

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 1213-1

規格名称 鉄及び鋼－マンガン定量方法－第1部：ペルオキシ二硫酸アンモニウム酸化しゅう酸ナトリウム・過マンガン酸カリウム逆滴定法

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 1213:2001は、鉄及び鋼中のマンガン定量方法を規定したもので、2種類の定量方法を規定している。現行規格は、2001年に改正されて以降、約25年経過したが、この間、対応国際規格であるISO 629が改訂され、関係するJIS G 1201、JIS K 8001及びJIS K 8005が改正され、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：ペルオキシ二硫酸アンモニウム酸化しゅう酸ナトリウム・過マンガン酸カリウム逆滴定法”として制定し、併せてJIS G 1213を廃止する。

なお、ISO 629は、“第2部：過マンガン酸吸光光度法”の対応国際規格であり、この規格には対応国際規格がない。

【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

(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） ※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
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 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 マンガンの酸化	4
9.3 滴定	4
10 空試験	4
11 計算	5
12 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 1213:2001** 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 1213 規格群（鉄及び鋼－マンガン定量方法）は、次に示す部で構成する。

JIS G 1213-1 第 1 部：ペルオキシ二硫酸アンモニウム酸化しゅう酸ナトリウム・過マンガン酸カリウム逆滴定法

JIS G 1213-2 第 2 部：過マンガン酸吸光光度法

鉄及び鋼—マンガン定量方法—

第 1 部：ペルオキシ二硫酸アンモニウム酸化しゅう
酸ナトリウム・過マンガン酸カリウム逆滴定法Iron and steel—Determination of manganese—
Part 1: Sodium oxalate back titration by potassium permanganate
after ammonium peroxodisulfate oxidation

1 適用範囲

この規格は、鉄及び鋼中のマンガン定量方法のうち、ペルオキシ二硫酸アンモニウム酸化しゅう酸ナトリウム・過マンガン酸カリウム逆滴定法について規定する。

この方法は、マンガン含有率（質量分率）0.1 % 以上 30 % 以下の定量に適用する。

注記 JIS G 1213 規格群の定量範囲を表 1 に示す。

表 1—JIS G 1213 規格群の定量範囲

規格番号	定量範囲 [質量分率 (%)]
JIS G 1213-1	0.1 以上 30 以下
JIS G 1213-2	0.01 以上 20 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 K 8001 試薬試験方法通則

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、硝酸銀を触媒としてペルオキシ二硫酸アンモニウムでマンガンをマンガン(VII)に酸化する。一定量のしゅう酸ナトリウム溶液を加えてマンガン(VII)をマンガン(II)に還元した後、過剰のしゅう酸ナトリウムを過マンガン酸カリウム溶液で滴定する。

6 試薬

試薬は、次による。

6.1 硝酸 (1+1)

6.2 過塩素酸

6.3 ふっ化水素酸

6.4 硫酸 (1+10, 1+100)

6.5 王水 (塩酸 3, 硝酸 1)

6.6 混酸 (硫酸 3, リン酸 10, 水 17)

6.7 塩化ナトリウム

6.8 二硫酸カリウム

6.9 コバルト溶液 (Co : 0.02 g/mL) 硝酸コバルト (II) 六水和物 10 g を水約 70 mL に溶解し、水で液量を 100 mL とする。

6.10 ニッケル溶液 (Ni : 0.02 g/mL) 硫酸ニッケル (II) 六水和物 9 g を水約 70 mL に溶解し、水で液量を 100 mL とする。

6.11 硝酸銀溶液 (10 g/L)

6.12 ペルオキシ二硫酸アンモニウム溶液 (200 g/L) この溶液は、使用の都度、調製する。

6.13 硫酸マンガン (II) 溶液 硫酸マンガン (II) 五水和物 10 g を水 200 mL に溶解し、硫酸 (1+1) 50 mL を加える。冷却した後、振り混ぜながら 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 (6.15) を溶液の赤紫が約 1 分間消えなくなるまで滴加し、水で液量を 1 000 mL とする。

6.14 0.05 mol/L しゅう酸ナトリウム溶液 JIS K 8001 の JA.6.4 (滴定用溶液の調製、標定及び計算) の 1) [0.05 mol/L しゅう酸ナトリウム溶液 ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$: 6.700 g/L)] の 2) [しゅう酸ナトリウム (容量分析用標準物質など) の場合] による。

6.15 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 JIS K 8001 の JA.6.4 の g) [0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 (KMnO_4 : 3.161 g/L)] による。

7 器具

器具は、次による。

7.1 白金るつぽ 容量 30 mL のもの。以下、るつぽという。

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

マンガン定量範囲 [質量分率 (%)]	はかりとり量 g
0.1 以上 0.3 未満	2.0
0.3 以上 1.5 未満	1.0
1.5 以上 2 未満	0.50
2 以上 5 未満	0.25
5 以上 30 以下	0.10

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) 混酸及び硝酸で分解容易な試料の場合

- 1) 試料をはかりとって三角フラスコ (500 mL) に移し入れる。
- 2) 混酸 (6.6) 30 mL 及び硝酸 (1+1) (6.1) 10 mL を加え、加熱して分解し、引き続き加熱して窒素酸化物などを追い出して、試料溶液とする。

なお、タングステンを含む試料の場合は、引き続き加熱して三酸化硫黄の白煙を発生させた後に放冷し、水約 50 mL を加えて可溶性塩類を溶解して、試料溶液とする。

- 3) 2) で得た溶液に遊離炭素などの残さ (渣) を認めた場合は、水約 50 mL を加えた後、溶液をろ紙 (5 種 B) 及びろ紙パルプを用いてろ過する。ろ紙及び残さは、硫酸 (1+100) (6.4) で 4, 5 回洗浄し、ろ液及び洗液を三角フラスコ (500 mL) に受け、試料溶液とする。ろ紙及び残さは、捨てる。

b) はかりとった試料中にクロム 15 mg 以上を含む試料の場合

- 1) 試料をはかりとって三角フラスコ (500 mL) に移し入れる。
- 2) 王水 (6.5) 30 mL を加え、加熱して分解する。過塩素酸 (6.2) 20 mL を加えて引き続き加熱し、過塩素酸の白煙が発生する直前にふっ化水素酸 (6.3) を数滴加え、引き続き加熱してクロムを二クロム酸に酸化する。さらに、加熱を続けながら、塩化ナトリウム (6.7) 1 g~2 g を少量ずつ、褐色の煙が発生しなくなるまで加え、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。引き続き加熱して液量を 5 mL 以下とし、放冷する。
- 3) 水約 50 mL を加えて可溶性塩類を溶解する。

なお、タングステン酸、二酸化けい素などの沈殿を認めた場合は、溶液をろ紙（5 種 B）及びろ紙パルプを用いてろ過する。ろ紙及び残さは、硫酸（1+100）で 4, 5 回洗浄し、ろ液及び洗液を三角フラスコ（500 mL）に受ける。ろ紙及び残さは、捨てる。

- 4) 3)で得た溶液に混酸 30 mL を加えて、試料溶液とする。

c) 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（300 mL）に移し入れる。
- 2) 時計皿で覆って、混酸 30 mL 及び硝酸（1+1）10 mL を加え、加熱して分解し、引き続き加熱して窒素酸化物などを追い出す。
- 3) 時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、水を加えて液量を約 50 mL とし、溶液をろ紙（5 種 B）を用いてろ過する。ろ紙及び残さは、硫酸（1+100）で 4, 5 回、次に温水で 2, 3 回洗浄し、ろ液及び洗液は、三角フラスコ（500 mL）に受け、主液として保存する。
- 4) 3)のろ紙及び残さをろつば（7.1）に移し入れ、低温で加熱してろ紙を乾燥させる。さらに、約 800 °C で加熱してろ紙を灰化した後、放冷する。二硫酸カリウム（6.8）1 g～2 g を加え、加熱して残さを融解し、放冷した後、少量の温水及び硫酸（1+10）（6.4）1 mL を加えて融成物を溶解する。
- 5) 4)で得た溶液をろ紙（5 種 B）を用いてろ過する。ろ紙は、温水で 4, 5 回洗浄し、ろ液及び洗液を 3)で主液を保存した三角フラスコに受け、主液と合わせて試料溶液とする。ろ紙及び残さは、捨てる。

9.2 マンガンの酸化

マンガンの酸化は、次による。

- a) 9.1 で得た試料溶液に硝酸銀溶液（6.11）10 mL を加え、熱水を加えて液量を約 200 mL とした後、ペルオキシ二硫酸アンモニウム溶液（6.12）10 mL を加える。
- b) 溶液を加熱して沸騰させる。ペルオキシ二硫酸アンモニウムの分解によって発生する小さい気泡が大きい気泡に変わり、液面が静止状態となつてから、更に 30 秒～60 秒間加熱する。

9.3 滴定

滴定は、次による。

- a) 9.2 で得た溶液に、直ちに水約 50 mL 及び硫酸マンガン（II）溶液（6.13）1.0 mL～1.5 mL を加える。
なお、試料中に多量のニッケルを含む場合は、試料溶液中のニッケル量と添加するコバルト量との比が 4 : 1 となるようにコバルト溶液（6.9）を加え、試料中に多量のコバルトを含む場合は、試料溶液中のコバルト量と添加するニッケル量との比が 1 : 4 となるようにニッケル溶液（6.10）を加える。
- b) 溶液をかき混ぜながら、ビュレットを用いて 0.05 mol/L しゅう酸ナトリウム溶液（6.14）を滴加し、溶液の赤紫が消える時点で滴加をやめる。なお、試料中にバナジウムを含む場合は、しゅう酸ナトリウム溶液をゆっくり滴加する。
更に 2.00 mL を過剰に加えた後、しゅう酸ナトリウム溶液の使用量（mL）を正確に読み取る。
- c) 直ちにビュレットを用いて 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液（6.15）を滴加して、溶液が僅かに赤紫を呈する点を終点とし、過マンガン酸カリウム溶液の使用量（mL）を正確に読み取る。なお、試料中にバナジウムを含む場合は、赤紫が約 1 分間持続する点を終点とする。

10 空試験

試料を用いないで、9.1～9.3 の手順に従って、試料と同じ操作を試料と併行して行う。なお、0.05 mol/L しゅう酸ナトリウム溶液 (6.14) の使用量は、2.00 mL とする。9.1 で得た溶液を空試験液とする。

11 計算

計算は、次の式による。

$$Mn = \frac{[(V_1 - F \times V_2) - (2.00 - F \times V_3)] \times 0.001\,099}{m} \times 100$$

ここで、 Mn : 試料中のマンガン含有率 [質量分率 (%)]
 F : 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 (6.15) のファクター
 V_1 : 試料溶液の滴定における 0.05 mol/L しゅう酸ナトリウム溶液 (6.14) の使用量 (mL)
 V_2 : 試料溶液の滴定における 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液の使用量 (mL)
 V_3 : 空試験液の滴定における 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液の使用量 (mL)
 m : 簡条 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。

表 3—許容差

マンガン含有率 [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 (%)]
0.5 以上 20 以下	$f(n) \times [0.006\,4 \times (Mn) - 0.001\,6]$	$f(n) \times [0.009\,6 \times (Mn) + 0.004\,7]$
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、(Mn) は、許容差を求めるマンガン定量値の平均値 [質量分率 (%)] である。 マンガン含有率 (質量分率) 20 % 超え 30 % 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。 注記 この表の許容差計算式は、マンガン含有率 (質量分率) 0.71 % 以上 19.9 % 以下の試料を用いた共同実験の結果から得た。		