL を加えて振り混ぜる。
- 5) ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム溶液 (6.11) 10 mL 及び次亜塩素酸ナトリウム溶液 (6.2) 5 mL を加えて振り混ぜ、沸騰水浴中で 5 分間加熱した後、常温まで冷却し、水で標線までうすめる。

b) 吸光度の測定

a) 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、水を対照液として 640 nm の波長における吸光度を測定する。

10 空試験

試料を用いしないで、**箇条 9** 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 検量線の作成

検量線の作成は、次による。

- a) 7 個のビーカー (200 mL) を準備し、それぞれに塩酸 (1+1) (6.1) 30 mL を加え、更に、窒素標準液 (6.18) を **表 8** に従って正確に加える。

表 8—窒素標準液添加量

窒素標準液添加量 mL	呈色液中の窒素量 μg
0, 5, 10, 20, 30, 40, 50	0, 5, 10, 20, 30, 40, 50
注記 呈色液中の窒素量は、検量線用溶液中の窒素量である。	

- b) 水蒸気蒸留装置 (7.2) の蒸留フラスコ (b) に取入れ口 (f) から水酸化ナトリウム溶液 A (6.6) 55 mL を加え、栓 2 を開いて取入れ口 (f) からできるだけ少量の水で洗い落とす。100 mL の全量フラスコに硫酸吸収液 (6.4) 5 mL 又は水 10 mL をとり、受器とする。
- c) 蛇管冷却器 (c) の先端が吸収液に浸るように受器を置き、a) のビーカー内の溶液を取入れ口 (f) から蒸留フラスコ (b) へ移し入れ、できるだけ少量の水で洗い落とす。更に、水を加えて蒸留フラスコ (b) 内の液量を約 250 mL とする。
- d) 以降、9.2.4 c)～e) の手順に従って操作する。
- e) d) で得た溶液を、ビスピラゾン法で呈色する場合は 9.3.2 の手順に、インドフェノール青法で呈色する場合は 9.3.3 の手順に従って操作する。なお、9.3.2 a) 2) 及び 9.3.3 a) 2) の分取量は、50 mL とする。
- f) 得た吸光度と呈色液中の窒素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。

12 計算

9.3 及び **箇条 10** で得た吸光度と、**箇条 11** で作成した検量線とから相当する窒素量 (μg) を求め、試料中の窒素含有率を、次の式によって算出する。

$$N = \frac{m_1 - m_0}{m \times 1\,000\,000 \times B} \times 100$$

$$= \frac{m_1 - m_0}{m \times B \times 10\,000}$$

ここで、

- N : 試料中の窒素含有率 [質量分率 (%)]
- m_1 : 試料の窒素検出量 (μg)
- m_0 : 空試験 (箇条 10) の窒素検出量 (μg)
- m : 箇条 8 ではかりとった試料の量 (g)
- B : 試料溶液及び空試験液の分取比
分取量 (表 6 又は表 7) / 100 で求める

13 許容差

許容差は、表 9 による。

表 9—許容差

呈色方法	窒素含有率 [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 (%)]
ビスピラズロン法	0.000 5 以上	0.02 以下	$f(n) \times [0.025\,4 \times (N) + 0.000\,07]$	$f(n) \times [0.049\,8 \times (N) + 0.000\,20]$
インドフェノール青法	0.000 5 以上	0.02 以下	$f(n) \times [0.035\,4 \times (N) + 0.000\,05]$	$f(n) \times [0.046\,5 \times (N) + 0.000\,13]$

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、 (N) は、許容差を求める窒素定量値の平均値 [質量分率 (%)] である。

注記 ビスピラズロン法及びインドフェノール青法の許容差は、窒素含有率 (質量分率) 0.000 5 % 以上 0.02 % 以下の試料を用い、共同実験した結果から求めた。

附属書 JA
(参考)
JIS と対応国際規格との対比表

JIS G 1228-2		ISO 4945 : 2018, (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	ISO 規格は、0.000 6 %以上 0.050 %以下の低合金鋼及び 0.010 %以上 0.050 %以下の高合金鋼と規定している。JIS は、0.000 5 %以上 0.050 %以下とだけ規定している。	現状のままとする。
			ISO 規格は、窒化けい素を含む試料又はけい素を 0.6 %以上含む試料には適用しないと規定している。JIS は、窒化けい素を含む試料だけを適用しないと規定している。	現状のままとする。
3	3	変更	JIS は、JIS G 1201 の 箇条 3 を定義した。	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、原理を記載しているが、JIS は、要旨を記載している。	現状のままとする。
7.2	5.2	追加	ISO 規格は、水蒸気蒸留装置とだけ規定している。JIS は、装置の構成も規定した。	改正時に、追加を提案する。
—	7	削除	ISO 規格は、試料の採取方法を規定した ISO 規格 14284 を引用している。JIS は、ISO 14284 の国際一致規格である JIS G 0417 を、この規格の引用規格である JIS G 1201 に規定しており、規定内容は一致している。	—
—	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。	—
9.2.1	—	追加	JIS は、せん鉄及び鑄鉄試料の粒度を規定している。	改正時に、追加を提案する。
9.2.2	8.3.2	追加	JIS は、残さ中に窒素が含まれていないことがあらかじめ分かっている場合は、残さの処理を省略してもよいと規定している。	改正時に、追加を提案する。
9.3	8.3.4 8.3.5	選択	ISO 規格は、インドフェノール青法だけを規定している。JIS は、ビスピラズロン法も選択できる規定としている。	改正時に、追加を提案する。
13	9.2	変更	JIS は、ISO 規格の許容差式の記載を改めたが、技術的差異はない。	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 B Annex C	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、解説に記載する。	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。

JIS DRAFT 2022/06/25

経過報告書の 5.3.1（利点がある場合にその項目）の選択理由

1. 規格番号及び規格名称

JIS G 1228-2（鉄及び鋼－窒素定量方法－第 2 部：アンモニア蒸留分離吸光光度法）

2. 制定・改正の別

制定

3. 経過報告書の 5.3.1（利点がある場合にその項目）の選択理由

3.1 選択項目

ア、イ

3.2 選択の理由

この規格は、鋼材の試験方法について規定し、主に、鋼材規格に引用される。鋼材の品質の試験方法を、生産者や取引を行う者等にとって共通の理解の上で明瞭にわかるように規定していることから、“品質の明確化に寄与する”の観点より「ア」を選択した。また、鋼材規格は、鋼材取引に使用される場合が多いため、“取引の単純公正化”の観点より「イ」を選択した。

以上