

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 1212-2

規格名称 鉄及び鋼—けい素定量方法—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

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”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 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

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 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	4
9.3 吸光度の測定	4
10 空試験	4
11 検量線の作成	5
12 計算	5
13 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 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

Iron and steel—Determination of silicon—
Part 2: Ammonium iron (II) sulfate reduced
molybdosilicate spectrophotometric method

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、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について規定する。

この方法は、けい素含有率（質量分率）0.01%以上1%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 この方法は、介在物としてのけい素を多量に含む試料では、精確さが劣る場合がある。

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、塩酸及び過酸化水素、又は混酸 (6.2) で分解し、モリブデン (VI) 酸アンモニウムを加えて酸化モリブドけい酸塩とし、しゅう酸溶液を加えてりん、ひ素、鉄などの影響を除いた後、硫酸アンモニウム鉄 (II) で還元して青色の錯体を生成させる。分光光度計を用いて、810 nm 又は 660 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。この方法では、使用する試薬及び水に含まれるけい素が誤差の原因となるので、できるだけ純度が高く、けい素含有率が低い試薬及び水を使用する。また、調製した試薬溶液は、樹脂製容器 (7.1) に保存する。

6.1 塩酸

6.2 混酸 [塩酸 (1+1) 1, 硝酸 (1+1) 2] 使用の都度、調製する。

6.3 過酸化水素

6.4 鉄 純度の高い鉄で、けい素含有率 (質量分率) が、0.001 %未満であることが保証されているか、又は 0.01 %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。

6.5 硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液 硫酸アンモニウム鉄 (II) 六水和物 150 g に温水約 500 mL 及び硫酸 (1+1) 200 mL を加えて溶解し、室温まで冷却した後、溶液をろ紙 (5 種 A) を用いてろ過する。ろ紙を水で数回洗浄し、ろ液と洗液とを合わせ、水で液量を 1 000 mL とする。

6.6 モリブデン (VI) 酸アンモニウム溶液 モリブデン (VI) 酸アンモニウム四水和物 100 g に温水を加えて溶解し、室温まで冷却した後、水で液量を 1 000 mL とする。使用の都度、ろ過して用いる。

6.7 しゅう酸溶液 しゅう酸二水和物 100 g を温水に溶解し、室温まで冷却した後、水で液量を 1 000 mL とする。

6.8 けい素原液 (Si : 200 µg/mL) あらかじめ 1 000 °C で 1 時間強熱した後、デシケーター中で常温まで放冷した二酸化けい素 (質量分率 99.95 %以上) 0.428 0 g をはかりとって白金るつぼ (30 mL) に移し入れ、炭酸ナトリウム 2.5 g を加えて混ぜ合わせ、加熱して融解する。放冷した後、白金るつぼを温水 100 mL を入れた樹脂製ビーカー (200 mL) 又は白金皿 (150 mL) 中に浸して融成物を完全に溶解し、白金るつぼを水で洗って取り出す。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けい素原液とする。この原液は、樹脂製容器に入れて保存する。

6.9 けい素標準液 (Si : 50 µg/mL) 使用の都度、けい素原液 (6.8) 50.0 mL を樹脂製ビーカー (200 mL) に取り、塩酸で中和 (pH 7 付近) した後、200 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けい素標準液とする。

7 装置及び器具

装置及び器具は、次による。

7.1 樹脂製容器 樹脂製の瓶、容器などは、ポリエチレン、ポリプロピレン、ふっ素樹脂などの合成樹脂製を指す。

7.2 分光光度計 810 nm 又は 660 nm の波長における吸光度の測定に適した分光光度計を用いる。

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

けい素定量範囲 [質量分率 (%)]	試料のはかりとり量 g
0.01 以上 0.1 未満	0.50
0.1 以上 1 以下	0.10

9 操作

9.1 試料溶液の調製

試料溶液の調製操作は、次のいずれかによる。

a) 塩酸と過酸化水素とで分解容易な試料の場合

1) 試料をはかりとってトールビーカー (200 mL) 又はビーカー (300 mL) に移し入れる。

注記 分解の反応が激しいため、トールビーカーを使用する場合がある。

2) 時計皿で覆って、塩酸 (6.1) を試料のはかりとり量が 0.50 g のときには 20 mL、0.10 g のときには 15 mL 加える。さらに、過酸化水素 (6.3) 10 mL を少量ずつ注意しながら加え、激しい反応がおさまった後、穏やかに加熱して分解する。

3) 温水 20 mL を加え、沸騰直前の状態まで加熱した後、引き続き沸騰しない程度に約 3 分間加熱して過剰の過酸化水素を完全に分解する。わずかに冷却した後、時計皿の下面を温水で洗って時計皿を取り除く。

4) 3) で得た溶液をろ紙 (5 種 B) を用いてろ過し、少量の温水で洗浄し、ろ液と洗液とを合わせる。溶液中に炭化物又は残さ (渣) を認めない場合には、この操作を省略してもよい。なお、試料中にタングステンを含む場合は、この操作を行わない。

5) 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。

b) 混酸に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、混酸 (6.2) を試料のはかりとり量が 0.50 g のときには 25 mL、0.10 g のときには 15 mL 加え、穏やかに加熱して分解する。

3) 温水 20 mL を加えて加熱し、沸騰させて窒素酸化物を追い出す。わずかに冷却した後、時計皿の下

面を温水で洗って時計皿を取り除く。

- 4) 3)で得た溶液に、a)の4)の操作を行う。
- 5) a)の5)の操作を行う。

9.2 呈色

呈色の操作は、次による。

なお、試料中のけい素含有率（質量分率）が0.1%未満の場合で、9.3の操作で660 nmの波長における吸光度を測定するときは、ニッケル含有率（質量分率）20%、クロム含有率（質量分率）10%、コバルト含有率（質量分率）25%又は、バナジウム含有率（質量分率）2.4%以上を単独で含む試料では、その有色イオンの影響が無視できないので、補償溶液を併行して調製する。

- a) 9.1のa)又はb)で得た試料溶液を、表3に従って分取し、100 mLの全量フラスコに移し入れる。補償溶液を調製する場合は、試料溶液をそれぞれもう1個、表3に従って分取し、別の100 mL全量フラスコに移し入れる。

なお、試料中にタングステンを含む場合は、試料溶液を乾いたろ紙（5種C）でろ過した後、そのろ液を分取する。

- b) モリブデン（VI）酸アンモニウム溶液（6.6）を表3に従って加えて振り混ぜ、10分間放置した後、しゅう酸溶液（6.7）を表3に従って加え、振り混ぜる。

補償溶液を調製する場合には、モリブデン（VI）酸アンモニウム溶液を加えない。

- c) 30秒間以内に硫酸アンモニウム鉄（II）溶液（6.5）5 mLを加え、振り混ぜた後、水で標線までうすめ、呈色液又は補償溶液とする。

注り 呈色液は、液温が20℃～30℃のときは、呈色した後、60分間は安定であるが、液温が15℃以下又は35℃以上のときは、定量値が低値となる。

表3—試料溶液の分取量及び試薬の添加量

けい素定量範囲 [質量分率 (%)]	試料溶液の分取量	モリブデン（VI）酸 アンモニウム溶液（6.6）	しゅう酸溶液 （6.7）
	mL	mL	mL
0.01 以上 0.1 未満	20	15	25
0.1 以上 1 以下	10	10	15

9.3 吸光度の測定

9.2で得た呈色液を、呈色1分間後にその一部を分光光度計（7.2）の吸収セル（10 mm）に取り、水を対照液として810 nmの波長における吸光度を測定する。なお、810 nmの波長における吸光度が、0.7を超える場合には、660 nmの波長における吸光度を測定する。その場合には、検量線も660 nmの波長における吸光度を測定して作成したものを用いる。

補償溶液の吸光度は、呈色液及び空試験液と同じ条件で測定し、その値を対応する呈色液及び空試験液の吸光度から差し引く。

10 空試験

試料の代わりに試料と同量の鉄（6.4）をはかりとってトールビーカー（200 mL）又はビーカー（300 mL）

に移し入れ、以降 9.1 a) 2)~5)、9.2 及び 9.3 の手順、又は 9.1 b) 2)~5)、9.2 及び 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 検量線の作成

表 4 のけい素定量範囲ごとに 6 個のトールビーカー (200 mL) 又はビーカー (300 mL) を準備し、それぞれに試料と同量の鉄 (6.4) をはかりとって移し入れ、9.1 の a) 2) 及び 3) 又は b) 2) 及び 3) の手順に従って操作し、更にけい素標準液 (6.9) を表 4 に従って正確に加える。なお、再現性が良いことを確認した場合にだけ、けい素の定量範囲を区分して、これより少ない数で作成してもよい。

以降、9.1 a) 5)、9.2 及び 9.3 の手順、又は 9.1 b) 5)、9.2 及び 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い、得た吸光度と呈色液中のけい素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 4—けい素標準液添加量

けい素定量範囲 [質量分率 (%)]	けい素標準液 (6.9) 添加量 mL	呈色液中のけい素量 µg
0.01 以上 0.1 未満	0, 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0	0, 20, 40, 60, 80, 100
0.1 以上 1 以下	0, 4.0, 8.0, 12.0, 16.0, 20.0	0, 20, 40, 60, 80, 100
注記 呈色液中のけい素量は、9.2 に従って分取して調製した、検量線用溶液中のけい素量である。		

12 計算

9.3 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けい素検出量 (µg) を求め、試料中のけい素含有率を、次の式によって算出する。

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

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

ここで、

- Si : 試料中のけい素含有率 [質量分率 (%)]
- m_1 : 分取した試料溶液中のけい素検出量 (µg)
- m_2 : 分取した空試験液中のけい素検出量 (µg)
- m_3 : 簡条 10 ではかりとった鉄 (6.4) 中に含まれるけい素の量 (µg)
鉄中のけい素含有率 (質量分率) が、0.001 %未満であることが保証されている場合は、0 とする。
- 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
分取量 (表 3) / 100 で求める

13 許容差

許容差は、表 5 による。

表 5—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 (%)]
0.01 以上 0.1 未満	$f(n) \times [0.0066 \times (Si)^{0.5677}]$	$f(n) \times [0.0141 \times (Si)^{0.5423}]$
0.1 以上 1 以下	$f(n) \times [0.0043 \times (Si) + 0.0022]$	$f(n) \times [0.0137 \times (Si)^{0.5169}]$

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、 (Si) 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 この表の許容差計算式は、けい素含有率 (質量分率) 0.01 % 以上 1.0 % 以下の試料を用いた共同実験の結果から得た。