

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 1224-2

規格名称 鉄及び鋼－アルミニウム定量方法－第2部：鉄分離クロムアズロールS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 1224:2001は、鉄及び鋼中のアルミニウム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、関係するJIS G 1201及びJIS K 8001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2部：鉄分離クロムアズロールS吸光光度法”として制定し、併せてJIS G 1224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） ※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 装置及び器具	3
8 試料のはかりとり	3
9 操作	3
9.1 一般	3
9.2 試料の分解	3
9.3 鉄などの分離除去	4
9.4 呈色	5
9.5 吸光度の測定	5
10 空試験	5
11 検量線の作成	5
12 計算	6
13 許容差	6

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 1224:2001 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 1224 規格群（鉄及び鋼－アルミニウム定量方法）は、次に示す部で構成する。

JIS G 1224-1 第 1 部：8-キノリノール沈殿分離臭素酸カリウム・チオ硫酸ナトリウム逆滴定法

JIS G 1224-2 第 2 部：鉄分離クロムアズロール S 吸光光度法

鉄及び鋼—アルミニウム定量方法—

第2部：鉄分離クロムアズロールS吸光光度法

Iron and steel—Determination of aluminium— Part 2: Chromeazurol S spectrophotometric method after separation of iron

1 適用範囲

この規格は、鉄及び鋼中のアルミニウム定量方法のうち、鉄分離クロムアズロールS吸光光度法について規定する。

この方法は、アルミニウム含有率（質量分率）0.000 5 % 以上 0.12 % 以下の定量に適用する。なお、この方法は、呈色のために分取した試料溶液中にクロム 600 μg 以上又はニッケル 2 mg 以上が共存する場合には、適用不可能である。

注記 JIS G 1224 規格群の定量範囲を表 1 に示す。

表 1—JIS G 1224 規格群の定量範囲

規格番号	定量範囲 [質量分率 (%)]
JIS G 1224-1	0.1 以上 5 以下
JIS G 1224-2	0.000 5 以上 0.12 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

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

試料を塩酸及び硝酸で分解し、ろ過する。残さ（渣）を融解して温水で溶解し、ろ液と合わせる。4-メチル-2-ペンタノンで大部分の鉄などを抽出して分離する。メルカプト酢酸及びクロムアズロール S を加えてアルミニウム錯体を生成させ、分光光度計を用いて、550 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。

6.1 塩酸 (7+5, 1+4)

6.2 硝酸

6.3 ふっ化水素酸

6.4 硫酸 (1+1, 1+9)

6.5 王水 (塩酸 3, 硝酸 1)

6.6 アンモニア水 (1+2)

6.7 二硫酸カリウム

6.8 鉄溶液 鉄（質量分率 99.9%以上）1.0 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、塩酸 10 mL 及び硝酸 5 mL を加え、穏やかに加熱して分解する。時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、引き続き加熱して蒸発乾固する。放冷した後、塩酸（7+5）10 mL を加え、加熱して塩類を溶解し、室温まで冷却する。

この溶液を分液漏斗（200 mL）に塩酸（7+5）20 mL を用いて移し入れ、4-メチル-2-ペンタノン 30 mL を加えて 1 分間激しく振り混ぜ、静置する。二層に分離した後、下層の水相を捨てる。水 20 mL を分液漏斗に加えて約 1 分間激しく振り混ぜ、静置する。二層に分離した後、下層の水相を元のビーカーに移し入れる。水 10 mL を分液漏斗に加えて約 1 分間激しく振り混ぜ、静置する。二層に分離した後、下層の水相を元のビーカーに移し入れて合わせる。有機相は、捨てる。

ビーカーを時計皿で覆って穏やかに加熱して、大部分の 4-メチル-2-ペンタノンを揮散させた後、硝酸 5 mL を加えて加熱し、時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、加熱を続けて蒸発乾固する。放冷した後、塩酸（1+1）20 mL を加え、穏やかに加熱して塩類を溶解する。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。

6.9 メルカプト酢酸溶液（体積分率 10 %）

6.10 酢酸アンモニウム溶液（200 g/L）

6.11 クベロン溶液（60 g/L） この溶液は、使用の都度、調製する。

6.12 クロムアズロール S 溶液 クロムアズロール S（ $C_{23}H_{13}Cl_2Na_3O_9S$ ）0.20 g を水 100 mL に溶解する。不溶解残さを認めた場合は、乾いたろ紙（5 種 A）でろ過する。

6.13 4-メチル-2-ペンタノン

6.14 クロロホルム

6.15 アルミニウム原液 (0.1 mg/mL) アルミニウム (質量分率 99.9 %以上) 0.100 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、塩酸 (1+1) 20 mL を加え、加熱して分解する。硝酸を数滴滴加して沸騰させ、窒素酸化物を追い出す。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アルミニウム原液とする。

6.16 アルミニウム標準液 A (5 µg/mL) アルミニウム原液 (6.15) を、使用の都度、水で正確に 20 倍にうすめて、アルミニウム標準液 A とする。

6.17 アルミニウム標準液 B (2 µg/mL) アルミニウム原液 (6.15) を、使用の都度、水で正確に 50 倍にうすめて、アルミニウム標準液 B 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 550 nm の波長における吸光度の測定に適したもの。

7.2 pH 計

7.3 白金るつぼ 容量 30 mL の白金るつぼ。以下、るつぼという。

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

アルミニウム定量範囲 [質量分率 (%)]	はかりとり量 g
0.000 5 以上 0.001 未満	2.0
0.001 以上 0.01 未満	1.0
0.01 以上 0.12 以下	0.50

9 操作

9.1 一般

微量のアルミニウムを定量する場合は、ガラス器具を石英ガラス製とするのがよい。9.3 の三酸化硫黄の白煙処理において、ビーカーからアルミニウムが溶出するおそれがある場合は、石英ガラス製ビーカーを使用する。

9.2 試料の分解

試料の分解は、次による。

- a) 試料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、王水（6.5）30 mL を加え、加熱して分解する。時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、引き続き加熱して液面に皮膜が生じるまで蒸発させた後、放冷する。
- b) 塩酸（1+4）（6.1）20 mL を加えて塩類を溶解し、溶液をろ紙（5 種 C）を用いてろ過する。ろ紙及び残さを温塩酸（1+4）で 2、3 回及び温水で 1、2 回洗浄する。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。
- c) ろ紙及び残さをろつば（7.3）に移し入れ、低温で加熱して乾燥させた後、約 800 °C で加熱してろ紙を灰化する。放冷した後、残さを硫酸（1+1）（6.4）で湿し、ふっ化水素酸（6.3）5 mL を加え、穏やかに加熱してふっ化けい素及び三酸化硫黄を揮散させる。放冷した後、二硫酸カリウム（6.7）2.0 g を加え、加熱して残さを融解する。放冷した後、融成物を温水約 10 mL で溶解し、溶液を b) で保存した主液と合わせる。

9.3 鉄などの分離除去

鉄などの分離除去は、次のいずれかによる。

a) チタン及びバナジウムを含まない試料の場合

- 1) 9.2 で得た溶液を加熱して約 10 mL まで濃縮し、室温まで冷却した後、溶液を分液漏斗（100 mL）に塩酸（7+5）（6.1）10 mL を用いて移し入れる。
- 2) 表 3 に従って 4-メチル-2-ペンタノン（6.13）を加え、1 分間激しく振り混ぜ、静置する。下層の水相をビーカー（300 mL）に移し入れ、時計皿で覆う。有機相は、捨てる。

表 3—4-メチル-2-ペンタノンの添加量

アルミニウム定量範囲 [質量分率 (%)]				4-メチル-2-ペンタノンの添加量 mL
0.000 5	以上	0.001	未満	30
0.001	以上	0.12	以下	20

- 3) ビーカーを加熱して大部分の 4-メチル-2-ペンタノンを揮散させる。硫酸（1+1）5 mL 及び硝酸（6.2）5 mL を加えて加熱し、大部分の水が蒸発してから時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、引き続き加熱して三酸化硫黄の白煙を約 2 分間発生させる。

なお、有機物の分解が不十分で白煙が着色している場合は、少し放冷した後、硝酸 1 mL を加え、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、水約 50 mL を加えて振り混ぜ、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) チタン及びバナジウムを含む試料の場合

- 1) a) の 1) 及び 2) の操作を行う。
- 2) ビーカーを加熱して大部分の 4-メチル-2-ペンタノンを揮散させる。硫酸（1+1）6 mL 及び硝酸 5 mL を加えて加熱し、大部分の水が蒸発してから時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、引き続き加熱して三酸化硫黄の白煙を発生させる。
- 3) 放冷した後、溶液を分液漏斗（100 mL）に少量の水を用いて移し入れ、水で液量を約 30 mL とする。流水で冷却した後、クペロン溶液（6.11）2.5 mL を加えて振り混ぜ、クロロホルム（6.14）10 mL を加え、約 1 分間激しく振り混ぜる。静置して二層に分離させた後、下層の有機相を捨てる。

チタン及びバナジウムを多量に含む試料の場合は、分液漏斗に再びクペロン溶液 2.5 mL を加えて

振り混ぜ、クロロホルム 10 mL を加え、約 1 分間激しく振り混ぜる。静置して二層に分離させた後、下層の有機相を捨てる。

- 4) 分液漏斗にクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜる。静置して二層に分離させた後、下層の有機相を捨てる。有機相に黄色の着色が認められなくなるまで、この操作を繰り返す。
- 5) 分液漏斗の水相を元のビーカーに移し入れ、時計皿で覆って、硝酸 5 mL を加えて加熱し、三酸化硫黄の白煙を発生させる。有機物の分解が不十分で白煙が着色している場合は、少し放冷した後、硝酸 1 mL を加え、再び加熱して三酸化硫黄の白煙を発生させる。a) 4) の操作を行う。

9.4 呈色

呈色は、次による。

- a) 9.3 で得た試料溶液を表 4 に従って分取し、100 mL の全量フラスコに移し入れる。

表 4—試料溶液の分取量

アルミニウム定量範囲 [質量分率 (%)]	分取量 mL
0.000 5 以上 0.005 未満	50
0.005 以上 0.01 未満	25
0.01 以上 0.05 未満	10
0.05 以上 0.12 以下	5

- b) メルカプト酢酸溶液 (6.9) を正確に 1 mL 及びクロムアズロール S 溶液 (6.12) を正確に 2 mL 加える。アンモニア水 (1+2) (6.6) を滴加して溶液を黄とした後、硫酸 (1+9) (6.4) を滴加し、最後の 1 滴で溶液をクロムアズロール S とアルミニウムとの錯体による赤とする。pH 計 (7.2) で pH が約 3.5 であることを確認するまで滴加してもよい¹⁾。酢酸アンモニウム溶液 (6.10) 5 mL を加え²⁾、水で標線までうすめて呈色液とする。

注¹⁾ 溶液の色による判断が難しい場合は、pH 計で確認している。

注²⁾ 酢酸アンモニウム溶液を加えた後の pH が 6.0~6.5 となる。

9.5 吸光度の測定

吸光度の測定は、次による。

- a) 9.4 で得た呈色液を 20 分間放置し、その一部を分光光度計 (7.1) の吸収セル (10 mm) に取る。
- b) 水を対照液として、550 nm の波長における a) の吸光度を測定する。

10 空試験

鉄溶液 (6.8) 5 mL をビーカー (300 mL) にとり、王水 (6.5) 30 mL を加える。加熱して乾固直前まで蒸発させた後、放冷する。以降、9.2 b)~9.5 の手順に従って、試料と同じ操作を試料と併行して行う。9.3 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) 数個の 100 mL の全量フラスコを準備し、それぞれに硫酸 (1+1) (6.4) 5 mL をとり、水で標線までうすめる。
- b) 7 個の 100 mL の全量フラスコを準備し、それぞれに、a) で得た溶液を 9.4 a) で分取した試料溶液の量と同じ量とる。表 5 に従って、アルミニウム標準液を正確に加え、以降、9.4 b) 及び 9.5 の手順に従って、試料と同じ操作を試料と併行して行う。
- c) 得た吸光度と呈色液中のアルミニウム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 5—アルミニウム標準液の添加量

アルミニウム定量範囲 [質量分率 (%)]	使用する 標準液	標準液 添加量 mL	呈色液中の アルミニウム量 μg
0.000 5 以上 0.001 未満	アルミニウム 標準液 B (6.17)	0	0
		1	2
		2	4
		3	6
		4	8
		5	10
		6	12
0.001 以上 0.12 以下	アルミニウム 標準液 A (6.16)	0	0
		1	5
		2	10
		3	15
		4	20
		5	25
		6	30

12 計算

9.5 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アルミニウム検出量 (μg) を求め、試料中のアルミニウム含有率を、次の式によって算出する。

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

ここで、
 Al : 試料中のアルミニウム含有率 [質量分率 (%)]
 m_1 : 分取した試料溶液中のアルミニウム検出量 (μg)
 m_2 : 分取した空試験液中のアルミニウム検出量 (μg)
 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 4) / 100 で求める。

13 許容差

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。