

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 G1236

規格名称 鉄及び鋼－タンタル定量方法－ふっ化物・ビクトリアブルーB抽出分離吸光光度法

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 1236:1992は、鉄及び鋼中のタンタル定量方法を規定したものである。現行規格は、1992年に改正されて以降、約30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 | 1 |
| 6 試薬 | 2 |
| 7 器具及び装置 | 2 |
| 8 試料のはかりとり | 3 |
| 9 操作 | 3 |
| 9.1 試料溶液の調製 | 3 |
| 9.2 呈色及び抽出 | 3 |
| 9.3 吸光度の測定 | 4 |
| 10 空試験 | 4 |
| 11 検量線の作成 | 4 |
| 12 計算 | 4 |
| 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 1236:1992** 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。

鉄及び鋼—タンタル定量方法—

ふっ化物・ビクトリアブルーB 抽出分離吸光光度法

Iron and steel—Determination of tantalum—Spectrophotometric method
after extraction of Victoria Blue B fluoride complex

1 適用範囲

この規格は、鋼中のタンタル定量方法である、ふっ化物・ビクトリアブルーB 抽出分離吸光光度法について規定する。

この方法は、タンタル含有率（質量分率）0.000 5 %以上 0.1 %以下の定量に適用する。

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、ふっ化水素酸、硫酸及びりん酸を加えた後、三酸化硫黄の白煙処理を行う。ふっ化水素酸でタンタルをふっ化物とした後、ビクトリアブルーB を加える。タンタル錯体をベンゼンに抽出し、分光光度計を用いて、630 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 ふっ化水素酸

6.2 ふっ化水素酸 (38+62)

6.3 硫酸 (1+1)

6.4 りん酸 (1+1)

6.5 王水 (塩酸 3, 硝酸 1)

6.6 鉄 純度の高い鉄で、タンタル含有率 (質量分率) が、0.000 05 %未満であることが保証されているか、又は 0.000 5 %未満で値が特定されているもの。かつ、ほう素含有率 (質量分率) が 0.004 %以下であるもの。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。

6.7 洗浄溶液 500 mL の樹脂製 (7.1) 全量フラスコに、硫酸 (1+1) 90 mL、りん酸 (1+1) 40 mL、ふっ化水素酸 (38+62) 40 mL 及びビクトリアブルー-B 溶液 (6.9) 150 mL をとり、よく混合する。常温まで冷却した後、水を加えて液量を 500 mL とする。この溶液は、樹脂製の瓶に保存する。

6.8 アスコルビン酸溶液 (20 g/L) この溶液は、使用の都度、調製する。

6.9 ビクトリアブルー-B 溶液 ビクトリアブルー-B ($[\text{Cl}^-] \cdot \text{C}_{33}\text{H}_{32}\text{N}_2[\text{N}^+]$) 1.2 g を約 500 mL の水に溶解した後、水で 1 000 mL にうすめる。この溶液は、使用する前に乾いたろ紙 (5 種 A) でろ過する。

6.10 メタノール

6.11 ベンゼン

6.12 タンタル原液 (Ta : 100 µg/mL) 金属タンタル (質量分率 99.9 %以上) 0.100 0 g をはかりとって白金皿 (100 mL) に移し入れる。ふっ化水素酸 10 mL を加えた後、硝酸を滴加して分解する。常温まで冷却した後、1 000 mL の樹脂製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タンタル原液とする。この原液は、樹脂製の瓶に保存する。

6.13 タンタル標準液 A (Ta : 10 µg/mL) タンタル原液 (6.12) を使用の都度、ふっ化水素酸 (1+100) で正確に 10 倍にうすめてタンタル標準液 A とする。この標準液は、樹脂製の瓶に保存する。

6.14 タンタル標準液 B (Ta : 4 µg/mL) タンタル原液 (6.12) を使用の都度、ふっ化水素酸 (1+100) で正確に 25 倍にうすめてタンタル標準液 B とする。この標準液は、樹脂製の瓶に保存する。

7 器具及び装置

器具及び装置は、次による。

7.1 樹脂製 樹脂製の瓶、ビーカー、分液漏斗、全量ピペットなどは、ポリプロピレン、ふっ素樹脂などの合成樹脂製を指す。

7.2 分光光度計 630 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 1 による。なお、はかりとった試料中のバナジウムが 12.5 mg、タングステンが 25 mg を超えてはならない。

表 1—試料のはかりとり量

| タンタル含有率 [質量分率 (%)] | | | | 試料はかりとり量 g |
|-----------------------|----|-------|----|---------------|
| 0.000 5 | 以上 | 0.008 | 未満 | 0.50 |
| 0.008 | 以上 | 0.04 | 未満 | 0.25 |
| 0.04 | 以上 | 0.1 | 以下 | 0.10 |

9 操作

9.1 試料溶液の調製

試料溶液の調製は、次による。

- 試料をはかりとって石英製ビーカー (200 mL) に移し入れる。
- 石英製時計皿で覆い、王水 (6.5) 15 mL を加え、静かに加熱して分解する。時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、硫酸 (1+1) (6.3) 9 mL、りん酸 (1+1) (6.4) 4 mL 及びふっ化水素酸 (6.1) 3 mL を加え、引き続き加熱して三酸化硫黄の白煙を約 3 分間発生させる。放冷した後、少量の水で塩類を溶解し、試料溶液とする。
- はかりとった試料に含まれるほう素が 20 µg 以上の場合は、b) で得た溶液にメタノール (6.10) 40 mL を加えよくかき混ぜ、静かに加熱してほう酸メチル及びメタノールを揮散させた後、再び三酸化硫黄の白煙を約 3 分間発生させる。放冷した後、少量の水で塩類を溶解し、試料溶液とする。

9.2 呈色及び抽出

試料溶液の呈色及び抽出は、次による。

- 9.1 b) 又は 9.1 c) で得た試料溶液を放冷した後、ふっ化水素酸 (38+62) (6.2) を樹脂製 (7.1) 全量ピペット又はピストン式ピペットで 4 mL 加える。この溶液を少量の水を用いて樹脂製分液漏斗 (100 mL) に移し入れ、アスコルビン酸溶液 (6.8) 3 mL を加えた後、水を加えて液量を 35 mL とする。
- ビクトリアブルー-B 溶液 (6.9) 15 mL を加え、よくかき混ぜる。ベンゼンを表 2 に従って正確に加えて 30 秒間激しく振り混ぜ、静置して二層に分離した後、下層の水相を捨てる。
- 有機相が残った分液漏斗に洗浄溶液 (6.7) 25 mL を加えて 30 秒間激しく振り混ぜ、静置して二層に分離した後、下層の水相を捨てる。
- c) の洗浄操作をもう一度繰り返し、呈色液とする。

表 2—ベンゼン添加量

| タンタル定量範囲 [質量分率 (%)] | | | | ベンゼン添加量 mL |
|------------------------|----|-------|----|---------------|
| 0.000 5 | 以上 | 0.008 | 未満 | 20 |
| 0.008 | 以上 | 0.1 | 以下 | 50 |

9.3 吸光度の測定

- a) 9.2 で得た呈色液（有機相）の一部を乾燥した蓋つきの樹脂製（7.1）ビーカーにとり、蓋をして5分間放置する。
- b) 分光光度計（7.2）の石英製吸収セル（10 mm）に、a)の上層部を傾斜法でとり、最初の溶液についてはセル内に5分間放置した後、捨てる。再びa)の上層部を傾斜法でセルにとり、ベンゼンを対照液として630 nmの波長における吸光度を測定する。

注記 1 水分の混入を防ぐために、有機相を蓋つきの樹脂製ビーカーにとり、しばらく放置した後上層部を傾斜法で吸収セルにとることとしている。乾燥したろ紙でろ過して水分を除去すると、ばらつきの原因となる場合がある。

注記 2 セルの内壁が洗浄不足であるために、内壁と有機相との接触が不十分であると、吸光度の退色が著しく、大きな誤差を生じる場合がある。

10 空試験

試料の代わりに試料と同量の鉄（6.6）をはかりとり、石英製ビーカー（200 mL）に移し入れる。以降、9.1 b)～9.3 の手順に従って、試料と同じ操作を試料と併行して行う。

11 検量線の作成

表 3 のタンタル定量範囲ごとに、7 個の石英製ビーカー（200 mL）を準備し、それぞれに表 1 の試料はかりとり量と同量の鉄（6.6）をはかりとって移し入れ、更にタンタル標準液 A（6.13）又はタンタル標準液 B（6.14）を表 3 に従って正確に加える。以降、9.1 b)～9.3 の手順に従って試料と併行して操作する。得た吸光度と呈色液中のタンタ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 3—タンタル標準液添加量

| タンタル定量範囲 [質量分率 (%)] | 使用する タンタル標準液 | タンタル標準液添加量 mL | 呈色液中のタンタル量 μg |
|------------------------|-----------------|----------------------------------|----------------------------|
| 0.000 5 以上 0.008 未満 | 標準液 B (6.14) | 0, 1.0, 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0 | 0, 4, 8, 16, 24, 32, 40 |
| 0.008 以上 0.04 未満 | 標準液 A (6.13) | 0, 1.0, 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0 | 0, 10, 20, 40, 60, 80, 100 |
| 0.04 以上 0.1 以下 | 標準液 A (6.13) | 0, 1.0, 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0 | 0, 10, 20, 40, 60, 80, 100 |

注記 呈色液中のタンタル量は、検量線用溶液中のタンタル量である。

12 計算

9.2 及び簡条 10 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タンタル検出量（μg）を求め、試料中のタンタル含有率を、次の式によって算出する。

$$Ta = \frac{m_1 - m_2 + m_3}{m \times 1\,000\,000} \times 100$$

$$= \frac{m_1 - m_2 + m_3}{m \times 10\,000}$$

ここで、

Ta : 試料中のタンタル含有率 [質量分率 (%)]

m_1 : 試料溶液中のタンタル検出量 (μg)

m_2 : 空試験 (簡条 10) のタンタル検出量 (μg)

m_3 : 簡条 10 ではかりとった鉄 (6.6) に含まれるタンタル量 (μg)
鉄中のタンタル含有率が、0.000 05 %未満であることが保証されている場合は、0 とする。

m : はかりとった試料の質量 (g)

13 許容差

許容差は、表 4 による。

表 4—許容差

| タンタル含有率 [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 (%)] |
|--|--|---|
| 0.001 以上 0.1 以下 | $f(n) \times [0.0176 \times (Ta) - 0.00001]$ | $f(n) \times [0.0294 \times (Ta) + 0.0003]$ |
| <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、(Ta) は、許容差を求めるタンタル定量値の平均値 [質量分率 (%)] である。</p> <p>タンタル含有率 (質量分率) 0.000 5 %以上 0.001 %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、タンタル含有率 (質量分率) 0.001 1%以上 0.103 %以下の試料を用い、共同実験した結果から求めた。</p> | | |