

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 G1223

規格名称 鉄及び鋼-チタン定量方法-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、鉄及び鋼中のチタン定量方法を規定している。現行規格は、1997年に改正されて以降、約27年間経過したが、この間、対応国際規格であるISO 10280は改訂されていないものの、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】

現行規格を改正することによって、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。

- ・用語及び定義を新たに規定する。
- ・許容差をJIS Z 8402規格群の制定によって、共同実験の結果を再解析し、見直す。
- ・JIS Z 8301の規格様式に従い、様式を見直す。

(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

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) ※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	1
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	3
9 操作	4
9.1 試料の分解	4
9.2 不溶解残さの処理	5
9.3 呈色	5
9.4 吸光度の測定	6
10 空試験	6
11 検量線の作成	6
12 計算	7
13 許容差	8
附属書 JA (規定) チオシアン酸アンモニウム・TOPO 抽出吸光光度法	9
附属書 JB (参考) JIS と対応国際規格との対比表	13

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 1223:1997**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—チタン定量方法—吸光光度法

Iron and steel—Determination of titanium—Spectrophotometric methods

序文

この規格は、2025年に第2版として発行された ISO 10280 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**附属書 JA** は、対応国際規格にはない方法である。また、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 JB** に示す。

1 適用範囲

この規格は、鉄及び鋼中のチタンの定量方法について規定する。

この方法は、チタン含有率（質量分率）0.002 %以上 2.5 %以下の定量に適用する。なお、本体の方法は、チタン含有率（質量分率）0.002 %以上 2.5 %以下の定量に、**附属書 JA** の方法は、チタン含有率（質量分率）0.005 %以上 0.10 %以下の定量に適用する。

注記 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 10280:2025, Steel and iron — Determination of titanium content — Diantipyrylmethane 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 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

次のいずれかによる。

- a) **ジアンチピリルメタン吸光光度法** 試料を塩酸、硝酸及び硫酸で分解し、加熱して三酸化硫黄の白煙を発生させる。不溶解残さ（渣）は、硫酸水素カリウムで融解し、L(+)酒石酸溶液で加熱溶解してろ液と合わせる。銅(II)、しうう酸アンモニウム、塩酸、L(+)アスコルビン酸及びジアンチピリルメタンを加えて錯体を生成させ、分光光度計を用いて、385 nm の波長における吸光度を測定する。
- b) **チオシアノ酸アンモニウム・トリオクチル-n-ホスフィンオキシド抽出吸光光度法(附属書 JA の方法)** 試料を王水で分解し、過塩素酸を加え、加熱して過塩素酸の白煙を発生させる。残さをろ過し、硫酸及びふつ化水素酸を加え、加熱してけい素を揮散させた後、二硫酸トリウムで融解してろ液と合わせる。塩化すず(II)を加えて鉄などを還元した後、チオシアノ酸アンモニウムを加えて錯体を生成させる。錯体をトリ-n-オクチルホスフィンオキシド（以下、TOPO という。）のシクロヘキサン溶液で抽出し、分光光度計を用いて、420 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。

6.1 塩酸

6.2 塩酸 (1+1, 1+3)

6.3 硝酸

6.4 過塩素酸

6.5 ふつ化水素酸

6.6 硫酸 (1+1)

6.7 鉄 純度の高い鉄で、チタン含有率（質量分率）が、0.0002%未満であることが保証されているか、又は0.002%以下で値が特定されているもの。特定された値としては、妥当性が確認されれば、認証値でなくてもよい。

6.8 硫酸水素カリウム

6.9 炭酸ナトリウム

6.10 亜硫酸水素ナトリウム

6.11 鉄溶液 A (12.5 g/L) 鉄(6.7) 1.25 g をはかりとってビーカー (200 mL) に移し入れる。時計皿で覆って、塩酸 (1+1) 10 mL を加え、穏やかに加熱して分解する。硝酸 5 mL を加え、引き続き加熱して液量が約 10 mL になるまで濃縮する。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、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る。

6.12 鉄溶液 B (10 g/L) 鉄 (6.7) 1.0 g をはかりとてビーカー (200 mL) に移し入れる。時計皿で覆って、硝酸 (1+1) 20 mL を加え、穏やかに加熱して分解する。過塩素酸 20 mL を加え、引き続き加熱して 5 分間白煙を発生させる。放冷した後、塩類を少量の水で溶解し、時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、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る。

6.13 銅溶液 (1 g/L) 銅 [含有率 (質量分率) 99.95 %以上] 0.50 g をはかりとてビーカー (200 mL) に移し入れる。時計皿で覆って、硝酸 (1+1) 20 mL を加え、穏やかに加熱して分解する。引き続き加熱して乾固近くまで濃縮する。塩酸 (1+1) 20 mL を加え、加熱した後、常温まで冷却する。時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、溶液を 500 mL の全量フラスコに水を用いて移し入れ、水で標線までうすめる。

6.14 試薬ブランク溶液 試料を用いないで、9.1 及び 9.2 の手順に従って、試料と同じ操作を試料と併行して行って得た溶液を試薬ブランク溶液とする。

6.15 L(+)-酒石酸溶液 (100 g/L)

6.16 L(+)-アスコルビン酸溶液 (200 g/L) 使用の直前に調製する。

6.17 しゅう酸アンモニウム溶液 しゅう酸アンモニウム一水和物 6 g を水に溶解し、水で液量を 200 mL とする。

6.18 フィチン溶液 (10 g/L) フィチン [(C₆H₁₂O₂₄P₆·3H₂O)₂Ca₅Mg] 5 g に水 300 mL 及び過塩素酸 10 mL を加え、加熱して溶解する。放冷した後、溶液をろ紙 (5 種 A) でろ過し、水で液量を 500 mL とする。

6.19 ジアンチピリルメタン溶液 ジアンチピリルメタン一水和物 4 g を塩酸 (1+1) 20 mL に溶解し、水で液量を 100 mL とする。

6.20 チタン原液 (Ti : 1 g/L) チタン [含有率 (質量分率) 99.9%以上] 0.500 g をはかりとてビーカー (300 mL) に移し入れる。時計皿で覆って、硫酸 (1+3) 180 mL を加え、穏やかに加熱して分解した後、硝酸を滴加してチタンを酸化する。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、溶液を 500 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チタン原液とする。

6.21 チタン標準液 (Ti : 50 µg/mL) チタン原液 (6.20) を、使用の都度、水で正確に 20 倍にうすめてチタン標準液とする。

7 装置及び器具

装置及び器具は、次による。

7.1 分光光度計 385 nm の波長における吸光度の測定に適したもの。

7.2 白金るつぼ 容量 30 mL のもの。以下、るつぼという。

8 試料のはかりとり

試料のはかりとり量は、表 1 による。

表 1—試料のはかりとり量

チタン定量範囲 [質量分率 (%)]	試料のはかりとり量 g
0.002 以上 0.125 未満	1.00
0.125 以上 1 未満	0.50
1 以上 2.5 以下	0.20

9 操作

警告 過塩素酸の蒸気は、アンモニア、亜硝酸蒸気又は有機物が存在すると爆発する危険がある。過塩素酸の蒸発処理は、過塩素酸を使用しても安全な排気設備を備えた場所で行わなければならない。

9.1 試料の分解

試料の分解は、試料をはかりとてビーカー（300 mL）に移し入れ、次のいずれかによる。

a) はかりとった試料中のモリブデン含有量が 3 mg 未満の場合

- 1) 時計皿で覆って、塩酸（6.1）20 mL を加え、70 ℃～90 ℃で加熱して分解する。
- 2) 硝酸（6.3）5 mL を滴加して沸騰させ、液量が約 10 mL になるまで濃縮した後、放冷する。
- 3) 硫酸（1+1）（6.6）20 mL を加え、時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、三酸化硫黄の白煙が発生し始めるまで加熱蒸発させた後、放冷する。なお、白煙が発生し始める直前は穏やかに加熱する。

注記 1 白煙が発生し始める直前には固形物が析出して飛散するおそれがある。一度白煙が発生し始めると溶液が安定化し、高温で加熱可能である。

注記 2 白煙を出し過ぎると、クロムの塩が析出して塩類の溶解が困難となる場合がある。

- 4) 再び時計皿で覆って、塩酸（1+3）（6.2）20 mL を加え、加熱して塩類を溶解する。
- 5) 時計皿の下面を熱水で洗って時計皿を取り除き、溶液をろ紙（5種 C）を用いてろ過し、熱水で数回洗浄する。ビーカーの壁面に付着している不溶解残さは、ポリスマンを用いてこすり落とし、熱水を用いてろ紙上に移す。

ろ紙及び残さを塩酸（1+1）（6.2）10 mL で洗浄し、更に熱水で数回洗浄する。ろ液及び洗液は、主液として保存する。

b) はかりとった試料中のモリブデン含有量が 3 mg 以上の場合

- 1) a)の 1)及び 2)の操作を行う。
- 2) 過塩素酸（6.4）20 mL を加え、加熱して過塩素酸の白煙を 5 分間発させ、放冷する。
- 3) 塩酸（1+3）20 mL を加え、加熱して塩類を溶解した後、水で液量を約 200 mL とする。
- 4) 亜硫酸水素ナトリウム（6.10）2 g を加え、穏やかに加熱して 10 分間沸騰させる。
- 5) フイチン溶液（6.18）15 mL、鉄溶液 B（6.12）2 mL 及び少量のろ紙（5種 B）パルプを加え、穏やかに加熱して 10 分間沸騰させた後、10 分間放置する。
- 6) 時計皿の下面を熱水で洗って時計皿を取り除き、溶液をろ紙（5種 B）を用いてろ過し、熱水で数回洗浄する。ろ紙及び残さを元のビーカーに移し入れ、ろ液及び洗液は、捨てる。
- 7) 硝酸 20 mL 及び硫酸（1+1）20 mL を加え、穏やかに加熱してろ紙及び残さを分解する。ろ紙が完全に分解せず黒褐色となって残った場合は、硝酸を滴加して加熱を続けて完全に分解する。引き続き加熱して、三酸化硫黄の白煙が発生し始めるまで蒸発させた後、放冷する。

8) a)の 4)及び 5)の操作を行う。

9.2 不溶解残さの処理

不溶解残さの処理は、次のいずれかによる。なお、9.1 の操作の途中でタングステン酸の白色沈殿が生じた場合は、b)による。

a) はかりとった試料中のタングステン含有量が 10 mg 未満の場合

- 1) 9.1 で得たろ紙及び残さをるつぼ (7.2) に移し入れ、乾燥した後、低温で加熱してろ紙を灰化し、約 700 °C で少なくとも 15 分間強熱する。
- 2) 放冷した後、硫酸 (1+1) 数滴及びふつ化水素酸 (6.5) 2 mL を加え、加熱して乾固するまで蒸発させ、約 700 °C で強熱する。
- 3) 放冷した後、硫酸水素カリウム (6.8) 1 g を加え、加熱して融解し、放冷する。L(+) - 酒石酸溶液 (6.15) 10 mL を加え、加熱して融成物を溶解し、9.1 で保存した主液に合わせる。溶液を表 2 に従って選択した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。

表 2 - 選択する全量フラスコ

チタン定量範囲 [質量分率 (%)]	呼び容量 mL
0.002 以上 0.125 未満	100
0.125 以上 2.5 以下	200

b) はかりとった試料中のタングステン含有量が 10 mg 以上の場合

- 1) a) の 1) 及び 2) の操作を行う。
- 2) 放冷した後、炭酸ナトリウム (6.9) 5 g を加え、約 950 °C で強熱して融解し、放冷する。るつぼをビーカー (300 mL) に入れ、水 200 mL を加え、加熱して融成物を溶解する。溶液を沸騰させた後、溶液をろ紙 (5 種 B) を用いてろ過し、ろ紙及び残さを熱水で洗浄する。ろ液及び洗液は、捨てる。
- 3) ろ紙及び残さをるつぼに移し入れ、加熱してろ紙を乾燥・灰化し、約 700 °C で強熱する。
- 4) a) の 3) の操作を行う。

9.3 呈色

9.2 で得た試料溶液を、表 3 に従って 2 個分取し、それぞれ 50 mL の全量フラスコに移し入れ、次によって呈色液及び補償溶液を調製する。

表 3 - 試料溶液の分取量及び試薬の添加量

チタン定量範囲 [質量分率 (%)]	試料溶液の分取量 mL	鉄溶液 A (6.11) の添加量 mL	試料ブランク溶液 (6.14) の添加量 mL
0.002 以上 0.125 未満	10	0	0
0.125 以上 0.5 未満		6	5
0.5 以上 1 未満	5	7	7.5
1 以上 2.5 以下		8	

a) 呈色液の調製

- 1) 表 3 に従って、鉄溶液 A (6.11) 及び試薬ブランク溶液 (6.14) を加えて振り混ぜる。なお、9.1 の

b)の操作を行った場合の鉄溶液 A の添加量は、8 mL とする。

- 2) 銅溶液 (6.13) 2 mL を加えて振り混ぜる。
- 3) しゅう酸アンモニウム溶液 (6.17) 2 mL を加えて振り混ぜる。
- 4) 塩酸 (1+1) 6 mL を加えて振り混ぜる。
- 5) L(+)−アスコルビン酸溶液 (6.16) 4 mL を加えて振り混ぜた後、5 分間静置する。
- 6) ジアンチピリルメタン溶液 (6.19) 10 mL を加えて振り混ぜる。
- 7) 水で標線までうすめて、20 °C～30 °Cで30分間静置して呈色液とする。なお、15 °C～20 °Cで静置する場合は、60分間とする。

b) 補償溶液の調製

- 1) a)の 1)～3)の操作を行う。
- 2) 塩酸 (1+1) 8 mL を加えて振り混ぜる。
- 3) a)の 5)及び 7)の操作を行って得た呈色液を、補償溶液とする。

9.4 吸光度の測定

吸光度の測定は、次による。

- a) 9.3 の a)で得た呈色液及び b)で得た補償溶液の一部を、それぞれ表 4 に従って選択した分光光度計 (7.1) の吸収セルにとり、水を対照液として 385 nm の波長における吸光度を測定する。
- b) 呈色液の吸光度から補償溶液の吸光度を差し引く。

表 4−吸収セルの光路長

チタン定量範囲 [質量分率 (%)]	光路長 mm
0.002 以上 0.05 未満	20
0.05 以上 2.5 以下	10

10 空試験

試料の代わりに試料と同量の鉄 (6.7) を 1 mg の桁まではかりとて、ビーカー (300 mL) に移し入れる。以降、9.1 a)又は 9.1 b), 及び 9.2～9.4 の手順に従って、試料と同じ操作を試料と併行して行う。9.2 で得た試料溶液を空試験液とする。

11 検量線の作成

検量線の作成は、次による。

- a) 表 5 のチタン定量範囲ごとに 6 個のビーカー (300 mL) を準備し、それぞれに鉄 (6.7) 1.000 g をはかりとて移し入れる。
- b) チタン標準液 (6.21) を表 5 に従って正確に加え、9.1 a)の 1)～4) の手順に従って操作する。
- c) 塩酸 (1+1) (6.2) 10 mL, 硫酸水素カリウム (6.8) 1 g 及び L(+)−酒石酸溶液 (6.15) 10 mL を加え、振り混ぜて溶解する。
- d) 常温まで冷却した後、溶液をそれぞれ 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。

- e) d)で得た溶液を 10 mL ずつ分取して 50 mL の全量フラスコに移し入れ、9.3 a)の 2)~7)の手順に従つて試料と同じ操作を試料と併行して行う。9.3 a)の 7)で得た呈色液を検量線用溶液とする。
- f) 検量線用溶液の一部を、表 4 に従つて選択した分光光度計 (7.1) の吸収セルにとり、水を対照液として 385 nm の波長における吸光度を測定する。得た吸光度と検量線用溶液中のチタン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 5-チタン標準液添加量

チタン定量範囲 [質量分率 (%)]	チタン標準液 (6.21) 添加量 mL	検量線用溶液中 チタン量 μg
0.002 以上 0.05 未満	0	0
	1	5
	3	15
	5	25
	7	35
	10	50
0.05 以上 2.5 以下	0	0
	5	25
	10	50
	15	75
	20	100
	25	125

12 計算

9.4 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チタン検出量 (μg) を求め、試料中のチタン含有率を、次の式によって算出する。

$$Ti = \frac{m_1 - (m_2 - m_3 \times B)}{m \times 1\,000\,000 \times B} \times 100 \\ = \frac{m_1 - (m_2 - m_3 \times B)}{m \times 10\,000 \times B}$$

ここで、

Ti : 試料中のチタン含有率 [質量分率 (%)]

m_1 : 分取した試料溶液中のチタン検出量 (μg)

m_2 : 分取した空試験液中のチタン検出量 (μg)

m_3 : 箇条 10 ではかりとった鉄 (6.7) に含まれるチタンの量 (μg)

鉄中のチタン含有率 (質量分率) が、0.000 2 %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 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 3) /全量フラスコの呼び容量 (表 2) で求める。

13 許容差

許容差は、**表 6**による。

表 6—許容差

チタン含有率 〔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 (%)〕
0.002 以上 2.5 以下	$f(n) \times [0.0047 \times (Ti) + 0.0003]$	$f(n) \times [0.0124 \times (Ti) + 0.0001]$

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、 (Ti) は、許容差を求めるチタン定量値の平均値 [質量分率 (%)] である。

注記 この表の許容差計算式は、チタン含有率 (質量分率) 0.004 %以上 2.2 %以下の試料を用いた共同実験の結果から得た。

附属書 JA (規定) チオシアノ酸アンモニウム・TOPO 抽出吸光光度法

JA.1 一般

この附属書は、鉄及び鋼中のチタン定量方法のうち、チオシアノ酸アンモニウム・TOPO 抽出吸光光度法について規定する。

この方法は、タングステン、タンタル及びニオブのいずれも含まない試料の、チタン含有率(質量分率)0.005 %以上 0.10 %以下の定量に適用する。

JA.2 試薬

試薬は、次による。

JA.2.1 塩酸

JA.2.2 過塩素酸

JA.2.3 ふっ化水素酸

JA.2.4 硫酸 (1+1)

JA.2.5 王水 (塩酸 3, 硝酸 1)

JA.2.6 鉄 純度の高い鉄で、チタン含有率(質量分率)が、0.0005 %未満であることが保証されているか、又は0.005 %以下で値が特定されているもの。特定された値としては、妥当性が確認されれば、認証値でなくてもよい。

JA.2.7 二硫酸ナトリウム ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_7$)

JA.2.8 塩化すず (II) 溶液 A 塩化すず (II) 二水和物 20 g を塩酸 20 mL に溶解し、水で液量を 100 mL とする。

JA.2.9 塩化すず (II) 溶液 B 塩化すず (II) 二水和物 80 g を塩酸 50 mL に溶解し、水で液量を 100 mL とする。

JA.2.10 チオシアノ酸アンモニウム溶液 (500 g/L)

JA.2.11 シクロヘキサン

JA.2.12 TOPO-シクロヘキサン溶液 TOPO $[(\text{C}_8\text{H}_{17})_3\text{PO}]$ 3.9 g をシクロヘキサンに溶解し、シクロヘキサンで液量を 1 000 mL とする。

JA.2.13 チタン原液 (Ti : 0.1 mg/mL) チタン [含有率(質量分率) 99.9%以上] 0.100 g をはかりとてビーカー (300 mL) に移し入れる。時計皿で覆って、塩酸 (1+1) 100 mL を加え加熱して分解する。常温まで冷却した後、時計皿の下面を塩酸 (1+1) で洗って時計皿を取り除き、溶液を 1 000 mL の全量フラス

コに塩酸（1+1）を用いて移し入れ、塩酸（1+1）で標線までうすめてチタン原液とする。

JA.2.14 チタン標準液 (Ti : 1 µg/mL) チタン原液 (JA2.13) を、使用の都度、塩酸（1+1）で正確に100倍にうすめてチタン標準液とする。

JA.3 装置及び器具

装置及び器具は、次による。

JA.3.1 分光光度計 420 nm の波長における吸光度の測定に適したもの。

JA.3.2 白金るつぼ 7.2 による。

JA.4 試料のはかりとり

試料のはかりとり量は、表 JA.1 による。

表 JA.1—試料のはかりとり量

チタン定量範囲 〔質量分率 (%)〕	試料のはかりとり量 g
0.001 以上 0.01 未満	0.50
0.01 以上 0.03 未満	0.20
0.03 以上 0.1 以下	0.10

JA.5 操作

警告 過塩素酸の蒸気は、アンモニア、亜硝酸蒸気又は有機物が存在すると爆発する危険がある。過塩素酸の蒸発処理は、過塩素酸を使用しても安全な排気設備を備えた場所で行わなければならない。

JA.5.1 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ビーカー（200 mL）に移し入れる。
- 時計皿で覆って、王水 (JA.2.5) 10 mL を加え、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、過塩素酸 (JA.2.2) 10 mL を加え、引き続き加熱して過塩素酸の白煙を発生させる。
- 放冷した後、水約 40 mL を加えて塩類を溶解し、溶液をろ紙（5種B）を用いてろ過し、ろ液は、ビーカー（300 mL）に受ける。ろ紙及び残さを温水で十分に洗浄する。ろ液及び洗液は、加熱して液量が約 70 mL となるまで濃縮し、主液として保存する。

注記 洗浄が不十分な場合、d)でろ紙及び残さを加熱した際に小爆発を起こす可能性がある。残さが飛散した場合は、定量結果が低値となる。

- ろ紙及び残さをるつぼ (JA.3.2) に移し入れ、乾燥した後、低温で加熱してろ紙を灰化し、強熱する。
- 放冷した後、硫酸（1+1）(JA.2.4) で湿し、ふつ化水素酸 (JA.2.3) 3 mL～5 mL を加え、乾固するまで加熱して二酸化けい素を四ふつ化けい素として、硫酸を三酸化硫黄として揮散させる。二硫酸ナトリウム (JA.2.7) 1 g を加え、加熱して残さを融解する。

- f) 放冷した後、c)で保存した主液の適量を用いて融成物を溶解し、主液と共に 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。

JA.5.2 呈色及び抽出

呈色及び抽出は、次による。

- a) JA.5.1 で得た試料溶液を 10 mL 分取して、分液漏斗（100 mL）に移し入れる。
 b) 塩酸（JA.2.1）15 mL を加え、塩化すず（II）溶液を表 JA.2 に従って加えて振り混ぜる。

表 JA.2—塩化すず（II）溶液の添加量

試料	塩化すず（II）溶液	
	溶液の種類	添加量 mL
モリブデンを含む場合	B (JA.2.9)	5
多量のクロムを含む場合		5
モリブデン及び多量のクロム のいずれも含まない場合	A (JA.2.8)	2

- c) チオシアノ酸アンモニウム溶液（JA.2.10）3 mL を加え、TOPO-シクロヘキサン溶液（JA.2.12）を正確に 10 mL 加えて 5 分間激しく振り混ぜる。
 d) 静置して二層に分離させた後、上層の有機相を呈色液とする。下層の水相は、捨てる。

JA.5.3 吸光度の測定

JA.5.2 で得た呈色液を、乾いたろ紙（5 種 A）を用いてろ過し、最初のろ液数 mL で分光光度計の吸収セル（10 mm）内部を洗って捨てる。次のろ液の一部を吸収セルに取り、シクロヘキサン（JA.2.11）を対照液として 420 nm の波長における吸光度を測定する。

JA.6 空試験

試料の代わりに試料と同量の鉄（JA.2.6）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、JA.5.1 の b)～f)、JA.5.2 及び JA.5.3 の手順に従って、試料と同じ操作を試料と併行して行う。JA.5.1 で得た試料溶液を空試験液とする。

JA.7 検量線の作成

検量線の作成は、次による。

- a) 6 個の分液漏斗（100 mL）を準備し、チタン標準液（JA.2.14）を表 JA.3 に従って正確に加える。
 b) 過塩素酸（JA.2.2）を正確に 1 mL 加えて、塩酸（JA.2.1）及び水を表 JA.3 に従って加え、更に塩化すず（II）溶液 A（JA.2.8）2 mL を加えて振り混ぜる。
 c) JA.5.2 の c), d) 及び JA.5.3 の操作を行う。ただし、JA.5.2 の c)において激しく振り混ぜる時間を 10 分間とし、JA.5.2 の d) で得た呈色液を検量線用溶液とする。
 d) 得た吸光度と検量線用溶液中のチタン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 JA.3—チタン標準液、塩酸及び水の添加量

添加量			検量線用溶液 中のチタン量 μg
チタン標準液 (JA.2.14) mL	塩酸 (JA.2.1) mL	水 mL	
0	15	9	0
2	14	8	2
4	13	7	4
6	12	6	6
8	11	5	8
10	10	4	10

JA.8 計算

JA.5.3 及び箇条 JA.6 で得た吸光度と、箇条 JA.7 で作成した検量線とから相当するチタン検出量 (μg) を求め、試料中のチタン含有率を、次の式によって算出する。

$$Ti = \frac{m_1 - (m_2 - m_3 \times B)}{m \times 1000000 \times B} \times 100 \\ = \frac{m_1 - (m_2 - m_3 \times B)}{m \times 10000 \times B}$$

ここで、

Ti : 試料中のチタン含有率 [質量分率 (%)]

m_1 : 分取した試料溶液中のチタン検出量 (μg)

m_2 : 分取した空試験液中のチタン検出量 (μg)

m_3 : 箇条 JA.6 ではかりとった鉄 (JA.2.6) に含まれるチタンの量 (μg)

鉄中のチタン含有率 (質量分率) が、0.0005 %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 JA.4 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 10/100

JA.9 許容差

許容差は、表 JA.4 による。

表 JA.4—許容差

チタン含有率 [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 (%)]
0.005 以上 0.1 以下	$f(n) \times [0.0170 \times (Ti) + 0.0001]$	$f(n) \times [0.0164 \times (Ti) + 0.0004]$

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、(Ti) は、許容差を求めるチタン定量値の平均値 [質量分率 (%)] である。

注記 この表の許容差計算式は、チタン含有率 (質量分率) 0.009 %以上 0.1 %以下の試料を用いた共同実験の結果から得た。

附属書 JB
(参考)
JIS と対応国際規格との対比表

JIS G 1223		ISO/FDIS 10280:2025, (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	チタン含有率(質量分率)適用範囲を、 ISO 規格は、0.002%以上0.80%以下と規定している。 JIS は、日本独自の操作を追加して、0.002%以上2.5%以下に変更している。	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として、鉄及び鋼の定量における共通事項を規定した、 JIS G 1201 を引用している。	—
5	4	選択	ISO 規格は、原理を記載しているが、 JIS は、これを要旨として記載している。日本独自の操作を追記し、いずれかの方法を選択するとしている。	現状のままとする。
6	5	追加	JIS は、試料の分解及び呈色において独自の操作を追加しており、これらに用いる試薬を追加している。	現状のままとする。
—	7	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、 ISO 14284 を基に作成した 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。	—
8	8.1	変更	JIS は、試料のはかりとり量を変更して、チタン含有率(質量分率)適用範囲の高含有率側を拡大している。	ISO 規格の改訂時に、変更の提案を検討する。
—	8.1	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、これを JIS G 1201 に規定しており、規定内容は一致している。	—
9.1 b)	8.3.1	追加	JIS は、はかりとった試料中のモリブデン含有量が3mg以上の試料分解の操作を追加している。	現状のままとする。
9.2 b)	8.3.2	変更	ISO 規格は、タングステン含有率(質量分率)5%を超える場合の操作を規定しているが、 JIS は、国内での検討結果を基に、この操作の適用を、試料中のタングステン含有量10mg以上、及び試料の分解において白色沈殿が生成した場合と規定している。	現状のままとする。
9.3	8.3.3	追加	JIS は、呈色において、銅溶液を添加する操作を追加している。	現状のままとする。
9.2 表2 9.3 表3 9.4 表4	8.3.3 Table 1	変更	JIS は、表を三つに分けて記載しているが、規定内容は一致している。	—

a) JIS の箇条番号	b) 対応国際規格の対応する箇条番号	c) 篇条ごとの評価	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
11	8.4	変更	ISO 規格は、正味の吸光度と試料溶液中のチタン含有量 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) との関係線から検量線を作成するが、 JIS は、相当するチタン量 (μg) との関係線が原点を通るように平行移動して作成する。技術的には大差がない。	—
11 表 5	8.4.1 Table 2	変更	ISO 規格は、試料中のチタン含有率(質量分率)を記載しているが、 JIS は、これを削除している。規定内容は一致している。	—
12	9.1	変更	ISO 規格は、検量線を用いて相当するチタン濃度に換算して、チタン含有率(質量分率)を求める計算式を規定しているが、 JIS は、相当するチタン量から求める計算式に変更している。規定内容は一致している。	—
13	9.2	変更	ISO 規格は、国際共同実験結果を解析して得た精度を規定しているが、 JIS は、国内の共同実験結果を解析して得た許容差を求めるための式を規定している。国内の分析技術の実態を反映しており、 ISO 規格とは差がある。	現状のままとする。
—	11	削除	ISO 規格は、試験報告の記載事項を規定している。 JIS は、これを製品規格で規定しているため、不採用としている。	現状のままとする。
附属書 JA	—	追加	JIS は、日本独自の定量方法である、チオシアノ酸アンモニウム・TOPO 抽出吸光度法を追加して規定している。	現状のままとする。
—	Annex A Annex B	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、この情報を不採用としている。	—

注記 1 篇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。