

**1. 制定/改正の別**

改正

**2. 産業標準案の番号及び名称**

規格番号 JIS G 1233

規格名称 鉄及び鋼—セレン定量方法—2,3-ジアミノナフタレン抽出吸光度法

**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 1233:1994は、鉄及び鋼中のセレン定量方法を規定したものである。現行規格は、1994年に改正されて以降、約29年間経過したが、この間、関係するJIS Z 8402 [測定方法及び測定結果の精確さ（真度及び精度）] 規格群が制定され、JIS K 8001（試薬試験方法通則）、JIS G 1201（鉄及び鋼—分析方法通則）が改正され、許容差の計算方法、試薬名称、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。

**【期待効果】**

現行規格を改正することによって、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**

主な改正点は、次のとおり。

- ・用語及び定義を新たに規定する。
- ・許容差（箇条8.）において、JIS Z 8402規格群の制定に対応して許容差の式を見直す。

**(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目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 試料のはかりとり .....  | 2   |
| 8 操作 .....        | 3   |
| 8.1 試料溶液の調製 ..... | 3   |
| 8.2 呈色及び抽出 .....  | 3   |
| 8.3 吸光度の測定 .....  | 3   |
| 9 空試験 .....       | 4   |
| 10 検量線の作成 .....   | 4   |
| 11 計算 .....       | 4   |
| 12 許容差 .....      | 5   |

## まえがき

この規格は、産業標準化法第 16 条において準用する同法第 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改正すべきとの申出があり、経済産業大臣が改正した日本産業規格である。これによって、**JIS G 1233:1994** は改正され、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 DRAFT 2023/12/30

## 鉄及び鋼—セレン定量方法—

## 2,3-ジアミノナフタレン抽出吸光光度法

Iron and steel—Determination of selenium—Spectrophotometric method  
after extraction of 2,3-diaminonaphthalene complex

## 1 適用範囲

この規格は、鋼中のセレン定量法のうち、2,3-ジアミノナフタレン抽出吸光光度法について規定する。

この方法は、セレン含有率（質量分率）0.001 %以上 0.4 %以下の定量に適用する。なお、表 1 に示す共存元素が許容含有率を超える試料には、適用しない。

表 1—共存元素及びその許容含有率

| セレン含有率<br>[質量分率 (%)] | 共存元素の許容含有率<br>[質量分率 (%)] |        |
|----------------------|--------------------------|--------|
|                      | マンガン                     | バナジウム  |
| 0.001 以上 0.03 未満     | 3.0 以下                   | 0.3 以下 |
| 0.03 以上 0.2 未満       | 6.0 以下                   | 0.6 以下 |
| 0.2 以上 0.4 以下        | 12.0 以下                  | 1.2 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

試料を塩酸と硝酸との混酸で分解し、硫酸とりん酸との混酸を加え、加熱して三酸化硫黄の白煙を発生させて塩酸及び硝酸を除去する。りん酸及び 2,3-ジアミノナフタレンを加えて加熱し、生成するセレン錯体をクロロホルムで抽出し、分光光度計を用いて、380 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 硝酸

### 6.2 りん酸 (8+22)

### 6.3 混酸 A (塩酸 1, 硝酸 1, 水 2)

### 6.4 混酸 B (硫酸 1, りん酸 1, 水 1)

6.5 鉄 純度の高い鉄で、セレン含有率(質量分率)が、0.0001%未満であることが保証されているか、又は 0.001%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。

6.6 2,3-ジアミノナフタレン塩酸溶液 2,3-ジアミノナフタレン(C<sub>10</sub>H<sub>10</sub>N<sub>2</sub>) 0.10g をはかりとって、100 mL の全量フラスコに移し入れる。0.1 mol/L 塩酸 80 mL を加え、約 80 °C の水浴中で振り混ぜながら 5 分間加熱して溶解した後、常温まで放冷する。0.1 mol/L 塩酸で標線までうすめ、乾いたろ紙(5種 B)を用いてろ過し、ろ液を乾いた容器に受ける。この溶液は、使用の都度、調製する。

### 6.7 クロロホルム

6.8 セレン標準液 (Se : 100 µg/mL) セレン(質量分率 99.9%以上) 0.100 g をはかりとって、ビーカー(200 mL)に移し入れ、硝酸(1+1) 20 mL を加え、加熱して分解し、沸騰させる。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セレン標準液とする。

6.9 バナジウム標準液 (V : 1 mg/mL) バナジン(V)酸アンモニウム 1.148 g をはかりとって、ビーカー(300 mL)に移し入れ、温水約 200 mL を加えて溶解し、塩酸 5 mL を加える。常温まで冷却した後、溶液を 500 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バナジウム標準液とする。

注記 市販の金属標準液は、JIS G 1201 の 4.1 i) (原液及び標準液) 参照。

## 7 試料のはかりとり

試料のはかりとり量は、表 2 による。

表 2-1 試料のはかりとり量

| セレン定量範囲<br>[質量分率 (%)] | はかりとり量<br>g |
|-----------------------|-------------|
| 0.001 以上 0.03 未満      | 1.0         |
| 0.03 以上 0.2 未満        | 0.50        |
| 0.2 以上 0.4 以下         | 0.25        |

## 8 操作

### 8.1 試料溶液の調製

試料溶液の調製は、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、時計皿で覆う。
- b) 混酸 A (6.3) 20 mL を加え、加熱して分解する。混酸 B (6.4) を正確に 15 mL 加え、加熱を続けて濃縮する。時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除く。
- c) 再び加熱して三酸化硫黄の白煙を発生させる。黒色の残さ (渣) を認めるときは、硝酸 (6.1) 約 5 mL を加え、更に加熱を続けて三酸化硫黄の白煙を発生させる。  
室温まで放冷した後、水 30 mL を加えて塩類を溶解する。塩類が溶解しにくいときは、加熱して溶解する。
- d) c) で得た溶液を、ろ紙 (5 種 A) を用いてろ過し、温水で洗浄する。ろ液及び洗液は、ビーカー (200 mL) に受ける。残さは、捨てる。  
なお、c) で得た溶液に残さが認められない場合は、このろ過の操作を省略してもよい。
- e) 溶液を常温まで冷却した後、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。

### 8.2 呈色及び抽出

呈色及び抽出は、次のいずれかによる。

- a) セレン含有率 (質量分率) 0.03 % 未満の試料の場合
  - 1) 試料溶液 10 mL を分取して、100 mL の全量フラスコに移し入れる。
  - 2) りん酸 (8+22) (6.2) 30 mL 及び 2,3-ジアミノナフタレン塩酸溶液 (6.6) 10 mL を正確に加え、沸騰水浴中に浸して正確に 5 分間加熱した後、常温まで冷却する。
  - 3) 溶液を少量の水を用いて分液漏斗 (100 mL) に移し入れる。クロロホルム (6.7) 20 mL を正確に加え、30 秒間激しく振り混ぜた後、静置して二層に分離する。下層の有機相を、呈色液とする。
- b) セレン含有率 (質量分率) 0.03 % 以上 0.4 % 以下の試料の場合
  - 1) a) 1) の操作を行う。
  - 2) a) 2) の操作を行った後、水で標線までうすめる。
  - 3) 2) の溶液を 25 mL 分取して、分液漏斗 (100 mL) に移し入れる。クロロホルム 20 mL を正確に加え、30 秒間激しく振り混ぜた後、静置して二層に分離する。下層の有機相を、呈色液とする。

### 8.3 吸光度の測定

8.2 で得た呈色液の一部を、乾いたろ紙 (5 種 A) を用いてろ過する。ろ液の最初の数 mL は捨て、その

後のろ液の一部を分光光度計の吸収セル（光路長 20 mm）に取り、クロロホルムを対照液として 380 nm の波長における吸光度を測定する。

## 9 空試験

試料の代わりに、試料と同量の鉄（6.5）をはかりとってビーカー（200 mL）に移し入れ、時計皿で覆う。以降、8.1 b)～e)、8.2 及び 8.3 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、8.1 e)で得た溶液を空試験液とする。

## 10 検量線の作成

検量線の作成は、次による。

- a) 表 3 のセレン定量範囲ごとに所定の個数のビーカー（300 mL）を準備する。
- b) それぞれに表 3 に従って鉄（6.5）をはかりとって移し入れ、時計皿で覆い、混酸 A（6.3）20 mL を加え、加熱して分解する。
- c) セレン標準液（6.8）を表 3 に従って正確に加える。さらに、8.1 の試料溶液中に含まれるバナジウム量と同量となるように、バナジウム標準液（6.9）を加える。  
なお、8.2 の a) 1) 又は b) 1) で分取した試料溶液中に含まれるバナジウム量が 0.1 mg 未満の場合は、バナジウム標準液を添加しない。
- d) 混酸 B（6.4）を正確に 15 mL 加え、加熱を続けて濃縮する。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。室温まで放冷した後、水 30 mL を加えて塩類を溶解する。塩類が溶解しにくいときは、加熱して溶解する。
- e) 常温まで冷却した後、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。この溶液 10 mL を分取して、別の 100 mL の全量フラスコに移し入れる。
- f) 以降、試料中のセレン含有率に応じて 8.2 a) の 2), 3) 及び 8.3, 又は 8.2 b) の 2), 3) 及び 8.3 の手順に従って、試料と同じ操作を試料と併行して行う。得た吸光度と呈色液中のセレ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。

表 3—鉄のはかりとり量及びセレン標準液添加量

| セレン定量範囲<br>[質量分率 (%) ]                | 鉄 (6.5)<br>はかりとり量<br>g | セレン標準液 (6.8)<br>添加量<br>mL | 呈色液中のセレン量<br>μg           |
|---------------------------------------|------------------------|---------------------------|---------------------------|
| 0.001 以上 0.03 未満                      | 1.000                  | 0, 0.5, 1, 2, 3           | 0, 5, 10, 20, 30          |
| 0.03 以上 0.2 未満                        | 0.500                  | 0, 1, 2, 4, 6, 8, 10      | 0, 2.5, 5, 10, 15, 20, 25 |
| 0.2 以上 0.4 以下                         | 0.250                  | 0, 1, 2, 4, 6, 8, 10      | 0, 2.5, 5, 10, 15, 20, 25 |
| <b>注記</b> 呈色液中のセレン量は、検量線用溶液中のセレン量である。 |                        |                           |                           |

## 11 計算

8.3 及び簡条 9 で得た吸光度と、簡条 10 で作成した検量線とから相当するセレン検出量 (μg) を求め、試料中のセレン含有率を、次の式によって算出する。



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

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

ここで、

- $Se$  : 試料中のセレン含有率 [質量分率 (%) ]
- $m_1$  : 試料の呈色液中のセレン検出量 (μg)
- $m_2$  : 空試験 (箇条 9) の呈色液中のセレン検出量 (μg)
- $m_3$  : 空試験ではかりとった鉄 (6.5) に含まれるセレンの量 (μg)
- 鉄中のセレン含有率 (質量分率) が、0.000 1 %未満であることが保証されている場合は、0 とする。
- $m$  : 箇条 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
- 8.2 a) で操作した場合 : 10 / 100
- 8.2 b) で操作した場合 : (10 / 100) × (25 / 100)

## 12 許容差

許容差は、表 4 による。

表 4—許容差

| セレン含有率<br>[質量分率 (%) ]  | 室内再現許容差 ( $R_w$ )<br>[質量分率 (%) ]              | 室間再現許容差 ( $R$ )<br>[質量分率 (%) ]                |
|--|---|---|
| 0.10 以上 0.31 以下  | $f(n) \times [0.012 5 \times (Se) + 0.000 9]$ | $f(n) \times [0.017 1 \times (Se) + 0.004 3]$ |
| <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>Se</math>) は、許容差を求めるセレン定量値の平均値 [質量分率 (%) ] である。</p> <p><b>注記</b> この表の許容差計算式は、セレン含有率 (質量分率) 0.10 %以上 0.31 %以下の試料を用いた共同実験の結果から得た。</p> |   |   |