

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 1229-2

規格名称 鉄及び鋼—鉛定量方法—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

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2部：鉄分離ジフェニルチオカルバゾン抽出吸光光度法”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
- ・ 試料のはかりとり
- ・ 操作
- ・ 空試験
- ・ 検量線の作成
- ・ 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 試料のはかりとり	3
8 操作	3
8.1 試料溶液の調製	3
8.2 鉄の分離	3
8.3 妨害元素のマスキング	4
8.4 呈色	4
8.5 吸光度の測定	4
9 空試験	4
10 検量線の作成	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2部：鉄分離ジフェニルチオカルバゾン抽出 吸光光度法

Iron and steel－Determination of lead－ Part 2: Spectrophotometric method after solvent extraction of iron and extraction of diphenylthiocarbazone complex

1 適用範囲

この規格は、鋼中の鉛定量方法のうち、鉄分離ジフェニルチオカルバゾン抽出吸光光度法について規定する。

この方法は、鉛含有率（質量分率）0.000 2 %以上 0.01 %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	0.000 2	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 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

試料を塩酸、硝酸及び過塩素酸で分解し、過塩素酸の白煙を発生させて塩酸及び硝酸を除去する。塩酸濃度を調節し、4-メチル-2-ペンタノンで鉄などを抽出分離する。L(+)-酒石酸、亜硫酸ナトリウム及びシアン化ナトリウムを加えてニッケルなどをマスキングし、1,5-ジフェニルチオカルバゾン（以下、ジチゾンという。）を加え、鉛をジチゾン錯体としてベンゼンに抽出し、分光光度計を用いて、520 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

6.2 塩酸 (7+5, 1+1, 1+100)

6.3 硝酸

6.4 過塩素酸

6.5 アンモニア水

6.6 鉄 純度の高い鉄で、鉛含有率（質量分率）が、0.000 02 %未満であることが保証されているか、又は 0.000 2 %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。

6.7 亜硫酸ナトリウム溶液（飽和） 亜硫酸ナトリウム七水和物を水に溶解して飽和溶液とする。この溶液は、使用の都度、調製する。

6.8 洗浄液 アンモニア水 (1+100) 100 mL に亜硫酸ナトリウム溶液（飽和）(6.7) 5 mL を加える。

6.9 シアン化ナトリウム溶液 シアン化ナトリウム 20 g を水 100 mL に溶解して分液漏斗 (200 mL) に入れ、ジチゾン・ベンゼン溶液 (6.11) 10 mL ~ 15 mL を加えて振り混ぜる。静置して、二層に分離した後、下層の水相を使用する。

上層の有機相が紅色を呈する場合は、下層の水相を別の分液漏斗 (200 mL) に移し入れ、有機相が紅色を呈さなくなるまで、ジチゾン・ベンゼン溶液と振り混ぜる操作を繰り返す。

警告 シアン化ナトリウムは、毒物で、酸との接触によって猛毒で引火性のシアン化水素が発生する。シアン化ナトリウムを含む溶液の取扱いは、シアン化ナトリウム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。

6.10 L(+)-酒石酸溶液 (200 g/L)

6.11 ジチゾン・ベンゼン溶液 ジチゾン 0.01 g をベンゼン (6.12) 10 mL に溶解して分液漏斗 (100 mL) に移し入れ、洗浄液 (6.8) 50 mL を加え、1 分間振り混ぜる。静置して、二層に分離した後、下層の水相を別の分液漏斗 (100 mL) に移し入れ、塩酸 (1+1) (6.2) を加えてわずかに酸性とする。ベンゼン 20 mL

を加えて1分間振り混ぜる。静置して、二層に分離した後、下層の水相を捨て、上層の有機相をベンゼンで100 mLにうすめて、褐色瓶に入れて保存する。

ジチゾンは、次のようにあらかじめ精製してもよい。

ジチゾン 0.1 g をベンゼン 50 mL に溶解して分液漏斗 (200 mL) に移し入れ、洗浄液 50 mL を加え、1分間振り混ぜる。しばらく静置して、二層に分離した後、下層の水相をビーカー (100 mL) に受け、塩酸を加えてわずかに酸性とする。沈殿したジチゾンをろ紙 (5 種 A) でろ過分離し、水で洗浄する。ジチゾンをデシケーター中で乾燥する。

6.12 ベンゼン

6.13 4-メチル-2-ペンタノン

6.14 鉛原液 (Pb : 100 µg/mL) 硝酸鉛 (II) 0.1599 g を水に溶解し、硝酸 (6.3) 約 10 mL を加えた後、溶液を 1 000 mL の全量フラスコに移し入れ、水で標線までうすめて鉛原液とする。

6.15 鉛標準液 (Pb : 10 µg/mL) 鉛原液 (6.14) を、使用の都度、水で正確に 10 倍にうすめて、鉛標準液とする。

注記 市販の標準液は、JIS G 1202 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、0.5 g とする。

8 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。

8.1 試料溶液の調製

試料溶液の調製は、次による。

- 試料をはかりとって、三角フラスコ (300 mL) に移し入れる。
- 時計皿で覆って、塩酸 (6.1) 10 mL 及び硝酸 (6.3) 3 mL を加え、加熱して試料を分解する。過塩素酸 (6.4) 20 mL を加え、引き続き加熱して過塩素酸の濃厚な白煙を発生させ、クロムを二クロム酸に酸化する。

試料中のクロム含有率 (質量分率) が 10 % 以上の場合は、更に、時計皿をずらして加熱を続け、塩酸を 1 mL ~ 2 mL ずつ数回に分けて、ビーカーの内壁に沿って注意深く加え、大部分のクロムを褐色の二塩化二酸化クロムとして揮散させる。褐色の煙が発生しなくなるまで、塩酸の添加を繰り返す。

- 放冷した後、水約 50 mL を加え、振り混ぜて塩類を溶解する。溶液をろ紙 (5 種 B) を用いてろ過し、塩酸 (1+100) (6.2) で洗浄する。ろ液及び洗液をビーカー (300 mL) に受け、残さは、捨てる。

なお、試料中のけい素含有率 (質量分率) が 1 % 未満、又はタングステン含有率 (質量分率) が 1 % 未満の場合は、ろ過の操作を省略してもよい。

- 加熱して過塩素酸の白煙を発生させ、放冷した後、塩酸 (7+5) (6.2) 約 30 mL を加えて塩類を溶解して、試料溶液とする。

8.2 鉄の分離

鉄の分離は、次による。

- a) 8.1 で得た試料溶液を分液漏斗 (200 mL) に塩酸 (7+5) (6.2) 約 30 mL で洗い移し、室温まで冷却する。
- b) 4-メチル-2-ペンタノン (6.13) 30 mL を加え、30 秒間激しく振り混ぜる。静置して、二層に分離した後、下層の水相を三角フラスコ (300 mL) に受ける。さらに、塩酸 (7+5) 5 mL を分液漏斗に加え、約 30 秒間振り混ぜる。静置して、二層に分離した後、下層の水相を先の三角フラスコに合わせる。有機相は、捨てる。
- c) 三角フラスコを加熱して水相に含まれている 4-メチル-2-ペンタノンの大部分を揮散させた後、硝酸 (6.3) 5 mL を加え、引き続き加熱して乾固する。放冷した後、塩酸 (1+1) (6.2) 1 mL ~ 2 mL を加え、加熱して塩類を溶解し、水 40 mL を加え、室温まで冷却する。

8.3 妨害元素のマスキング

8.2 で得た溶液に L(+)-酒石酸溶液 (6.10) 2 mL、亜硫酸ナトリウム溶液 (飽和) (6.7) 10 mL 及びシアン化ナトリウム溶液 (6.9) 10 mL を加えて振り混ぜ、70 °C ~ 80 °C に加熱し、4 分 ~ 5 分間放置する。

8.4 呈色

呈色は、次による。

- a) 8.3 で得た溶液を、20 °C ~ 25 °C に冷却し、アンモニア水 (6.5) 10 mL を加えた後、分液漏斗 (200 mL) に水で洗い移す。
- b) ジチゾン・ベンゼン溶液 (6.11) を正確に 20 mL 加え、1 分間激しく振り混ぜる。静置して、二層に分離した後、下層の水相を捨てる。洗浄液 (6.8) 50 mL を分液漏斗に加え、30 秒間振り混ぜる。静置して、二層に分離した後、下層の水相を捨て、有機相を呈色液とする。

警告 この水相中には、シアン化ナトリウムを含んでいるので、取り扱いには注意が必要である。

8.5 吸光度の測定

8.4 で得た呈色液を、乾いたろ紙 (5 種 A) を用いてろ過する。ろ液の最初の数 mL を捨て、その後のろ液の一部を分光光度計の吸収セル (光路長 10 mm) に取り、ベンゼンを対照液として 520 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、鉄 (6.6) 0.500 g をはかりとって三角フラスコ (300 mL) に移し入れ、以降、8.1 b) ~ 8.5 の手順に従って、試料と同じ操作を試料と併行して行う。

10 検量線の作成

7 個の三角フラスコ (300 mL) を準備し、それぞれに鉄 (6.6) 0.500 g をはかりとって移し入れ、鉛標準液 (6.15) を表 2 に従って正確に加える。以降、8.1 b) ~ 8.5 の手順に従って、試料と同じ操作を試料と併行して行い、得た吸光度と呈色液中の鉛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 2—鉛標準液添加量

鉛定量範囲 [質量分率 (%)]	鉛標準液添加量 mL	呈色液中の鉛量 μg
0.000 2 以上 0.01 以下	0, 0.5, 1, 2, 3, 4, 5	0, 5, 10, 20, 30, 40, 50
注記 呈色液中の鉛量は、検量線用溶液中の鉛量である。		

11 計算

計算は、次の式による。

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

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

ここで、

Pb : 試料中の鉛含有率 [質量分率 (%)]

m_1 : 試料の呈色液中の鉛検出量 (μg)

m_2 : 空試験 (箇条 9) の呈色液中の鉛検出量 (μg)

m_3 : 空試験ではかりとった鉄 (6.6) に含まれる鉛の量 (μg)
鉄中の鉛含有率 (質量分率) が、0.000 02 %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 7 ではかりとった試料の量 (g)

12 許容差

許容差は、表 3 による。

表 3—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 (%)]
0.000 2 以上 0.01 以下	$f(n) \times [0.022\,3 \times (Pb) + 0.000\,17]$	$f(n) \times [0.095\,6 \times (Pb) + 0.000\,16]$
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。		
注記 この表の許容差計算式は、鉛含有率 (質量分率) 0.000 4 %以上 0.007 %以下の試料を用いた共同実験の結果から得た。		