

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 1212-1

規格名称 鉄及び鋼－けい素定量方法－第1部：二酸化けい素重量法

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 1212:1997は、鉄及び鋼中のけい素定量方法を規定したもので、5種類の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25年間経過したが、この間、対応国際規格であるISO 439、ISO 4829-1及びISO 4829-2が改訂された。また、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。

見直しにあたって、“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3分割して制定するものである。この規格は、“第1部：二酸化けい素重量法”として制定し、併せてG 1212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

附属書A（規定） 対応国際規格の操作方法

(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目下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	2
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	3
9 操作	3
9.1 一般	3
9.2 試料の分解及びけい酸の脱水処理	3
9.3 ろ過洗浄	4
9.4 灰化及びひょう量	5
9.5 ふっ化水素酸処理及びひょう量	6
10 空試験	6
11 計算	6
12 許容差	7
附属書 A (規定) 対応国際規格の操作方法	8
附属書 JA (参考) JIS と対応国際規格との対比表	11

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 1212:1997 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 1212 規格群（鉄及び鋼—けい素定量方法）は、次に示す部で構成する。

JIS G 1212-1 第 1 部：二酸化けい素重量法

JIS G 1212-2 第 2 部：硫酸アンモニウム鉄（Ⅱ）還元モリブドけい酸青吸光光度法

JIS G 1212-3 第 3 部：アスコルビン酸還元モリブドけい酸青吸光光度法

鉄及び鋼—けい素定量方法— 第1部：二酸化けい素重量法

Iron and steel—Determination of silicon— Part 1: Gravimetric method as silicon dioxide

序文

この規格は、2020年に第3版として発行されたISO 439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Aは対応国際規格の本体で規定されている事項の一部を附属書として規定したものである。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JAに示す。

1 適用範囲

この規格は、鉄及び鋼中のけい素定量方法のうち、二酸化けい素重量法について規定する。

この方法は、けい素含有率（質量分率）0.1%以上8%以下の定量に適用する。

注記1 JIS G 1212規格群の定量範囲を表1に示す。

表1—JIS G 1212規格群の定量範囲

規格番号	定量範囲 [質量分率 (%)]
JIS G 1212-1	0.1 以上 8 以下
JIS G 1212-2	0.01 以上 1 以下
JIS G 1212-3	0.01 以上 1 以下

注記2 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 439:2020, Steel and cast iron—Determination of silicon content—Gravimetric 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。

注記3 対応国際規格は、けい素含有率（質量分率）0.10%以上5.0%以下の定量に適用している（A.1参照）。

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 の簡条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、過塩素酸又は硫酸を加えて加熱蒸発し、けい素を不溶性けい酸とする。沈殿をろ過分離した後、強熱して二酸化けい素とし、その質量をはかる。さらに、硫酸とふっ化水素酸とを加え、加熱して二酸化けい素を揮散させた後、その質量をはかる。

6 試薬

試薬は、次による。

6.1 塩酸

6.2 塩酸（2+1, 1+1, 1+4, 1+5, 1+19）

6.3 硝酸

6.4 硝酸（3+1, 1+1）

6.5 過塩素酸

6.6 ふっ化水素酸

6.7 硫酸（1+1, 1+3）

6.8 王水（塩酸 3, 硝酸 1）

6.9 過酸化水素

6.10 炭酸ナトリウム

6.11 チオシアン酸アンモニウム飽和溶液

チオシアン酸アンモニウムを水に溶解して、飽和溶液とする。

7 器具

7.1 白金るつぽ 容量 30 mL のもの。以下、るつぽという。

7.2 マッフル炉 800 °C ~ 1 100 °C に調節可能なもの。

8 試料のはかりとり

試料のはかりとり量は、表 2 による。なお、試料がニッケル、クロム、タングステン、コバルトなどを多量に含有する場合で、試料の分解及びけい酸の脱水処理を 9.2 の d)、e) 又は f) によるときは、はかりとり量をけい素定量範囲にかかわらず 1.0 g とする。

なお、対応国際規格によって操作を行う場合の試料のはかりとりは、A.2 による。

表 2— 試料のはかりとり量

けい素定量範囲 [質量分率 (%)]	はかりとり量 g
0.1 以上 1 未満	3.0
1 以上 8 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 一般

対応国際規格によって操作を行う場合は、A.3 による。

9.2 試料の分解及びけい酸の脱水処理

試料の分解及びけい酸の脱水処理の操作は、次のいずれかによる。

a) 過塩素酸と硝酸と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、過塩素酸 (6.5) を試料のはかりとり量が 1.0 g のときには 20 mL、3.0 g のときには 40 mL 加える。さらに、硝酸 (1+1) (6.4) を試料のはかりとり量 1.0 g につき 15 mL ~ 20 mL 加え、穏やかに加熱して分解する。
- 3) 引き続き強く加熱し、過塩素酸の蒸気がビーカーの内壁を伝わって還流する状態になった後、15 分 ~ 20 分間加熱を続ける。

b) 過塩素酸と硝酸とで分解困難な試料又はニオブ若しくはタンタルを含む試料の場合

- 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、王水 (6.8) 20 mL ~ 30 mL を加え、穏やかに加熱して分解する。
- 3) 過塩素酸を試料のはかりとり量が 1.0 g のときには 20 mL、3.0 g のときには 40 mL 加える。
- 4) a) 3) の操作を行う。

c) クロム又はタングステンを含む試料の場合

- 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 (2+1) (6.2) を試料のはかりとり量が 1.0 g のときには 20 mL、3.0 g のときには 40 mL、少量ずつ加え、穏やかに加熱して分解する。
- 3) 過塩素酸を試料のはかりとり量が 1.0 g のときには 20 mL、3.0 g のときには 40 mL 加える。
- 4) 引き続き強く加熱して、クロムが酸化されて赤いニクロム酸となり、過塩素酸の蒸気がビーカーの内壁を伝わって還流する状態になった後、15 分～20 分間加熱を続ける。

d) ニッケル、クロム、タングステン、コバルトなどを多量に含む試料の場合

- 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、水 50 mL と塩酸 (6.1) 10 mL とを加え、更に過酸化水素 (6.5) 30 mL を少量ずつ加え、激しい反応が収まった後、穏やかに加熱して分解する。なお、王水 20 mL だけを加え、加熱して分解してもよい。
- 3) 過塩素酸 20 mL を加える。
- 4) c) 4) の操作を行う。

e) モリブデン又はチタンを含む試料の場合

- 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、硫酸 (1+3) (6.7) を試料のはかりとり量が 1.0 g のときには 40 mL、3.0 g のときには 60 mL 加え、加熱して分解する。
- 3) 硝酸 (6.3) を試料はかりとり量 1.0 g につき 5 mL 加え、沸騰させる。
- 4) 塩酸 5 mL～10 mL を加え、時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、引き続き熱板上で加熱して濃厚な三酸化硫黄の白煙を 15 分～20 分間発生させる。

f) 硝酸と塩酸とで分解容易な試料で、けい酸の脱水に硫酸を用いる場合

- 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、硝酸 (1+1) を試料はかりとり量 1.0 g につき 15 mL～20 mL を少量ずつ加え、穏やかに加熱して分解する。
- 3) 塩酸 5 mL～10 mL を加える。
- 4) 硫酸 (1+1) (6.7) を試料はかりとり量が 1.0 g のときには 20 mL、3.0 g のときには 30 mL 加える。
- 5) 時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、引き続き熱板上で加熱して濃厚な三酸化硫黄の白煙を 15 分～20 分間発生させる。

9.3 ろ過洗浄

ろ過洗浄の操作は、次のいずれかによる。

a) 過塩素酸で脱水処理 [9.2 の a), b), c) 又は d)] をした場合

- 1) 9.2 の a), b), c) 又は d) で得た塩類を室温近くまで放冷する。
- 2) 時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、温水約 120 mL を加え、かき混ぜて塩類を溶解する。温水を加える前に、塩酸 (6.1) 5 mL を加えて塩類を湿らせ、わずかに加熱してもよい。
- 3) 直ちに、ろ紙 (5 種 B) を用いてろ過して沈殿をこし分け、ビーカーの内壁に付着したけい酸を、ポリスマンを用いてこすり落としてろ紙上に移す。ろ液は、ビーカー (500 mL) に受ける。
- 4) ろ紙及び沈殿を、始めは温水と温塩酸 (1+5) (6.2) とで交互に約 5 回ずつ、最後に温水で洗液に鉄 (III) イオンがなくなる¹⁾まで十分に²⁾洗浄する。沈殿はろ紙とともに保存し、洗液は 3) のろ液と合わせる。

注 1) 洗液の少量を取り、チオシアン酸アンモニウム飽和溶液 (6.11) を加えたとき、とう (橙) 赤

色を示さなくなる。

注²⁾ 洗浄が不十分であると、9.4 a)において灰化した際に小爆発の危険があり、沈殿の損失を招くおそれもある。

- 5) 4)の洗浄後の沈殿中に、試料の未分解残さ(渣)を認めたときは、次の操作を行う。
- 5.1) 沈殿及び残さをろ紙とともにろつぼ(7.1)に移し入れる。乾燥し、灰化した後、約6倍量の炭酸ナトリウム(6.10)を加え、加熱して融解する。
- 5.2) 放冷した後、融成物をろつぼとともにビーカー(300 mL)に移し入れ、温水100 mLを加えて融成物を抽出し、ろつぼを水で洗って取り出す。
- 5.3) 時計皿で覆って、酸性となるまで少量ずつ塩酸を加えて塩類を溶解する。次に過塩素酸(6.9) 30 mLを加えた後、9.2 a)の3)及び9.3 a)の操作を行う。この場合、9.3 a)の4)において、沈殿はろ紙とともに保存し、洗液及び9.3 3)のろ液は捨てる。
- 6) けい素定量範囲(質量分率)が1%未満の場合は、4)のろ液及び洗液を捨てる。けい素定量範囲(質量分率)が1%以上の場合は、次の操作によってろ液及び洗液からけい素を回収する。
- 6.1) 4)のろ液及び洗液を受けたビーカーを時計皿で覆い、過塩素酸20 mLを加えて加熱する。過塩素酸の蒸気がビーカーの内壁を伝わって還流する状態になってから、更に15分~20分間加熱を続けた後、放冷する。
- 6.2) 以降、2)~4)の手順に従って操作してけい素を回収し、4)又は5.3)で保存した沈殿と合わせる。ろ液及び洗液は捨てる。

b) 硫酸で脱水処理[9.2のe)又はf)]をした場合

- 1) 9.2のe)又はf)で得た塩類を室温近くまで放冷する。
- 2) 塩酸(1+4)(6.2) 50 mLを少量ずつ加え、加熱して塩類を溶解する。
- 3) 9.3 a)の3)の操作を行った後、次のいずれかの操作を行う。いずれの操作でも、得た沈殿は主沈殿としてろ紙とともに保存し、洗液は9.3 a)の3)のろ液と合わせる。
- 3.1) 試料にモリブデン又はチタンを含まない場合 ろ紙及び沈殿を、始めは温水と温塩酸(1+5)とで交互に約5回ずつ、最後に温水で洗液に鉄(Ⅲ)イオンがなくなる¹⁾まで洗浄する。
- 3.2) 試料にモリブデン又はチタンを含む場合 ろ紙及び沈殿を、始めは温塩酸(1+5)で5、6回洗浄し、最後に温水で洗液に鉄(Ⅲ)イオンがなくなる¹⁾まで洗浄する。
- 4) 3)の洗浄後の沈殿中に、試料の未分解残さを認めたときは、次の操作を行う。
- 4.1) 9.3 a)の5.1)及び5.2)の操作を行う。
- 4.2) 時計皿で覆って、酸性となるまで少量ずつ塩酸を加えて塩類を溶解する。次に硫酸(1+1)(6.7) 20 mLを加えた後、9.2 f)の5)及び9.3 b)の操作を行う。
- 5) 3)のろ液及び洗液を受けたビーカーを時計皿で覆って、加熱して蒸発させる。時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、引き続き熱板上で加熱して濃厚な三酸化硫黄の白煙を15分~20分間発生させた後、放冷する。
- 6) 2)及び9.2 a)の3)の操作を行う。
- 7) 3.1)の操作を行う。沈殿は、3)で保存した主沈殿と合わせる。ろ液及び洗液は捨てる。

9.4 灰化及びひょう量

灰化及びひょう量の操作は、次のいずれかによる。

a) ニオブ、タンタル、チタン、ジルコニウム、タングステン及びモリブデンを含まない試料の場合

1) 9.3 の a) 又は b) で得たけい酸の沈殿を、ろ紙とともにろつぼ (7.1) に移し入れ、乾燥した後、低温でろ紙を灰化する。

2) 1100℃以上で30分～45分間強熱し、デシケーター中で室温まで放冷した後、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〔この質量を m_1 とする。空試験 (簡条 10) の場合は m_3 とする。〕。

b) ニオブ、タンタル、チタン、ジルコニウム、タングステン又はモリブデンを含む試料の場合

1) 9.4 a) の操作を行う。

2) 硫酸 (1+1) (6.7) 1 mL～2 mL を加えて加熱し、三酸化硫黄の白煙が発生しなくなるまで慎重に加熱を続ける³⁾。

3) 800℃で強熱し、デシケーター中で室温まで放冷した後、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〔この質量を m_1 とする。空試験 (簡条 10) の場合は m_3 とする。〕。

注³⁾ 硫酸の量が多いと、加熱時間が長くなる。

9.5 ふっ化水素酸処理及びひょう量

ふっ化水素酸処理及びひょう量の操作は、次のいずれかによる。

a) ニオブ、タンタル、チタン、ジルコニウム、タングステン及びモリブデンを含まない試料の場合

1) 9.4 a) で得たるろつぼ中の二酸化けい素を硫酸 (1+1) (6.7) で湿し、ふっ化水素酸 (6.6) 約 5 mL を加え、穏やかに加熱して二酸化けい素を四ふっ化けい素として揮散させる。

2) 三酸化硫黄の白煙が発生しなくなるまで加熱を続ける。

3) 1100℃以上で強熱し、デシケーター中で室温まで放冷した後、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〔この質量を m_2 とする。空試験 (簡条 10) の場合は m_4 とする。〕。

b) ニオブ、タンタル、チタン、ジルコニウム、タングステン又はモリブデンを含む試料の場合

1) 9.4 b) で得たるろつぼ中の二酸化けい素に硫酸 (1+1) 約 2 mL 及びふっ化水素酸約 5 mL を加え、穏やかに加熱して二酸化けい素を四ふっ化けい素として揮散させる。

2) 三酸化硫黄の白煙が発生しなくなるまで加熱を続ける。

3) 800℃で10分間強熱してデシケーター中で室温まで放冷した後、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〔この質量を m_2 とする。空試験 (簡条 10) の場合は m_4 とする。〕。

10 空試験

試料を用いなくて、試料と同じ操作を試料と併行して行う。

11 計算

試料中のけい素含有率を、次の式によって算出する。

$$Si = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4) \times 0.4674]}{m} \times 100$$

ここで、
 Si : 試料中のけい素含有率 [質量分率 (%)]
 m_1 : 9.4 又は A3.4 で得たるろつぼの質量 (g)
 m_2 : 9.5 又は A3.4 で得たるろつぼの質量 (g)

- m_3 : 空試験 (箇条 10) の 9.4 又は A3.4 で得たるつぼの質量 (g)
 m_4 : 空試験の 9.5 又は A3.4 で得たるつぼの質量 (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 3 による。

なお、対応国際規格によって操作した場合の許容差は、A.4 による。

表 3—許容差

けい素含有率 [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 (%)]
0.1 以上 3.4 以下	$f(n) \times [0.0026 \times (S_i) + 0.0029]$	$f(n) \times [0.0074 \times (S_i) + 0.0011]$
<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關与した分析室数である。また、(S_i) は、許容差を求めるけい素定量値の平均値 [質量分率 (%)] である。</p> <p>けい素含有率 (質量分率) 3.4 % 超え 8.0 % 以下における許容差は、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 この許容差は、けい素含有率 (質量分率) 0.1 % 以上 3.3 % 以下の試料を用いた共同実験の結果から得た。</p>		

附属書 A (規定) 対応国際規格の操作方法

A.1 一般

この附属書は、対応国際規格の試料のはかりとり、操作及び許容差を記載している。

この方法は、けい素含有率（質量分率）0.1%以上5%以下の定量に適用する。

注記 この操作による定量は、モリブデン、ニオブ、タンタル、チタン、タングステン、ジルコニウム又は高含有率のクロムを含んでいる鋼では、普通鋼よりも精確さが劣る結果になる。

A.2 試料のはかりとり

試料のはかりとり量は、表 A.1 による。

表 A.1—試料のはかりとり量

けい素定量範囲 [質量分率 (%)]	単位 g
	はかりとり量
0.1 以上 0.5 未満	5.0
0.5 以上 2.5 未満	2.5
2.5 以上 5 以下	1.0

A.3 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。

A.3.1 試料の分解及びけい酸の脱水処理

試料の分解及びけい酸の脱水処理の操作は、次による。

- 試料をはかりとって、ビーカー (300 mL) に移し入れる。
- 時計皿で覆って、塩酸 (6.1) 30 mL を加え、反応が収まるまで穏やかに加熱する。
- 硝酸 (3+1) (6.4) 15 mL を少量ずつ慎重に加えて酸化する。激しい反応が収まった後、時計皿の下面を少量の熱水で洗って時計皿を取り除く。
- 過塩素酸 (6.5) を、過塩素酸の密度に応じて表 A.2 に従って加える。

表 A.2—過塩素酸添加量

はかりとった試料の量 g	過塩素酸 (6.5) の量 mL	
	密度=1.67 g/mL	密度=1.54 g/mL
5.0	60	75
2.5	40	50
1.0	25	35

- e) 分解が完了するまで時計皿を外したままわずかに加熱し、徐々に温度を上げる。過塩素酸の白煙が発生し始めたら、直ちにビーカーを時計皿で覆い、約 20 分間白煙を発生させる。
- f) 試料のクロム含有率（質量分率）が 1 % 以上の場合は、クロム酸特有の赤色が現われるまで待つことが望ましい。この状態で、塩酸 1 mL～2 mL をビーカーの内壁を伝って加え、クロムを二酸化二酸化クロムとして除去する。引き続き加熱して、過塩素酸の白煙を十分発生させ、クロムを再度酸化する。
この操作を、塩酸を加えたときに橙色の煙が発生しなくなるまで繰り返す。
- g) 放冷した後、塩酸 5 mL で注意深く湿らせ、わずかに加熱し、70 °C～80 °C の熱水 100 mL を加えてうすめ、沸騰させない状態で加熱し、塩類を溶解させた後、放冷する。

A.3.2 ろ過及び洗浄

ろ過及び洗浄の操作は、次による。

- a) ビーカーの内壁に付着した含水二酸化けい素及び酸不溶性のけい素化合物をポリスマンでこすり落とし、直ちに、ろ紙 (5 種 B) 及び少量のろ紙パルプを用いてろ過する。ろ液は、ビーカー (300 mL) に受ける。
- b) ビーカー及びろ紙を熱塩酸 (1+19) (6.2) で洗浄し、二酸化けい素及び酸不溶性のけい素化合物をろ紙上に移す。最初は熱塩酸 (1+1) (6.2) で、次に冷水で鉄塩が完全になくなるまで、十分に洗浄する。⁴⁾ ろ紙及び沈殿は保存する。洗液は、a) のろ液と合わせる。

注⁴⁾ 洗浄が不十分であると、A.3.4 において加熱した際に小爆発の危険があり、沈殿の損失を招くおそれもある。

A.3.3 ろ液中のけい素化合物の回収

ろ過中のけい素化合物の回収操作は、次による。

- a) A.3.2 で得たるろ液及び洗液を、A.3.1 で使用した元のビーカーに移し入れる。時計皿で覆い、過塩素酸の濃厚な白煙が発生するまで加熱して蒸発し、ビーカーの内壁を伝わって還流する状態で約 20 分間保持する。
- b) 放冷した後、塩酸 5 mL で湿らせ、わずかに加熱し、70 °C～80 °C の熱水 100 mL を加えてうすめる。
- c) 2 枚目のろ紙 (5 種 B) を用いて、A.3.2 に従ってろ過及び洗浄をする。2 枚目のろ紙及び沈殿は、A.3.2 b) で保存したろ紙及び沈殿と合わせる。ろ液及び洗液は捨てる。

A.3.4 強熱、二酸化けい素の揮散及びひょう量

強熱、二酸化けい素の揮散及びひょう量の操作は、次による。

- a) 2 枚のろ紙を内容物とともにろつぼ (7.1) に移し入れる。500 °C～600 °C で加熱してろ紙を完全に灰化した後、ろつぼを白金製の蓋で部分的に覆う。
- b) 1 100 °C のマッフル炉 (7.2) 中で、二酸化けい素の量に応じて 30 分～45 分間強熱し、デシケーター中で室温まで放冷する。

なお、モリブデンを含む試料の場合は、強熱して恒量とする。

- c) b)のるつぼに、硫酸 (1+1) (6.7) 約 2 mL 加え、穏やかに加熱し、三酸化硫黄の白煙が発生しなくなるまで加熱を続ける。引き続き、800 °C のマッフル炉で強熱して恒量とする。
- d) デシケーター中で室温まで放冷した後、るつぼの質量をはかる [この質量を m_1 とする。空試験 (箇条 10) の場合は m_3 とする。]。
- e) c)で強熱した二酸化けい素を硫酸 (1+1) 数滴で湿し、ふっ化水素酸 (6.6) 約 5 mL を加え、乾固するまで蒸発し、引き続き三酸化硫黄の白煙が完全に発生しなくなるまで加熱する。

なお、試料が、モリブデン、ニオブ、タンタル、チタン又はジルコニウムを含む場合は、硫酸 (1+1) 2 mL を加える。

注記 硫酸の量を増やして、これらの元素のふっ化物が部分的に揮散することを避けている。

- f) 800 °C のマッフル炉中で 10 分間十分に強熱した後、デシケーター中で常温まで放冷し、るつぼの質量をはかる (この質量を m_2 とする。空試験の場合は m_4 とする。)

A.4 許容差

許容差は、表 A.3 による。

表 A.3— 許容差

けい素含有率		併行許容差 (r)	室内再現許容差 (R_w)	室間再現許容差 (R)
0.1 以上	5 以下	$f(n) \times [0.0099 (S_i)^{0.488}]$	$f(n) \times [0.0111 (S_i)^{0.518}]$	$f(n) \times [0.0139 (S_i)^{0.471}]$
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、許容差計算式中の (S_i) は、許容差を求めるけい素定量値の平均値 [質量分率 (%)] である。				
注記 この許容差は、けい素含有率 (質量分率) 0.1 % 以上 5.2 % 以下の試料を用いた国際共同実験の結果から得た。				

附属書 JA
(参考)
JIS と対応国際規格との対比表

JIS G 1212-1		ISO 439:2020, (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	けい素含有率（質量分率）適用範囲の上限を，ISO 規格は，5.0%と規定している。JIS は，国内共同実験の結果を解析して，8%まで拡大している。	ISO 改訂時に，適用範囲拡大の提案を検討する。
3	3	変更	JIS は，JIS G 1201 の箇条 3（用語及び定義）を引用している。	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程した，JIS G 1201 を引用している。	現状のままとする。
5	4	変更	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，日本独自の操作を追記している。	現状のままとする。
6	5	変更	操作方法の変更によって，使用する試薬の種類及び／又は濃度が異なる。	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，この国際一致規格である 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	ISO 規格は，はかりとり量を定量範囲に応じて，規定している。JIS は，日本独自の操作を追加し，定量範囲及び共存元素によってはかりとり量を変更している。ISO 規格で操作する場合の試料のはかりとりは，附属書 A に規定している。	現状のままとする。
—	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	8	追加	JIS は，日本独自の操作を追加し，試料の組成に応じて分解法を変更している。ISO 規格の操作は，附属書 A に規定している。	ISO 改訂時に，操作追加の提案を検討する。
12	9.2	変更	JIS は，許容差を，国内共同実験の結果から独自に求めている。国内の分析技術の実態を反映しており，ISO 規格と差がある。ISO 規格で操作する場合の許容差の式は，附属書 A に規定している。	現状のままとする。
—	10	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。	現状のままとする。

a) JIS の箇条番号	b) 対応国際規格の対応する箇条番号	c) 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
A.4	9.2 Annex B	変更	JIS は、ISO 規格の許容差の式 (対数式) を、鋼材分析規格で共通の記載形式である指数式に変更して規定しているが、規定内容は一致している。	—
—	Annex A	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、これを解説に記載している。	—
<p>注記 1 箇条ごとの評価欄の用語の意味を、次に示す。</p> <ul style="list-style-type: none"> — 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。 <p>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。</p> <ul style="list-style-type: none"> — MOD：対応国際規格を修正している。 				