

**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 1214-1

規格名称 鉄及び鋼—りん定量方法—第1部：モリブドリン酸青吸光光度法

**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 1214:1998は、鉄及び鋼中のりん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、1998年に改正されて以降、約26年間経過したが、この間、対応国際規格であるISO 10714が改訂されるとともに、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。

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：モリブドリン酸青吸光光度法”として制定し、併せてG 1214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 検量線の作成
- 12 計算
- 13 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**

強制法規技術基準に引用される規格

**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
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 装置及び器具	3
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	5
9.3 対照溶液の調製	5
9.4 吸光度の測定	5
10 空試験	6
11 検量線の作成	6
12 計算	6
13 許容差	7

## 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 1214** 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 1214** 規格群（鉄及び鋼ーりん定量方法）は、次に示す部で構成する。

**JIS G 1214-1** 第 1 部：モリブドリン酸青吸光光度法

**JIS G 1214-2** 第 2 部：モリブドリン酸抽出分離吸光光度法

# 鉄及び鋼—りん定量方法—

## 第1部：モリブドりん酸青吸光光度法

### Iron and steel—Determination of phosphorus— Part 1: Molybdophosphate blue spectrophotometric method

#### 1 適用範囲

この規格は、鉄及び鋼のりん定量方法のうち、モリブドりん酸青吸光光度法について規定する。

この方法は、りん含有率（質量分率）0.005 %以上 0.50 %以下の定量に適用する。

**注記** JIS G 1214 規格群の定量範囲を表 1 に示す。

表 1—JIS G 1214 規格群の定量範囲

規格番号	定量範囲 [質量分率 (%) ]
JIS G 1214-1	0.005 以上 0.50 以下
JIS G 1214-2	0.000 3 以上 1.0 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 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、過塩素酸を加え、加熱して過塩素酸の白煙を発生させる。溶液中の鉄などを亜硫酸水素ナトリウムで還元した後、りんをモリブデン(VI)酸アンモニウム及び硫酸ヒドラジニウムでモリブドリン酸青とし、分光光度計を用いて825 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 硝酸

### 6.3 硝酸(1+1)

### 6.4 過塩素酸

### 6.5 ふっ化水素酸(1+4)

### 6.6 塩化ナトリウム

### 6.7 ほう酸

### 6.8 混酸(塩酸1, 硝酸1)

### 6.9 アンモニア水

**6.10 鉄** 純度の高い鉄で、りん含有率(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、妥当性が確認されていれば、認証値でなくてもよい。

**6.11 硫酸ベリリウム溶液** 硫酸ベリリウム四水和物( $\text{BeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) 19.7 gを硫酸(1+1) 20 mLに溶解し、水で液量を1000 mLとする。

### 6.12 亜硫酸水素ナトリウム溶液(100 g/L)

**6.13 硫酸ヒドラジニウム硫酸溶液** 硫酸ヒドラジニウム溶液(1.5 g/L) 10 mLに、硫酸(7+5) 15 mL及び水 75 mLを加えて振り混ぜる。

### 6.14 エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物(以下、EDTA2Naという。)

**6.15 EDTA2Na 溶液** EDTA2Na(6.14) 3.0 g及び硝酸アンモニウム 3.0 gをアンモニア水 6 mLに溶解し、水で液量を500 mLとする。

**6.16 呈色試薬溶液** モリブデン(VI)酸アンモニウム四水和物 20 gを水 600 mLに溶解し、溶液を流水で冷却しつつかき混ぜながら硫酸 350 mLを加えた後、室温まで冷却し、水で液量を1000 mLとする。この溶液 25 mLと硫酸ヒドラジニウム溶液(1.5 g/L) 10 mLとを混合した後、水で液量を100 mLとし、よく振り混ぜる。この溶液は、使用の都度、調製する。

**6.17 りん原液(P: 200 µg/mL)** りん酸二水素カリウムを110 °Cで乾燥して恒量とし、デンケーター中で常温まで放冷した後、その0.8787 gをはかりとってビーカー(300 mL)に移し入れ、水約100 mLを加

えて溶解し、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りん原液とする。

**6.18 りん標準液 (P : 40 µg/mL)** りん原液 (6.17) を、使用の都度、水で正確に 5 倍にうすめてりん標準液とする。

## 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** 825 nm の波長における吸光度の測定に適したもの。

**7.2 pH 計**

**7.3 呈色に用いる全量フラスコ** 呈色には 100 mL の全量フラスコを用いる。新しい全量フラスコを使用する場合は、水を標線まで入れて、沸騰水浴中で約 10 分間加熱した後、流水中で常温まで冷却する。この操作を数回繰り返した後、呈色に用いる。

**7.4 樹脂製容器** ふっ素樹脂などの合成樹脂製のもの。ビーカーは、黒鉛ベースなどが付いた加熱可能なもの。

## 8 試料のはかりとり

試料のはかりとり量は、表 2 による。

表 2—試料のはかりとり量

りん定量範囲 [質量分率 (%) ]	はかりとり量 g
0.005 以上 0.04 未満	1.0
0.04 以上 0.15 未満	0.50
0.15 以上 0.5 以下	0.15

## 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) 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 (200 mL) に移し入れる。
- 2) 時計皿で覆って、硝酸 (1+1) (6.3) 10 mL を加え、加熱して分解する。
- 3) 過塩素酸 (6.4) を表 3 の添加量 A によって加えて加熱を続け、ビーカー内部が透明になり、過塩素酸の蒸気がビーカーの内壁を還流する状態を 5 分～10 分間持続させる<sup>1)</sup>。

注<sup>1)</sup> 白煙処理が不十分で、呈色時の過塩素酸濃度が 0.9 mol/L を超えると、りんの呈色を著し

く妨害するため、白煙処理を十分に行う必要がある。

- 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、水約 40 mL を加えて振り混ぜ、塩類を溶解する。溶液をろ紙（5 種 A）を用いてろ過する。残さ（渣）及びろ紙を温水で数回洗浄し、ろ液及び洗液は、100 mL の全量フラスコに受ける。この溶液を室温まで冷却した後、水で標線までうすめて、試料溶液とする。残さは、捨てる。

表 3—過塩素酸及び EDTA2Na の添加量

試料のはかりとり量 g	過塩素酸 (6.4)		EDTA2Na (6.14)
	添加量 A mL	添加量 B mL	添加量 g
1.0	15	20	10
0.50	10	15	5
0.15	5	10	2

**b) 銦鉄又は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（200 mL）に移し入れる。
- 2) 時計皿で覆って、混酸（6.8）15 mL を加え、加熱して分解する。
- 3) a) 3) の操作を行う。
- 4) a) 4) の操作を行う。

**c) クロム含有率（質量分率）5 %以上の試料の場合**

- 1) 試料をはかりとって、ビーカー（200 mL）に移し入れる。
- 2) 時計皿で覆って、混酸 15 mL を加え、加熱して分解する。
- 3) 過塩素酸を表 3 の添加量 B によって加えて加熱を続け、ビーカー内部が透明になり、過塩素酸の蒸気がビーカーの内壁を還流する状態としてクロムを二酸化クロムに酸化する。

過塩素酸の白煙を発生させながら塩酸（6.1）を少量ずつ数回に分けて滴加し、大部分のクロムを二塩化二酸化クロムとして揮散させる。褐色の煙が発生しなくなるまで塩酸の滴加を繰り返した後、引き続き加熱して、残ったクロムが二酸化クロムに酸化されるまで過塩素酸の白煙を発生させる。なお、塩酸の代わりに塩化ナトリウム（6.6）0.5 g～1.0 g を少量ずつ数回に分けて添加してもよい。

- 4) a) 4) の操作を行う。

**d) タングステン含有率（質量分率）0.1 %以上の試料の場合**

- 1) 試料をはかりとって、ビーカー（200 mL）に移し入れる。
- 2) b) 2) 及び a) 3) の操作を行う。
- 3) 放冷した後、水約 70 mL を加え、振り混ぜて塩類を溶解する。EDTA2Na（6.14）を表 3 によって加えて、2 分～3 分間沸騰させる。室温まで冷却した後、硫酸ベリリウム溶液（6.11）5 mL を加える。
- 4) pH 計（7.2）を用いてアンモニア水（6.9）で溶液の pH を 9.5～10.5 に調節する。加熱して、2 分～3 分間沸騰させた後、室温まで冷却する。時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、溶液をろ紙（5 種 B）及びろ紙パルプを用いてろ過し、沈殿及びろ紙を、EDTA2Na 溶液（6.15）で 5 回～7 回洗浄する。ろ液及び洗液は、捨てる。
- 5) 沈殿及びろ紙を元のビーカーに移し入れ、時計皿で覆って、硝酸（6.2）10 mL 及び過塩素酸 10 mL を加え、加熱して分解する。さらに加熱を続け、ビーカー内部が透明になり、過塩素酸の蒸気がビーカーの内壁を還流する状態を保持し、残存する液量を 5 mL 以下とする。

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、水約 40 mL を加えて加熱しながら振

り混ぜて、塩類を溶解する。なお、タングステン酸の沈殿を認めるときは、水約 30 mL を加え、EDTA2Na 1 g を添加して、4)及び5)の操作を繰り返す。

- 6) 室温まで冷却した後、ろ紙 (5 種 B) を用いてろ過し、残さ及びろ紙を温水で数回洗浄し、ろ液及び洗液は、100 mL の全量フラスコに受ける。この溶液を室温まで冷却した後、水で標線までうすめて、試料溶液とする。残さは、捨てる。
- e) **ジルコニウム含有率 (質量分率) 0.5 % 以上又はニオブ含有率 (質量分率) 0.1 % 以上の試料の場合**
- 1) 試料をはかりとって、石英ガラス製又は樹脂製 (7.4) ビーカー (200 mL) に移し入れる。
  - 2) ビーカーと同じ素材の時計皿で覆って、混酸 15 mL を加え、加熱して分解する。
  - 3) a) 3) の操作を行う。
  - 4) 放冷した後、水約 40 mL を加えて振り混ぜ、塩類を溶解する。ふっ化水素酸 (1+4) (6.5) 25 mL を加えて振り混ぜ、穏やかに加熱して、析出したニオブ酸などを溶解する。直ちにほう酸 (6.7) 3.0 g を加えてかき混ぜ、過剰のふっ化物イオンをマスキングする。

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 の石英ガラス製又は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、試料溶液とする。

## 9.2 呈色

呈色は、次による。

- a) 試料溶液を 10 mL 分取して、100 mL の全量フラスコ (7.3) に移し入れる。
- b) 亜硫酸水素ナトリウム溶液 (6.12) を表 4 によって加えて振り混ぜ、沸騰水浴中で溶液が赤褐色からほとんど無色となって変化しなくなるまで加熱し、更に 5 分間沸騰水浴中に保持する。
- c) 呈色試薬溶液 (6.16) 25 mL を加えて振り混ぜ、沸騰水浴中で表 4 によって加熱して、完全に呈色させる。
- d) この全量フラスコを流水で常温まで冷却した後、水で標線までうすめ、呈色液とする。

表 4—亜硫酸水素ナトリウム溶液の添加量及び沸騰水浴中での加熱時間

試料溶液の調製	亜硫酸水素ナトリウム溶液 (6.12) の添加量 mL	沸騰水浴中での加熱時間 分	
		溶液中の鉄量 0.05 g 未満	溶液中の鉄量 0.05 g 以上
9.1 の a)~d) のいずれか	10	10 以上 20 以下	20
9.1 の e)	35	20	

## 9.3 対照溶液の調製

9.2 の操作を行う。ただし、呈色試薬溶液の代わりに硫酸ヒドラジニウム硫酸溶液 (6.13) 25 mL を加える。この操作で得た溶液を、対照溶液とする。

## 9.4 吸光度の測定

9.2 で得た呈色液及び 9.3 で得た対照溶液の一部を、それぞれ分光光度計 (7.1) の吸収セル (光路長 10 mm) に取り、対照溶液を対照液として 825 nm の波長における吸光度を測定する。なお、りん定量範囲 (質量分率) が 0.04 % 未満の場合は、吸収セル (光路長 20 mm) を用いるのがよい。

## 10 空試験

試料の代わりに試料と同量の鉄 (6.10) をはかりとって、ビーカー (200 mL) に移し入れる。以降、9.1 の a) 2), b) 2), c) 2), d) 2) 又は e) 2), 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。なお、9.1 の e) 2) の手順に従う場合は、石英ガラス製又は樹脂製 (7.4) ビーカー (200 mL) を用いる。9.1 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。

- 表 5 のりん定量範囲ごとに、7 個のビーカー (200 mL) を準備し、それぞれに試料と同量の鉄 (6.10) をはかりとって、移し入れる。なお、試料溶液を 9.1 の e) によって調製する場合は、石英ガラス製又は樹脂製 (7.4) ビーカー (200 mL) を用いる。
- 表 5 に従ってりん標準液 (6.18) を正確に加える。
- 9.1 の a) 2), b) 2), c) 2), d) 2) 又は e) 2), 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。なお、9.2 で得た呈色液を検量線用溶液とする。
- 得た吸光度と呈色液中のりん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—りん標準液添加量

りん定量範囲 [質量分率 (%)]	りん標準液 (6.18) 添加量 mL	呈色液中のりん量 μg
0.005 以上 0.04 未満	0, 1, 2, 4, 6, 8, 10	0, 4, 8, 16, 24, 32, 40
0.04 以上 0.5 以下	0, 2, 4, 8, 12, 16, 20	0, 8, 16, 32, 48, 64, 80
<b>注記</b> 呈色液中のりん量は、検量線用溶液中のりん量である。		

## 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りん検出量 (μg) を求め、試料中のりん含有率を、次の式によって算出する。

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

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

ここで、

- P** : 試料中のりん含有率 [質量分率 (%)]  
**m<sub>1</sub>** : 分取した試料溶液中のりん検出量 (μg)  
**m<sub>2</sub>** : 分取した空試験液中のりん検出量 (μg)  
**m<sub>3</sub>** : 箇条 10 ではかりとった鉄 (6.10) に含まれるりんの量 (μg)  
 鉄中のりん含有率 (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

10/100 とする。

### 13 許容差

許容差は、表 6 による。

表 6—許容差

試料溶液の調製	りん含有率 [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 (%) ]
9.1 の a)~c) のいずれか	0.005 以上	0.10 未満	$f(n) \times [0.0020 \times (P) + 0.0004]$	$f(n) \times [0.0064 \times (P) + 0.0009]$
9.1 の d)	0.005 以上	0.040 以下	$f(n) \times [0.0078 \times (P) + 0.0004]$	$f(n) \times [0.0474 \times (P) + 0.0003]$
9.1 の e)	0.005 以上	0.040 以下	$f(n) \times [0.0002 \times (P) + 0.0005]$	$f(n) \times [0.0018 \times (P) + 0.0007]$

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、 $(P)$  は、許容差を求めるりん定量値の平均値 [質量分率 (%) ] である。

**注記** 試料溶液の調製を 9.1 の a)~c) のいずれかで行う場合の許容差は、りん含有率 (質量分率) 0.004 % 以上 0.088 % 以下の試料を、9.1 の d) で行う場合の許容差は、りん含有率 (質量分率) 0.004 % 以上 0.035 % 以下の試料を、9.1 の e) で行う場合の許容差は、りん含有率 (質量分率) 0.004 % 以上 0.040 % 以下の試料を用いた共同実験の結果から得た。