

**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 1214-2

規格名称 鉄及び鋼—りん定量方法—第2部：モリブドリン酸抽出分離吸光光度法

**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2部：モリブドリン酸抽出分離吸光光度法”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

附属書A（モリブドバナドリリン酸抽出吸光光度法）

**(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**

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目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
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 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	4
9.2 呈色	5
9.3 吸光度の測定	5
10 空試験	5
11 検量線の作成	6
12 計算	6
13 許容差	6
附属書 A (規定) モリブドバナドリル酸抽出吸光光度法	9
附属書 JA (参考) JIS と対応国際規格との対比表	14

## 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—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2部：モリブドリン酸抽出分離吸光光度法

### Iron and steel—Determination of phosphorus— Part 2: Spectrophotometric methods after phosphomolybdate extraction

#### 序文

この規格は、2024年に第2版として発行されたISO/FDIS 10714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、対応国際規格の具体的な操作方法は、附属書Aに規定し、箇条5までにおいて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、鉄及び鋼のりん定量方法のうち、モリブドリン酸抽出分離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）0.0003%以上1.0%以下の定量に適用する。なお、本体の方法は、りん含有率（質量分率）0.0003%以上0.010%以下の定量に適用するが、タングステン含有率（質量分率）0.1%以上の試料には適用不可能である。附属書Aの方法は、りん含有率（質量分率）0.0010%以上1.0%以下の定量に適用する。

**注記1** 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	0.0003 以上 1.0 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/FDIS 10714:2024, Steel and iron - Determination of phosphorus content - Phosphovanadomolybdate spectrophotometric 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。

#### 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、過塩素酸の白煙処理をする。モリブデン（VI）酸アンモニウムを加え、生成したモリブドリン酸を酢酸イソブチルで抽出する。以降、次のいずれかの方法による。

- 有機相の一部を取り、分光光度計を用いて 310 nm の波長における吸光度を測定する（以下、モリブドリン酸を測定する場合という）。
- 塩化すず（II）を加え、モリブドリン酸青を水相に生成させ、分光光度計を用いて 700 nm 又は 940 nm の波長における吸光度を測定する（以下、モリブドリン酸青を測定する場合という）。

又は、試料を酸化性の混酸で分解し、過塩素酸の白煙処理をした後、クロムを二塩化二酸化クロムとして揮散する。けい素などをふっ化水素酸でマスクングした後、バナジン（V）酸アンモニウム及びモリブデン（VI）酸アンモニウムを加え、生成したモリブドバナドリル酸を4-メチル-2-ペンタノンで抽出する。有機相の一部を取り、分光光度計を用いて 355 nm の波長における吸光度を測定する（以下、モリブドバナドリル酸抽出吸光度法という。附属書 A 参照）。

### 6 試薬

試薬は、次による。

#### 6.1 塩酸

#### 6.2 硝酸（1+1）

#### 6.3 過塩素酸

#### 6.4 過塩素酸（1+3）

#### 6.5 ふっ化水素酸（1+8）

#### 6.6 臭化水素酸

#### 6.7 ほう酸

## 6.8 混酸（塩酸 1, 硝酸 1）

6.9 鉄 純度の高い鉄で、りん含有率（質量分率）が、0.000 03 %未満であることが保証されているか、又は 0.000 3 %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。

## 6.10 過酸化水素

6.11 塩化すず（II）溶液 塩化すず（II）二水和物 3 g に塩酸（1+1）20 mL を加え、加熱して溶解し、室温まで冷却した後、水で液量を 100 mL とする。この溶液は、使用の都度、調製する。

6.12 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 4 g に水約 70 mL 及び過塩素酸 2 mL を加えて溶解し、水で液量を 100 mL とする。

6.13 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 を温水約 900 mL に溶解し、室温まで冷却した後、水で液量を 1 000 mL とする。沈殿物を認めた場合は、ろ過してろ液を使用する。

6.14 酢酸イソブチル 酢酸-2-メチルプロピル  $[\text{CH}_3\text{COOCH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)_2]$

6.15 りん原液（P : 25  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ） りん酸二水素カリウムを 110 °C で乾燥して恒量とし、デシケーター中で常温まで放冷した後、その 0.109 8 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。

6.16 りん標準液（P : 5  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ） りん原液（6.15）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 310 nm, 700 nm 及び 940 nm の波長における吸光度の測定に適した分光光度計を使用する。

7.2 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。塩酸に長時間浸した後、水で十分洗浄して使用する。

7.3 石英ガラス製容器 ビーカー、全量フラスコなどの容器は、塩酸に長時間浸した後、水で十分洗浄して使用する。

## 8 試料のはかりとり

試料のはかりとり量は、1.0 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 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、石英ガラス製 (7.3) 又は樹脂製 (7.2) 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、硝酸 (1+1) (6.2) 30 mL を加え、穏やかに加熱して分解する。
- 3) 過塩素酸 (6.3) 15 mL を加えて加熱を続け、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約 5 分間持続させる。
- 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 30 mL を加えて振り混ぜ、塩類を溶解して、常温まで冷却する。
- 5) 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、石英ガラス製又は樹脂製ビーカー (200 mL) に受け、常温まで冷却する。残さは、捨てる。なお、溶液中に沈殿物を認めない場合は、ろ過の操作を省略してよい。
- 6) 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。

### b) 硝酸で分解困難な試料の場合

- 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 (6.8) 20 mL を加え、穏やかに加熱して分解する。
- 3) a) 3)～a) 6)の操作を行う。

### c) クロム含有率 (質量分率) 1.5 %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 30 mL を加えて塩類を溶解する。過酸化水素 (6.10) 2 mL を加えてクロムを還元した後、加熱して沸騰させ、過剰の過酸化水素を分解する。
- 4) 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。
- 5) a) 5)及び a) 6)の操作を行う。

### d) バナジウム含有率 (質量分率) 0.025 %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ビーカー (200 mL) に移し入れる。
- 2) c) 2)～c) 4)及び a) 5)の操作を行う。
- 3) 硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液 (6.12) 5 mL を加えてバナジウムを還元する。なお、この操作を 2) のろ過操作の前に行ってもよい。
- 4) a) 6)の操作を行う。

### e) ニオブ、チタン又はジルコニウム含有率 (質量分率) 0.005 %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、時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、ふっ化水素酸 (1+8) (6.5) 10 mL 及び少量の水を加えて塩類を溶解する。水で液量を 70 mL～80 mL とした後、ほう酸 (6.7) 2.5 g を加えかき混ぜて溶解し、過剰のふっ化物イオンをマスキングする。
- 4) a) 5)及び a) 6)の操作を行う。

#### f) ひ素含有率（質量分率）0.001 %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、塩酸（6.1）10 mL 及び臭化水素酸（6.6）5 mL を加え、加熱して乾固直前まで蒸発させる。再び過塩素酸 10 mL を加えて加熱を続け、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約 5 分間持続させる。
- 4) a) 4)～a) 6)の操作を行う。

### 9.2 呈色

呈色は、次による。

- a) 試料溶液を表 2 に従って分取し、分液漏斗（100 mL）に移し入れる。

表 2—分取量

りん定量範囲 [質量分率 (%)]	分取量 mL
0.000 3 以上 0.005 未満	20
0.005 以上 0.01 以下	10

- b) 過塩素酸を正確に 8 mL 加え、水で液量を 30 mL とし、よく振り混ぜる。モリブデン（VI）酸アンモニウム溶液（6.13）10 mL を加えてよく振り混ぜた後、約 5 分間静置する。
- c) 酢酸イソブチル（6.14）を正確に 10 mL 加え、1 分間激しく振り混ぜる。静置して完全に 2 層に分離させた後、下層の水相を捨てる。過塩素酸（1+3）（6.4）10 mL を加え、30 秒間振り混ぜる。静置して完全に 2 層に分離させた後、下層の水相を捨てる。
- d) 呈色液は、次のいずれかとする。
  - 1) モリブドリン酸を測定する場合 c)の有機相を呈色液とする。
  - 2) モリブドリン酸青を測定する場合 c)の有機相に塩化すず（II）溶液（6.11）を正確に 10 mL 加え、30 秒間激しく振り混ぜる。静置して完全に 2 層に分離させ、下層の水相を呈色液とする。

### 9.3 吸光度の測定

吸光度の測定は、次のいずれかによる。

- a) モリブドリン酸を測定する場合 9.2 a)で得た呈色液を、乾いたろ紙（5 種 A）に通過させる。最初のろ液を数 mL 捨て、その後のろ液の一部を、分光光度計（7.1）の吸収セル（石英ガラス製、光路長 10 mm）に取り、酢酸イソブチルを対照液として、310 nm の波長における吸光度を測定する。
- b) モリブドリン酸青を測定する場合 9.2 b)で得た呈色液の一部を、分光光度計の吸収セル（光路長 10 mm）に取り、水を対照液として、700 nm 又は 940 nm の波長における吸光度を測定する。

## 10 空試験

試料の代わりに鉄（6.9）1.0 g をはかりとって、石英ガラス製（7.3）又は樹脂製（7.2）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), e) 2)又は f) 2)～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。9.1 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、次による。

- a) 表 3 のりん定量範囲ごとに、7 個の石英ガラス製 (7.3) 又は樹脂製 (7.2) ビーカー (200 mL) を準備し、それぞれに鉄 (6.9) 1.0 g をはかりとって、移し入れる。
- b) 表 3 に従ってりん標準液 (6.16) を正確に加える。
- c) 9.1 の a) 2)～a) 6)、9.2 及び 9.3 の操作を試料と併行して行う。なお、9.2 及び 9.3 の操作は、試料と同じ操作による。9.2 で得た呈色液を検量線用溶液とする。
- d) 得た吸光度と検量線用溶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 3—りん標準液添加量

りん定量範囲 [質量分率 (%) ]	りん標準液 (6.16) 添加量 mL	呈色液中のりん量 μg
0.000 3 以上 0.005 未満	0, 1, 2, 4, 6, 8, 10	0, 1, 2, 4, 6, 8, 10
0.005 以上 0.01 以下	0, 2, 4, 8, 12, 16, 20	0, 1, 2, 4, 6, 8, 10
<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

9.3 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 (%) ]  
 $m_1$ : 分取した試料溶液中のりん検出量 (μg)  
 $m_2$ : 分取した空試験液中のりん検出量 (μg)  
 $m_3$ : 簡条 10 ではかりとった鉄 (6.9) 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 03 %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 2) /100 で求める。

## 13 許容差

許容差は、表 4 による。

表 4—許容差

測定	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 (%) ]
モリブドリン酸 [9.3 a]	0.000 3 以上	0.010 以下	$f(n) \times [0.013 \times (P) + 0.000 097]$	$f(n) \times [0.057 \times (P) + 0.000 064]$
モリブドリン酸 青 [9.3 b]	0.000 3 以上	0.010 以下	$f(n) \times [0.021 \times (P) + 0.000 061]$	$f(n) \times [0.041 \times (P) + 0.000 077]$
<p>許容差計算式中の <math>f(n)</math> の値は、JIS Z 8402-6 の表 1 [許容範囲の係数 <math>f(n)</math>] による。<math>n</math> 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、<math>(P)</math> は、許容差を求めるりん定量値の平均値 [質量分率 (%) ] である。</p> <p><b>注記</b> 測定をモリブドリン酸で行う場合の許容差は、りん含有率 (質量分率) 0.000 1 %以上 0.008 7 %以下の試料を、モリブドリン酸青で行う場合の許容差は、りん含有率 (質量分率) 0.000 1 %以上 0.008 9 %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)

### モリブドバナドリルン酸抽出吸光光度法

#### A.1 一般

この附属書は、対応国際規格の方法である、モリブドバナドリルン酸抽出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）0.001 0%以上 1.0%以下の定量に適用する。ひ素、ハフニウム、ニオブ、タンタル、チタン及びタングステンは、りんの定量を妨害するが、錯体の生成及び試料はかりとり量を少なくすることによって、ある程度妨害を抑えることが可能である。なお、表 A.1 のいずれかの条件を満足しない場合には、適用不可能である。

表 A.1 – 共存元素及びその許容含有率

りん含有率 [質量分率 (%)]	共存元素の許容含有率 [質量分率 (%)]					
	ひ素	ハフニウム	ニオブ	タンタル	チタン	タングステン
0.001 以上 0.005 以下	0.05 以下	0.1 以下	1 以下	0.1 以下	2 以下	2 以下
0.005 以上 0.010 以下	0.2 以下	0.5 以下	5 以下	0.5 以下	10 以下	8 以下
0.010 以上 0.100 以下	0.5 以下	1.5 以下	10 以下	1.0 以下	25 以下	25 以下
0.100 以上 1.0 以下	0.2 以下	0.5 以下	5 以下	0.5 以下	10 以下	8 以下

#### A.2 試薬

試薬は、次による。

##### A.2.1 塩酸

##### A.2.2 硝酸

##### A.2.3 硝酸 (1+4)

##### A.2.4 過塩素酸

##### A.2.5 ふっ化水素酸

A.2.6 亜硝酸ナトリウム溶液 亜硝酸ナトリウム 50 g を水に溶解し、水で 1 000 mL にうすめる。

A.2.7 バナジン (V) 酸アンモニウム溶液 バナジン (V) 酸アンモニウム 2.5 g を水に溶解し、水で 1 000 mL にうすめる。

A.2.8 四ふっ化ほう素酸溶液 ほう酸 75 g を樹脂製 (A.3.2) のビーカーにとり、水 600 mL に溶解する。ふっ化水素酸 50 mL を加えて、水で 1 000 mL にうすめる。ほう酸が完全に溶解しない場合は、穏やかに加熱してもよい。この溶液は、樹脂製の瓶に保存する。

**A.2.9 くえん酸溶液** くえん酸一水和物 500 g を水に溶解し、水で 1 000 mL にうすめる。

**A.2.10 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 150 g を水に溶解し、水で 1 000 mL にうすめる。この溶液は、使用の都度、調製する。

**注記** 空試験値が高く、かつ、不安定な場合、この試薬に原因があることが多い。別のロットのモリブデン (VI) 酸アンモニウム四水和物から調製し直すと解消する場合がある。

**A.2.11 4-メチル-2-ペンタノン** 一連の定量操作において、同じロットの 4-メチル-2-ペンタノンを使用する。

**A.2.12 りん原液 (P : 1 000 µg/mL)** りん酸二水素カリウムを 110 °C で乾燥して恒量とし、デシケータ一中で常温まで放冷した後、その 4.393 6 g をはかりとり、水で溶解して 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。

**A.2.13 りん標準液 (P : 10 µg/mL)** りん原液 (A.2.12) を、使用の都度、水で正確に 100 倍にうすめてりん標準液とする。

### A.3 装置及び器具

装置及び器具は、次による。

**A.3.1 分光光度計** 355 nm の波長における吸光度の測定に適したもの。

**A.3.2 樹脂製容器** ふっ素樹脂製のビーカーで、黒鉛ベースなどが付いた加熱可能なもの。あらかじめ沸騰した塩酸 (1+1) で約 2 分間洗浄した後、水で十分に洗浄してから使用する。

**注記** 対応国際規格では、280 °C までの酸の蒸気にも耐えるペルフルオロアルコキシふっ素樹脂 (PFA) 製を推奨している。

**A.3.3 熱板** 表面温度を制御可能なもの。

### A.4 試料のはかりとり

試料のはかりとり量は、表 A.2 による。

表 A.2—試料のはかりとり量

りん定量範囲 [質量分率 (%)]	共存元素の許容含有率 [質量分率 (%)]						試料 はかりとり量 g
	ひ素	ハフニウム	ニオブ	タンタル	チタン	タングステン	
0.001 以上 0.005 以下	0.05 以下	0.1 以下	1 以下	0.1 以下	2 以下	2 以下	1.0
0.005 以上 0.01 以下	0.2 以下	0.5 以下	5 以下	0.5 以下	10 以下	8 以下	0.25
0.01 以上 0.04 以下	0.5 以下	1.5 以下	15 以下	1.5 以下	25 以下	25 以下	0.10
0.01 以上 0.1 以下	0.5 以下	1.5 以下	15 以下	1.5 以下	25 以下	25 以下	0.10
0.1 以上 1 以下	0.2 以下	0.5 以下	5 以下	0.5 以下	10 以下	8 以下	0.25

## A.5 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.5.1 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) りん定量範囲（質量分率）0.1%以下の場合

- 1) 試料をはかりとって、樹脂製（A.3.2）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、硝酸（A.2.2）5 mL 及び塩酸（A.2.1）5 mL を加える。ニオブ又はタンタルを多量に含む試料の場合は、更にふっ化水素酸（A.2.5）7 mL を加える。反応が終わるまで、熱板（A.3.3）上で穏やかに加熱する。
- 3) 過塩素酸（A.2.4）10 mL を加え、時計皿をずらして加熱を続け、過塩素酸の濃厚な白煙を発生させる。時計皿の下面に液滴が認められなくなるまで白煙を発生し続ける。
- 4) クロム含有率（質量分率）0.1%以上の試料の場合は、引き続き加熱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を1滴ずつ加え、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。

クロム含有率（質量分率）0.1%未満の試料の場合は、この操作を省略する。

- 5) 硝酸（1+4）（A.2.3）25 mL 及びふっ化水素酸 6 mL を加え、8分～10分間沸騰させて、沈殿物をすべて溶解する。沸騰させた後に、沈殿物を認めた場合は、更にふっ化水素酸 2 mL を加え、再度沸騰させる。

沈殿物が溶解しない場合、又はこの後の操作で沈殿が生成した場合は、試料のはかりとり量を少なくして1)からやり直す。

時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、亜硝酸ナトリウム溶液（A.2.6）10 mL を加え、二塩化二酸化クロムとして除去されなかった二酸化クロムを還元し、10分間沸騰させて亜硝酸を揮散させる。沸騰させている間は、ビーカーの内壁を水で数回洗い流す。

- 6) 溶液をわずかに冷却し、四ふっ化ほう素酸溶液（A.2.8）40 mL を加える。溶液を10分以内で20℃～30℃に冷却し、試料溶液とする。直ちに、呈色及び抽出（A.5.2）の操作に移る。

**注記 1** 操作が遅れると、酸化物が再び沈殿する。

#### b) りん定量範囲（質量分率）が0.1%を超える場合

- 1) a) 1)の操作を行う。
- 2) a) 2)の操作を行う。
- 3) 時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、水で100 mL にうすめる。冷却し、黒鉛を認めた場合は、ろ過分離して除去する。
- 4) 3)の溶液を200 mL の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る。この溶液を、りん含有量が0.1 mg を超えない量（V mL）だけ分取して、樹脂製ビーカーに移し入れ、ビーカーと同じ素材の時計皿で覆う。
- 5) a) 3)～a) 6)の操作を行う。

### A.5.2 呈色及び抽出

呈色及び抽出の操作は、次による。

- a) 試料溶液に、バナジン (V) 酸アンモニウム溶液 (A.2.7) 10 mL 及びモリブデン (VI) 酸アンモニウム溶液 (A.2.10) 15 mL をいずれも正確に加え、18 °C ~ 25 °C の温度で7分間以上静置する。静置時間は、15分を超えてはならない。
- b) a) の溶液を分液漏斗 (250 mL) に水を用いて移し入れ、くえん酸溶液 (A.2.9) 10 mL を加えて振り混ぜる。
- c) 直ちに4-メチル-2-ペンタノン (A.2.11) を正確に40 mL 加え、30秒間激しく振り混ぜる。静置して完全に2層に分離させた後、下層の水相を捨てる。ろ紙の小片で分液漏斗の脚の内側を拭き取る。  
有機相を、乾いたろ紙 (5種A) に通過させる。最初のろ液を数 mL 捨て、その後のろ液は、乾燥したビーカー (50 mL) に受け、呈色液とする。直ちに、吸光度の測定 (A.5.3) の操作に移る。

### A.5.3 吸光度の測定

4-メチル-2-ペンタノンを用いて、あらかじめ分光光度計 (A.3.1) のゼロ合わせをする。呈色液の一部を、吸収セル (石英ガラス製、光路長 10 mm) に取り、4-メチル-2-ペンタノンを対照液として、355 nm の波長における吸光度を測定する。なお、一連の吸光度測定は、18 °C ~ 25 °C の一定温度 (±1 °C) で行う。

**注記 2** 355 nm の波長は、この方法で得られる錯体の最大吸収波長ではない。錯体の最大吸収波長において測定しないのは、4-メチル-2-ペンタノンが、より短波長側から吸収を示すためである。呈色液中のりん量が少ない場合でも、溶媒の光吸収によって吸光度が負となることなく、かつ、4-メチル-2-ペンタノンを対照液として、空試験液の呈色液の吸光度を 340 nm の波長から長波長側へ走査して吸光度を測定したときに、その値が最大となる波長を選択している。

### A.6 空試験

試料を用いないで、A.5 の手順に従って、試料と同じ操作を試料と併行して行う。A.5.1 で得た溶液を空試験液とする。

### A.7 検量線の作成

検量線の作成は、次による。

- a) 5 個の樹脂製 (A.3.2) ビーカー (200 mL) を準備し、表 A.3 に従ってりん標準液 (A.2.13) を正確に加える。A.5.2 で得た溶液を検量線用溶液とする。
- b) A.5.1 の a) 2) ~ a) 6)、A.5.2 及び A.5.3 の操作を試料と併行して行う。なお、A.5.2 及び A.5.3 の操作は、試料と同じ操作による。
- c) 得た吸光度と検量線用溶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 A.3—りん標準液添加量

りん標準液 (A.2.13) 添加量 mL	呈色液中のりん量 µg
0, 2.5, 5.0, 7.5, 10.0	0, 25, 50, 75, 100
<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。	

### A.8 計算

**A.5.3** 及び **A.6** で得た吸光度と、**A.7** 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。

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

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

ここで、

- $P$  : 試料中のりん含有率 [質量分率 (%) ]  
 $m_1$  : 分取して得た試料溶液中のりん検出量 (μg)  
 $m_2$  : 分取して得た空試験液中のりん検出量 (μg)  
 $m$  : **A.4** ではかりとった試料の量 (g)  
 $B$  : 試料溶液及び空試験液を調製するための分取比分取量 [**A.5.1 b) 4)** の  $V$  ] / 200 で求める。  
**A.5.1 a)** で調製した場合は、 $B = 1$  とする。

## A.9 許容差

許容差は、**表 A.4** による。

**表 A.4—許容差**

			単位 質量分率 (%)
りん含有率	併行許容差 ( $r$ )	室内再現許容差 ( $R_w$ )	室間再現許容差 ( $R$ )
0.001 以上   1 以下	$f(n) \times [0.0179 \times (P)^{0.7496}]$	$f(n) \times [0.0234 \times (P)^{0.7208}]$	$f(n) \times [0.0421 \times (P)^{0.7375}]$
<p>許容差計算式中の <math>f(n)</math> の値は、<b>JIS Z 8402-6</b> の <b>表 1</b> [許容範囲の係数 <math>f(n)</math>] による。<math>n</math> の値は、併行許容差の場合は併行分析回数、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 (<math>P</math>) は、許容差を求めりん定量値の平均値 [質量分率 (%)] である。</p> <p><b>注記</b> この表の許容差計算式は、りん含有率 (質量分率) 0.0002% 以上 0.98% 以下の試料を用いた国際共同実験の結果から得た。</p>			

附属書 JA  
(参考)

JIS と対応国際規格との対比表

JIS G 1214-2		ISO/FDIS 10714:2024, (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	ISO 規格は、国際共同実験の結果を基に、りん含有率（質量分率）適用範囲を 0.0010 % 以上 1.0 % 以下と規定している。JIS は、日本独自の操作による国内共同実験の結果を解析して、0.0003 % 以上 0.010 % 以下と規定している。	現状のままとする。
3	—	変更	JIS は、用語及び定義を規定し、JIS G 1202 を引用している。	—
4	—	追加	JIS は、定量方法に共通な一般事項を規定し、鉄及び鋼の定量における共通事項を規定している JIS G 1202 を引用している。	—
5	4	選択	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ている。日本独自の操作又は ISO 規格の操作のいずれかによるとしている。	ISO 改訂時に、操作追加の提案を検討する。
—	7	削除	ISO 規格は、試料の採取及び調製方法を規定した ISO 14284 を規定している。JIS は、これを修正した JIS G 0417 を、この規格の引用規格である JIS G 1202 に規定しており、技術的な差異はない。	—
—	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。
6~13	5 6 8 9.1	変更	JIS は、対応国際規格の定量方法のうち、試薬、装置及び器具、試料のはかりとり、操作、空試験、検量線の作成、計算及び許容差の具体的な手順を附属書 A に規定している。	—
A.1	—	追加	JIS は、附属書 A が対応国際規格の操作方法の規定であることを記載している。	—
A.8	9.1	変更	ISO 規格は、計算式に希釈率の項を組み入れているが、JIS は、分取比（希釈率の逆数）としている。技術的には一致している。	—
A.9	9.2	変更	JIS は、ISO 規格の許容差の式を鋼材分析規格で共通の記載形式である指数式、かつ、JIS Z 8402-6 の表 1 [許容範囲の係数 $f(n)$ ] を用いた式に変更しているが、規定内容は一致している。	—
—	Annex A Annex B	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。	—

**注記 1** 箇条ごとの評価欄の用語の意味を、次に示す。

- － 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。
- － 選択：対応国際規格の規定内容とは異なる規定内容を追加し、それらのいずれかを選択している。

**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。

- － MOD：対応国際規格を修正している。

JIS DRAFT 2024/07/24