

## 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 G1221-2

規格名称 鉄及び鋼-バナジウム定量方法-第2部：N-ベンゾイル-N-フェニルヒドロキシルアミン抽出分離吸光度法

## 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 1221:1998は、鉄及び鋼中のバナジウム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25年間経過したが、この間、対応国際規格であるISO 4942が2016年に、ISO 4947が2020年にそれぞれ改訂された。また、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2部：N-ベンゾイル-N-フェニルヒドロキシルアミン抽出分離吸光度法”として制定し、併せてG 1221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 検量線の作成
  - 12 計算
  - 13 許容差
- 附属書A 対応国際規格規格の方法

## (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

強制法規技術基準等に引用される規格

## 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
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	4
8 試料のはかりとり	4
9 操作	4
9.1 試料溶液の調製	4
9.2 バナジウムの酸化	5
9.3 呈色	5
9.4 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) 対応国際規格の方法	8
附属書 JA (参考) JIS と対応国際規格との対比表	13

## 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、産業標準原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 1221:1998** 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 1221** 規格群（鉄及び鋼－バナジウム定量方法）は、次に示す部で構成する。

**JIS G 1221-1** 第 1 部：過マンガン酸カリウム酸化硫酸アンモニウム鉄（II）滴定法

**JIS G 1221-2** 第 2 部：*N*-ベンゾイル-*N*-フェニルヒドロキシルアミン抽出分離吸光光度法

# 鉄及び鋼—バナジウム定量方法—

## 第2部：N-ベンゾイル-N-フェニルヒドロキシルアミン抽出分離吸光光度法

### Iron and steel—Determination of vanadium— Part 2: Spectrophotometric methods after extraction of N-benzoyl-N-phenylhydroxylamine complex

#### 序文

この規格は、2016年に第2版として発行されたISO 4942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まで及び附属書A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、鉄及び鋼中のバナジウムの定量方法のうち、N-ベンゾイル-N-フェニルヒドロキシルアミン抽出分離吸光光度法について規定する。

この方法は、バナジウム含有率（質量分率）0.005%以上0.50%以下の定量に適用する。

**注記1** JIS G 1221規格群の定量範囲を表1に示す。

表1—JIS G 1221規格群の定量範囲

規格番号	定量範囲 [質量分率 (%) ]
JIS G 1221-1	0.04 以上 6.0 以下
JIS G 1221-2	0.005 以上 0.50 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 4942:2016, Steels and irons—Determination of vanadium content—N-BPHA 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 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

次のいずれかによる。

- a) 試料を過塩素酸又は王水で分解し、過塩素酸の白煙を発生させた後、過マンガン酸カリウムでバナジウムを酸化する。*N*-ベンゾイル-*N*-フェニルヒドロキシルアミン（以下、**BPHA** という。）を加え、バナジウムと **BPHA** との錯体を生成させる。錯体をクロロホルムで抽出し、分光光度計を用いて、530 nm の波長における吸光度を測定する。
- b) 試料を適切な酸で溶解し、りん酸を加えて鉄の妨害を抑制して、過マンガン酸カリウムでバナジウムを酸化する。過剰の過マンガン酸を、尿素の存在下、亜硝酸ナトリウムで還元した後、**BPHA** 及び塩酸を加え、バナジウムと **BPHA** との錯体を生成させる。錯体をクロロホルムで抽出し、分光光度計を用いて、535 nm の波長における吸光度を測定する（**附属書 A** 参照）。

### 6 試薬

試薬は、次による。なお、6.15～6.17 の試薬は、バナジウム原液の標定（6.13）を行う場合にだけ使用する。

#### 6.1 塩酸（2+1）

#### 6.2 過塩素酸

#### 6.3 りん酸

#### 6.4 りん酸（1+1）

#### 6.5 王水（塩酸 3，硝酸 1）

#### 6.6 過酸化水素（1+9）

#### 6.7 鉄 純度の高い鉄で、バナジウム含有率（質量分率）が、0.000 5 %未満であることが保証されてい

るか、又は0.005%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。

**6.8 銅溶液** 銅 [含有率 (質量分率) 99.95 %以上] 1 g を硝酸約 15 mL で分解し、過塩素酸 20 mL を加えて加熱して過塩素酸の白煙を発生させる。放冷した後、水約 50 mL で塩類を溶解し、水で液量を 100 mL とする。

**6.9 塩化ナトリウム**

**6.10 過マンガン酸カリウム溶液 (3 g/L)**

**6.11 クロロホルム** キシレンを用いてもよい。

**6.12 BPHA 溶液** BPHA 0.2 g をクロロホルム 300 mL に溶解し、ガラス製の着色瓶に保存する。なお、6.11 でキシレンを用いる場合は、クロロホルムの代わりにキシレン 300 mL に溶解する。

**6.13 バナジウム原液 (V : 1 mg/mL)** バナジン (V) 酸アンモニウム 1.148 2 g を温水約 200 mL に溶解し、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、バナジウム原液とする。

バナジウム原液の標定を行う場合は、次による。

バナジウム原液を正確に 20 mL はかりとってコニカルビーカー (500 mL) に移し入れ、硫酸 (1+1) 5 mL 及びりん酸 10 mL を加え、水で液量を約 200 mL とする。ジフェニルアミンりん酸溶液 (6.17) を正確に 0.05 mL 加えて振り混ぜる。溶液が紫を呈してから、溶液を振り混ぜながら 1/30 mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液 (6.16) を滴加する。最後の 1 滴で紫が消失する点を終点として、1/30 mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液の使用量 ( $V_1$ ) を求め、次の式によって原液のバナジウム濃度を算出する。

**注記** 終点近くでは、特に十分に振り混ぜながら滴加する必要がある。

$$V_0 = \frac{F_1 \times V_1 \times 1.698}{20\ 000}$$

ここで、  
 $V_0$  : バナジウム原液の濃度 ( $\mu\text{g/mL}$ )  
 $F_1$  : 1/30 mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液のファクター  
 $V_1$  : 1/30 mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液の使用量 (mL)

**6.14 バナジウム標準液 (V : 100  $\mu\text{g/mL}$ )** バナジウム原液 (6.13) を、使用の都度、水で正確に 10 倍にうすめて、バナジウム標準液とする。

**6.15 0.008 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液** JIS K 8001 の JA.6.4 g [0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 ( $\text{KMnO}_4$  : 3.161 g/L)] によって調製及び標定した 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液を、使用の直前に、水で正確に 2.5 倍にうすめる。ファクターは、0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液のファクターとする。

**6.16 1/30 mol/L 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 13.1 g をはかりとってビーカー (300 mL) に移し入れ、水約 100 mL 及び硫酸 (1+1) 100 mL を加えて溶解する。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る。この溶液のファクターは、使用の都度、次によって求める。

水 100 mL 及び硫酸 (1+1) 10 mL を入れたコニカルビーカー (300 mL) に、1/30 mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液 25 mL を正確にはかりとって移し入れ、室温まで冷却する。0.008 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液 (6.15) を滴加し、溶液の色が赤紫を呈する点を終点とし、0.008 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液の使用量を求め、次の式によってファクターを算出する。

$$F_1 = \frac{F_2 \times V_2 \times 1.2}{25}$$

ここで、

$F_1$  : 1/30 mol/L 硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液のファクター  
 $F_2$  : 0.008 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液のファクター  
 $V_2$  : 0.008 mol/L 過マンガン酸カリウム溶液の使用量 (mL)

**6.17 ジフェニルアミンりん酸溶液** ジフェニルアミン 1.0 g をりん酸 100 mL に溶解する。

## 7 装置

装置は、次による。

**7.1 分光光度計** 530 nm の波長における吸光度の測定に適した分光光度計を用いる。

## 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

バナジウム定量範囲 [質量分率 (%)]	試料のはかりとり量 g
0.005 以上 0.05 未満	2.0
0.05 以上 0.1 未満	1.0
0.1 以上 0.5 以下	0.20

## 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、試料をはかりとってビーカー (200 mL) に移し入れ、次のいずれかによる。なお、9.2 で分取する試料溶液 10 mL 中にクロムを 10 mg 以上含有する場合は、試料をコニカルビーカー (200 mL) に移し入れ、c) による。

#### a) 過塩素酸で分解容易な試料の場合

- 1) 時計皿で覆って、過塩素酸 (6.2) 25 mL を加え、加熱して分解する。引き続き加熱して過塩素酸の白煙を発生させ、更にビーカーの内部が透明になってから 2~3 分間加熱を続ける。
- 2) 放冷した後、温水約 30 mL を加えて塩類を溶解し、振り混ぜながら過酸化水素 (1+9) (6.6) を滴加して二クロム酸を還元し、加熱して 1~2 分間沸騰させて、過剰の過酸化水素を分解する。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 A）を用いてろ過し、ろ紙及び残さを温水中で数回洗浄する。ろ液及び洗液は、ビーカー（300 mL）に受け、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。ろ紙及び残さは、捨てる。

#### b) 過塩素酸で分解困難な試料の場合

- 1) 時計皿で覆って、王水（6.5）25 mL を加え、加熱して分解する。過塩素酸 25 mL を加え、加熱して過塩素酸の白煙を発生させ、ビーカーの内部が透明になってから 2～3 分間加熱を続ける。
- 2) a) 2) の操作を行う。

#### c) クロムを含む試料の場合

- 1) 時計皿で覆って、過塩素酸 25 mL を加え、加熱して分解する。引き続き加熱して過塩素酸の白煙を発生させ、クロムを二クロム酸に酸化する。時計皿をずらして加熱しながら塩化ナトリウム（6.9）1 g～2 g を少量ずつ分けて加え、褐色の煙が発生しなくなるまで塩化ナトリウムの添加を繰り返す。
- 2) a) 2) の操作を行う。

#### d) タングステンを含む試料の場合

- 1) 時計皿で覆って、過塩素酸 25 mL 及びりん酸（6.3）5 mL を加え、加熱して分解する。引き続き加熱して過塩素酸の白煙を発生させ、ビーカーの内部が透明になってから 2～3 分間加熱を続ける。
- 2) a) 2) の操作を行う。

### 9.2 パナジウムの酸化

バナジウムの酸化は、次による。

- a) 分液漏斗（200 mL）に、りん酸（1+1）（6.4）7 mL 及び銅溶液（6.8）1 mL を入れ、試料溶液 10 mL を分取する。
- b) 溶液を振り混ぜながら過マンガン酸カリウム溶液（6.10）を滴加して、溶液が僅かに赤紫を呈してから、更に 0.05 mL 加え、5 分間放置する。

### 9.3 呈色

9.2 で得た溶液に、BPHA 溶液（6.12）を正確に 15 mL 加え、溶液を振り混ぜながら塩酸（2+1）（6.1）10 mL を加える。直ちに 30 秒間激しく振り混ぜ、静置して 2 層に分離する。下層の有機相を呈色液とする。

### 9.4 吸光度の測定

呈色液を、乾いたろ紙（5種 A）でろ過し、最初のろ液数 mL で分光光度計（7.1）の吸収セル（10 mm）内部を洗って捨てる。なお、ろ液が白濁する場合は、ろ紙を 2 枚重ねてろ過する。次のろ液の一部を吸収セルに取り、クロロホルム（6.11）を対照液として 530 nm の波長における吸光度を呈色後 30 分以内に測定する。なお、6.12 でキシレンを用いた場合は、キシレンを対照液とする。

## 10 空試験

試料の代わりに試料と同量の鉄（6.7）をはかりとり、箇条 9 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 で得る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) 6 個のビーカー (200 mL) を準備し、それぞれに鉄 (6.7) 1.000 g をはかりとって移し入れ、バナジウム標準液 (6.14) を表 3 に従って正確に加える。

表 3—バナジウム標準液添加量

バナジウム標準液 (6.14) 添加量 mL	呈色液中のバナジウム量 μg
0, 2, 4, 6, 8, 10	0, 20, 40, 60, 80, 100
<b>注記</b> 呈色液中のバナジウム量は、検量線用溶液中のバナジウム量である。	

- b) 時計皿で覆って、過塩素酸 (6.2) 25 mL を加え、加熱して分解する。引き続き加熱して過塩素酸の白煙を発生させ、ビーカーの内部が透明になってから 2~3 分間加熱を続ける。
- c) 放冷した後、温水約 30 mL を加え、よく振り混ぜて塩類を溶解する。時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、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、水で検量線までうすめる。
- d) 6 個の (分液漏斗) (200 mL) を準備し、それぞれにりん酸 (1+1) (6.4) 7 mL 及び銅溶液 (6.8) 1 mL を入れ、c) で得た溶液 10 mL を分取する。以降、9.2.2), 9.3 及び 9.4 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バナジ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。

## 12 計算

9.4 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バナジウム検出量 (μg) を求め、試料中のバナジウム含有率を、次の式によって算出する。

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

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

ここで、

- $V$  : 試料中のバナジウム含有率 [質量分率 (%)]  
 $m_1$  : 分取した試料溶液中のバナジウム検出量 (μg)  
 $m_2$  : 分取した空試験液中のバナジウム検出量 (μg)  
 $m_3$  : 簡条 10 ではかりとった鉄 (6.7) 中に含まれるバナジウムの量 (μg)  
 鉄中のバナジウム含有率 (質量分率) が、0.0005%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 10/100 とする。

## 13 許容差

許容差は、表 4 による。なお、クロロホルム (6.11) の代わりにキシレンを用いた場合は、この許容差を適用しない。

表 4—許容差

バナジウム含有率 [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 (%) ]
0.010 以上 0.50 以下	$f(n) \times [0.0058 \times (V) + 0.0014]$	$f(n) \times [0.0178 \times (V) + 0.0032]$
<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>(V)</math> は、許容差を求めるバナジウム定量値の平均値 [質量分率 (%) ] である。</p> <p><b>注記</b> この表の許容差計算式は、バナジウム含有率 (質量分率) 0.010 %以上 0.51 %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) 対応国際規格の方法

### A.1 一般

この方法は、バナジウム含有率（質量分率）0.005 %以上 0.50 %以下の定量に適用する。

### A.2 試薬

試薬は、次による。

#### A.2.1 塩酸

#### A.2.2 塩酸 (4+1)

#### A.2.3 硝酸

#### A.2.4 過塩素酸 過塩素酸（質量分率 60 %）のもの。

#### A.2.5 リン酸

#### A.2.6 リン酸 (1+1)

#### A.2.7 王水（塩酸 3，硝酸 1）

#### A.2.8 過酸化水素

**A.2.9 鉄溶液 (10 g/L)** 純度の高い鉄 [バナジウム含有率（質量分率）が、0.0005 %未満であることが保証されているか、又は 0.005 %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。] 5.0 g を、1 mg の桁まではかりとって、ビーカー（500 mL）に移し入れる。

時計皿で覆って、王水 100 mL を加え、反応が終了した後、穏やかに加熱して完全に溶解する。過塩素酸 100 mL を加え、ビーカー内で過塩素酸白煙が還流するまで加熱温度を上げ、約 3 分間加熱を続ける。放冷した後、熱水 100 mL を加え、振り混ぜて塩類を溶解する。時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、過酸化水素数滴を加え、徐々に加熱して沸騰させ、約 2 分間沸騰させる。放冷した後、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る。

#### A.2.10 亜硝酸ナトリウム溶液 (3 g/L)

#### A.2.11 尿素溶液 (250 g/L)

#### A.2.12 トリポリリン酸ナトリウム ( $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$ ) 溶液 (100 g/L)

#### A.2.13 過マンガン酸カリウム溶液 (3 g/L)

### A.2.14 クロロホルム

**A.2.15 BPHA 溶液** BPHA 0.25 g をクロロホルム 100 mL に溶解する。この溶液は、使用の都度、調製するか、又は着色瓶に保存する。

**A.2.16 バナジウム原液 (V : 1000 µg/mL)** バナジン (V) 酸アンモニウム数 g を 100 °C ~ 105 °C の乾燥器で少なくとも 1 時間乾燥し、デシケーター中で放冷する。この 2.296 g をはかりとってビーカー (600 mL) に移し入れ、熱水 400 mL を加え、穏やかに沸騰させない程度に加熱して溶解する。常温まで冷却した後、溶液を 1000 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、バナジウム原液とする。

**注記** バナジン (V) 酸アンモニウムは、110 °C 以上で乾燥すると分解する。

**A.2.17 バナジウム標準液 (V : 50 µg/mL)** バナジウム原液 (A.2.16) を、使用の都度、水で正確に 20 倍にうすめて、バナジウム標準液とする。

## A.3 装置

装置は、次による。

**A.3.1 分光光度計** 535 nm の波長における吸光度の測定に適した分光光度計を用いる。

## A.4 試料のはかりとり

試料のはかりとり量は、表 A.1 による。

表 A.1—試料のはかりとり量

バナジウム定量範囲 [質量分率 (%)]	試料のはかりとり量 g
0.005 以上 0.1 未満	1.0
0.1 以上 0.2 未満	0.50
0.2 以上 0.5 以下	0.20

## 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、試料をはかりとってビーカー (250 mL) に移し入れ、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

- 時計皿で覆って、王水 (A.2.7) 20 mL ~ 30 mL を加える。反応が終了した後、穏やかに加熱して完全に溶解する。
- 過塩素酸 (A.2.4) 15 mL ~ 20 mL を加え、ビーカー内で過塩素酸の蒸気が還流するまで加熱温度を上げ、約 3 分間還流を続ける。放冷した後、熱水 30 mL を加え、振り混ぜて塩類を溶解する。時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、過酸化水素 (A.2.8) 滴加してクロムを還元する。引き続き

き徐々に加熱して沸騰させ、そのまま 1~2 分間沸騰させて過剰の過酸化水素を分解する。

- 3) 冷却した後、ろ紙 (5 種 B) でろ過し、ろ紙及び残さを温水で数回洗浄する。ろ液及び洗液を 100 mL の全量フラスコに受け、水で標線までうすめて、試料溶液とする。ろ紙及び残さは、捨てる。

#### b) タングステンを含む試料の場合

- 1) 時計皿で覆って、過塩素酸 15 mL~20 mL, リン酸 (A.2.5) 5 mL 及び硝酸 (A.2.3) 3 mL~5 mL を加える。反応が終了した後、穏やかに加熱して完全に溶解する。
- 2) a) の 2) 及び 3) の操作を行う。

### A.5.2 呈色液の調製

呈色液の調製は、次による。なお、a) (バナジウムの酸化) 及び b) (呈色及び抽出) の操作は、連続して行う。

#### a) バナジウムの酸化

- 1) 試料溶液を分液漏斗 (125 mL) に 25 mL 分取する。リン酸 2 mL 及び水 5 mL を加えて、振り混ぜる。なお、試料溶液を A.5.1 b) で調製した場合は、リン酸を加えない。また、分取した試料溶液中にチタンを 1 mg 以上含有する場合は、トリポリリン酸ナトリウム溶液 (A.2.12) 3 mL を加える。
- 2) 過マンガン酸カリウム溶液 (A.2.13) 0.8 mL を加えて振り混ぜ、4 分間放置する。尿素溶液 (A.2.11) 5 mL を加え、振り混ぜながら亜硝酸ナトリウム溶液 (A.2.10) 1 mL を 1 滴ずつ加えて、1 分間放置する。なお、亜硝酸ナトリウム溶液 1 mL を加えた後も、溶液がまだ僅かに桃色を呈している場合でも、亜硝酸ナトリウム溶液の追加はしない。

#### b) 呈色及び抽出

- 1) 塩酸 (4+1) (A.2.2) 25 mL 及び BPHA 溶液 (A.2.15) を正確に 10 mL 加え、45 秒間激しく振り混ぜ、静置して二層に分離する。下層の有機相を、乾いたろ紙 (5 種 A) でろ過して、乾燥した 50 mL の全量フラスコに受け、保存する。
- 2) 元の分液漏斗にクロロホルム (A.2.14) を正確に 10 mL 加え、30 秒間振り混ぜ、静置して二層に分離する。下層の有機相を、乾いたろ紙 (5 種 A) でろ過して、a) で保存した全量フラスコに受け、クロロホルムで標線までうすめて、呈色液とする。

### A.5.3 吸光度の測定

535 nm の波長において、クロロホルムで分光光度計 (A.3.1) のゼロ合わせをする。呈色液の一部を、分光光度計の吸収セル (10 mm) に取り、クロロホルムを対照液として、535 nm の波長における吸光度を測定する。

### A.6 空試験

A.5.2 及び A.5.3 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、A.5.2 の a) 1) において、試料溶液の代わりに鉄溶液 (A.2.9) を分液漏斗 (125 mL) に 25 mL 分取する。

### A.7 検量線の作成

6 個の分液漏斗 (125 mL) を準備し、それぞれに鉄溶液 (A.2.9) 25 mL を分取する。バナジウム標準液 (A.2.17) 及び水を表 A.2 に従って正確に加える。以降、A.5.2 及び A.5.3 の手順に従って操作し、得た吸光度と呈色液中のバナジ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。なお、A.5.2 a) 1)において、試料溶液及び水 5 mL を加えない。

表 A.2—バナジウム標準液及び水の添加量

バナジウム標準液 (A.2.17) 添加量 mL	水の添加量 mL	呈色液中の バナジウム量 μg
0 <sup>a)</sup>	5.0	0
0.50	4.5	5
1.0	4.0	10
2.0	3.0	20
4.0	1.0	40
5.0	0	50

**注記** 呈色液中のバナジウム量は、検量線用溶液中のバナジウム量である。

**注 a)** ゼロメンバーという。

## 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バナジウム検出量 (μg) を求め、試料中のバナジウム含有率を、次の式によって算出する。

$$V = \frac{m_4 - (m_5 - m_6 \times B_1)}{m \times 1\,000\,000 \times B_2} \times 100$$

$$= \frac{m_4 - (m_5 - m_6 \times B_1)}{m \times 10\,000 \times B_2}$$

ここで、

- V : 試料中のバナジウム含有率 [質量分率 (%)]
- m<sub>4</sub> : 試料溶液中のバナジウム検出量 (μg)
- m<sub>5</sub> : 空試験液中のバナジウム検出量 (μg)
- m<sub>6</sub> : A.2.9 ではかりとった鉄中に含まれるバナジウムの量 (μg)  
鉄中のバナジウム含有率 (質量分率) が、0.000 5 %未満であることが保証されている場合は、0 とする。
- m : A.4 ではかりとった試料の量 (g)
- B<sub>1</sub> : 鉄溶液の分取比  
25/500 とする。
- B<sub>2</sub> : 試料溶液及び空試験液の分取比  
25/100 とする。

## A.9 許容差

許容差は、表 A.3 による。

表 A.3—許容差

バナジウム含有率 [質量分率 (%)]	併行許容差 ( $r$ ) [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 (%)]
0.005 以上 0.50 以下	$f(n) \times [0.0099 \times (V)^{0.6247}]$	$f(n) \times [0.0154 \times (V)^{0.6958}]$	$f(n) \times [0.0202 \times (V)^{0.6263}]$
<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、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、<math>(V)</math> は、許容差を求めるバナジウム定量値の平均値 [質量分率 (%)] である。</p> <p><b>注記</b> この表の許容差計算式は、バナジウム含有率 (質量分率) 0.005 % 以上 0.46 % 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 1221-2		ISO 4942 : 2016, (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
3	3	追加	JIS は、JIS G 1201 の箇条 3 (用語及び定義) を定義している。	現状のままとする。
4	—	追加	JIS は、定量方法に共通な一般事項として、鉄及び鋼の定量における共通事項を規定した、JIS G 1201 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。日本独自の操作を追記している。	ISO 規格改訂時に、操作追加の提案を検討する。
6~13	5 6 8 9	変更	JIS は、対応国際規格の定量方法のうち、試薬、装置、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 が対応国際規格の定量方法の規定であることを記載している。	—
A.2.9	5.15	変更	ISO 規格は、純鉄と規定しているが、JIS は、バナジウム含有率を具体的に規定している。	ISO 規格改訂時に、規定追加の提案を検討する
A.9	9.2 Annex B	変更	JIS は、ISO 規格の許容差の式 (対数式) を、鋼材分析規格で共通の記載形式である JIS Z 8402-6 の表 1 [許容範囲の係数 $f(n)$ ] を用いた指数式に変更して規定しているが、差異はない。	—
	10	変更	ISO 規格は、特別な操作についてまとめて規定しているが、JIS は、これを操作の手順に規定している。	—
—	7	削除	ISO 規格は、試料の採取方法を規定した ISO 14284 を引用している。JIS は、この対応国際規格である JIS G 0417 を、この規格の引用規格である JIS G 1201 に規定しており、規定内容は一致している。	—
—	8.1	削除	ISO 規格は、はかりとりの最小読取値を規定している。JIS は、これを JIS G 1201 に規定しており、規定内容は一致している。	—
—	11	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。
—	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、この情報を不採用とし、一部を解説に引用している。	—

**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するとしている。

**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。