

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 G1222-1

規格名称 鉄及び鋼-コバルト定量方法-第1部：1-ニトロソ-2-ナフトール沈殿分離四酸化三コバルト重量法

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 1222:1999は、鉄及び鋼中のコバルト定量方法を規定したもので、4種類の定量方法を規定している。現行規格は、1999年に改正されて以降、約25年間経過した。この間、対応国際規格であるISO 11653は改訂されていない。しかしながら、関係するJIS Z 8402規格群及びJIS G 1257規格群が制定、JIS G 1201が改正され、許容差の計算方法、原子吸光分析方法、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：1-ニトロソ-2-ナフトール沈殿分離四酸化三コバルト重量法”として制定し、併せてG 1222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 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 器具	2
8 試料のはかりとり	2
9 操作	3
9.1 試料溶液の調製	3
9.2 鉄、クロムなどの分離	3
9.3 沈殿の生成	4
9.4 ひょう量	4
9.5 不純四酸化三コバルト中のモリブデン及び銅の定量	4
10 空試験	5
11 計算	5
12 許容差	5

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、産業標準の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 1222:1999** 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 1222 規格群（鉄及び鋼－コバルト定量方法）は、次に示す部で構成する。

JIS G 1222-1 第 1 部：1-ニトロソ-2-ナフトール沈殿分離四酸化三コバルト重量法

JIS G 1222-2 第 2 部：吸光光度法

JIS G 1222-3 第 3 部：イオン交換分離電位差滴定法

鉄及び鋼—コバルト定量方法—

第 1 部：1-ニトロソ-2-ナフトール沈殿分離 四酸化三コバルト重量法

Iron and steel—Determination of cobalt—
Part 1: Tricobalt tetroxide gravimetric method
after precipitation separation of 1-Nitroso-2-naphthol complex

1 適用範囲

この規格は、鉄及び鋼中のコバルト定量方法のうち、1-ニトロソ-2-ナフトール沈殿分離四酸化三コバルト重量法について規定する。

この方法は、コバルト含有率（質量分率）0.5 %以上 20 %以下の定量に適用する。

注記 JIS G 1222 規格群の定量範囲を表 1 に示す。

表 1—JIS G 1222 規格群の定量範囲

規格番号	定量範囲 [質量分率 (%)]
JIS G 1222-1	0.5 以上 20 以下
JIS G 1222-2	0.001 以上 20 以下
JIS G 1222-3	5.0 以上 17.0 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 1257-5 鉄及び鋼—原子吸光分析方法—第 5 部：モリブデン定量方法—酸分解フレーム法

JIS G 1257-6 鉄及び鋼—原子吸光分析方法—第 6 部：銅定量方法—酸分解フレーム法

JIS R 1301 化学分析用磁器るつぼ

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

試料を塩酸で分解し、硝酸で鉄などを酸化した後、酸化亜鉛で鉄、クロムなどを沈殿させてろ過分離し、ろ液に塩酸及び 1-ニトロソ-2-ナフトールを加える。生成したコバルトとの錯体の沈殿をろ過分離した後、沈殿を強熱して四酸化三コバルトとし、その質量をはかる。この四酸化三コバルトを塩酸で溶解し、モリブデン及び銅の量を求めて酸化物としての質量に換算し、四酸化三コバルトの質量から差し引く。

6 試薬

試薬は、次による。

6.1 塩酸

6.2 塩酸 (1+1, 2+100)

6.3 硝酸

6.4 混合融剤 (炭酸ナトリウム 1, 炭酸カリウム 1)

6.5 アルミニウム溶液 (Al : 12 mg/mL) 塩化アルミニウム (III) 六水和物 110 g を水に溶解して、水で液量を 1 L とする。

6.6 酸化亜鉛乳状液 酸化亜鉛 50 g に水 300 mL を加えて十分にかき混ぜ、乳状とする。

6.7 1-ニトロソ-2-ナフトール溶液 1-ニトロソ-2-ナフトール ($\text{NOC}_{10}\text{H}_6\text{OH}$) 1.0 g を酢酸 15 mL に溶解し、ろ紙 (5 種 A) を用いてろ過する。この溶液は、使用の都度、調製する。

7 器具

器具は、次による。

7.1 磁器るつぼ JIS R 1301 の PC1B 形で、呼び容量 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 2 による。

表 2—試料のはかりとり量

コバルト定量範囲 [質量分率 (%)]	はかりとり量 g
0.5 以上 5 未満	1.0
5 以上 10 未満	0.50
10 以上 20 以下	0.25

9 操作

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) 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、塩酸（1+1）（6.2）30 mL を加え、加熱して分解する。硝酸（6.3）2 mL を加えて鉄などを酸化し、引き続き加熱する。なお、タングステンを含む試料の場合は、タングステンが完全に黄色のタングステン酸になるまで十分に沸騰させる。
- 3) 時計皿の下面を少量の水で洗って時計皿を取り除き、穏やかに加熱して液面に皮膜を認めるまで蒸発させた後、放冷する。
- 4) 温水約 200 mL を加えて塩類を溶解し、試料溶液とする。

b) 酸で分解困難な試料の場合

- 1) a)の 1)～3)の操作を行う。
- 2) 温水約 100 mL を加えて塩類を溶解する。
- 3) 溶液をろ紙（5 種 B）を用いてろ過し、ろ液をビーカー（300 mL）に受ける。ろ紙及び残さ（渣）を塩酸（2+100）（6.2）で数回洗浄し、洗液をろ液と合わせて主液として保存する。
- 4) 不溶解残さ及びろ紙を白金ろつば（30 mL）に移し入れ、加熱して乾燥した後、低温でろ紙を炭化し、強熱して灰化する。放冷した後、残さの約 10 倍量の混合融剤（6.4）を加えて混合し、750 °C～800 °C で強熱して残さを融解する。放冷した後、融成物を少量の塩酸（1+1）及び水に溶解し、溶液を 3) で保存した主液に合わせる。この溶液を穏やかに加熱して蒸発させ、乾固する。
- 5) 放冷した後、塩酸（1+1）30 mL を加えて塩類を溶解し、再び穏やかに加熱して液面に皮膜を認めるまで蒸発させた後、放冷する。
- 6) 温水約 200 mL を加えて塩類を溶解し、試料溶液とする。

9.2 鉄、クロムなどの分離

鉄、クロムなどの分離は、次による。

- 9.1 で得た試料溶液を室温まで冷却し、かき混ぜながら酸化亜鉛乳状液（6.6）を少量ずつ加え、鉄、クロムなどを完全に沈殿させた後、更に上澄み液が白濁するまでその少過剰を加える。しばらく放置して沈殿を沈降させた後、ろ紙（2 種、直径 150 mm）を用いてろ過し、ろ液をビーカー（500 mL）に受ける。

元のビーカーの内壁及びろ紙上の沈殿を冷水でそれぞれ 3 回洗浄し、洗液をろ液に合わせ、塩酸（6.1）

10 mL を加え加熱して液量が約 100 mL となるまで蒸発させ、主液として保存する。

- b) 沈殿及びろ紙は、元のビーカーに移し入れ、塩酸 (1+1) 20 mL を加えて振り混ぜ、沈殿を溶解する。完全に溶解しない場合は、できるだけ少量の塩酸 (1+1) を追加して溶解する。ろ紙は、破碎し、水で液量を約 200 mL とする。
- c) b) の溶液に酸化亜鉛乳状液を少量ずつ加え、鉄、クロムなどを完全に沈殿させた後、更に上澄み液が白濁するまでその少過剰を加える。しばらく放置して沈殿を沈降させた後、ろ紙 (2 種, 直径 150 mm) を用いてろ過し、a) で主液を保存したビーカーに受ける。元のビーカーの内壁及びろ紙上の沈殿を冷水でそれぞれ 3 回洗浄し、洗液を主液に合わせる。
- d) 水で液量を約 400 mL とする。沈殿及びろ紙は、捨てる。

9.3 沈殿の生成

沈殿の生成は、次による。

- a) 9.2 d) で得た溶液を時計皿で覆って、加熱して沸騰させ、ビーカーを熱源から降ろして溶液をかき混ぜながら、コバルトの予想含有量 0.01 g につき 1-ニトロソ-2-ナフトール溶液 (6.7) を 6 mL の割合で加える。ときどきかき混ぜながら 30 分以上放置する。
- b) ろ紙 (5 種 A) を用いてろ過する。沈殿及びろ紙を、初めは冷水で、次に塩酸 (1+1) と水とで交互にそれぞれ数回洗浄し、最後に温水で数回洗浄する。ろ液及び洗液は、捨てる。

9.4 ひょう量

ひょう量は、次による。

- a) 9.3 で得た沈殿及びろ紙を、あらかじめ 750 °C ~ 850 °C で強熱して恒量としたるつぼ (7.1) に移し入れる (恒量後の質量を m_1 とする。)。加熱して乾燥した後、低温でろ紙を炭化し、強熱して灰化する。
- b) 750 °C ~ 850 °C で強熱して、デシケーター中で放冷した後、る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 (恒量後の質量を m_2 とする。)。恒量後のるつぼ中の沈殿を不純四酸化三コバルトとする。
- c) m_2 から m_1 を差し引いて不純四酸化三コバルトの質量 (m_0) とする。

9.5 不純四酸化三コバルト中のモリブデン及び銅の定量

不純四酸化三コバルト中のモリブデン及び銅の定量は、次による。なお、試料中にモリブデン又は銅が含まれない場合は、含まれていない元素の定量を行わない。

a) 定量用溶液の調製

- 1) 9.4 b) で得た不純四酸化三コバルトに塩酸 10 mL を加えて分解する。
- 2) 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) モリブデンの定量

- 1) 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、硝酸 5 mL 及び塩酸 (1+1) 10 mL を加える。アルミニウム溶液 (6.5) を正確に 10 mL 加えて、水で標線までうすめる。なお、定量用溶液中のモリブデンの量によっては、分取量を変えてもよい。
- 2) JIS G 1257-5 の 7.2 (吸光度の測定) 及び 箇条 9 (検量線の作成) によって得た吸光度と作成した検量線とからモリブデンの量を求める。なお、JIS G 1257-5 の 箇条 9 の検量線用溶液には、鉄を添加せず、試料と同じ操作も行わない。

c) 銅の定量

- 1) 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、硝酸 5 mL 及び塩酸 (1+1) 30 mL を加えて、水で標線までうすめる。なお、定量用溶液中の銅の量によっては、分取量を变えてもよい。
- 2) JIS G 1257-6 の 7.2 (吸光度の測定) 及び箇条 9 (検量線の作成) によって、得た吸光度と作成した検量線とから銅の量を求める。なお、JIS G 1257-6 の箇条 9 の検量線用溶液には、鉄を添加せず、試料と同じ操作も行わない。

10 空試験

空試験は、行わない。

11 計算

試料中のコバルト含有率を、次の式によって算出する。

$$Co = \frac{0.7342 \times [m_0 - \{1.5002 \times m_{Mo} \times (100/B_{Mo})\} - \{1.2518 \times m_{Cu} \times (100/B_{Cu})\}]}{m} \times 100$$

ここで、

- Co : 試料中のコバルト含有率 [質量分率 (%)]
 m_0 : 9.4 c) で得た不純四酸化三コバルトの質量 (g)
 m_{Mo} : 9.5 b) で得たモリブデンの量 (g)
 定量を行わなかった場合は、0 とする。
 m_{Cu} : 9.5 c) で得た銅の量 (g)
 定量を行わなかった場合は、0 とする。
 B_{Mo} : 9.5 b) で分取した定量用溶液の量 (mL)
 B_{Cu} : 9.5 c) で分取した定量用溶液の量 (mL)
 m : 箇条 8 ではかりとった試料の量 (g)
 1.5002 : モリブデンの量を酸化モリブデン (VI) の量に変換する係数
 1.2518 : 銅の量を酸化銅 (II) の量に変換する係数
 0.7342 : 四酸化三コバルトの量をコバルトの量に変換する係数

12 許容差

許容差は、表 3 による。

表 3—許容差

コバルト含有率 [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 12 以下	$f(n) \times [0.0055 \times (Co) + 0.0058]$	$f(n) \times [0.0159 \times (Co) - 0.0065]$
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、(Co) は、許容差を求めるコバルト定量値の平均値 [質量分率 (%)] である。		
注記 この表の許容差計算式は、コバルト含有率 (質量分率) 0.23 % 以上 11.3 % 以下の試料を用いた共同実験の結果から得た。		

JIS DRAFT 2025/07/23