

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 1222-2

規格名称 鉄及び鋼—コバルト定量方法—第2部：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 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2部：吸光光度法”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 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

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	1
5 要旨	2
6 試薬	2
7 装置	3
8 試料のはかりとり	4
9 操作	4
9.1 操作の選択	4
9.2 試料溶液の調製	4
9.3 呈色	5
9.4 吸光度の測定	6
10 空試験	7
11 検量線の作成	7
12 計算	8
13 許容差	8

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 2 部：吸光光度法

Iron and steel—Determination of cobalt— Part 2: Spectrophotometric methods

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、吸光光度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）0.001 %以上 20 %以下の定量に適用する。なお、9.1において直接法を選択する場合、呈色のために分取した試料溶液中の共存元素及び共存量が、ニッケル 60 mg 以上、クロム 20 mg 以上、モリブデン 1 mg 以上、バナジウム 1 mg 以上、チタン 0.2 mg 以上、タングステン 2 mg 以上又はニオブ 0.5 mg 以上のいずれかに該当する試料には適用不可能である。

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 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

定量範囲によって、次のいずれかの方法による。

- 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。くえん酸で鉄などをマスキングした後、溶液の pH をアンモニア水で調節し、2-ニトロソ-1-ナフトールを加えてコバルトとの錯体を生成させる。錯体をベンゼンで抽出し、有機相の一部を取り、分光光度計を用いて 370 nm の波長における吸光度を測定する（以下、抽出法という。）。
- 試料を適切な酸で分解し、硝酸で鉄などを酸化する。ニッケル、酢酸ナトリウム及び 1-ニトロソ-2-ナフトール-3,6-ジスルホン酸二ナトリウム（以下、ニトロソ R 塩という。）を加えてコバルトとの錯体を生成させ、分光光度計を用いて 530 nm 又は 570 nm の波長における吸光度を測定する（以下、直接法という。）。

6 試薬

試薬は、次による。

6.1 塩酸

6.2 塩酸 (1+10)

6.3 硝酸

6.4 過塩素酸

6.5 過塩素酸 (1+100)

6.6 硫酸 (1+100)

6.7 リン酸 (1+1)

6.8 王水 (塩酸 3, 硝酸 1)

6.9 混酸 (硫酸 3, リン酸 3, 水 14)

6.10 アンモニア水 (1+1, 1+2)

6.11 水酸化ナトリウム溶液 (40 g/L)

6.12 過酸化水素

6.13 鉄 純度の高い鉄で、コバルト含有率（質量分率）が、0.000 1 %未満であることが保証されているか、又は 0.001 %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。なお、9.1 において直接法を選択する場合は、コバルト含有率（質量分率）が、0.01 %未満であることが保証されているか、又は 0.1 %以下で値が特定されているものでもよい。

6.14 鉄溶液 (Fe : 2 g/L) 純度の高い鉄で、コバルト含有率（質量分率）が、0.001 %未満であることが保証されている鉄を 1.000 g はかりとってビーカー (300 mL) に移し入れ、時計皿で覆って、硫酸 (1+3)

10 mL 及び過酸化水素 5 mL を加え、加熱して分解する。引き続き加熱して過酸化水素を完全に分解し、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く。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。

6.15 ニッケル溶液 (Ni : 4 g/L) 純度の高いニッケルで、コバルト含有率 (質量分率) が、0.001 % 以下であるニッケルを 2.000 g をはかりとってビーカー (300 mL) に移し入れ、時計皿で覆って、硝酸 (1+1) 20 mL を加え、加熱して分解する。常温まで冷却した後、時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除く。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。

6.16 マンガン溶液 (Mn : 1 g/L) マンガン (質量分率 99 % 以上) 0.5 g をはかりとってビーカー (300 mL) に移し入れ、時計皿で覆って、硝酸 10 mL 及び過塩素酸 15 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濃厚な白煙を発生させる。放冷した後、水 50 mL を加えて加熱し、過酸化水素を酸化マンガ (IV) の沈殿が溶解するまで滴加して、沸騰させて過剰の過酸化水素を分解する。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き、水で液量を 500 mL とする。

6.17 酢酸ナトリウム溶液 酢酸ナトリウム三水和物 500 g を水約 800 mL に溶解し、水で液量を 1 000 mL とする。

6.18 くえん酸溶液 (500 g/L)

6.19 2-ニトロソ-1-ナフトール溶液 2-ニトロソ-1-ナフトール ($\text{NOC}_{10}\text{H}_6\text{OH}$) 0.1 g に水酸化ナトリウム溶液 (40 g/L) 15 滴及び水 1 mL を加えて溶解した後、水で液量を 100 mL とする。

6.20 ニトロソ R 塩溶液 ニトロソ R 塩 [$\text{NOC}_{10}\text{H}_4\text{OH}(\text{SO}_3\text{Na})_2$] 2 g を温水約 80 mL に溶解し、室温まで冷却した後、水で液量を 100 mL とする。

6.21 ベンゼン

6.22 コバルト標準液 A (Co : 1 000 µg/mL) コバルト (質量分率 99.9 % 以上) 1.000 g をはかりとってビーカー (300 mL) に移し入れ、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。引き続き加熱して窒素酸化物などを追い出す。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コバルト標準液 A とする。

6.23 コバルト標準液 B (Co : 500 µg/mL) コバルト標準液 A (6.22) を、使用の都度、水で正確に 2 倍にうすめてコバルト標準液 B とする。

6.24 コバルト標準液 C (Co : 10 µg/mL) コバルト標準液 A (6.22) を、使用の都度、水で正確に 100 倍にうすめてコバルト標準液 C とする。

7 装置

装置は、次による。

7.1 分光光度計 370 nm, 530 nm 及び 570 nm の波長における吸光度の測定に適したもの。

7.2 pH 計

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
0.001 以上 0.025 未満	1.0
0.025 以上 0.10 以下	0.25
0.10 以上 2 未満	0.50
2 以上 20 以下	0.20
質量分率 0.10 % のコバルトを定量する場合のはかりとり量は、9.1 で抽出法を選択するときは 0.25 g、直接法を選択するときは 0.50 g とする。	

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 操作の選択

操作の選択は、表 3 による。

表 3—操作の選択

コバルト定量範囲 [質量分率 (%)]	操作
0.001 以上 0.10 以下	抽出法
0.10 以上 20 以下	直接法
質量分率 0.10 % のコバルトを定量する場合は、いずれの方法を選択してもよい。	

9.2 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) **抽出法の場合** クロム含有率（質量分率）4 %未満の試料の場合は、3)の操作を省略してよい。

- 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、王水（6.8）20 mL を加え、加熱して分解する。過塩素酸（6.4）15 mL を加え、加熱して過塩素酸の白煙を発生させ、更に 4 分～5 分間濃厚な白煙を発生させる。
- 3) 加熱しながら塩酸（6.1）10 mL を少量ずつ加え、大部分のクロムを二塩化二酸化クロムとして揮散させ、引き続き加熱して残ったクロムが二クロム酸に酸化されるまで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し、二クロム酸が還元されるまで過酸化水素（6.12）を滴加する。加熱して沸騰させ、過剰の過酸化水素を分解する。
- 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 50 mL を加えて塩類を溶解する。

常温まで冷却した後、ろ紙（5種A）を用いてろ過し、不溶解残さ（渣）及びろ紙を水で洗浄する。なお、タングステンを含む試料の場合は、残さ及びろ紙を過塩素酸（1+100）（6.5）で洗浄する。ろ液及び洗液は、100 mLの全量フラスコに受け、水で標線までうすめて、試料溶液とする。残さ及びろ紙は、捨てる。

b) 直接法の場合

- 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（6.9）20 mLを加え、加熱して分解した後、硝酸（6.3）3 mLを加えて鉄などを酸化する。
なお、混酸で分解困難な試料の場合は、混酸の代わりに王水 20 mLを加え、加熱して分解した後、混酸 20 mLを加える。
- 3) 引き続き加熱して窒素酸化物などを追い出す。時計皿の下面を少量の水で洗って時計皿を取り除く。クロム、タングステンなどの炭化物を認めた場合及び 2) で混酸の代わりに王水で分解した場合は、再び加熱して三酸化硫黄の白煙を発生させる。
- 4) 放冷した後、温水約 50 mLを加え、穏やかに加熱して塩類を溶解する。溶液をろ紙（5種A）を用いてろ過し、不溶解残さ及びろ紙を温硫酸（1+100）（6.6）で十分に洗浄する。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て、試料溶液とする。残さ及びろ紙は、捨てる。

9.3 呈色

呈色は、次のいずれかによる。

a) 抽出法の場合

- 1) 試料溶液を表 4 によって分取し、ビーカー（200 mL）に移し入れる。

表 4—試料溶液の分取量及び pH 調節に用いるアンモニア水

コバルト定量範囲 [質量分率 (%)]	分取量 mL	pH 調節に用いるアンモニア水
0.001 以上 0.01 未満	25	アンモニア水（1+1）（6.10）
0.01 以上 0.1 以下	10	アンモニア水（1+2）（6.10）

- 2) くえん酸溶液（6.18）4 mLを加え、pH 計（7.2）を用いて表 4 のアンモニア水で溶液の pH を 7.0 ± 0.2 に調節する。室温まで冷却した後、溶液を分液漏斗（200 mL）に水を用いて移し入れ、水で 50 mL とする。
- 3) 2-ニトロソ-1-ナフトール溶液（6.19）5 mLを正確に加えて振り混ぜ、5 分間以上放置した後、ベンゼン（6.21）20 mLを正確に加え、約 30 秒間激しく振り混ぜる。静置して二層に分離させた後、下層の水相を捨てる。塩酸（1+10）（6.2）5 mLを加え、約 10 秒間激しく振り混ぜる。静置して二層に分離させた後、下層の水相を捨てる。
- 4) 有機相に水酸化ナトリウム溶液（6.11）5 mLを加え、約 10 秒間激しく振り混ぜる。静置して二層に分離させた後、下層の水相を捨てる。
- 5) 4)の操作を水相に黄色の着色を認めなくなるまで繰り返す。
- 6) 塩酸（1+10）5 mLを加え、かるく振り混ぜる。静置して二層に分離させた後、下層の水相を捨て、残った有機相を呈色液とする。

b) 直接法の場合

- 1) 試料溶液を表 5 によって分取し、ビーカー（300 mL）に移し入れる。
- 2) ニッケル溶液（6.15）10 mL を加え、水で液量を約 25 mL とする。溶液を十分振り混ぜながら酢酸ナトリウム溶液（6.17）20 mL 及びニトロソ R 塩溶液（6.20）10 mL を加える。
- 3) 溶液を 75 °C ～ 80 °C の水浴中に約 10 分間浸した後、流水中で常温まで冷却する。
- 4) 溶液を十分振り混ぜながらりん酸（1+1）（6.7）5 mL 及び硝酸 25 mL を加え、再び 75 °C ～ 80 °C の水浴中に約 10 分間^リ浸した後、流水中で常温まで冷却する。

注^リ 浸せき（漬）時間が 15 分以上となると、錯体の一部が分解して吸光度が低下する。

- 5) 溶液を表 5 によ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、呈色液とする。

なお、1) で分取した試料溶液中の鉄量がクロム量の 2 倍以下である場合は、鉄量がクロム量の 2 倍以上となるように鉄溶液（6.14）を加える。ただし、鉄量が 50 mg を超えてはならない。

表 5—試料溶液の分取量及び使用する全量フラスコの容量

コバルト定量範囲 [質量分率 (%)]	分取量 mL	全量フラスコの容量 mL
0.1 以上 2 未満	10	100
2 以上 20 以下	5	200

- 6) 試料溶液ごとに对照溶液を次によって、試料溶液とできるだけ同じ操作条件で調製する。
 - 6.1) 1) で分取した量と同量の試料溶液を分取し、ビーカー（300 mL）に移し入れる。
 - 6.2) ニッケル溶液 10 mL を加え、水で液量を約 25 mL とする。溶液を十分振り混ぜながら酢酸ナトリウム溶液 20 mL を加える。
 - 6.3) りん酸（1+1）5 mL 及び硝酸 25 mL を加えて沈殿を溶解する。
 - 6.4) 溶液を 75 °C ～ 80 °C の水浴中に約 10 分間浸した後、流水中で常温まで冷却する。
 - 6.4) 溶液を十分振り混ぜながらニトロソ R 塩溶液 10 mL を加え、再び 75 °C ～ 80 °C の水浴中に約 10 分間^リ浸した後、流水中で常温まで冷却する。
 - 6.5) 5) の操作を行って、对照溶液とする。

9.4 吸光度の測定

吸光度の測定は、次のいずれかによる。

- a) **抽出法の場合** 呈色液を乾いたろ紙（5 種 A）でろ過し、最初のろ液数 mL を捨て、次のろ液の一部を分光光度計（7.1）の吸収セル（光路長 10 mm）に取り、ベンゼンを对照液として、370 nm の波長における吸光度を測定する。
- b) **直接法の場合** 呈色液の一部を、分光光度計の吸収セル（光路長 10 mm）に取り、9.3 6) で得た对照溶液を对照液として、表 6 によって選択した波長における吸光度を測定する。

表 6—吸光度の測定波長

コバルト定量範囲 [質量分率 (%)]	測定波長 nm
0.1 以上 0.4 未満	530
0.4 以上 20 以下	570

10 空試験

試料の代わりに試料と同量の鉄 (6.13) 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、9.2 a) の 2)～4)、9.3 a) 及び 9.4 a)、又は 9.2 b) の 2)～4)、9.3 b) 及び 9.4 b) 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、次のいずれかによる。

a) 抽出法の場合

- 1) 表 7 のコバルト定量範囲ごとに 6 個のビーカー (200 mL) を準備し、それぞれに試料と同量の鉄 (6.13) を 1 mg の桁まではかりとって移し入れる。

表 7—検量線用溶液の調製 (抽出法)

コバルト定量範囲 [質量分率 (%)]	鉄 (6.13) はかりとり量 g	分取量 mL	コバルト標準液 C (6.24) 添加量 mL	検量線用溶液中の コバルト量 μg
0.001 以上 0.01 未満	1.0	25	0, 0.5, 1, 1.5, 2, 2.5	0, 5, 10, 15, 20, 25
0.01 以上 0.025 未満	1.0	10		
0.025 以上 0.1 以下	0.25	10		

- 2) 9.2 a) の 2) の操作を行う。
- 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、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。
- 4) 表 7 のコバルト定量範囲ごとに 6 個のビーカー (200 mL) を準備し、それぞれに 3) の溶液を表 7 によって分取して移し入れ、表 7 によってコバルト標準液を正確に加えた後、マンガン溶液 (6.16) 1 mL を加える。
- 5) 以降、9.2 a) の 2)～4)、9.3 a) 及び 9.4 a) 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、9.3 a) で得た呈色液を検量線用溶液とする。
- 6) 得た吸光度と検量線用溶液中のコバルト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。

b) 直接法の場合

- 1) 表 8 のコバルト定量範囲ごとに 5 個又は 6 個のビーカー (200 mL) を準備し、それぞれに試料と同量の鉄を 1 mg の桁まではかりとって移し入れる。表 8 によってコバルト標準液を正確に加える。

表 8—検量線用溶液の調製 (直接法)

コバルト定量範囲 [質量分率 (%)]	鉄 はかりとり量 g	使用する コバルト標準液	コバルト標準液添加量 mL	検量線用溶液中の コバルト量 μg
0.1 以上 0.4 未満	0.50	B (6.23)	0, 1, 2, 3, 4	0, 50, 100, 150, 200
0.4 以上 2 未満	0.50	A (6.22)	0, 2, 4, 6, 8, 10	0, 200, 400, 600, 800, 1 000
2 以上 20 以下	0.20	A (6.22)	0, 5, 10, 20, 30, 40	0, 250, 500, 1 000, 1 500, 2 000

- 2) 以降、9.2 b) の 2)～4)、9.3 b) 及び 9.4 b) 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、9.3 b)で得た呈色液を検量線用溶液とする。

- 3) 得た吸光度と検量線用溶液中のコバルト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。

12 計算

9.4 及び簡条 10 で得た吸光度と簡条 11 で作成した検量線とから相当するコバルト検出量 (μg) を求め、試料中のコバルト含有率を、次の式によって算出する。

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

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

ここで、

- Co : 試料中のコバルト含有率 [質量分率 (%)]
 m_1 : 分取した試料溶液中のコバルト検出量 (μg)
 m_2 : 分取した空試験液中のコバルト検出量 (μg)
 m_3 : 簡条 10 ではかりとった鉄 (6.13) 中に含まれるコバルトの量 (μg)
 鉄中のコバルト含有率 (質量分率) が、次の場合は 0 とする。
 抽出法 : 0.000 1 %未満であることが保証されている。
 直接法 : 0.01 %未満であることが保証されている。
 m : 簡条 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
 抽出法 : 分取量 (表 4) /100 で求める。
 直接法 : 分取量 (表 5) /100 で求める。

13 許容差

許容差は、表 9 による。

表 9—許容差

操作	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 (%)]
抽出法	0.010 以上	0.020 以下		$f(n) \times 0.000\,5$	$f(n) \times 0.001\,2$
直接法	0.10 以上	2.0 未満	$f(n) \times$	$[0.019\,6 \times (Co) + 0.000\,6]$	$f(n) \times [0.038\,9 \times (Co) - 0.013\,0]$
	2.0 以上	20 以下	$f(n) \times$	$[0.005\,2 \times (Co) + 0.036\,7]$	$f(n) \times [0.010\,0 \times (Co) + 0.052\,3]$

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 抽出法の許容差は、コバルト含有率 (質量分率) 0.012 %及び 0.018 %の試料を、直接法の許容差は、コバルト含有率 (質量分率) 0.11 %以上 16.91 %以下の試料を用いた共同実験の結果から得た。