

**1. 制定/改正の別**

改正

**2. 産業標準案の番号及び名称**

規格番号 JIS G 1237

規格名称 鉄及び鋼—ニオブ定量方法—スルホクロロフェノールS 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 1237:1997は、鉄及び鋼中のニオブ定量方法を規定したもので、3種類の定量方法を規定していたが、2017年の追補改正で、1種類が削除された。一方、現行規格の2種類の定量方法は、1997年に改正されて以降、約28年間経過した。この間、関係するJIS Z 8402規格群が制定、JIS G 1201が改正され、許容差の計算方法、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、技術的内容を見直す必要がある。

**【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**

主な改正点は、次のとおり。

- a) 用語及び定義並びに装置を規定する。
- b) 許容差の式を見直す。

**(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**

強制法規技術基準等に引用される規格

**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) ※⑤で「国際標準をJIS化するもの」とした場合は記入不要**

## 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。

### 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)にあつては中立者] の利便性の向上が図られる場合

## 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 .....	2
5 要旨 .....	2
6 試薬 .....	2
7 装置 .....	3
8 試料のはかりとり .....	3
9 操作 .....	3
9.1 操作の選択 .....	3
9.2 試料溶液の調製 .....	3
9.3 呈色 .....	4
9.4 抽出 .....	4
9.5 吸光度の測定 .....	4
10 空試験 .....	5
11 検量線の作成 .....	5
12 計算 .....	5
13 許容差 .....	5

## 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 1237:2017** 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 2025/07/23

鉄及び鋼—ニオブ定量方法—  
スルホクロロフェノール S 吸光光度法Iron and steel—Determination of niobium—  
Sulfochlorophenol S spectrophotometric method

## 1 適用範囲

この規格は、鉄及び鋼中のニオブ定量方法のうち、スルホクロロフェノール S 吸光光度法について規定する。

この方法は、ニオブ含有率（質量分率）0.01%以上 2.5%以下の定量に適用する。なお、この方法は、呈色のために分取した試料溶液が、表 1 のいずれかの条件を満足しない場合には、適用不可能である。

表 1—共存元素及びその許容共存質量

ニオブ含有率 [質量分率 (%)]	許容共存質量 <sup>a)</sup> mg						
	タングステン	チタン	モリブデン	銅	ジルコニウム	タ ン タ ル	その他 <sup>b)</sup>
0.01 以上 0.5 以下 <sup>c)</sup>	1 未満	0.2 未満	0.1 未満	5 未満	0.02 未満	0.005 未満	共存質量 <sup>b)</sup>
0.5 以上 2.5 以下 <sup>d)</sup>				0.05 未満	0.01 未満		—

注<sup>a)</sup> 9.3 で分取する試料溶液中の質量  
注<sup>b)</sup> その他の共存元素及びその許容共存質量は、次による。  
マンガン、ニッケル、アルミニウム、コバルト及びバナジウムは、5 mg 未満  
すず、ひ素及びイットリウムは、1 mg 未満  
注<sup>c)</sup> 9.1 で抽出法を選択する。  
注<sup>d)</sup> 9.1 で直接法を選択する。

## 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

試料を王水で分解し、硫酸及びりん酸の混酸を加え、加熱して三酸化硫黄の白煙を発生させて硝酸を除去する。L(+)-酒石酸及び塩酸を加えて塩類を溶解する。L(+)-アスコルビン酸及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム（以下、EDTA2Na という。）で鉄などをマスキングした後、スルホクロフェノール S を加えてニオブとの錯体を生成させ、以降、次のいずれかの方法による。

- 錯体を 1-ブタノールで抽出し、有機相の一部を取り、分光光度計を用いて 655 nm の波長における吸光度を測定する（以下、抽出法という。）。
- 溶液の一部を取り、分光光度計を用いて 655 nm の波長における吸光度を測定する（以下、直接法という。）。

#### 6 試薬

試薬は、次による。

##### 6.1 塩酸

##### 6.2 塩酸 (1+1)

##### 6.3 王水 (塩酸 3, 硝酸 1)

##### 6.4 混酸 (硫酸 2, りん酸 1, 水 7)

**6.5 鉄** 純度の高い鉄で、ニオブ含有率（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 L(+)-酒石酸溶液 (200 g/L)

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

**6.8 EDTA2Na 溶液** エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 1 g を水に溶解し、水で液量を 100 mL とする。

##### 6.9 エタノール (99.5)

##### 6.10 1-ブタノール

##### 6.11 3-メチル-1-ブタノール

**6.12 スルホクロフェノール S 溶液** スルホクロフェノール S ( $\text{Na}_4\text{C}_{22}\text{N}_4\text{H}_{10}\text{S}_4\text{Cl}_2\text{O}_{16}$ ) 0.05 g を水に溶解し、水で液量を 100 mL とする。褐色瓶に保存し、使用の都度、乾いたろ紙 (5 種 A) でろ過する。

**6.13 ニオブ標準液 (Nb : 100 µg/mL)** ニオブ (質量分率 99.9 %以上) を, 0.100 g はかりとって白金皿 (100 mL) に移し入れる。白金製の蓋で覆って, ふっ化水素酸 10 mL 及び硝酸数滴を加え, 加熱して分解する。蓋の下面を水で洗って蓋を取り除き, 硫酸 (1+1) 5 mL を加え, 加熱して三酸化硫黄の白煙を発生させる。放冷した後, 水で冷却しながら L(+)-酒石酸溶液 (200 g/L) 20 mL を加えてかき混ぜる。引き続き流水中で常温まで冷却し, 溶液を 1 000 mL の全量フラスコに L(+)-酒石酸溶液 (8 g/L) を用いて移し入れ, L(+)-酒石酸溶液 (8 g/L) で標線までうすめる。

## 7 装置

装置は, 次による。

**7.1 分光光度計** 655 nm の波長における吸光度の測定に適したもの。

## 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

ニオブ定量範囲 [質量分率 (%) ]	はかりとり量 g
0.01 以上 0.1 未満	0.50
0.1 以上 0.25 未満	0.20
0.25 以上 0.5 以下	0.10
0.5 以上 1.2 未満	0.20
1.2 以上 2.5 以下	0.10

質量分率 0.5 % のニオブを定量する場合のはかりとり量は, 9.1 で抽出法を選択するときは 0.10 g, 直接法を選択するときは 0.20 g とする。

## 9 操作

### 9.1 操作の選択

操作の選択は, 表 3 による。

表 3—操作の選択

ニオブ定量範囲 [質量分率 (%) ]	操作
0.01 以上 0.5 以下	抽出法
0.5 以上 2.5 未満	直接法

質量分率 0.5 % のニオブを定量する場合は, いずれの方法を選択してもよい。

### 9.2 試料溶液の調製

試料溶液の調製は、次による。

- a) 試料をはかりとってビーカー (200 mL) に移し入れる。
- b) 時計皿で覆って、王水 (6.3) 15 mL を加え、加熱して試料を分解する。混酸 (6.4) 25.0 mL を加え、時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除く。
- c) 加熱して濃縮し、溶液中にニオブの炭化物などが存在する場合は、熱源の温度を 500 °C 以上として完全に分解するか、又はわずかに放冷した後、硝酸 5 mL を加える。引き続き加熱して三酸化硫黄の白煙を 4 分～5 分間発生させた後、乾いた時計皿で覆って放冷する。
- d) L(+)-酒石酸溶液 (6.6) 40 mL 及び塩酸 (6.1) 15 mL を加え、穏やかに加熱して塩類を溶解する。
- e) 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き、次のいずれかによる。
  - 1) **抽出法を選択した場合** 溶液を 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て、試料溶液とする。
  - 2) **直接法を選択した場合** 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て、試料溶液とする。
- f) ただちに、9.3 (呈色) の操作を行う。

**注記** 試料溶液を長時間放置すると、ニオブが加水分解して定量値が低値となる場合がある。

### 9.3 呈色

呈色は、次による。

- a) 試料溶液を 5 mL 分取し、50 mL の全量フラスコに移し入れ、塩酸 (1+1) (6.2) 15 mL 及び L(+)-アスコルビン酸溶液 (6.7) 5 mL を加えて振り混ぜる。3 分間放置した後、EDTA2Na 溶液 (6.8) 5 mL を加えて振り混ぜ、スルホクロロフェノール S 溶液 (6.12) 3 mL 又は 4 mL を正確に加えて振り混ぜ、水で標線までうすめる。

**注記** スルホクロロフェノール S 溶液は、使用する試薬によって 3 mL では不足する場合に 4 mL 加えている。
- b) a) の全量フラスコを、あらかじめ 60 °C～65 °C に調節してある水浴中に 5 分間浸して加温した後、常温まで冷却して、呈色液とする。

### 9.4 抽出

抽出法を選択した場合の抽出は、次による。なお、直接法を選択した場合は、この操作を行わない。

- a) 呈色液を、分液漏斗 (100 mL) に移し入れ、全量フラスコの内部を 5 mL の水で洗って、洗液を合わせる。1-ブタノール (6.10) を正確に 20 mL 加え、30 秒間激しく振り混ぜて静置する。なお、1-ブタノールの代わりに 3-メチル-1-ブタノール (6.11) を使用することも可能である。
- b) 二層に分離した後、下層の水相を捨てる。エタノール (6.9) を正確に 5 mL 加え、振り混ぜて静置する。なお、エタノールを加えずに、有機相を乾いたろ紙 (5 種 A) でろ過して水を除去してもよい。

### 9.5 吸光度の測定

吸光度の測定は、次のいずれかによる。

- a) **抽出法を選択した場合** 9.4 で得た有機相の一部を、分光光度計 (7.1) の吸収セル (光路長 10 mm) に取り、簡条 10 で得た空試験液を対照液として、655 nm の波長における吸光度を測定する。
- b) **直接法を選択した場合** 呈色 1 分後の呈色液の一部を、分光光度計の吸収セル (光路長 10 mm) に取り、簡条 10 で得た空試験液を対照液として、655 nm の波長における吸光度を測定する。

## 10 空試験

試料の代わりに試料と同量の鉄 (6.5) を 1 mg の桁まではかりとってビーカー (200 mL) に移し入れる。以降、9.2 の b)~f) 及び 9.3~9.5 の手順に従って、試料と同じ操作を試料と併行して行う。9.3 で得た呈色液又は 9.4 を行った場合の有機相を空試験液とする。

## 11 検量線の作成

検量線の作成は、次による。

- a) 表 4 のニオブ定量範囲ごとに 6 個のビーカー (200 mL) を準備し、それぞれに試料と同量の鉄 (6.5) を 1 mg の桁まではかりとって移し入れ、表 4 に従ってニオブ標準液 (6.13) を正確に加える。

表 4—ニオブ標準液添加量

操作	ニオブ定量範囲 [質量分率 (%)]	ニオブ標準液 (6.13) 添加量 mL	検量線用溶液中のニオブ量 µg
抽出法	0.01 以上 0.5 以下	0, 1, 2, 3, 4, 5	0, 5, 10, 15, 20, 25
直接法	0.5 以上 2.5 以下	0, 5, 10, 15, 20, 25	0, 10, 20, 30, 40, 50

- b) 以降、9.2 の b)~f) 及び 9.3~9.5 の手順に従って、試料と同じ操作を試料と併行して行う。9.3 で得た呈色液又は 9.4 を行った場合の有機相を検量線用溶液とする。なお、9.5 における対照液は、ニオブ標準液を加えない検量線用溶液とする。
- c) 得た吸光度と検量線用溶液中のニオブ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

9.5 で得た吸光度と簡条 11 で作成した検量線とから相当するニオブ検出量 (µg) を求め、試料中のニオブ含有率を、次の式によって算出する。

$$Nb = \frac{m_1}{m \times 1\,000\,000 \times B} \times 100$$

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

ここで、

- $Nb$  : 試料中のニオブ含有率 [質量分率 (%)]  
 $m_1$  : 分取した試料溶液中のニオブ検出量 (µg)  
 $m$  : 簡条 8 ではかりとった試料の量 (g)  
 $B$  : 試料溶液の分取比  
抽出法の場合 5/100  
直接法の場合 5/250

## 13 許容差

許容差は、表 5 による。

表 5—許容差

操作	ニオブ含有率 [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 (%) ]
	抽出法	0.01 以上	0.5 以下	$f(n) \times [0.0079 \times (Nb) + 0.0052]$
直接法	0.5 以上	2.5 以下	$f(n) \times [0.0071 \times (Nb) + 0.0009]$	$f(n) \times [0.0112 \times (Nb) + 0.0046]$

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、 $(Nb)$  は、許容差を求めるニオブ定量値の平均値 [質量分率 (%) ] である。

**注記** 抽出法の許容差は、ニオブ含有率 (質量分率) 0.04 % 以上 0.4 % 以下の試料を、直接法の許容差は、ニオブ含有率 (質量分率) 0.6 % 以上 2.5 % 以下の試料を用いた共同実験の結果から得た。