

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 G1226

規格名称 鉄及び鋼—すず定量方法—よう化物抽出分離フェニルフルオロン吸光光度法

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 1226:1994は、鉄及び鋼中のすず定量方法を規定したものである。現行規格は、1994年に改正されて以降、約28年間経過したが、この間、関係するJIS Z 8402規格群及び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】

この規格の改正によって、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

主な改正内容は、次のとおりである。

- a) 鉄（試薬）の規定を明確にした。
- b) 空試験及び検量線の作成に、鉄（試薬）の使用を規定した。
- c) 許容差の式を見直した。

(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
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	1
5 要旨	2
6 試薬	2
7 試料のはかりとり	2
8 操作	3
8.1 試料溶液の調製	3
8.2 よう化すずの抽出分離	4
8.3 呈色	4
8.4 吸光度の測定	4
9 空試験	5
10 検量線の作成	5
11 計算	5
12 許容差	6

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 1226:1994** 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 2022/12/21

鉄及び鋼—すず定量方法—

よう化物抽出分離フェニルフルオロン吸光光度法

Iron and steel—Determination of tin—
Phenylfluorone spectrophotometric method after iodide extraction

1 適用範囲

この規格は、鉄及び鋼中のすず定量方法のうち、よう化物抽出分離フェニルフルオロン吸光光度法について規定する。

この方法は、すず含有率（質量分率）0.001 %以上 0.1 %以下の定量に適用する。なお、表 1 のいずれかの条件に該当する試料には、適用不可能である。

表 1—この方法を適用不可能な試料

すず含有率 [質量分率 (%)]	適用不可能な試料の条件
0.001 以上 0.01 未満	・モリブデン含有率（質量分率）3.5 %以上 ・チタン含有率（質量分率）0.3 %以上
0.01 以上 0.1 以下	・モリブデン含有率（質量分率）7.0 %以上 ・チタン含有率（質量分率）0.6 %以上

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、硫酸溶液とした後、よう化カリウムを加え、生成するよう化すずをベンゼンに抽出し、希硫酸に逆抽出する。溶液の pH を調整し、ポリビニルアルコール及びフェニルフルオロンを加え、すずとフェニルフルオロンとの錯体を生成させ、分光光度計を用いて、510 nm の波長で吸光度を測定する。

6 試薬

試薬は、次による。

6.1 硫酸 (3+1, 2+1, 1+1, 1+3, 1+9, 1+70)

6.2 王水 (塩酸 3, 硝酸 1)

6.3 過酸化水素

6.4 鉄 純度の高い鉄で、すず含有率 (質量分率) が、0.000 1 %未満であることが保証されているか、又は 0.001 %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。

6.5 よう化カリウム溶液 (780 g/L, 600 g/L) この溶液は、使用の都度、調製する。

6.6 亜硫酸ナトリウム溶液 亜硫酸ナトリウム七水和物 20 g を水に溶解した後、水で液量を 100 mL とする。この溶液は、使用の都度、調製する。

6.7 緩衝液 フタル酸水素カリウム 5.0 g を水に溶解した後、塩酸 (1 mol/L) を正確に 17.5 mL 加え、水で液量を 1 000 mL とする。

6.8 ポリビニルアルコール溶液 (10 g/L) 重合度 1 400~1 700 のポリビニルアルコールで調製する。なお、これ以外の重合度のものを使用してもよい。

6.9 フェニルフルオロン溶液 フェニルフルオロン 0.01 g を、塩酸 (1+1) 1 mL とエタノール (99.5) 100 mL との混合溶液に溶解する。この溶液は、使用の都度、調製する。

6.10 ベンゼン

6.11 すず原液 (Sn : 500 µg/mL) 金属すず (質量分率 99.9 %以上) 0.250 g をはかりとって、白金皿 (100 mL) に移し入れる。時計皿で覆い、硫酸 (1+1) 10 mL を加え、加熱して分解する。常温まで冷却した後、時計皿の下面を硫酸 (1+6) で洗って時計皿を取り除き、溶液を 500 mL の全量フラスコに硫酸 (1+6) を用いて移し入れ、硫酸 (1+6) で標線までうすめてすず原液とする。

6.12 すず標準液 (Sn : 10 µg/mL) すず原液 (6.11) を使用の都度、硫酸 (1+50) で正確に 50 倍にうすめてすず標準液とする。

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及び試料溶液の分取量

すず含有率 [質量分率 (%)]				試料のはかりとり量 g	試料溶液の分取量 mL
0.001	以上	0.01	未満	1.0	20
0.01	以上	0.05	未満	1.0	10
0.05	以上	0.1	以下	0.50	10

8 操作

8.1 試料溶液の調製

試料溶液の調製は、次のいずれかによる。

a) 硫酸と過酸化水素とで分解が容易な試料の場合

- 1) 試料をはかりとって、ビーカー（200 mL）に移し入れる。
- 2) 時計皿で覆い、硫酸（1+9）（6.1）20 mL と過酸化水素（6.3）5 mL とを加え、しばらく放置してほとんどの試料を分解する。なお、過酸化水素が不足する場合には、1 mL～2 mL ずつ追加する。穏やかに加熱して完全に分解し、細かい気泡が大粒の気泡に変わるまで沸騰させる。
- 3) 室温まで冷却した後、時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、ろ紙（5 種 A）を用いてろ過し、ろ液を 100 mL の全量フラスコに受ける。残さ（渣）及びろ紙を温水で洗浄し、洗液をろ液に合わせる。

なお、遊離炭素及び残さが認められない場合は、このろ過操作を省略して、100 mL の全量フラスコに移し入れる。

- 4) 室温まで冷却した後、水で標線までうすめて試料溶液とする。残さは、捨てる。

b) 硫酸と過酸化水素とで分解が困難な試料の場合

- 1) 試料をはかりとって、ビーカー（200 mL）に移し入れる。
- 2) 時計皿で覆い、王水（6.2）20 mL を加え、加熱して分解した後、硫酸（1+1）（6.1）20 mL を加え、加熱して蒸発させる。

なお、硫酸塩が析出しはじめた直後は突沸しやすいので、熱板の周辺の低温部に移して慎重に加熱する。

- 3) 時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、再び加熱して 4 分～5 分間三酸化硫黄の白煙を発生させる。

なお、試料中のけい素含有率（質量分率）が 1% 以上の場合は、三酸化硫黄の濃厚な白煙を約 10 分間発生させる。

- 4) 放冷した後、温水 30 mL を加えて加熱し、ときどき混ぜながら塩類を溶解する。
- 5) 室温まで冷却した後、ろ紙（5 種 A）を用いてろ過し、ろ液を 100 mL の全量フラスコに受ける。残さ及びろ紙を温水で洗浄し、洗液をろ液に合わせる。

なお、遊離炭素及び残さが認められない場合は、このろ過操作を省略して、100 mL の全量フラスコに移し入れる。

- 6) 室温まで冷却した後、水で標線までうすめて試料溶液とする。残さは、捨てる。

8.2 よう化すずの抽出分離

よう化すずの抽出分離は、次による。

- a) 8.1 a)又は8.1 b)で得た試料溶液を、すず含有率によって表2に従って分取し、分液漏斗（100 mL）に移し入れる。

- 1) 試料溶液の調製を8.1 a)で行った場合 硫酸（3+1）（6.1）を表3に従って加え、振り混ぜる。30℃程度まで冷却した後、よう化カリウム溶液（780 g/L）（6.5）を表3に従って加える。

表3—試料溶液の調製を8.1 a)で行った場合の硫酸及びよう化カリウム溶液の添加量

試料溶液の分取量	硫酸（3+1）の添加量	単位 mL
		よう化カリウム溶液（780 g/L）の添加量
20	10	8
10	5	5

- 2) 試料溶液の調製を8.1 b)で行った場合 硫酸（2+1）（6.1）を表4に従って加え、振り混ぜる。30℃程度まで冷却した後、よう化カリウム溶液（780 g/L）を表4に従って加える。

表4—試料溶液の調製を8.1 b)で行った場合の硫酸及びよう化カリウム溶液の添加量

試料溶液の分取量	硫酸（2+1）の添加量	単位 mL
		よう化カリウム溶液（780 g/L）の添加量
20	8	8
10	4	4

- b) ベンゼン（6.10）5 mLを加え、液温を20℃～30℃に保って約2分間激しく振り混ぜる。静置して二層に分離した後、下層の水相を捨てる。
- c) 有機相に硫酸（1+3）（6.1）15 mLとよう化カリウム溶液（600 g/L）（6.5）5 mLとを加え、液温を20℃～30℃に保って約1分間激しく振り混ぜる。静置して二層に分離した後、下層の水相を捨てる。
- d) 有機相が残った分液漏斗に硫酸（1+70）（6.1）5 mLを加えて、約1分間激しく振り混ぜ、静置して二層に分離した後、下層の水相を100 mLの全量フラスコに移し入れる。元の分液漏斗に水5 mLを加えて、約5秒間振り混ぜ、静置して二層に分離した後、下層の水相を同じ全量フラスコに移し入れる。有機相は、捨てる。
- e) d)の全量フラスコに、亜硫酸ナトリウム溶液（6.6）を1滴ずつ振り混ぜながら加え、よう素による着色を消失させる。

8.3 呈色

8.2 e)で得た溶液に、緩衝液（6.7）30 mLとポリビニルアルコール溶液（6.8）2 mLとを加えて振り混ぜる。更に、フェニルフルオロン溶液（6.9）を正確に10 mL加えて振り混ぜる。約20分間静置した後、硫酸（1+70）で標線までうすめ、呈色液とする。

8.4 吸光度の測定

8.3で得た呈色液の一部を分光光度計の吸収セル（10 mm）にとり、水を対照液として510 nmの波長における吸光度を測定する。

9 空試験

試料の代わりに、試料と同量の鉄 (6.4) をはかりとって、ビーカー (200 mL) に移し入れる。以降、8.1 a) 2)~4)及び8.2~8.4の手順、又は8.1 b) 2)~6)及び8.2~8.4の手順に従って、試料と同じ操作を試料と併行して行う。なお、8.1 a)又は8.1 b)で得た溶液を空試験液とする。

10 検量線の作成

検量線の作成は、次による。

- 鉄 (6.4) 1.0 g をビーカー (200 mL) にはかりとって移し入れ、以降 8.1 a) 2)~4)の手順に従って鉄溶液 (1 mg/mL) を調製する。
- 分液漏斗 (100 mL) を 7 個準備し、それぞれに a) の鉄溶液 10 mL 及びすず標準液 (6.12) を表 5 に従って正確に加え、水を加えて液量を 20 mL とする。

表 5—すず標準液添加量

すず標準液 (6.12) 添加量 mL	呈色液中のすず量 μg
0, 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0	0, 5, 10, 20, 30, 40, 50
注記 呈色液中のすず量は、検量線用溶液中のすず量である。	

- 硫酸 (3+1) (6.1) 10 mL を加え、振り混ぜる。30 °C 程度まで冷却した後、よう化カリウム溶液 (780 g/L) (6.5) 8 mL を加える。
- ベンゼン (6.10) 5 mL を加え、液温を 20 °C~30 °C に保って約 2 分間激しく振り混ぜる。静置して二層に分離した後、下層の水相を捨てる。
- 有機相が残った分液漏斗に、硫酸 (1+3) (6.1) 15 mL とよう化カリウム溶液 (600 g/L) (6.5) 5 mL とを加え、液温を 20 °C~30 °C に保って約 1 分間激しく振り混ぜる。静置して二層に分離した後、下層の水相を捨てる。
- 以降、8.2 d)~8.4)の手順に従って試料と併行して操作する。得た吸光度と呈色溶液中のすず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。

11 計算

8.4 及び簡条 9 で得た吸光度と、簡条 10 で作成した検量線とから相当するすず検出量 (μg) を求め、試料中のすず含有率を、次の式によって算出する。

$$\begin{aligned}
 Sn &= \frac{m_1 - (m_2 - m_3 \times B)}{m \times 1\,000\,000 \times B} \times 100 \\
 &= \frac{m_1 - (m_2 - m_3 \times B)}{m \times 10\,000 \times B}
 \end{aligned}$$

ここで、
Sn : 試料中のすず含有率 [質量分率 (%)]
m₁ : 分取した試料溶液中のすず検出量 (μg)
m₂ : 空試験 (簡条 10) のすず検出量 (μg)

- m_3 : 空試験ではかりとった鉄 (6.4) 中に含まれるすずの量 (μg)
鉄中のすず含有率 (質量分率) が, 0.000 1 %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液の分取比
分取量 (表 2) / 100 で求める。

12 許容差

許容差は, 表 6 による。

表 6—許容差

すず含有率 [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 (%)]
0.007 以上 0.1 以下	$f(n) \times [0.010 6 \times (Sn) + 0.000 4]$	$f(n) \times [0.033 1 \times (Sn) + 0.000 6]$
<p>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, (Sn) は, 許容差を求めるすず定量値の平均値 [質量分率 (%)] である。</p> <p>すず含有率 (質量分率) 0.001 %以上 0.007 %未満における許容差は, 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。</p> <p>注記 この表の許容差計算式は, すず含有率 (質量分率) 0.007 1%以上 0.09 %以下の試料を用い, 共同実験した結果から求めた。</p>		