

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 1220-1

規格名称 鉄及び鋼—タングステン定量方法—第1部：シンコニン沈殿分離酸化タングステン（VI）重量法

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 1220:1994は、鉄及び鋼中のタングステン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る。現行規格は、1994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、JIS G 1218規格群及びJIS G 1221規格群が制定、JIS G 1201、JIS G 1217及びJIS K 8001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。

見直しにあたり、“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、新たに分析原理別に2分割して制定するものである。この規格は、“第1部：シンコニン沈殿分離酸化タングステン（VI）重量法”として制定し、併せてJIS G 1220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 計算
- 12 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） ※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
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	4
8 試料のはかりとり	5
9 操作	5
9.1 試料溶液の調製	6
9.2 酸化タングステン（VI）の分離及びひょう量	6
9.3 不純酸化タングステン（VI）の分解及び炭酸ナトリウム不溶性不純物の定量	7
9.4 不純酸化タングステン（VI）中のクロム、モリブデン及びバナジウムの定量	8
9.5 溶解タングステン量の定量	12
10 空試験	13
11 計算	13
12 許容差	13

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、産業標準原案を添えて日本産業規格を制定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 1220:1994** 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 1220 規格群（鉄及び鋼－タングステン定量方法）は、次に示す部で構成する。

JIS G 1220-1 第 1 部：シンコニン沈殿分離酸化タングステン（VI）重量法

JIS G 1220-2 第 2 部：チオシアン酸塩吸光光度法

鉄及び鋼—タングステン定量方法—

第 1 部：シンコニン沈殿分離
酸化タングステン（VI）重量法Iron and steel—Determination of tungsten—
Part 1: Tungsten(VI) oxide gravimetric method
after cinchonine complex precipitation separation

1 適用範囲

この規格は、鉄及び鋼中のタングステンの定量方法のうち、シンコニン沈殿分離酸化タングステン（VI）重量法について規定する。

この方法は、タングステン含有率（質量分率）0.5 %以上 20 %以下の定量に適用する。

注記 JIS G 1220 規格群の定量範囲を表 1 に示す。

表 1—JIS G 1220 規格群の定量範囲

規格番号	定量範囲 [質量分率 (%)]
JIS G 1220-1	0.5 以上 20 以下
JIS G 1220-2	0.01 以上 20 以下

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 1258-0 鉄及び鋼—ICP 発光分光分析方法—第 0 部：一般事項

JIS K 8001 試薬試験方法通則

JIS K 8005 容量分析用標準物質

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てタングステンをタングステン酸とし (9.1), シンコニンを加えてタングステンを完全に沈殿させ、ろ過分離する。必要に応じて、ろ液中のタングステン量を求める (9.5)。沈殿を強熱した後、硫酸及びふっ化水素酸を加え、加熱して二酸化けい素を除去する。再び強熱して、酸化タングステン (VI) とし、その質量をはかる (9.2)。沈殿を炭酸ナトリウムで融解し、融成物を溶解した残さ (渣) の質量をはかる (9.3)。必要に応じて、融成物中の共存元素の酸化物量を求める (9.4)。酸化タングステン (VI) の質量を、9.3～9.5 で得た量で補正する。

6 試薬

試薬は、次による。

6.1 塩酸

6.2 塩酸 (2+1, 1+1)

6.3 硝酸

6.4 過塩素酸

6.5 ふっ化水素酸

6.6 ふっ化水素酸 (1+10, 1+11)

6.7 硫酸 (1+1)

6.8 リン酸

6.9 リン酸 (1+1)

6.10 混酸 A (硝酸 1, 硫酸 4, リン酸 3, 水 22)

6.11 混酸 B (硝酸 1, リン酸 3, 水 2)

6.12 アンモニア水

6.13 水酸化ナトリウム溶液 (500 g/L)

6.14 過酸化水素 (1+9)

6.15 炭酸ナトリウム

6.16 炭酸カリウム

6.17 鉄 純度の高い鉄。9.4 c) 及び 6.18 で使用する場合は、モリブデン含有率 (質量分率) が、0.002 %未

満であることが保証されているか、又は 0.02 %以下で値が特定されているもの。9.4 d)で使用する場合は、バナジウム含有率（質量分率）が、0.000 5 %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、妥当性が確認されていれば、認証値でなくてもよい。

6.18 鉄溶液（10 mg/mL） 鉄（6.17）1.000 g を過塩素酸 10 mL で加熱して分解し、更に加熱して過塩素酸の白煙を発生させる。放冷した後、水約 50 mL を加えて塩類を溶解する。常温まで冷却した後、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。

6.19 銅溶液（10 mg/mL） 銅〔含有率（質量分率）99.95 %以上〕1.000 g を硝酸約 15 mL で分解し、過塩素酸 20 mL を加えて加熱して過塩素酸の白煙を発生させる。放冷した後、水約 50 mL で塩類を溶解し、水で液量を 100 mL とする。

6.20 チオシアン酸ナトリウム溶液（100 g/L）

6.21 過マンガン酸カリウム溶液（3 g/L, 5 g/L）

6.22 亜硝酸ナトリウム溶液（100 g/L） この溶液は、使用の都度、調製する。

6.23 尿素溶液（200 g/L）

6.24 塩化すず（II）溶液 塩化すず（II）二水和物 50 g を塩酸（1+1）200 mL に加熱して溶解し、室温まで冷却した後、水で液量を 500 mL とする。この溶液は、約 2 g の粒状金属すずを加えて、ガラス製の褐色瓶中に保存する。

6.25 硫酸マグネシウム・塩化アンモニウム溶液 硫酸マグネシウム七水和物 20 g 及び塩化アンモニウム 20 g をはかりとってビーカー（300 mL）に移し入れ、アンモニア水 2 mL 及び水を加えて溶解し、水で液量を 250 mL とする。かき混ぜながら穏やかに加熱して溶解し、室温まで冷却する。この溶液は、使用の都度、調製する。

6.26 硫酸マグネシウム洗浄液 硫酸マグネシウム七水和物 20 g 及び塩化アンモニウム 20 g をはかりとってビーカー（1 000 mL）に移し入れ、水約 300 mL 及びアンモニア水 4 mL を加え、穏やかに加熱して溶解する。更に、炭酸カリウム 10 g を加え、かき混ぜながら穏やかに加熱して溶解し、室温まで冷却した後、水で液量を 1 000 mL とする。

6.27 L(+)-酒石酸溶液（500 g/L）

6.28 シンコニン溶液 シンコニン（ $C_{19}H_{22}N_2O$ ）12.5 g を塩酸（1+1）100 mL に溶解する。シンコニン塩酸塩（ $C_{19}H_{22}N_2O \cdot HCl$ ）14 g を塩酸（1+1）100 mL に溶解してもよい。

6.29 シンコニン洗浄液 シンコニン溶液（6.28）30 mL を水で 1 000 mL にうすめる。

6.30 ローダミン B 溶液 ローダミン B 2 g を温水 200 mL に溶解する。この溶液は、使用の都度、調製する。

6.31 ローダミン B 洗浄液 ローダミン B 溶液（6.30）10 mL を水で 1 000 mL にうすめ、塩酸 3 mL を加える。この溶液は、使用の都度、調製する。

6.32 1,5-ジフェニルカルボノヒドラジド溶液 1,5-ジフェニルカルボノヒドラジド 0.2 g をエタノール（95）約 80 mL によくかき混ぜながら溶解し、エタノール（95）で液量を 100 mL とする。この溶液は、使用の都度、調製し、ガラス製の褐色瓶に入れる。

6.33 BPHA 溶液 *N*-ベンゾイル-*N*-フェニルヒドロキシルアミン 0.2 g をクロロホルム 300 mL に溶解し、ガラス製の着色瓶に保存する。なお、クロロホルムの代わりにキシレンを用いてもよい。

6.34 クロロホルム 6.33 でキシレンを用いた場合は、キシレンとする。

6.35 イットリウム溶液 (Y : 1 mg/mL) 酸化イットリウム (III) (Y_2O_3 , 質量分率 99.9 %以上) 1.270 g をはかりとってビーカー (200 mL) に移し入れ、時計皿で覆って、塩酸 (1+1) 50 mL を加え、穏やかに加熱して分解する。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 1 000 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、イットリウム溶液とする。

注記 イットリウムは、9.4 e) の定量において内標準元素として用いている。内標準元素については、JIS G 1258-0 の 6.2 (内標準元素) 参照。

6.36 クロム標準液 (Cr : 0.5 mg/mL) ニクロム酸カリウム [JIS K 8005 附属書 G [ニクロム酸カリウム (容量分析用標準物質)]] を認証書に記載された方法によって乾燥する。このニクロム酸カリウム 1.414 5 g をはかりとって、水約 100 mL に溶解する。溶液を 1 000 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、クロム標準液とする。

6.37 モリブデン標準液 (Mo : 0.5 mg/mL) モリブデン (VI) 酸アンモニウム四水和物 0.920 g をはかりとって温水中に溶解した後、常温まで冷却する。溶液を 1 000 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モリブデン標準液とする。

6.38 バナジウム標準液 (V : 0.1 mg/mL) バナジン (V) 酸アンモニウム 0.229 6 g をはかりとって温水約 200 mL に溶解し、常温まで冷却した後、溶液を 1 000 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、バナジウム標準液とする。

6.39 タングステン標準液 (W : 1 mg/mL) タングステン (VI) 酸ナトリウム二水和物 1.794 2 g をはかりとって水約 100 mL に溶解し、溶液を 1 000 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、タンゲステン標準液とする。

6.40 メチルオレンジ溶液 JIS K 8001 の表 JA.6 [指示薬 (中和滴定用) の調製] による。

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 460 nm, 530 nm 及び 540 nm の波長における吸光度の測定に適したもの。

注記 分光光度計は、9.4 の b)~d) の定量に用いている。460 nm の波長はモリブデンの定量 [9.4 c)] に、530 nm の波長はバナジウムの定量 [9.4 d)] に、540 nm の波長はクロムの定量 [9.4 b)] にそれぞれ用いている。

7.2 ICP 発光分光分析装置 表 2 の短時間安定性を満足するように、分析線、励起条件、測光条件などを選定する。短時間安定性の調査は、定量成分ごとに行い、性能基準を満足しない範囲については、その成分を定量しない。

注記 ICP 発光分光分析装置は、9.4 e) 及び 9.5 で用いている。

なお、短時間安定性の調査は、次による。

a) 9.4 e) の 2) で調製した溶液のうち表 2 の 3 水準に該当する溶液について、9.4 e) の 1) の操作を連続 10 回

行って評価成分の発光強度比を 10 個求める。

- b) 9.4 e)の 2)で作成した検量線を用いて 10 個の個々の発光強度比をそれぞれ評価成分量に換算し、更に試料 1.0 g 中の評価成分含有率に換算する。10 個の評価成分含有率の標準偏差が、この表の評価基準値以下でなければならない。

表 2—短時間安定性

評価成分量 [質量分率 (%)]	0.01	0.1	1.0
評価基準値 [質量分率 (%)]	0.007 6	0.003 6	0.001 6
注記 評価成分量は、表 9 の各定量成分量である。			

短時間安定性の調査は、期間を定めて定期的に行う。分析条件の変更、オーバーホールなどによって装置の状態が変わる可能性がある場合は、必ず調査する。

内標準元素、共存成分のスペクトル重なり係数などの ICP 発光分光分析方法に関する一般事項は、JIS G 1258-0 の箇条 6（規格群の共通規定）による。

分析線及び内標準線の例を表 3 に示す。

表 3—分析線の例

測定成分	分析線
クロム	267.71
モリブデン	202.03
バナジウム	311.07
タングステン	207.91, 220.45
イットリウム ^{a)}	371.03
注 ^{a)} 内標準元素	

単位 nm

7.3 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 4 による。

表 4—試料のはかりとり量

タングステン 定量範囲 [質量分率 (%)]	試料のはかりとり量 g
0.5 以上 1 未満	5.0
1 以上 10 未満	2.0
10 以上 20 以下	1.0

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 試料溶液の調製

試料溶液の調製は、次のいずれかによる。

a) 塩酸及び硝酸で分解容易な試料の場合

- 1) 試料をはかりとってビーカー（300 mL）に移し入れる。
- 2) 時計皿で覆って、表 5 に従って塩酸（1+1）（6.2）を加え、加熱して分解する。硝酸（6.3）5 mL～10 mL を加え、引き続き加熱して沸騰させタングステンをタングステン酸とする。時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、液量が約 15 mL になるまで加熱して濃縮する。
- 3) 再び時計皿で覆って、更に加熱して窒素酸化物などを発生させ、液量が約 10 mL になるまで濃縮する。なお、タングステン含有率（質量分率）が 5 %以上の試料の場合は、ふっ化水素酸（1+10）（6.6）2 mL を加え¹⁾、引き続き加熱して液量が約 5 mL になるまで濃縮する。

注¹⁾ ふっ化水素酸は、タングステン酸のビーカー内壁への付着を防ぐために加えているが、多量に加えると、タングステン酸が溶解する場合がある。

- 4) 放冷した後、時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、塩酸（1+1）10 mL 及び温水を加えて液量を約 100 mL として試料溶液とする。

表 5—塩酸（1+1）及び過塩素酸の添加量

タングステン定量範囲 [質量分率（%）]	添加量	
	塩酸（1+1）（6.2） mL	過塩素酸（6.4） mL
0.5 以上 1 未満	80	50
1 以上 10 未満	60	29
10 以上 20 以下	50	22

b) 塩酸及び硝酸で分解困難な試料の場合

- 1) 試料をはかりとってビーカー（300 mL）に移し入れる。
- 2) 時計皿で覆って、塩酸（6.1）30 mL 及び硝酸 30 mL を加え、加熱して分解する。表 5 に従って過塩素酸（6.4）を加え、更にふっ化水素酸（6.5）1 mL～2 mL を加えて引き続き加熱し¹⁾、過塩素酸の白煙を 5 分間発生させてクロムを酸化する。
- 3) 放冷した後、時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、温水を加えて液量を約 200 mL として試料溶液とする。

9.2 酸化タングステン（VI）の分離及びひょう量

酸化タングステン（VI）の分離及びひょう量は、次のいずれかによる。

a) ニオブ及びタンタルを含まない試料の場合

- 1) 9.1 で得た試料溶液に、シンコニン溶液（6.28）5 mL を加えて加熱し、ときどき振り混ぜながら、30 分～60 分間約 90 °C に保持する。
- 2) 室温まで冷却した後、タングステン定量範囲（質量分率）が 1 %未満の場合は、室温で更に一昼夜放置する。沈殿を少量のろ紙パルプを加えたる紙（6 種）を用いてろ過分離し、温シンコニン洗浄液（6.29）で洗液に鉄イオンが認められなくなる²⁾まで洗浄する。ろ液及び洗液は、ビーカー（300 mL）に受け、9.5 の操作を行う場合³⁾は保存し、行わない場合は捨てる。

注²⁾ 洗液を少量取り、チオシアン酸アンモニウム飽和溶液を加えたとき、とう（橙）赤色を示さなくなる。

注³⁾ ろ液及び洗液中のタングステン量が定量結果に影響しないことを確認している場合は、9.5 の操作を省略している。

- 3) ろ紙及び沈殿を質量既知（この質量を m_0 とする。）のろつぼ（7.3）に移し入れる。ビーカーの内壁に沈殿が付着している場合は、ポリスマンでビーカーの内壁をこすり、できるだけ少量のアンモニア水（6.12）を用いて付着物をろ紙上に移す。この操作は、2 回行う。さらに、アンモニア水で湿したろ紙（6 種）の小片でぬぐい取って、沈殿を移し入れたろつぼに合わせる。ろつぼを穏やかに加熱して乾燥し、引き続き加熱してろ紙などを炭化した後、750 °C～800 °Cで強熱して灰化する。放冷した後、硫酸（1+1）（6.7）2、3 滴及びふっ化水素酸 3 mL～5 mL を加え、穏やかに加熱して蒸発乾固させる。

注記 突沸などによってタングステンが散逸するおそれがある場合、蓋をかぶせて乾固させている。

- 4) ろつぼを 750 °C～800 °Cで強熱し、デシケーター中で常温まで放冷した後、沈殿を含むろつぼの質量をはかる。恒量となるまでこの操作を繰り返す。この質量から m_0 を差し引いて得た質量を m_1 として、この沈殿を不純酸化タングステン（VI）とする。

b) ニオブ及びタンタルを含む試料の場合

- 1) a)の 1)～3)の操作を行う。なお、a)の 3)において、ろつぼの質量は、未知でよい。
- 2) ろつぼを 750 °C～800 °Cで強熱し、放冷する。炭酸カリウム（6.16）4 g を加え、加熱して融解する。放冷した後、温水約 20 mL を加え、穏やかに加熱して融成物を溶解する。
- 3) 溶液をビーカー（500 mL）に水を用いて移し入れ、水を加えて液量約 200 mL とし、硫酸マグネシウム・塩化アンモニウム溶液（6.25）25 mL を加えてよく振り混ぜ、1 時間～4 時間放置する。沈殿をろ紙（6 種）を用いてろ過分離して、硫酸マグネシウム洗浄液（6.26）で 5、6 回洗浄し、ろ液及び洗液をビーカー（500 mL）に受ける。ろ紙及び残さは、捨てる。
- 4) メチルオレンジ溶液（6.40）を 1、2 滴加え、溶液の色が黄色から赤に変わるまで塩酸を滴加した後、溶液 100 mL につき塩酸 1 mL を加える。加熱して沸騰させ、かき混ぜながらローダミン B 溶液（6.30）20 mL を加え、1、2 分間沸騰させて沈殿を凝集させた後、しばらく静置する。
- 5) 沈殿を沈降させた後、少量のろ紙パルプを加えたろ紙（6 種）を用いてろ過分離して、ローダミン B 洗浄液（6.31）で 5、6 回洗浄する。ろ液及び洗液は、捨てる。
- 6) ろ紙及び沈殿を質量既知（この質量を m_0 とする。）のろつぼに移し入れる。ビーカーの内壁に沈殿が付着している場合は、アンモニア水で湿したろ紙（6 種）の小片でぬぐい取って、沈殿を移し入れたろつぼに合わせる。ろつぼを穏やかに加熱して乾燥し、引き続き加熱してろ紙などを炭化及び灰化する。
- 7) ろつぼを 750 °C～800 °Cで強熱し、デシケーター中で常温まで放冷した後、沈殿を含むろつぼの質量をはかる。恒量となるまでこの操作を繰り返す。この質量から m_0 を差し引いて得た質量を m_1 として、この沈殿を不純酸化タングステン（VI）とする。

9.3 不純酸化タングステン（VI）の分解及び炭酸ナトリウム不溶性不純物の定量

不純酸化タングステン（VI）の分解及び炭酸ナトリウム不溶性不純物の定量は、次による。

- a) 不純酸化タングステン（VI）の質量（ m_1 ）の約 10 倍量の炭酸ナトリウム（6.15）を 9.2 の a) 4)又は b) 7)で恒量としたろつぼに加え、加熱して融解する。なお、9.4 e)を適用する場合 4)の炭酸ナトリウムの添加量は、3 g とする。ろつぼを放冷した後、ビーカー（200 mL）に入れ、温水 100 mL を加え、穏やかに加熱して融成物を溶解する。ろつぼは、温水で洗って取り出す。
- b) 溶液をろ紙（5 種 A）を用いてろ過分離し、ろ紙を温水 300 mL で洗浄する。ろ液及び洗液は、ビーカー

一 (500 mL) に受け、9.4 の操作を行う場合⁴⁾は保存し、行わない場合は捨てる。ろ紙及び残さは、元のろつばに移し、穏やかに加熱して乾燥し、引き続き加熱してろ紙を炭化及び灰化する。

注⁴⁾ 9.4 の操作は、試料にクロム、モリブデン又はバナジウムが含まれる場合に行っている。

c) 9.2 の b) 7) の操作を行う。なお、この操作で得た質量を m_2 とする。

9.4 不純酸化タングステン (VI) 中のクロム、モリブデン及びバナジウムの定量

試料にクロム、モリブデン又はバナジウムが含まれる場合は、不純酸化タングステン (VI) 中のクロム、モリブデン又はバナジウムを、次の a)～d) によって定量する。なお、b)～d) の代わりに e) によって定量してもよい。

a) **定量用溶液の調製** 9.3 b) で保存した溶液を加熱して蒸発させ、液量が約 70 mL になるまで濃縮する。常温まで冷却した後、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定量用溶液とする。

b) クロムの定量

1) クロムの吸光度測定

1.1) a) で得た定量用溶液を 20 mL 分取して 100 mL の全量フラスコに移し入れる。りん酸 (6.8) で中和し、更に 2 mL 過剰に加え、水で液量を約 60 mL とした後、硫酸 (1+1) 1 mL を加える。

注記 定量用溶液に含まれるクロム量によって、分取量 20 mL を増減する場合がある。

1.2) 1,5-ジフェニルカルボノヒドラジド溶液 (6.32) を正確に 3 mL 加えて振り混ぜ、約 1 分間静置した後、ふっ化水素酸 (1+11) (6.6) 5 mL を加え、水で標線までうすめる。

1.3) 1.2) で得た溶液の一部を、呈色後 5 分間以内に分光光度計 (7.1) の吸収セル (10 mm) に取り、水を対照液として 540 nm の波長における吸光度を測定する。

2) クロム検量線の作成

2.1) 6 個の三角フラスコ (300 mL) を準備し、それぞれに混酸 A (6.10) 20 mL 及びクロム標準液 (6.36) を表 6 に従って正確に加え、水を加えて液量を約 60 mL とする。

表 6—クロム標準液添加量

クロム標準液 (6.36) 添加量 mL	2.4) で得る溶液中のクロム量 mg
0	0
1	0.1
2	0.2
3	0.3
4	0.4
5	0.5

2.2) 加熱して穏やかに沸騰させ、過マンガン酸カリウム溶液 (5 g/L) (6.21) 2 mL を加える。溶液の赤紫が速やかに消える場合は、消えなくなるまで過マンガン酸カリウム溶液 (5 g/L) を 1 mL ずつ追加した後、約 3 分間沸騰させ、クロムを二クロム酸に酸化する。

2.3) 水約 50 mL を加えて常温まで冷却する。尿素溶液 (6.23) 10 mL を加えて振り混ぜ、亜硝酸ナトリウム溶液 (6.22) を、過マンガン酸の赤紫が消えるまで、振り混ぜながら 1 滴ずつ加える。赤紫が消えたら、尿素と亜硝酸との反応による気泡の発生がなくなるまでよく振り混ぜた後、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る。

2.4) 2.3) で得た溶液 50 mL を分取して 100 mL の全量フラスコに移し入れる。以降、1.2) 及び 1.3) の操作

を行う。得た吸光度とクロム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。

3) 酸化クロム (III) 量の計算

- 3.1) 1)で得た吸光度と 2)で作成した検量線とからクロム量 (mg) を求める。
 3.2) クロム量から酸化クロム (III) 量を式(1)によって算出する。

$$Cr_2O_3 = 1.4616 \times Cr \quad \dots\dots\dots(1)$$

ここで、 Cr_2O_3 : 酸化クロム (III) 量 (mg)
 Cr : 3.1)で得たクロム量 (mg)

c) モリブデンの定量

1) モリブデンの吸光度測定

- 1.1) a)で得た定量用溶液を 20 mL 分取してビーカー (100 mL) に移し入れる。塩酸を滴加して僅かに酸性とし、鉄溶液 (6.18) 5 mL 及び過塩素酸 2 mL をそれぞれ正確に加える。時計皿で覆って、加熱して僅かに過塩素酸の白煙が発生するまで濃縮した後、放冷する。

注記 定量用溶液に含まれるモリブデン量によって、分取量 20 mL を増減する場合がある。

- 1.2) L(+)-酒石酸溶液 (6.27) 5 mL を加え、水酸化ナトリウム溶液 (6.13) を加えて、僅かにアルカリ性として酸化タングステン (VI) などを溶解する。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く。過塩素酸を滴加して中和した後、更に 8 mL 追加し、常温まで冷却した後、溶液を 50 mL の全量フラスコに水を用いて移し入れる。
 1.3) チオシアン酸ナトリウム溶液 (6.20) 10 mL を加える。溶液を振り混ぜながら塩化すず(II)溶液 (6.24) を正確に 5 mL 加え、水で標線までうすめ、常温で約 20 分間放置する。
 1.4) 1.3)で得た溶液の一部を、分光光度計の吸収セル (10 mm) に取り、水を対照液として 460 nm の波長における吸光度を測定する。

2) モリブデン検量線の作成

- 2.1) 6 個のビーカー (200 mL) を準備し、それぞれに鉄 (6.17) 0.500 g をはかりとって移し入れ、モリブデン標準液 (6.37) を表 7 に従って正確に加える。

表 7—モリブデン標準液添加量

モリブデン標準液 (6.37) 添加量 mL	2.3)で得る溶液中のモリブデン量 mg
0	0
1	0.05
2	0.1
3	0.15
4	0.2
5	0.25

- 2.2) 時計皿で覆って、過塩素酸 20 mL を加え、穏やかに加熱して鉄を分解する。引き続き加熱して濃縮し、過塩素酸の濃厚な白煙を発生させ、ビーカーの内部が透明になってから 1, 2 分間加熱した後、放冷する。温水 30 mL を加えて塩類を溶解する。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。
 2.3) これらの溶液を 10 mL ずつ分取して 50 mL の全量フラスコに移し入れ、過塩素酸 8 mL を加え、以

降, 1.3)及び 1.4)の操作を行う。得た吸光度とモリブデ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。

3) 酸化モリブデン (VI) 量の計算

3.1) 1)で得た吸光度と 2)で作成した検量線とからモリブデン量 (mg) を求める。

3.2) モリブデン量から酸化モリブデン (VI) 量を式(2)によって算出する。

$$MoO_3 = 1.500 \times Mo \quad \dots\dots\dots(2)$$

ここで, MoO_3 : 酸化モリブデン (VI) 量 (mg)
 Mo : 3.1)で得たモリブデン量 (mg)

d) バナジウムの定量

1) バナジウムの吸光度測定

1.1) a)で得た定量用溶液を 20 mL 分取してビーカー (200 mL) に移し入れる。りん酸 5 mL 及び過塩素酸 20 mL を加える。時計皿で覆って, 加熱して過塩素酸の白煙を発生させ, ビーカーの内部が透明になってから, 更に 2, 3 分間加熱を続ける。

注記 定量用溶液に含まれるバナジウム量によって, 分取量 20 mL を増減する場合がある。

1.2) 放冷した後, 温水約 30 mL を加えて塩類を溶解し, 振り混ぜながら過酸化水素 (1+9) (6.14) を滴加して二クロム酸を還元し, 加熱して 1, 2 分間沸騰させて, 過剰の過酸化水素を分解する。時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き, 溶液をろ紙 (5 種 A) を用いてろ過し, ろ紙及び残さを温水で数回洗浄する。ろ液及び洗液は, ビーカー (300 mL) に受け, 常温まで冷却した後, 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。ろ紙及び残さは, 捨てる。

1.3) 分液漏斗 (200 mL) に, りん酸 (1+1) (6.9) 7 mL 及び銅溶液 (6.19) 1 mL を入れ, 1.2)で得た溶液 10 mL を分取する。溶液を振り混ぜながら過マンガン酸カリウム溶液 (3 g/L) (6.21) を滴加して, 溶液が僅かに赤紫を呈してから, 更に 0.05 mL 加え, 5 分間放置する。

1.4) BPHA 溶液 (6.33) を正確に 15 mL 加え, 溶液を振り混ぜながら塩酸 (2+1) (6.2) 10 mL を加える。直ちに 30 秒間激しく振り混ぜ, 静置して 2 層に分離する。

1.5) 下層の有機相を, 乾いたろ紙 (5 種 A) でろ過し, 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。なお, ろ液が白濁する場合は, ろ紙を 2 枚重ねてろ過する。次のろ液の一部を吸収セルに取り, クロロホルム (6.34) を対照液として 530 nm の波長における吸光度を 30 分間以内に測定する。なお, 6.33 でキシレンを用いた場合は, キシレンを対照液とする。

2) バナジウム検量線の作成

2.1) 6 個のビーカー (200 mL) を準備し, それぞれに鉄 (6.17) 1.000 g をはかりとって移し入れ, バナジウム標準液 (6.38) を表 8 に従って正確に加える。

表 8—バナジウム標準液添加量

バナジウム標準液 (6.38) 添加量 mL	2.3)で得る溶液中のバナジウム量 mg
0	0
2	0.02
4	0.04
6	0.06
8	0.08
10	0.1

- 2.2) 時計皿で覆って、過塩素酸 20 mL を加え、加熱して分解する。引き続き加熱して過塩素酸の白煙を発生させ、ビーカーの内部が透明になってから 2, 3 分間加熱を続ける。
- 2.3) 放冷した後、温水約 30 mL を加え、よく振り混ぜて塩類を溶解する。時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、常温まで冷却した後、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。
- 2.4) 6 個の分液漏斗 (200 mL) を準備し、それぞれにりん酸 (1+1) 7 mL 及び銅溶液 1 mL を入れ、2.3) で得た溶液 10 mL を分取する。溶液を振り混ぜながら過マンガン酸カリウム溶液 (3 g/L) を滴加して、溶液が僅かに赤紫を呈してから、更に 0.05 mL 加え、5 分間放置する。以降、1.4) 及び 1.5) の操作を行う。得た吸光度と呈色液中のバナジウム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。

3) 酸化バナジウム (V) 量の計算

- 3.1) 1) で得た吸光度と 2) で作成した検量線とからバナジウム量 (mg) を求める。
- 3.2) バナジウム量から酸化バナジウム (V) 量を式 (3) によって算出する。

$$V_2O_5 = 1.7852 \times V \quad \dots\dots\dots(3)$$

ここで、 V_2O_5 : 酸化バナジウム (V) 量 (mg)
 V : 3.1) で得たバナジウム量 (mg)

e) ICP 発光分光分析方法によるクロム、モリブデン及びバナジウムの定量

1) 発光強度の測定

- 1.1) a) で得た定量用溶液を 20 mL 分取してビーカー (200 mL) に移し入れる。時計皿で覆って、塩酸 (1+1) 5 mL 及び硝酸 3 mL を加える。穏やかに加熱して二酸化炭素を追い出し、常温まで冷却する。100 mL の全量フラスコに水を用いて移し入れ、イットリウム溶液 (6.35) 10 mL を加え、水で標線までうすめる。

注記 定量用溶液に含まれる各定量成分量によって、分取量 20 mL を増減する場合がある。

- 1.2) 1.1) で得た溶液の一部を噴霧して ICP 発光分光分析装置 (7.2) のアルゴンプラズマ中に導入して、各定量成分及びイットリウムの発光強度を測定し、イットリウムの発光強度に対する各定量成分の発光強度比を求める。

2) 検量線の作成

- 2.1) 6 個のビーカー (200 mL) を準備し、それぞれに炭酸ナトリウム 0.6 g をはかりとって移し入れ、各定量成分の標準液を表 9 に従って正確に加える。
- 2.2) 時計皿で覆って、塩酸 (1+1) 5 mL 及び硝酸 3 mL を加え、水を加えて液量を約 30 mL とする。穏やかに加熱して炭酸ナトリウムを溶解した後、沸騰直前まで加熱して、常温まで冷却する。100 mL の全量フラスコに水を用いて移し入れ、イットリウム溶液 10 mL を加え、水で標線までうすめる。
- 2.3) 2.2) で得た溶液の一部を噴霧して ICP 発光分光分析装置のアルゴンプラズマ中に導入し、各定量成分及びイットリウムの発光強度を測定し、イットリウムの発光強度に対する各定量成分の発光強度比を求める。得た発光強度比と各定量成分量との関係線を作成し、その関係線を検量線とする。

3) 各定量成分の酸化物量の計算

- 3.1) 1) で得た発光強度比と 2) で作成した検量線とから各定量成分量 (mg) を求める。
- 3.2) 各定量成分量からそれらの酸化物量を式 (1) ~ 式 (3) によって算出する。

表 9—各定量成分標準液添加量

定量成分								
クロム			モリブデン			バナジウム		
使用する標準液	標準液添加量 mL	定量成分量 mg	使用する標準液	標準液添加量 mL	定量成分量 mg	使用する標準液	標準液添加量 mL	定量成分量 mg
クロム標準液 (6.36)	0	0	モリブデン標準液 (6.37)	0	0	バナジウム標準液 (6.38)	0	0
	0.2	0.1		0.2	0.1		0.5	0.05
	0.5	0.25		1	0.5		1	0.1
	1	0.5		2	1		2	0.2
	2	1		5	2.5		5	0.5
	5	2.5		10	5		10	1

注記 定量成分量は、2.2)で得る溶液中の各定量成分の量である。

9.5 溶解タングステン量の定量

9.2 で酸化タングステン (VI) を分離して得たる液及び洗液中の溶解タングステン量の定量は、次による。なお、溶解タングステン量が定量結果に影響しないことを確認している場合は、9.5 の操作を省略してもよい。

1) 発光強度の測定

1.1) 9.2 a) の 2) 又は 9.2 b) の 1) で保存した溶液に、混酸 B (6.11) 30 mL を加えて加熱し、液量が約 60 mL となるまで濃縮する。放冷した後、100 mL の全量フラスコに水を用いて移し入れる。イットリウム溶液 10 mL を加え、水で標線までうすめる。

1.2) 1.1) で得た溶液の一部を噴霧して ICP 発光分光分析装置のアルゴンプラズマ中に導入して、タングステン及びイットリウムの発光強度を測定し、イットリウムの発光強度に対するタングステンの発光強度比を求める。

2) 検量線の作成

2.1) 6 個のビーカー (200 mL) を準備し、それぞれに鉄 0.500 g をはかりとって移し入れ、タングステン標準液 (6.39) を表 10 に従って正確に加える。

表 10—タングステン標準液添加量

タングステン標準液 (6.39) 添加量 mL	2.3) で得る溶液中のタングステン量 g
0	0
0.2	0.000 2
0.5	0.000 5
1	0.001
2	0.002
5	0.005

2.2) 時計皿で覆って、塩酸 (1+1) 10 mL を加え、加熱して分解する。放冷した後、混酸 B 15 mL を加えて加熱する。常温まで冷却し、100 mL の全量フラスコに水を用いて移し入れる。イットリウム溶液 10 mL を加え、水で標線までうすめる。

2.3) 2.2) で得た溶液の一部を噴霧して ICP 発光分光分析装置のアルゴンプラズマ中に導入し、タングステン及びイットリウムの発光強度を測定し、イットリウムの発光強度に対するタングステンの発光強度比を求める。得た発光強度比とタングステン量との関係線を作成し、その関係線を検量線とす

る。

3) 溶解タングステン量の計算

3.1) 1)で得た発光強度比と 2)で作成した検量線とから溶解タングステン量 (g) を求める。

3.2) 得た溶解タングステン量を m_5 とする。

10 空試験

試料を用いなくて、9.1～9.3 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 計算

計算は、次による。

a) 不純酸化タングステン (VI) 中の不純物量

不純酸化タングステン (VI) 中の不純物量は、式(4)によって算出する。

$$m_3 = \left(\frac{m_{Cr}}{1\ 000} \times \frac{100}{B_{Cr}} \right) + \left(\frac{m_{Mo}}{1\ 000} \times \frac{100}{B_{Mo}} \right) + \left(\frac{m_V}{1\ 000} \times \frac{100}{B_V} \right) \dots\dots\dots(4)$$

ここで、
 m_3 : 不純酸化タングステン (VI) 中の不純物量 (g)
 m_{Cr} : 9.4 の b) 又は e) で得た酸化クロム (III) の量 (mg)
 B_{Cr} : 9.4 の b) 1) 又は e) 1) で分取した定量用溶液の量 (mL)
 m_{Mo} : 9.4 の c) 又は e) で得た酸化モリブデン (VI) の量 (mg)
 B_{Mo} : 9.4 の c) 1) 又は e) 1) で分取した定量用溶液の量 (mL)
 m_V : 9.4 の d) 又は e) で得た酸化バナジウム (V) の量 (mg)
 B_V : 9.4 の d) 1) 又は e) 1) で分取した定量用溶液の量 (mL)

b) 試料中のタングステン含有率

試料中のタングステン含有率 (質量分率) は、式(5)によって算出する。

$$W = \frac{[m_1 - (m_2 + m_3 + m_4)] \times 0.793\ 0 + m_5}{m} \times 100 \dots\dots\dots(5)$$

ここで、
 W : 試料中のタングステン含有率 [質量分率 (%)]
 m_1 : 9.2 の a) 又は b) で得た不純酸化タングステン (VI) 量 (g)
 m_2 : 9.3 で得た炭酸ナトリウム不溶性不純物量 (g)
 m_3 : a) で得た不純酸化タングステン (VI) 中の不純物量 (g)
 m_4 : 箇条 10 で得た質量 (g)
 m_5 : 9.5 で得たタングステン量 (g)
 m : 箇条 8 ではかりとった試料の量 (g)

12 許容差

許容差は、表 10 による。

表 10—許容差

タングステン含有率 [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 (%)]
0.5 以上 20 以下	$f(n) \times [0.0018 \times (W) + 0.0173]$	$f(n) \times [0.0027 \times (W) + 0.0431]$
<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、(W) は、許容差を求めるタングステン定量値の平均値 [質量分率 (%)] である。</p> <p>注記 この表の許容差計算式は、タングステン含有率 (質量分率) 1.1 %以上 17.1 %以下の日本鉄鋼標準試料の、シンコニン沈殿分離酸化タングステン (VI) 重量法による定量結果から得た。なお、いずれの定量にも 6.33 でキシレンを用いず、かつ、9.4 の e) 及び 9.5 を適用していない。</p>		