

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 1229-1

規格名称 鉄及び鋼—鉛定量方法—第1部：硫化鉛沈殿分離モリブデン酸鉛重量法

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 1229:1994は、鋼中の鉛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、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）などが改正され、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。

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（日本鉄鋼連盟鉄鋼標準化センター 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：硫化鉛沈殿分離モリブデン酸鉛重量法”として制定し、併せてG 1229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。

- ・適用範囲
- ・引用規格
- ・用語及び定義
- ・一般事項
- ・要旨
- ・試薬
- ・装置及び器具
- ・試料のはかりとり
- ・操作
- ・空試験
- ・計算
- ・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）**

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録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 装置及び器具	3
8 試料のはかりとり	3
9 操作	3
9.1 試料の分解	3
9.2 試料溶液の調製	3
9.3 沈殿の生成及びろ過	4
9.4 灰化及びひょう量	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 1229:1994 は廃止され、その一部を分離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 1229 規格群（鉄及び鋼—鉛定量方法）は、次に示す部で構成する。

JIS G 1229-1 第 1 部：硫化鉛沈殿分離モリブデン酸鉛重量法

JIS G 1229-2 第 2 部：鉄分離ジフェニルチオカルバゾン抽出吸光光度法

鉄及び鋼—鉛定量方法—

第1部：硫化鉛沈殿分離モリブデン酸鉛重量法

Iron and steel—Determination of lead—

Part 1: Lead molybdate gravimetric method after precipitated as lead sulfide

1 適用範囲

この規格は、鋼中の鉛定量方法のうち、硫化鉛沈殿分離モリブデン酸鉛重量法について規定する。

この方法は、鉛含有率（質量分率）0.05%以上0.4%以下の定量に適用する。

注記1 JIS G 1229 規格群の定量範囲を表1に示す。

表1—JIS G 1229 規格群の定量範囲

規格番号	定量範囲 [質量分率 (%)]
JIS G 1229-1	0.05 以上 0.4 以下
JIS G 1229-2	0.0002 以上 0.01 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 R 3503 化学分析用ガラス器具

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

試料を塩酸で分解し、過剰の酸を除去した後、硫化水素で硫化鉛を沈殿させてろ過分離し、沈殿を硝酸で分解する。モリブデン(VI)酸アンモニウムを加えてモリブデン酸鉛を沈殿させてろ過分離し、これを強熱し、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

6.2 塩酸 (1+1)

6.3 硝酸

6.4 硝酸 (1+1)

6.5 硫酸 (1+20)

6.6 硫化水素飽和塩酸 塩酸 (1+99) 1 L に硫化水素 (6.9) を約 10 分間激しく通じたもの。

6.7 鉛飽和硫酸 水 1 800 mL 中に硫酸 300 mL を徐々にかき混ぜながら加え、この熱い溶液に酢酸鉛(II)三水和物 1.2 g を加えてよくかき混ぜ、24 時間以上放置した後、溶液をろ紙 (5 種 C) でろ過する。

6.8 アンモニア水

6.9 硫化水素 市販の硫化水素ボンベから得たもの。硫化水素発生装置 (7.1) から得たものでもよい。

警告 硫化水素は、無色で、かつ、特異臭 (腐乱臭) のある毒性の気体である。硫化水素を使用しても安全な排気設備を備えた場所で取り扱わなければならない。

6.10 硫化鉄 (II)

6.11 塩化アンモニウム

6.12 硝酸アンモニウム溶液 (50 g/L)

6.13 モリブデン(VI)酸アンモニウム溶液 モリブデン(VI)酸アンモニウム四水和物 10 g を温水 200 mL に溶解した後、溶液をろ紙 (5 種 B) でろ過する。

6.14 L(+)-酒石酸

6.15 酢酸アンモニウム溶液 常温での酢酸アンモニウム飽和溶液を水で 2 倍にうすめ、メチルレッド溶液 [JIS K 8001 の JA.5 (指示薬) の表 JA.6 [指示薬 (中和滴定用) の調製] による] を 1, 2 滴加え、酢酸又はアンモニア水で中和する。この溶液 1 L につき酢酸 30 mL を加える。

6.16 酢酸アンモニウム洗浄液 酢酸アンモニウム溶液 (6.15) を水で 10 倍にうすめる。

6.17 エタノール (99.5) エタノール (95) でもよい。

7 装置及び器具

装置及び器具は、次による。

7.1 硫化水素発生装置 JIS R 3503 の付図 51 (キップガス発生器) から、硫化水素の使用量によって適切な呼び容量のものを選び、硫化鉄 (II) (6.10) 及び塩酸 (1+1) (6.2) によって硫化水素を発生させる。

7.2 磁器るつぼ 呼び容量 15 mL のもの (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

鉛定量範囲 [質量分率 (%)]	はかりとり量 g
0.05 以上 0.1 未満	10.0
0.1 以上 0.2 未満	5.0
0.2 以上 0.4 以下	2.5

9 操作

9.1 試料の分解

試料の分解は、次による。

- 試料をはかりとって、ビーカー (500 mL) に移し入れる。
- 時計皿で覆い、塩酸 (1+1) (6.2) を表 3 に従って加え、加熱して分解する。引き続き加熱して塩類が析出し始めた後、時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、ビーカーの底部が焼き付いて茶褐色にならない程度に、できるだけ乾固する。

表 3—塩酸 (1+1) の添加量

試料はかりとり量 g	塩酸 (1+1) 添加量 mL
10.0	100
5.0	50
2.5	30

- 少し放冷した後、再び時計皿で覆い、熱水約 400 mL を加えて塩類を溶解し、塩化アンモニウム (6.11) 10 g を加える。

硫化水素 (6.9) を 10 分間激しく通じた後、時計皿の下面を硫化水素飽和塩酸 (6.6) で洗って時計皿を取り除き、生成した沈殿をろ紙 (5 種 A) でろ過分離し、硫化水素飽和塩酸で数回洗浄する。ろ液及び洗液は、捨てる。

9.2 試料溶液の調製

試料溶液の調製は、次のいずれかによる。

- 塩酸で分解容易な試料の場合

- 1) 9.1 c)で得たろ紙上の沈殿に熱硝酸 (1+1) (6.4) 10 mL を注いで沈殿を分解し、更に、熱水で数回洗浄する。ろ液及び洗液は、ビーカー (300 mL) に受ける。
- 2) 水を加えて液量を約 100 mL とする。L(+)-酒石酸 (6.14) 2 g を加え、かき混ぜて溶解した後、アンモニア水 (6.8) で中和し、更に、アンモニア水 5 mL を過剰に加え、試料溶液とする。

b) 塩酸で分解困難な試料の場合

- 1) 9.1 c)で得たろ紙及び沈殿をろつぼ (7.2) に移し入れ、徐々に加熱して乾燥した後、400 °C~500 °C に加熱してろ紙を灰化する。残さ (渣) をビーカー (100 mL) に移し入れ、ろつぼに固着した残さは、塩酸 (6.1) 約 5 mL を加え、加熱して分解し、溶液を同じビーカーに水を用いて移し入れる。
- 2) 硝酸 (6.3) 10 mL を加え、加熱して残さを分解し、水約 20 mL を加える。この溶液をろ紙 (5 種 C) でろ過し、ろ紙及び不溶解残さを熱水で十分に洗浄する。ろ液及び洗液をビーカー (300 mL) に受け、ろ紙及び残さは、捨てる。
- 3) 溶液を加熱濃縮して液量を約 10 mL とし、鉛飽和硫酸 (6.7) 40 mL を加え、引き続き加熱して三酸化硫黄の白煙を発生させる。僅かに放冷した後、少量の硫酸 (1+20) (6.5) でビーカーの内壁を洗った後、再び、加熱して三酸化硫黄の白煙を発生させる。
- 4) 室温まで放冷した後、水を加えて液量を約 40 mL とし、加熱して可溶性塩類を溶解し、一週間放置して硫酸鉛の沈殿を熟成させる。沈殿をろ紙 (5 種 C) でろ過分離し、鉛飽和硫酸で十分に洗浄した後、硫酸 (1+20) で数回洗浄し、最後にエタノール (6.17) で1回洗浄する。ろ液及び洗液は、捨てる。
- 5) ろ紙上の沈殿を元のビーカーに温水を用いて移し入れる。酢酸アンモニウム溶液 (6.15) 50 mL を加え、加熱して硫酸鉛を溶解し、元のろ紙でろ過する。ろ紙及び残さを熱酢酸アンモニウム洗浄液 (6.16) で十分に洗浄する。ろ液及び洗液をビーカー (300 mL) に受け、水を加えて液量を約 250 mL とし、試料溶液とする。ろ紙及び残さは、捨てる。

9.3 沈殿の生成及びろ過

沈殿の生成及びろ過は、次による。

- a) 9.2 の a) 又は b) で得た試料溶液を加熱し、沸騰し始めたらモリブデン (VI) 酸アンモニウム溶液 (6.13) 10 mL を加え、数分間沸騰させモリブデン酸鉛の沈殿を凝集させる。
- b) 沈殿を少量のろ紙 (5 種 B) 及びろ紙パルプでろ過分離し、ビーカーの内壁に付着した沈殿をポリスマンでこすり落としてろ紙上に移し、アンモニア水を滴加して僅かにアルカリ性とした熱硝酸アンモニウム溶液 (6.12) で十分に洗浄する。ろ液及び洗液は、捨てる。

9.4 灰化及びひょう量

灰化及びひょう量は、次による。

- a) 9.3 で得たろ紙及び沈殿を、あらかじめ恒量としたろつぼ (7.2) に移し入れ、徐々に加熱して乾燥した後、400 °C~500 °C に加熱してろ紙を灰化する。
- b) ろつぼを 600 °C~650 °C で加熱し、デシケーター中で常温まで放冷した後、その質量をはかる。
- c) b) の操作を繰り返して恒量とする。

10 空試験

試料を用いないで、9.1 b)~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。

11 計算

計算は、次の式による。

$$Pb = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.5664}{m} \times 100$$

ここで、

Pb : 試料中の鉛含有率 [質量分率 (%)]

m_1 : 9.4 で得たモリブデン酸鉛の質量 (g)

m_2 : 空試験 (箇条 10) で得たモリブデン酸鉛の質量 (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

鉛含有率 [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 (%)]
0.05 以上 0.25 以下	$f(n) \times [0.0291 \times (Pb) + 0.0042]$	$f(n) \times [0.0387 \times (Pb) + 0.0095]$
<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、(Pb) は、許容差を求める鉛定量値の平均値 [質量分率 (%)] である。</p> <p>注記 この表の許容差計算式は、鉛含有率 (質量分率) 0.08 % 以上 0.22 % 以下の試料を用いた共同実験の結果から得た。</p>		