

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 1228-3

規格名称 鉄及び鋼－窒素定量方法－第3部：不活性ガス融解－熱伝導度法

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3部：不活性ガス融解－熱伝導度法”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 検量線の校正
- 13 計算
- 14 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	3
8 試料のはかりとり	4
9 操作	4
9.1 準備操作	4
9.2 定量操作	5
10 空試験	5
11 検量線の作成	6
11.1 一般	6
11.2 窒素標準液による場合	6
11.3 鉄鋼認証標準物質による場合	7
12 検量線の校正	8
13 計算	8
13.1 窒素標準液による検量線を用いる場合	8
13.2 鉄鋼認証標準物質による検量線を用いる場合	9
14 許容差	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改正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3部：不活性ガス融解—熱伝導度法

Iron and steel—Determination of nitrogen—

Part 3: Thermal conductimetric method after fusion in a current of inert gas

序文

この規格は、1997年に第1版として発行された **ISO 10720** 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、不活性ガス融解—熱伝導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 8 %以上 0.5 %以下の定量に適用する。

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 10720:1997, Steel and iron—Determination of nitrogen content—Thermal conductimetric method after fusion in a current of inert gas (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 G 1228-1 鉄及び鋼－窒素定量方法－第 1 部：アンモニア蒸留分離アミド硫酸滴定法

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

JIS K 0970 ピストン式ピペット

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、次によるほか、**JIS G 1201** の**簡条 3**（用語及び定義）による。

3.1

ガス抽出

鉄鋼試料を高温で融解し、試料に含まれる窒化物形成窒素及び／又は固溶窒素を窒素分子の形態で放出させる操作

注釈 1 用語“ガス抽出”は、**JIS K 0211** の用語“抽出”の定義から外れているが、他の材料について窒素定量法を規定した **JIS** の用語との整合性を保つために用いている。

3.2

ガス抽出温度

ガス抽出（3.1）を行う条件として設定した温度

3.3

脱ガス

黒鉛るつぼをガス抽出温度（3.2）より高く設定した温度で空焼きして、るつぼ及び／又はるつぼに入れた物質中のガス成分を除去する操作

3.4

るつぼ脱ガス温度

脱ガス（3.3）を行うために設定した温度

注釈 1 2 200 °C 以上の温度に設定する。

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

試料を黒鉛るつぼに入れ、不活性ガス気流中で融解して窒素を分子形態で抽出する。窒素以外のガス状物質から分離し、熱伝導度セルに搬送して熱伝導度の変化を測定する。別途、硝酸カリウム又は鉄鋼標準物質を用いて検量線を作成し、熱伝導度の変化量を窒素量に変換する。

6 試薬

試薬は、次による。

6.1 水 使用直前に調製する。

6.2 不活性ガス 例えば、ヘリウム（体積分率 99.99 % 以上）。アルゴン（装置製造業者が指定する体積分率以上のもの）などを用いてもよい。不活性ガスに有機汚染物の存在が予測される場合は、450 °C を超える温度に加熱した酸化試薬、触媒〔銅、酸化銅（Ⅱ）又は白金〕管などを不活性ガス精製部〔7.1 a〕に設ける。

6.3 鉄 純度の高い鉄で、窒素含有率（質量分率）が 0.0008 % 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。

6.4 溶剤 油分又は汚れが付いた試料の洗浄に適したもの。例えば、アセトン。

6.5 窒素標準液 あらかじめ 100 °C ～ 105 °C で 2 時間乾燥してデシケータ中で放冷した硝酸カリウム（質量分率 99.9 % 以上）を、表 2 に従って 0.1 mg の桁まではかりとり、ビーカー（100 mL）に移し入れる。水（6.1）約 50 mL を加えて溶解し、100 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。

表 2—窒素標準液

標準液の名称	硝酸カリウムのはかりとり量 g	窒素標準液の濃度 mg/mL
1	9.022 8	12.5
2	7.218 2	10.0
3	5.413 8	7.5
4	3.609 1	5.0
5	1.804 6	2.50
6	0.902 3	1.25
7	0.360 9	0.50
8	標準液 5 × 1/10 ^{a)}	0.25
9	標準液 6 × 1/10 ^{a)}	0.125
10	標準液 7 × 1/10 ^{a)}	0.050
注 ^{a)} 指定標準液を、使用の都度、水（6.1）で正確に 10 倍にうすめて調製する。		

6.6 鉄鋼認証標準物質 窒素含有率の認証値が得られていて、窒素以外の成分組成が分析試料と類似した標準物質。

6.7 検量線校正用標準物質 窒素含有率が、検量線の上限付近である均質な鉄鋼標準物質。検量線作成に用いた鉄鋼認証標準物質（6.6）をこれに充ててもよい。検量線を含有率によって区分して作成している場合は、区分ごとに検量線校正用標準物質を準備してもよい。

7 装置及び器具

7.1 窒素定量装置 この規格で使用する窒素定量装置（以下、装置という。）は、不活性ガス精製部、ガス抽出部、抽出ガス分離・精製部、計測部などで構成される。

a) 不活性ガス精製部 不活性ガス中の不純物を除去する機能をもつもの。

注記 1 不活性ガス精製部は、通常、水酸化ナトリウム、水酸化カリウムなどを、含浸させた磁器粒子などとして詰めた脱二酸化炭素管、過塩素酸マグネシウムを詰めた脱水管などで構成

されている。

- b) **ガス抽出部** 黒鉛るつぼに投入した試料を、不活性ガス気流中で、1 900 °C以上の温度で融解する炉。大気の混入防止、黒鉛るつぼの脱ガスなど、定量における空試験値を低減できる機能をもつもの。

注記 2 通常、不活性ガス雰囲気中で試料をガス炉に投入する試料投入器が設置されている。

- c) **抽出ガス分離・精製部** 試料融解時に発生した黒鉛微粉末などを除去する機能を持つもの、及び抽出ガス中の水素を水に、一酸化炭素を二酸化炭素に変換するなどの機能をもつもの。

注記 3 例えば、集じん（塵）フィルター、酸化管〔酸化銅（Ⅱ）を詰め、電気抵抗加熱炉で加熱した管〕などがある。

- d) **計測部** 熱伝導度検出器、熱伝導度検出器で検出した信号を積算して出力する指示計など。

7.2 **黒鉛るつぼ** 使用する装置に適合するもので、窒素の空試験値が低いもの。黒鉛るつぼの取扱いは、金属製の、るつぼばさみを用いて行う。

7.3 **ニッケルカプセル** 使用する装置に適合するもので、窒素の空試験値が低いもの。

7.4 **ピストン式ピペット** 容量 100 µL 又は 200 µL で、JIS K 0970 に適合したもの。

8 試料のはかりとり

試料は、あらかじめ適切な溶剤（6.4）で洗浄して油分などを除去する。試料に付着した溶剤は、温めて完全に蒸発させる。試料のはかりとりは、表 3 によって 1 mg の桁まではかりとる。なお、使用する装置の特性を考慮してはかりとり量を変えてもよい。

表 3—試料のはかりとり量

窒素定量範囲 [質量分率 (%)]				試料のはかりとり量 g
0.000 8	以上	0.1	未満	1.0
0.1	以上	0.5	以下	0.5

9 操作

警告 高温分析に関する危険は、多くはるつぼの事前加熱及び分析の際の火傷である。全ての場合、るつぼばさみなどを使用する。使用済みのるつぼは、高温になっているが、その高温に耐え、かつ、外部に熱の影響を及ぼさない適切な容器に入れて、放冷する。

9.1 準備操作

準備操作は、次による。

- a) 装置各部を事前の検討によって決定した条件に設定し、装置の各部を安定させる。なお、装置を長時間使用しなかった場合は、電源を入れて装置製造業者が推奨する時間待機して、装置の各部を安定させる。
- b) ガス抽出部の清掃、フィルターの交換、装置内の試薬類の交換などを行った後は、分析を始める前に分析試料と同種類の数個の試料を融解させて、装置の各部を安定させる。

注記 試料投入器の清掃は、ガス抽出部の清掃とは別に行われる。

- c) 黒鉛るつぼ(7.2)をるつぼ脱ガス温度(3.4)で指定時間加熱・保持して脱ガス(3.3)した後、黒鉛るつぼをガス抽出温度(3.2)に保持し、ベースラインを安定状態とする。事前の検討によって決定した時間分の測定強度を積算した値を読み取る。安定した積算値が得られるまでこの操作を繰り返す。

9.2 定量操作

定量操作は、準備操作(9.1)、空試験(簡条10)、及び検量線の作成(簡条11)又は検量線の校正(簡条12)に引き続き、次の手順によって行う。

- a) 新しい黒鉛るつぼを窒素定量装置(7.1)の指定位置に設置する。
- b) はかりとった試料を装置の試料投入器に入れ、黒鉛るつぼをるつぼ脱ガス温度で指定時間加熱・保持して脱ガスする。
- c) 脱ガスした黒鉛るつぼをガス抽出温度に保持し、ベースラインを安定状態にした後、試料投入器の試料を黒鉛るつぼに投入する。なお、窒素標準液による検量線(11.2)を用いる場合は、適切な工具などで平らにしたニッケルカプセル(7.3)も加える。

注記 試料の形状によっては、脱ガスした黒鉛るつぼに試料投入器を介さずに入れる場合がある。

- d) 装置製造業者の手順書に従って操作する。試料から抽出された窒素を熱伝導度検出器で測定し、積算値を読み取る。
- e) 黒鉛るつぼを取り出し、るつぼ内の試料の融解状態が不完全であることを認めた場合は、そのデータを採用せず、再分析を行う。黒鉛るつぼは、捨てる。

10 空試験

空試験は、準備操作(9.1)に引き続き、次のいずれかの手順によって行う。なお、2個の空試験値の平均及び範囲は、窒素量として10 µg以下でなければならない。これらの値が異常に大きい場合は、汚染の原因を調査して取り除く。

a) 窒素標準液による検量線(11.2)を用いる場合

- 1) ニッケルカプセル(7.3)に、水(6.1) 200 µLをピストン式ピペット(7.4)を用いて正確に移し入れ、90 °C～95 °Cの温度で徐々に蒸発させ、2時間乾燥する。放冷した後、適切な工具などでニッケルカプセルを平らにする。
- 2) 試料の代わりに試料と同量はかりとった鉄(6.3)及び、1)のニッケルカプセルを装置の試料投入器に入れ、黒鉛るつぼ(7.2)をるつぼ脱ガス温度(3.4)で指定時間加熱・保持して脱ガス(3.3)する。
- 3) 脱ガスした黒鉛るつぼをガス抽出温度(3.2)に保持し、ベースラインを安定状態とした後、試料投入器の鉄及びニッケルカプセルを黒鉛るつぼに投入する。
- 4) 9.2のd)及びe)の操作を行う。
- 5) 1)～4)の操作を2回繰り返し、積算値の平均値を求め、空試験値とする。

b) 鉄鋼認証標準物質による検量線(11.3)を用いる場合

- 1) 試料の代わりに試料と同量はかりとった鉄を装置の試料投入器に入れ、黒鉛るつぼをるつぼ脱ガス温度で指定時間加熱・保持して脱ガスする。
なお、鉄を入れた空試験値と鉄を入れずに黒鉛るつぼだけで求めた空試験値との差が、分析試料の窒素定量値に影響を及ぼさないレベルであることを確認した場合は、鉄を入れずに空試験を行ってもよい。
- 2) 脱ガスした黒鉛るつぼをガス抽出温度に保持し、ベースラインを安定状態とした後、試料投入器の

鉄を黒鉛るつばに投入する。

3) 以降、a) 4) 及び a) 5) による。

11 検量線の作成

11.1 一般

検量線の作成は、準備操作 (9.1) 及び空試験 (箇条 10) に引き続き、窒素標準液 (6.5) 又は鉄鋼認証標準物質 (6.6) のいずれかを用いて作成する。

11.2 窒素標準液による場合

11.2.1 窒素含有率 (質量分率) が 0.000 8 % 以上 0.1 % 未満の場合

検量線の作成は、次による。

a) 8 個のニッケルカプセル (7.3) を準備し、それぞれに窒素標準液を表 4 に従って、ピストン式ピペット (7.4) を用いて正確に 200 μL 移し入れ、90 °C ~ 95 °C の温度で徐々に蒸発させ、2 時間乾燥する。放冷した後、適切な工具などでカプセルを平らにする。

表 4—検量線用溶液

窒素標準液			ニッケルカプセル中 の窒素量 μg	試料の窒素含有率 ^{b)} [質量分率 (%)]
名称 (表 2)	濃度 mg/mL	はかりとり量 μL		
水 (6.1) ^{a)}	0	200	0	0
10	0.050		10	0.001 0
9	0.125		25	0.002 5
8	0.25		50	0.005 0
7	0.50		100	0.010
6	1.25		250	0.025
5	2.50		500	0.050
4	5.0		1 000	0.100
注 ^{a)} ゼロメンバーという。 注 ^{b)} 試料のはかりとり量が 1.0 g の場合				

- b) 試料の代わりに試料と同量ばかりとった鉄 (6.3) 及び、a) のニッケルカプセルの 1 個を装置の試料投入器に入れ、黒鉛るつば (7.2) をるつば脱ガス温度 (3.4) で指定時間加熱・保持して脱ガス (3.3) する。
- c) 脱ガスした黒鉛るつばをガス抽出温度 (3.2) に保持し、ベースラインを安定状態とした後、試料投入器の鉄及びニッケルカプセルを黒鉛るつばに投入する。
- d) 9.2 の d) 及び e) の操作を行う。
- e) d) で得たそれぞれの積算値から、ゼロメンバーの積算値を差し引いた値とニッケルカプセル中の窒素量との関係線を作成して、検量線とする。
- f) 積算値は、式(1)によって窒素質量に変換する。

$$m_N = k \times l$$

.....(1)

ここで、

m_N : 窒素質量 (μg)
 k : 検量線係数 (検量線から求めた積算値の窒素質量への換算係数)

l : 積算値

11.2.2 窒素含有率 (質量分率) が 0.1 % 以上 0.5 % 以下の場合

検量線の作成は、次による。

- 6 個のニッケルカプセルを準備し、それぞれに窒素標準液を表 5 に従って、ピストン式ピペットを用いて正確に 200 μL 移し入れ、90 $^{\circ}\text{C}$ ~ 95 $^{\circ}\text{C}$ の温度で徐々に蒸発させ、2 時間乾燥する。
- 以降、11.2.1 の b) ~ f) による。

表 5—検量線用溶液

窒素標準液			ニッケルカプセル中 の窒素量 μg	試料の窒素含有率 ^{b)} [質量分率 (%)]
名称 (表 2)	濃度 mg/mL	はかりとり量 μL		
水 (6.1) ^{a)}	0	200	0	0
5	2.5		500	0.100
4	5.0		1 000	0.200
3	7.5		1 500	0.300
2	10.0		2 000	0.400
1	12.5		2 500	0.500
注 ^{a)} ゼロメンバーという。				
注 ^{b)} 試料のはかりとり量が 0.5 g の場合				

11.3 鉄鋼認証標準物質による場合

検量線の作成は、次による。

- 検量線を作成する窒素定量範囲に対して、その上下限近傍の含有率を含み、かつ、窒素含有率が段階的に変化するように、少なくとも 4 種類の鉄鋼認証標準物質 (6.6) を選定する。窒素含有率範囲を区分する場合は、これより少ない数でもよい。

なお、窒素成分値を JIS G 1228-1 又は JIS G 1228-2 で決定し、鉄鋼認証標準物質によって値の精確さを確認した標準物質を含めてもよい。

- 試料の代わりに試料と同量ばかりとった a) で選定した鉄鋼認証標準物質の 1 個を装置の試料投入器に入れ、黒鉛るつぼをるつぼ脱ガス温度で指定時間加熱・保持して脱ガスする。
- 脱ガスした黒鉛るつぼをガス抽出温度に保持し、ベースラインを安定状態とした後、試料投入器の鉄鋼認証標準物質を黒鉛るつぼに投入する。
- 9.2 の d) 及び e) の操作を行う。
- 各鉄鋼認証標準物質及び鉄の窒素含有率とそのはかりとり量とから求めたそれぞれの窒素質量 (μg) に対して、d) 及び 10 b) で得た積算値をプロットしてその関係線を作成し、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。

なお、適用範囲 (簡条 1) の高含有率領域だけで検量線を作成する場合は、空試験以外の各鉄鋼認証標準物質の窒素含有率とそのはかりとり量とから求めた窒素質量 (μg) に対して、d) で得た積算値

をプロットしてその関係線を作成し、空試験を含めない検量線としてもよい。

12 検量線の校正

装置の長時間稼働、長時間の測定休止後の測定再開などによって、検出器の感度に変化して正しい定量値が得られない場合は、検量線の校正によって定量値を求めてもよい。

検量線の校正手順は、次による。

- a) 簡条 11 による検量線作成時に、検量線校正用標準物質 (6.7) を併行して測定し、簡条 11 によって作成した検量線を用いて窒素質量を求め、簡条 13 によって含有率に変換する。測定を 4 回以上実施し、その平均値を検量線校正用標準物質の基準含有率 C_{0H} とする。鉄鋼認証標準物質 (6.6) を検量線校正用標準物質として用いた場合でも、その装置での基準含有率 C_{0H} は、認証値ではなく、測定の平均値とする。
- b) 検量線の校正が必要と判断されたとき、試料の定量に先立って検量線校正用標準物質を測定し、簡条 11 によって作成した検量線を用いて窒素質量を求め、簡条 13 によって含有率に変換する。測定を 2 回以上実施し、その平均値を検量線校正用標準物質の校正時含有率 C_H とする。
- c) 校正係数 α を次の式によって求める。

注記 検量線の校正の計算は、通常装置に組み込まれていて自動計算される。

$$\alpha = C_{0H} / C_H$$

ここで、

α : 校正係数
 C_{0H} : 基準含有率
 C_H : 校正時含有率

- d) 検量線を、検量線の勾配係数に α を乗じて校正する。

13 計算

13.1 窒素標準液による検量線を用いる場合

9.2 及び簡条 10 a) で得た積算値を式(1)によって窒素質量に変換し、11.2 で作成した検量線とから相当する窒素検出量 (μg) を求め、試料中の窒素含有率を、式(2)によって算出する。

$$\begin{aligned} N &= \frac{m_1 - m_2}{m \times 1\,000\,000} \times 100 \\ &= \frac{m_1 - m_2}{m \times 10\,000} \end{aligned} \quad \dots\dots\dots (2)$$

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_2 : 空試験 [簡条 10 a)] における窒素検出量 (μg)
 m : 簡条 8 ではかりとった試料の量 (g)

13.2 鉄鋼認証標準物質による検量線を用いる場合

9.2 及び簡条 10 b) で得た積算値を式(1)によって窒素質量に変換し、11.3 で作成した検量線とから相当する窒素検出量 (μg) を求め、試料中の窒素含有率を、式(3)によって算出する。

$$N = \frac{m_1 - (m_2 - m_3)}{m \times 1000000} \times 100$$

$$= \frac{m_1 - (m_2 - m_3)}{m \times 10000} \quad \dots\dots\dots (3)$$

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_2 : 空試験 [簡条 10 b)] における窒素検出量 (μg)
 ただし、11.3 の空試験を含めない検量線を用いた場合は、0 とする。
 m_3 : 空試験ではかりとった鉄 (6.3) に含まれる窒素量 (μg)
 空試験で鉄を入れなかった場合、又は鉄中の窒素含有率が 0.000 08 %未満であることが保証されている場合は、0 とする。
 m : 簡条 8 ではかりとった試料の量 (g)

14 許容差

この方法の許容差は、窒素標準液による検量線を用いて定量した場合は表 6 によって、鉄鋼認証標準物質による検量線を用いて定量した場合は表 7 による。

表 6—許容差（窒素標準液による検量線を用いて定量した場合）

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 (%)]
0.000 8 以上 0.5 以下	$f(n) \times [0.007 3 \times (N)^{0.616 5}]$	$f(n) \times [0.016 6 \times (N)^{0.644 8}]$
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参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 この許容差は、窒素含有率 (質量分率) 0.000 7 %以上 0.450 %以下の試料を用いて、共同実験した結果から求めた。		

表 7—許容差（鉄鋼認証標準物質による検量線を用いて定量した場合）

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 (%)]
0.000 8 以上 0.01 未満	$f(n) \times [0.009 8 \times (N) + 0.000 07]$	$f(n) \times [0.016 1 \times (N) + 0.000 11]$
0.01 以上 0.05 以下	$f(n) \times 0.000 20$	$f(n) \times 0.000 28$
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参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 この許容差は、窒素含有率 (質量分率) 0.000 9 %以上 0.025 %以下の低合金鋼試料を用いて、共同実験した結果から求めた。		

JIS DRAFT 2022/06/25

参考文献

JIS K 0211 分析化学用語（基礎部門）

附属書 JA

(参考)

JIS と対応国際規格との対比表

JIS G 1228-3		ISO 10720:1997, (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
3	—	追加	JIS は、JIS Z 8301 の規格様式に従い追加した。	—
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。	—
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、鉄鋼認証標準物質を用いて検量線を作成する方法も選択できることを記載している。	—
6.2	4.2	追加 変更	ISO 規格は、ヘリウムだけを、その不純物含有率(質量分率)の最大値と併せて規定しているが、JIS は、最近の市販装置の実態を反映して、アルゴンの使用も認め、国内の実態を反映して、不活性ガス成分の含有率(体積分率)を規定している。	ISO 改訂時に、アルゴンの追加を提案する。
6.6 6.7	—	追加	JIS は、鉄鋼認証標準物質による検量線の作成及び校正を規定しており、鉄鋼認証標準物質及び検量線校正用標準物質を試薬として追加している。	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、この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。	—
7.1	—	追加	JIS は、室素定量装置の構成を記載している。	現状のままとする。
9	7	追加	JIS は、警告文に使用済みるつぼを入れる容器について具体的に記載している。	—
10 b)	7.3	追加	JIS は、鉄鋼認証標準物質による検量線を用いる場合の空試験を規定している。	現状のままとする。
11.2.1 f)	7.5.3	追加	JIS は、積算値を室素質量へ変換する場合の式を規定している。	現状のままとする。
11.3	7.5	追加	JIS は、鉄鋼認証標準物質による検量線の作成を規定している。	現状のままとする。
12	—	追加	JIS は、検量線の校正を規定している。	ISO 改訂時に、追加を提案する。
13.2	8.1	追加	JIS は、鉄鋼認証標準物質による検量線を用いる場合の計算を規定している。	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
14	8.2	変更追加	JIS は、国際共同実験のデータを JIS Z 8402-6 で再解析した式に変更している。併せて、鉄鋼認証標準物質による検量線を用いる場合の許容差を規定している。	現状のままとする。
—	Annex A	削除	ISO 規格は、抵抗体電極加熱炉及び窒素分析装置の要点を参考情報として記載している。JIS は、窒素定量装置の構成を 7.1 に記載している。	—
—	Annex B Annex C	削除	ISO 規格は、許容差を求めるため国際共同実験の参考情報及び許容差式のグラフを記載している。JIS は、JIS Z 8402-6 で再解析した式を表 6 に記載している。	—
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。				

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 1228-3（鉄及び鋼－窒素定量方法－第 3 部：不活性ガス融解－熱伝導度法）

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