

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 1218-1

規格名称 鉄及び鋼—モリブデン定量方法—第1部：ベンゾイン- α -オキシム沈殿分離酸化モリブデン（VI）重量法

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 1218:1994は、鉄及び鋼中のモリブデン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、1994年に改正、1999年に追補改正されて以降、約24年間経過したが、この間、対応国際規格であるISO 4941が改訂されるとともに、関係するJIS Z 8402規格群が制定、JIS K 8001及びJIS G 1201が改正され、許容差の計算方法、試薬試験方法、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：ベンゾイン- α -オキシム沈殿分離酸化モリブデン（VI）重量法”として制定し、併せてG 1218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
- 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

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	2
6 試薬	2
7 装置	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 沈殿の生成	5
9.3 沈殿のひょう量	5
10 空試験	6
11 計算	6
12 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 1218:1999** 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 1218 規格群（鉄及び鋼—モリブデン定量方法）は、次に示す部で構成する。

JIS G 1218-1 第 1 部：ベンゾイン- α -オキシム沈殿分離酸化モリブデン（VI）重量法

JIS G 1218-2 第 2 部：チオシアン酸塩吸光光度法

鉄及び鋼—モリブデン定量方法—

第1部：ベンゾイン- α -オキシム沈殿分離 酸化モリブデン（VI）重量法

Iron and steel—Determination of molybdenum— Part 1: Molybdenum(VI) oxide gravimetric method after benzoin- α -oxime complex coprecipitation separation

1 適用範囲

この規格は、鉄及び鋼中のモリブデン定量方法のうち、ベンゾイン- α -オキシム沈殿分離酸化モリブデン（VI）重量法について規定する。

この方法は、モリブデン含有率（質量分率）0.03%以上12.0%以下の定量に適用する。

注記1 JIS G 1218 規格群の定量範囲を表1に示す。

表1—JIS G 1218 規格群の定量範囲

規格番号	定量範囲 [質量分率 (%)]
JIS G 1218-1	0.03 以上 12.0 以下
JIS G 1218-2	0.001 以上 9.0 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、鉄などを酸化した後、ろ過分離する。ろ液に、硫酸アンモニウム鉄 (II) を加えてバナジウムなどを還元した後、ベンゾイン- α -オキシムを加えてベンゾイン- α -オキシムモリブデンを沈殿させてろ過し、鉄などから分離する。沈殿を加熱してモリブデンを酸化モリブデン (VI) として、恒量とした後、その質量をはかる。沈殿に不純物を含んでいる場合は、酸化モリブデン (VI) をアンモニア水で溶解し、不溶解物をろ過分離する。不溶解物を加熱して、恒量とした後、その質量をはかる。

6 試薬

試薬は、次による。

6.1 塩酸 (1+1, 2+100)

6.2 硝酸

6.3 過塩素酸

6.4 硫酸 (1+1, 1+5, 2+100)

6.5 亜硫酸水 (H_2SO_3) (飽和)

6.6 王水 (塩酸 3, 硝酸 1)

6.7 アンモニア水

6.8 水酸化ナトリウム溶液 (500 g/L)

6.9 鉄 純度の高い鉄で、モリブデン含有率 (質量分率) が、0.003 %未満であることが保証されているか、又は 0.03 %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 臭素水 (飽和)

6.11 混合融剤 (炭酸ナトリウム 1, 炭酸カリウム 1)

6.12 鉄溶液 鉄 (6.9) 0.500 g をはかりとってビーカー (200 mL) に移し入れる。時計皿で覆って、過塩素酸 20 mL を加え加熱して分解し、引き続き加熱して濃縮し、過塩素酸の白煙を発生させる。室温まで放冷した後、時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、過塩素酸 70 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。

6.13 チオシアン酸ナトリウム溶液 (100 g/L)

6.14 塩化すず (II) 溶液 塩化すず (II) 二水和物 50 g に塩酸 (1+1) 200 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 500 mL とする。この溶液は、約 2 g の粒状金属すずを加えて、褐色瓶中に保存する。

6.15 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 100 g を温水約 500 mL と硫酸 (1+1) 100 mL とで溶解した後、水で液量を 1 000 mL とする。

6.16 L(+)-酒石酸溶液 (500 g/L)

6.17 ベンゾイン- α -オキシム溶液 ベンゾイン- α -オキシム [$C_6H_5-CNOH-COH-C_6H_5$] 10 g をメタノール 500 mL に溶解する。

6.18 ベンゾイン- α -オキシム洗浄液 ベンゾイン- α -オキシム溶液 (6.17) 約 40 mL と硫酸 (1+99) 1 000 mL とを混合する。この溶液は、使用の都度、調製する。

6.19 モリブデン原液 (Mo : 1 000 μ g/mL) モリブデン (VI) 酸アンモニウム四水和物 1.840 g をはかりとって、温水に溶解した後、常温まで冷却する。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モリブデン原液とする。

なお、モリブデン原液の濃度は、この規格の方法によって求め、ファクターを計算して補正してもよい。

6.20 モリブデン標準液 (Mo : 100 μ g/mL) モリブデン原液 (6.19) を、使用の都度、水で正確に 10 倍にうすめて、モリブデン標準液とする。

7 装置

装置は、次による。

7.1 分光光度計 460 nm の波長における吸光度の測定に適したもの。

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

モリブデン定量範囲 [質量分率 (%)]				はかりとり量 g
0.03	以上	1	未満	2.0
1	以上	3	未満	1.0
3	以上	6	未満	0.50
6	以上	12	以下	0.25

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) 硫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ビーカー (300 mL) に移し入れる。
- 2) 時計皿で覆って、硫酸 (1+5) (6.4) 40 mL を加え、加熱して分解する。硝酸 (6.2) 5 mL を加え、加熱して沸騰させ、鉄、モリブデンなどを酸化し、引き続き加熱して濃縮する。時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、再び加熱して三酸化硫黄の白煙を発生させる。
- 3) 放冷した後、再び時計皿で覆って水約 50 mL を加え、加熱して沸騰させ塩類を溶解する。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) を用いてろ過する。ろ紙及び残さ (渣) は、温硫酸 (2+100) (6.4) で十分に洗浄し、ろ液及び洗液をビーカー (300 mL) に受け、水で液量を 100 mL とする。ろ紙及び残さは、捨てる。
- 4) 3)の溶液を約 25 °C に冷却した後、硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液 (6.15) 5 mL ~ 10 mL を加え、バナジウムなどを還元して、試料溶液とする。

b) タングステンを含む試料の場合

- 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、塩酸 (1+1) (6.1) 30 mL を加え、加熱して分解する。硝酸 5 mL を加え、加熱して沸騰させ、タングステンなどを酸化し、引き続き加熱して溶液の表面に皮膜が生じるまで濃縮する。
- 3) 塩酸 (1+1) 10 mL を加え、加熱して溶解する。温水約 50 mL を加え、引き続き加熱して 1 分~2 分間沸騰させた後、約 90 °C で 1 時間保持する。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) を用いてろ過する。ろ紙及び残さは、温塩酸 (2+100) で十分に洗浄し、ろ液及び洗液をビーカー (300 mL) に受ける。硫酸 (1+1) (6.4) 10 mL を加え、加熱して三酸化硫黄の白煙が発生するまで濃縮する。ろ紙及び残さは、保存する。空試験においても、ろ紙は、保存する。
- 4) a) 3) 及び a) 4) の操作を行う。

注記 残さのタングステン酸には、モリブデンが付着している。

c) 硫酸及び硝酸で分解困難な試料及びニオブを含む試料の場合

- 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、王水 (6.6) 30 mL を加え、加熱して分解する。過塩素酸 (6.3) 30 mL を加え、加熱して過塩素酸の濃厚な白煙を発生させて、クロムを二クロム酸に酸化する。放冷した後、温水約 100 mL を加え塩類を溶解する。亜硫酸水 (飽和) (6.5) 30 mL を加え、加熱して沸騰させクロムを還元する。
- 3) 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) を用いてろ過する。ろ紙及び残さは、温硫酸 (2+100) で十分に洗浄し、ろ液及び洗液は、ビーカー (300 mL) に受け、試料溶液とする。ろ紙及び残さは、捨てる。

d) 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、硫酸 (1+5) 40 mL を加え、加熱して分解する。硝酸 5 mL を加え、加熱して沸騰させ、鉄などを酸化する。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、溶液をろ紙 (5 種 B) を用いてろ過する。ろ紙及び残さは、温硫酸 (2+100) で十分洗浄し、ろ液及び洗液は、ビーカー (300 mL) に受け、主液として保存する。
- 3) ろ紙及び残さを白金ろつぼ (30 mL) に移し入れ、ろ紙を 500 °C 以下で灰化する。残さの 10 倍量 (約 2 g ~ 3 g) の混合融剤 (6.11) を加えて混合し、加熱して融解する。放冷した後、融成物を少量の塩酸 (1+1) 及び水で溶解し、2) で保存した主液と合わせる。加熱して、三酸化硫黄の白煙が発生するまで濃縮する。

- 4) a) 3)及び a) 4)の操作を行う。

9.2 沈殿の生成

試料溶液を氷片を入れた水浴などで 10 °C以下に冷却し、かき混ぜながらベンゾイン- α -オキシム溶液 (6.17) 10 mL を少量ずつ加え、更に、試料溶液中のモリブデン 10 mg 当たりベンゾイン- α -オキシム溶液 5 mL を加える。ベンゾイン- α -オキシム溶液を加える途中で、溶液をかき混ぜながら、臭素水 (飽和) (6.10) を溶液が黄色を呈するまで加える。再び、ベンゾイン- α -オキシム溶液を少量加える。

溶液を引き続き冷却しながらときどきかき混ぜ、10 分間放置する。少量のろ紙パルプを入れたろ紙 (5 種 A) を用いて溶液をろ過し、沈殿及びろ紙をベンゾイン- α -オキシム洗浄液 (6.18) で十分に洗浄する。ろ液及び洗液は、捨てる。

注記 ろ液を放置したときに、試薬の針状結晶が析出すれば、ベンゾイン- α -オキシム溶液の添加量が十分であったと判断している。

9.3 沈殿のひょう量

沈殿のひょう量は、次のいずれかによる。

a) タングステンを含まない試料の場合

- 1) 9.2 で得た沈殿及びろ紙を磁製るつぼ (30 mL) に移し入れ、加熱して乾燥した後、500 °C以下で加熱して、ろ紙を灰化する。デシケータ中で常温まで放冷した後、その質量をはかる。なお、灰化後の沈殿が純白であれば、引き続き加熱及び放冷の操作を繰り返して恒量とし、酸化モリブデン (VI) の質量としてもよい。
- 2) 1)の磁製るつぼにアンモニア水 (6.7) 約 5 mL を加えて酸化モリブデン (VI) を溶解し、ろ紙 (5 種 B) を用いてろ過する。沈殿及びろ紙を温水で十分に洗浄し、ろ液及び洗液は、捨てる。ろ紙及び残さを元の磁製るつぼに移し入れ、加熱して乾燥した後、500 °C以下でろ紙を灰化する。デシケータ中で常温まで放冷した後、その質量をはかる。加熱及び放冷の操作を繰り返して恒量とし、1)で得た質量から差し引いて、酸化モリブデン (VI) の質量とする。

b) タングステンを含む試料の場合

- 1) a)の操作を行う。
- 2) 9.1 の b) 3)で保存したろ紙及び残さをビーカー (300 mL) に移し入れる。
- 3) 時計皿で覆って、硝酸 20 mL 及び過塩素酸 20 mL を加え、加熱してろ紙を分解した後、更に、加熱して過塩素酸の濃厚な白煙を発生させる。
- 4) 放冷した後、水 30 mL を加え、加熱して沸騰させる。熱い溶液に L(+)-酒石酸溶液 (6.16) 20 mL を加え、水酸化ナトリウム溶液 (6.8) を加えて、わずかにアルカリ性としてタングステン酸を溶解する。過塩素酸を滴加して中和した後、更に 10 mL 加える。

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 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る。

- 5) 4)の溶液を 20 mL 分取して 50 mL の全量フラスコに移し入れ、鉄溶液 (6.12) 10 mL 及びチオシアン酸ナトリウム溶液 (6.13) 10 mL を加えて振り混ぜる。振り混ぜながら塩化すず (II) 溶液 (6.14) を正確に 5 mL 加え、水で標線までうすめる。
- 6) 常温で約 10 分間放置した後、その一部を分光光度計 (7.1) の吸収セル (10 mm) に取り、水を対照液として 460 nm の波長における吸光度を測定する。
- 7) 9.1 の b) 3)で保存した空試験のろ紙をビーカー (300 mL) に移し入れて、3)~6)の操作を行う。

8) 次によって、検量線を作成する。

8.1) 7個のビーカー（200 mL）を準備し、それぞれに鉄（6.9）0.500 gをはかりとって移し入れ、モリブデン標準液（6.20）を表3に従って正確に加える。

表3—モリブデン標準液添加量

モリブデン標準液（6.20）添加量 mL	検量線用溶液中のモリブデン量 μg
0, 5, 10, 15, 20, 25, 30	0, 50, 100, 150, 200, 250, 300

8.2) 時計皿で覆って、過塩素酸 10 mL を加え、加熱して分解し、引き続き加熱して過塩素酸の濃厚な白煙を発生させる。室温まで放冷した後、温水約 50 mL を加えて塩類を溶解する。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き、溶液を 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る。

8.3) 8.2)の溶液を 20 mL ずつ分取して 50 mL の全量フラスコに移し入れ、過塩素酸 10 mL 及びチオシアン酸ナトリウム溶液 10 mL を加えて振り混ぜる。振り混ぜながら塩化すず (II) 溶液を正確に 5 mL 加え、水で標線までうすめ、検量線用溶液とする。

8.4) 6)の操作を行い、得た吸光度と検量線用溶液中のモリブデン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。

9) 6)で得た吸光度から 7)で得た吸光度を差し引いて得た吸光度と 8)で作成した検量線とから相当するモリブデン量を求め、グラム単位に換算する。

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、9.1で得た溶液を空試験液とする。

11 計算

試料中のモリブデン含有率を、次のいずれかの式によって算出する。

a) タングステンを含まない試料の場合

$$Mo = \frac{(m_1 - m_0) \times 0.6666}{m} \times 100$$

ここで、

M_o : 試料中のモリブデン含有率 [質量分率 (%)]

m_1 : 9.3 a)で得た酸化モリブデン (VI) の質量 (g)

m_0 : 空試験 (箇条 10) の 9.3 a)で得た酸化モリブデン (VI) の質量 (g)

m : 箇条 8 ではかりとった試料の量 (g)

b) タングステンを含む試料の場合

$$Mo = \frac{[(m_1 - m_0) \times 0.6666] + m_2}{m} \times 100$$

ここで、

M_o : 試料中のモリブデン含有率 [質量分率 (%)]

- m_1 : 9.3 b) 1) で得た酸化モリブデン (VI) の質量 (g)
 m_2 : 9.3 b) 9) で得たモリブデンの質量 (g)
 m_0 : 空試験 (箇条 10) の 9.3 b) で得た酸化モリブデン (VI) の質量 (g)
 m : 箇条 8 ではかりとった試料の量 (g)

12 許容差

許容差は、表 4 による。

表 4—許容差

モリブデン含有率 [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 (%)]
0.03 以上 9.0 以下	$f(n) \times [0.0045 \times (Mo) + 0.0070]$	$f(n) \times [0.0063 \times (Mo) + 0.0116]$
<p>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、許容差計算式中の (Mo) は、許容差を求めるモリブデン定量値の平均値 [質量分率 (%)] である。</p> <p>注記 この表の許容差計算式は、モリブデン含有率 (質量分率) 0.06% 以上 8.9% 以下の試料を用いた共同実験の結果から得た。</p>		