

まえがき

この規格は、工業標準化法第 14 条によって準用する第 12 条第 1 項の規定に基づき、タングステン・モリブデン工業会 (JTMIA) / 財団法人日本規格協会 (JSA) から工業標準原案を具して日本工業規格を改正すべきとの申出があり、日本工業標準調査会の審議を経て、経済産業大臣が改正した日本工業規格である。これによって **JIS H 1403-1987** は改正され、この規格に置き換えられる。

今回の改正では、不揮発分を形成するカルシウム、けい素、アルミニウム及びマグネシウム並びにカリウムの定量方法を追加し、改正を行った。

目次

	ページ
1. 適用範囲	1
2. 引用規格	1
3. 一般事項	2
4. 試料の採り方及び取扱い方	2
4.1 試料の採り方	2
4.2 試料の取扱い方	2
5. 分析値のまとめ方	2
5.1 分析回数	2
5.2 空試験	2
5.3 分析値の表示	2
6. 安全衛生に関する注意	2
7. 鉄定量方法	2
7.1 定量方法の区分	2
7.2 1,10-フェナントロリン吸光光度法	3
7.3 原子吸光法	5
7.4 誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光法	7
8. モリブデン定量方法	8
8.1 定量方法の区分	8
8.2 チオシアン酸吸光光度法	8
8.3 原子吸光法	10
8.4 誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光法	11
9. カルシウム定量方法	12
9.1 定量方法の区分	12
9.2 原子吸光法	12
9.3 誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光法	13
10. けい素定量方法	14
10.1 定量方法の区分	14
10.2 四ふっ化けい素気化分離モリブドけい酸青吸光光度法	14
10.3 四ふっ化けい素気化分離誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光法	16
10.4 混酸分解誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光法	17
11. アルミニウム定量方法	18
11.1 定量方法の区分	18
11.2 陽イオン交換分離原子吸光法	19
11.3 陽イオン交換分離誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光法	20
11.4 混酸分解誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光法	21

12. マグネシウム定量方法	22
12.1 定量方法の区分	22
12.2 原子吸光法	22
12.3 誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光法	23
13. カリウム定量方法	24
13.1 定量方法	24
14. 不揮発分定量方法	25
14.1 定量方法	25

タングステン材料の分析方法

Methods for chemical analysis of tungsten materials

1. **適用範囲** この規格は、タングステン材料（照明及び電子機器用）の鉄、モリブデン、カルシウム、けい素、アルミニウム、マグネシウム、カリウム及び不揮発分の定量方法について規定する。

なお、それらの定量方法は表 1 による。

表 1 定量方法

成分	定量方法	適用含有率範囲 % (m/m)
鉄	1,10-フェナントロリン吸光光度法 原子吸光法 誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光法	0.001 以上 0.03 以下 0.000 5 以上 0.03 以下 0.000 5 以上 0.03 以下
モリブデン	チオシアン酸吸光光度法 原子吸光法 誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光法	0.001 以上 0.016 以下 0.001 以上 0.02 以下 0.001 以上 0.02 以下
カルシウム	原子吸光法 誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光法	0.000 5 以上 0.01 以下 0.000 1 以上 0.01 以下
けい素	四ふっ化けい素気化分離モリブドけい酸青吸光光度法 四ふっ化けい素気化分離誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光法 混酸分解誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光法	0.000 5 以上 0.005 以下 0.000 5 以上 0.005 以下 0.001 以上 0.02 以下
アルミニウム	陽イオン交換分離原子吸光法 陽イオン交換分離誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光法 混酸分解誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光法	0.000 2 以上 0.01 以下 0.000 1 以上 0.01 以下 0.000 5 以上 0.01 以下
マグネシウム	原子吸光法 誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光法	0.000 5 以上 0.005 以下 0.000 1 以上 0.005 以下
カリウム	原子吸光法	0.001 以上 0.02 以下
不揮発分	揮発分分離重量法	0.002 以上

2. **引用規格** 次に掲げる規格は、この規格に引用されることによって、この規格の規定の一部を構成する。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 K 0016 鉄標準液

JIS K 0036 標準物質－標準液－カリウム

JIS K 0037 標準物質－標準液－マグネシウム

JIS K 0038 標準物質－標準液－カルシウム

JIS K 0050 化学分析方法通則

JIS K 0115 吸光光度分析通則

JIS K 0116 発光分光分析通則

JIS K 0121 原子吸光分析通則

JIS Z 8401 数値の丸め方

3. **一般事項** 分析方法に共通な般事項は、JIS K 0050, JIS K 0115, JIS K 0116 及び JIS K 0121 による。

4. 試料の採り方及び取扱い方

4.1 **試料の採り方** 試料の採り方は、その品質を代表するように、汚染などに注意して、分析に必要な量を採取する。

4.2 試料の取扱い方

- a) 試料の取扱い方は、4.1 で採取した試料を水酸化ナトリウム (300g/L) 中に浸して約 15 分間煮沸し、水洗し、清浄なガーゼ又はブラシなどで黒鉛などをぬぐい去った後、適切な長さに切断するか又は 1mm 以下に破碎し、塩酸 (1+1) で約 15 分間煮沸した後水洗し、更にエタノール (95) で洗浄した後、乾燥する。
- b) 乾燥した試料は、酸化及び吸湿を防止するために適切な容器に入れ密封し、分析用試料とする。

5. 分析値のまとめ方

5.1 **分析回数** 通常、同一試料について 2 回行う。

5.2 **空試験** 分析に当たっては、空試験を行い、測定値を補正する。

5.3 **分析値の表示** 分析値は、質量百分率で表し、表 1 の適用含有率範囲に規定されている定量範囲の最下位の次のけたまで算出し、JIS Z 8401 によって定量範囲の最下位のけたに丸める。ただし、丸めた結果、小数点以下の有効数字が 3 けた以上になる場合は、小数点以下有効数字 2 けたに丸める。

6. **安全衛生に関する注意** 分析操作を行うには、常に安全及び衛生に注意しなければならないが、特に次の事項に注意する。

- a) 分析に使用する試薬は、労働安全衛生法有機溶剤中毒予防規則、労働安全衛生法特定化学物質等障害予防規則並びに毒物及び劇物取締法の基準に従い操作など十分に注意する。
- b) 原子吸光法及び誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光法における高圧ガスの取扱いにおいては、高圧ガス取締法及びそれに関連する諸法令の基準に従い、また、運搬、設置、操作などに十分注意し、火気に十分気をつける。
- c) 原子吸光法においては、フレイムの点火及び消火に注意し、特に一酸化二窒素・アセチレンフレイムを使用する場合には逆火及び爆発に注意する。
- d) 誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光法においては、高電圧、高温、高周波及び強い光が関係する装置のため、測定者に対して危険及び健康を阻害する可能性がある。したがって安全機構、危険防止、測定室環境などに配慮が必要である。
- e) 不揮発分の定量に、液化塩化水素ポンプを使用するときは、取扱いに十分注意する。また、塩化水素は十分に処理して排出する。

7. 鉄定量方法

7.1 **定量方法の区分** 鉄の定量方法は、次のいずれかによる。

- a) **1,10-フェナントロリン吸光光度法** この方法は、鉄含有率 0.001% (m/m) 以上 0.03% (m/m) 以下の試料に適用する。

- b) **原子吸光法** この方法は、鉄含有率 0.000 5% (m/m) 以上 0.03% (m/m) 以下の試料に適用する。
- c) **誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光法** この方法は、鉄含有率 0.000 5% (m/m) 以上 0.03% (m/m) 以下の試料に適用する。

7.2 1,10-フェナントロリン吸光光度法

7.2.1 要旨 試料をふっ化水素酸と硝酸との混酸で分解し、酒石酸を加えて、タングステンなどを錯塩とし、ほう酸を加えふっ化水素酸をマスキングした後 pH を調節し、L(+) -アスコルビン酸で鉄 (III) を鉄 (II) に還元し、1,10-フェナントロリンを加えて 1,10-フェナントロリン・鉄 (II) 錯体を生成させ、光度計を用いてその吸光度を測定する。

7.2.2 試薬 試薬は、次による。

- a) **ほう酸溶液 (50g/L)**
- b) **混酸 A (硝酸 1, ふっ化水素酸 1)**
- c) **アンモニア水**
- d) **酢酸**
- e) **酒石酸溶液 (500g/L)**
- f) **L(+) -アスコルビン酸溶液 (50g/L)** 使用の都度調製する。
- g) **1,10-フェナントロリン溶液** 塩化 1,10-フェナントロリニウム一水和物 0.2g を水に溶解し、水で液量を 100ml とする。
- h) **標準鉄溶液 (20 μ gFe/ml)** 鉄 [99.9% (m/m) 以上] 1.000g をはかり取ってビーカー (200ml) に移し入れ、時計皿で覆い、塩酸 (1+1) 20ml を加え、穏やかに加熱して分解する。過酸化水素 1ml を加え、煮沸して鉄を酸化するとともに、過剰の過酸化水素を分解する。常温まで冷却した後、時計皿の下面を水で洗浄して時計皿を取り除き、溶液を 1 000ml の全量フラスコに水を用いて移し入れ、水で標線まで薄めて原液 (1 000 μ gFe/ml) とする。又は、JIS K 0016 に規定する鉄標準液の Fe1 000 を原液とする。この原液を使用の都度、必要量だけ水で正しく 50 倍に薄めて標準鉄溶液とする。
- i) **p-ニトロフェノール溶液 (4g/L)**
- j) **備考だけで使う試薬**
 - 1) **水酸化ナトリウム溶液 (100g/L)**
 - 2) **過酸化水素**

7.2.3 試料はかり取り量 試料はかり取り量は、1.0g とし、10mg のけたまではかる。

7.2.4 操作

7.2.4.1 試料溶液の調製 試料溶液の調製は、次の手順によって行う。

- a) 試料をはかり取って白金皿 (75 番又は 90 番)、四ふっ化エチレン樹脂ビーカー (100~200ml) 又はポリエチレンビーカー (100~200ml) に移し入れる。
- b) 白金ふた、四ふっ化エチレン樹脂時計皿又はポリエチレン時計皿で覆い、混酸 A6ml⁽¹⁾ を少量ずつ加え、穏やかに加熱して分解する⁽²⁾。引き続き加熱して窒素酸化物などを追い出す。
注⁽¹⁾ 極細線や細粒の場合は、分解反応が激しいので、混酸に適量の水を加えて使用する。
注⁽²⁾ ポリエチレンビーカーを用いる場合は、加熱による容器の変形が起こらないように、水浴上又は水浴中で加熱しながら分解する。
- c) 室温まで冷却した後、ふた又は時計皿の下面を水で洗浄してふた又は時計皿を取り除き、酒石酸溶液 10ml 及びほう酸溶液 30ml をかき混ぜながら加え、水で液量を約 60ml とする。

7.2.4.2 呈色 呈色は、次の手順によって行う。

- a) 7.2.4.1 c)で得た溶液を 100ml の全量フラスコに水を用いて移し入れる。
- b) *p*-ニトロフェノール溶液数滴を指示薬として加えた後、振り混ぜながら溶液の色が黄色になるまでアンモニア水を加える。次に、酢酸を溶液が無色となるまで滴加し、更に数滴を過剰に加える⁽³⁾。

注⁽³⁾ この操作によって呈色時の pH は5.0付近となる。

- c) 常温まで冷却した後、L (+) -アスコルビン酸溶液 [7.2.2 f)] 2ml 及び 1,10-フェナントロリン溶液 [7.2.2 g)] 10ml を加えて振り混ぜ、水で標線まで薄め、約 10 分間放置する⁽⁴⁾。

注⁽⁴⁾ 10分間放置後、吸光度は一定となる。

7.2.4.3 吸光度の測定 7.2.4.2 c)で得た溶液の一部を光度計の吸収セル (10mm) に取り、水を対照液として波長 510nm 付近の吸光度を測定する。

7.2.5 空試験 試料を用いないで試料と同じ操作を試料と並行して行い、得られた溶液の吸光度を空試験の吸光度とする。

7.2.6 検量線の作成 混酸 A6ml ずつを数個の白金皿 (75 番又は 90 番)、四ふっ化エチレン樹脂ビーカー (100~200ml) 又はポリエチレンビーカー (100~200ml) に取り、酒石酸 10ml 及びほう酸溶液 30ml をかき混ぜながら加えた後、溶液をそれぞれ 100ml の全量フラスコに水を用いて移し入れ、標準鉄溶液 [7.2.2 h)] 0~15.0ml (鉄として 0~300μg) を段階的に加える。以下、7.2.4.2 の b)~c)及び 7.2.4.3 の手順に従って操作した後、得た吸光度と鉄量との関係線を作成し、その関係線を原点を通るように平行移動して検量線とする。

7.2.7 計算 7.2.4.3 及び 7.2.5 で得た吸光度と、7.2.6 で作成した検量線とから鉄量を求め、試料中の鉄含有率を次の式によって算出する。

$$Fe = \frac{A_1 - A_2}{m} \times 100$$

ここに、
Fe : 試験中の鉄含有率 [% (m/m)]
*A*₁ : 試料溶液中の鉄検出量(g)
*A*₂ : 空試験液中の鉄検出量(g)
m : 試料はかり取り量 (g)

備考 試料の分解に、次の方法を用いてもよい。

試料をはかり取ってトールビーカー (100~200ml) ⁽⁵⁾に移し入れ、時計皿で覆い、過酸化水素 10~20ml⁽⁶⁾を加え、放置又は加熱して分解し⁽⁷⁾、液量が 5~10ml になるまで加熱して蒸発し、水を加え液量を 20ml とする。室温まで冷却した後、水酸化ナトリウム溶液 15ml を加え、数分間放置して、激しい発泡⁽⁸⁾が終わった後、液量が 10~20ml になるまで煮沸し、過剰の過酸化水素を分解する。

酒石酸溶液 10ml を加え、1 分間煮沸し⁽⁹⁾、室温まで冷却した後、水で液量を約 60ml とする。以下、7.2.4.2~7.2.7 の手順に従って操作し、鉄含有率を求める。ただし、この場合の検量線の作成は、次による。

試料の分解に用いた量と同量の過酸化水素を数個のトールビーカー (100~200ml) ⁽⁵⁾に取り、標準鉄溶液 [7.2.2 h)] 0~15.0ml (鉄として 0~300μg) を段階的に加え、液量が約 10ml になるまで加熱濃縮した後、水で液量を約 20ml とする。以下、備考操作の水酸化ナトリウム溶液 15ml を加える以降の操作に従って、得た吸光度と鉄量との関係線を作成し、その関係線を原点を通るように平行移動して検量線とする。

注⁽⁵⁾ ビーカーには、あらかじめ10ml 及び20ml の目盛を付けておく方がよい。

- (⁶) 過酸化水素の添加は、数回に分けて行った方がよい。また、分解不十分な場合は、更に過酸化水素を追加する。
- (⁷) 分解した後の試料溶液は、通常透明であるが、酸化している試料などでは、白色の濁りを生じることがある。しかし、これは次の水酸化ナトリウム溶液 15ml を加えて、約 10 分間加熱する操作中に溶解して消失するから差し支えない。
- (⁸) 水酸化ナトリウムと試料溶液（残存過酸化水素や過タングステン酸など）との発泡反応は、残存する過酸化水素量が多いほど激しいので、残存過酸化水素量は、10ml 以下にする必要がある。また、水酸化ナトリウム溶液を加えると初めは黄色になり徐々に発泡し、やがて激しく発泡した後、反応は次第にやみ、溶液は無色となる。
- (⁹) 酒石酸溶液の添加は、タングステン、鉄などを錯塩に変え、溶液は弱酸性となる。

7.3 原子吸光法

7.3.1 要旨 試料を適切な試薬で分解した後、溶液を原子吸光光度計の空気・アセチレンフレーム中に噴霧し、その吸光度を測定する。

7.3.2 試薬 試薬は、次による。

- a) リン酸 (1+1)
- b) ほう酸溶液 (50g/L)
- c) 混酸 A (硝酸 1, ふっ化水素酸 1)
- d) 混酸 B (塩酸 3, 硝酸 1, 水 4)
- e) タングステン粉 鉄含有率が既知で、かつ、その鉄含有率が試料中の鉄含有率より低いもの。
- f) 過酸化水素
- g) 標準鉄溶液 (20 μ gFe/ml) 7.2.2 h)による。

7.3.3 試料はかり取り量 試料はかり取り量は、試料溶液の調製を 7.3.4.1 a)で行う場合は、3.0g とし、試料溶液の調製を 7.3.4.1 b)で行う場合は、1.0g とし、10mg のけたまではかる。

7.3.4 操作

7.3.4.1 試料溶液の調製 試料溶液の調製は、次のいずれかの手順によって行う。

a) 混酸 A による分解

- 1) 試料をはかり取って白金皿 (75 番又は 90 番)、四ふっ化エチレン樹脂ビーカー (100~200ml) 又はポリエチレンビーカー (100~200ml) に移し入れる。
- 2) 白金ふた、四ふっ化エチレン樹脂時計皿又はポリエチレン時計皿で覆い、りん酸 (1+1) 2ml, 更に混酸 A 10ml(¹)を少量ずつ加え、穏やかに加熱して分解する(²)。引き続き加熱して窒素酸化物などを追い出し、常温まで冷却した後、時計皿の下面を水で洗浄して時計皿を取り除き、ほう酸溶液 40ml をかき混ぜながら加える。
- 3) 溶液を 100ml の全量フラスコに水を用いて移し入れ、水で標線まで薄める(¹⁰)。

注(¹⁰) この溶液中の鉄量が300 μ g を超える場合には、鉄量が300 μ g 以下になるように溶液を別の100ml の全量フラスコに分取し、水で標線まで薄める。

b) 過酸化水素・混酸 B による分解

- 1) 試料をはかり取ってビーカー (100~200ml) に移し入れる。
- 2) 時計皿で覆い、りん酸 (1+1) 1ml 及び過酸化水素 10~20ml(⁶)を加え、放置又は加熱して分解する。液量が約 5ml になるまで加熱して蒸発し室温まで冷却した後、混酸 B 10ml を少量ずつ加え、数分間放置し激しい発泡を終わらせ、約 5 分間煮沸して常温まで冷却した後、時計皿の下面を水で洗浄し

て時計皿を取り除く。

- 3) 溶液を 50ml の全量フラスコに水を用いて移し入れ、水で標線まで薄める⁽¹¹⁾。

注⁽¹¹⁾ この溶液中の鉄量が160 μ g を超える場合には、鉄量が160 μ g 以下になるように溶液を別の100ml の全量フラスコに分取し、水で標線まで薄める。

7.3.4.2 吸光度の測定 7.3.4.1 の a)3)又は b)3)で得た溶液の一部を、水を用いてゼロ点を調整した原子吸光光度計の空気・アセチレンフレーム中に噴霧し、波長 248.3nm における吸光度を測定する。

7.3.5 空試験 7.3.6 の検量線の作成操作において得られる標準鉄溶液を添加しない溶液の吸光度を、空試験の吸光度とする⁽¹²⁾。

注⁽¹²⁾ 7.3.4.1 の a)3)又は b)3)で注を適用して試料溶液を分取した場合には、空試験液も試料溶液と同量を分取する。

7.3.6 検量線の作成 検量線の作成は、次のいずれかの手順によって行う。

a) 試料溶液の調製を 7.3.4.1 a)によって行う場合

- 1) タングステン粉 [7.3.2 e)] を 3.0g ずつ数個はかり取り、それぞれ白金皿 (75 番又は 90 番)、四ふつ化エチレン樹脂ビーカー (100~200ml) 又はポリエチレンビーカー (100~200ml) に移し入れる。
- 2) 7.3.4.1 a)2)の操作を試料と並行して行った後、溶液を 100ml の全量フラスコに水を用いて移し入れる⁽¹³⁾。

注⁽¹³⁾ 7.3.4.1 a)3)で注⁽¹⁰⁾を適用した場合には、これらの溶液をそれぞれ水で標線まで薄めた後、試料溶液の分取量と同量をそれぞれ別の100ml の全量フラスコに分取する。

- 3) 標準鉄溶液 [7.3.2 g)] 0~15.0ml (鉄として 0~300 μ g) を段階的に加え、水で標線まで薄める。
- 4) これらの溶液の一部を、水を用いてゼロ点を調整した原子吸光光度計の空気・アセチレンフレーム中に噴霧し、波長 248.3nm における吸光度を試料と並行して測定し、得た吸光度と鉄量との関係線を作成し、その関係線を原点を通るように平行移動して検量線とする。

b) 試料溶液の調製を 7.3.4.1 b)によって行う場合

- 1) タングステン粉 [7.3.2 e)] を 1.0g ずつ数個はかり取り、それぞれビーカー (100~200ml) に移し入れる。
- 2) 7.3.4.1 b)2)の操作を試料と並行して行った後、溶液を 50ml の全量フラスコに水を用いて移し入れる⁽¹⁴⁾。

注⁽¹⁴⁾ 7.3.4.1 b)3)で注⁽¹¹⁾を適用した場合には、これらの溶液をそれぞれ水で標線まで薄めた後、試料溶液の分取量と同量をそれぞれ別の50ml の全量フラスコに分取する。

- 3) 標準鉄溶液 [7.3.2 g)] 0~8.0ml (鉄として 0~160 μ g) を段階的に加え、水で標線まで薄める。
- 4) 7.3.6 a)4)に従って操作する。

7.3.7 計算 計算は、次のいずれかによる。

- a) 7.3.4.1 の a)3)又は b)3)で分取しない場合 7.3.4.2 及び 7.3.5 で得た吸光度と、7.3.6 で作成した検量線とから鉄量を求め、試料中の鉄含有率を次の式によって算出する。

$$Fe = \frac{A_1 - (A_2 - A_3)}{m} \times 100$$

ここに、 Fe : 試料中の鉄含有率 [% (m/m)]

A₁ : 試料溶液中の鉄検出量 (g)

A₂ : 空試験液中の鉄検出量 (g)

A₃ : タングステン粉 [7.3.2 e)] 3.0g 又は 1.0g 中に含まれる鉄量 (g)

m : 試料はかり取り量 (g)

- b) 7.3.4.1 の a)3)又は b)3)で分取した場合 7.3.4.2 及び 7.3.5 で得た吸光度と、7.3.6 で作成した検量線とから鉄量を求め、試料中の鉄含有率を次の式によって算出する。

$$Fe = \frac{A_4 - [A_5 - (A_3 \times \frac{B}{50})]}{m \times \frac{B}{50}} \times 100$$

ここに、
 Fe : 試料中の鉄含有率 [% (m/m)]
 A_4 : 試料溶液中の鉄検出量 (g)
 A_5 : 空試験液中の鉄検出量 (g)
 A_3 : タングステン粉 [7.3.2 e)] 3.0g 又は 1.0g 中に含まれる鉄量 (g)
 m : 試料はかり取り量 (g)
 B : 試料溶液及び空試験液の分取量 (ml)

7.4 誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光法

7.4.1 要旨 試料を過酸化水素・混酸で分解した後、溶液を誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光装置のアルゴンプラズマ中に噴霧し、その発光強度を測定する。

7.4.2 試薬 試薬は、次による。

- a) リン酸 (1+1)
- b) 混酸 B (塩酸 3, 硝酸 1, 水 4)
- c) タングステン粉 7.3.2 e)による。
- d) 過酸化水素
- e) 標準鉄溶液 (50 μ gFe/ml) 7.2.2 h)の原液 (1 000 μ gFe/ml) を使用の都度、必要量だけ水で正しく 20 倍に薄めて標準鉄溶液とする。

7.4.3 試料はかり取り量 試料はかり取り量は、1.0g とし、10mg のけたまではかる。

7.4.4 操作

7.4.4.1 試料溶液の調製 試料溶液の調製は、7.3.4.1 b)による⁽¹⁵⁾。

注⁽¹⁵⁾ 注⁽¹⁾は適用しない。

7.4.4.2 発光強度の測定 7.4.4.1 で得た溶液の一部を、誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光装置のアルゴンプラズマ中に噴霧し、波長 259.940nm における発光強度を測定する⁽¹⁶⁾。

注⁽¹⁶⁾ 精度及び正確さを確認してあれば、他の波長を用いて測定してもよい。また、高次のスペクトル線が使用可能な装置では、高次のスペクトル線を用いてもよい。バックグラウンド補正機構が付いている装置では、バックグラウンド補正機構を用いてもよい。

なお、この注を適用した場合は、検量線の作成においても同様に行う。

7.4.5 空試験 7.4.6 の検量線の作成操作において得られる標準鉄溶液を添加しない溶液の発光強度を、空試験の発光強度とする

7.4.6 検量線の作成 検量線の作成は、次の手順によって行う。

- a) タングステン粉 [7.4.2 c)] を 1.0g ずつ数個はかり取り、それぞれビーカー (100~200ml) に移し入れる。
- b) 7.3.4.1 b)2)に従って操作した後、溶液を 50ml の全量フラスコに水を用いて移し入れる。
- c) 標準鉄溶液 [7.4.2 e)] 0~6.0ml (鉄として 0~300 μ g) を段階的に加え、水で標線まで薄める。
- d) これらの溶液の一部を、誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光装置のアルゴンプラズマ中に噴霧し、波長 259.940nm における発光強度を試料と並行して測定し、得た発光強度と鉄量との関係線を作成し、その関係線を原点を通るように平行移動して検量線とする。

7.4.7 計算 7.4.4.2 及び 7.4.5 で得た発光強度と、7.4.6 で作成した検量線とから鉄量を求め、試料中の鉄含有率を次の式によって算出する。

$$Fe = \frac{A_1 - (A_2 - A_3)}{m} \times 100$$

ここに、
Fe : 試料中の鉄含有率 [% (m/m)]
A₁ : 試料溶液中の鉄検出量 (g)
A₂ : 空試験液中の鉄検出量 (g)
A₃ : タングステン粉 [7.4.2 c)] 1.0g 中に含まれる鉄量 (g)
m : 試料はかり取り量 (g)

8. モリブデン定量方法

8.1 定量方法の区分 モリブデンの定量方法は、次のいずれかによる。

- a) **チオシアン酸吸光光度法** この方法は、モリブデン含有率 0.001% (m/m) 以上 0.016% (m/m) 以下の試料に適用する。
- b) **原子吸光法** この方法は、モリブデン含有率 0.001% (m/m) 以上 0.02% (m/m) 以下の試料に適用する。
- c) **誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光法** この方法は、モリブデン含有率 0.001% (m/m) 以上 0.02% (m/m) 以下の試料に適用する。

8.2 チオシアン酸吸光光度法

8.2.1 要旨 試料をふっ化水素酸と硝酸との混酸で分解し、加熱して蒸発乾固させ、次に水酸化ナトリウム溶液で溶解した後、くえん酸を加えて、タングステンなどを錯塩とし、塩酸を加えて酸性溶液とした後、鉄 (III) 、チオシアン酸カリウム、酢酸エチル及び塩化すず (II) を加え、モリブデン(IV) を還元し、生成するモリブデン・チオシアン酸錯体を酢酸エチルに抽出し、光度計を用いてその吸光度を測定する。

8.2.2 試薬 試薬は、次による。

- a) **塩酸**
- b) **硝酸**
- c) **混酸 A (硝酸 1, ふっ化水素酸 1)**
- d) **水酸化ナトリウム溶液 (100g/L)**
- e) **タングステン粉** モリブデン含有率が試料中のモリブデン含有率より低いもの。
- f) **鉄 (III) 溶液** 硫酸アンモニウム鉄 (III)・12 水 0.87g を硫酸 (0.1mol/L) 100ml に溶解する。この溶液 1ml は、鉄として約 1mg を含む。
- g) **チオシアン酸カリウム溶液** チオシアン酸カリウム 150g を水 350ml に溶解する。
- h) **塩化すず (II) 溶液** 塩化すず (II) 二水和物 150g を塩酸 100ml に加熱して溶解し、室温まで冷却した後、水 250ml を加え、少量のすずを加えて褐色瓶に保存する。
- i) **くえん酸溶液** くえん酸一水和物 500g を水 800ml に溶解する。
- j) **酢酸エチル**
- k) **標準モリブデン溶液 (10μgMo/ml)** 三酸化モリブデン (VI) [99.5% (m/m) 以上] 1 500g をはかり取ってビーカー (200ml) に移し入れ、時計皿で覆い、水酸化ナトリウム溶液 (100g/L) 10ml を加え、加熱して分解する。常温まで冷却した後、時計皿の下面を水で洗浄して時計皿を取り除き、溶液を 1 000ml の全量フラスコに水を用いて移し入れ、水で標線まで薄めて原液 (1 000μgMo/ml) とする。この原液を使用の都度、必要量だけ水で正しく 100 倍に薄めて標準モリブデン溶液とする。
- l) **備考だけで使う試薬**

1) 過酸化水素

8.2.3 試料はかり取り量 試料はかり取り量は、1.0g とし 10mg のけたまではかる。

8.2.4 操作

8.2.4.1 試料溶液の調製 試料溶液の調製は、次の手順によって行う。

- a) 試料をはかり取って白金皿（75 番又は 90 番）に移し入れる。
- b) 白金ふたで覆い、混酸 A6ml⁽¹⁾を少量ずつ加え、穏やかに加熱して分解する。白金ふたの下面を水で洗淨して白金ふたを取り除き、引き続き加熱して蒸発し、軽く乾固する。更に硝酸約 1ml を加え再び乾固し室温まで冷却する。水酸化ナトリウム溶液 15ml を加え、白金ふたで覆い加熱して塩類を溶解する。
- c) 常温まで冷却した後、白金ふたの下面を水で洗淨して白金ふたを取り除き、溶液を 100ml の全量フラスコに水を用いて移し入れ、水で標線まで薄める。

8.2.4.2 抽出 抽出は、次の手順によって行う。

- a) **8.2.4.1 c)**で得た溶液から正しく 50ml を分液漏斗 (200ml) に分取する。
- b) くえん酸溶液 [8.2.2 i)] 14ml, 塩酸 6ml 及び鉄 (III) 溶液 [8.2.2 f)] 1ml を加え常温まで冷却した後、チオシアン酸カリウム溶液 [8.2.2 g)] 4ml, 酢酸エチル 15ml 及び塩化すず (II) 溶液 [8.2.2. h)] 4ml を順次加え、約 1 分間激しく振り混ぜる。約 2 分間放置⁽¹⁵⁾した後、水相を捨てる。

注⁽¹⁷⁾ 2～60分間の範囲で呈色は安定である。

8.2.4.3 吸光度の測定 **8.2.4.2 b)**で得た有機相の一部を光度計の吸収セル (10mm) に取り、水を対照液として波長 500nm 付近の吸光度を測定する。

8.2.5 空試験 空試験は、行わない。

8.2.6 検量線の作成 タングステン粉 [8.2.2 e)] を 1.0g ずつ数個はかり取り、それぞれ白金皿（75 番又は 90 番）に移し入れ、**8.2.4.1 b)**の操作を行い、常温まで冷却した後、白金ふたの下面を水で洗淨して白金ふたを取り除き、溶液を 100ml の全量フラスコに水を用いて移し入れ、標準モリブデン溶液 [8.2.2 k)] 0～16.0ml (モリブデンとして 0～160μg) を段階的に加え、水で標線まで薄める。これらの溶液を正しく 50ml ずつ分取し、それぞれを分液漏斗 (200ml) に移し入れる。以下、**8.2.4.2 b)**及び **8.2.4.3** の手順に従って操作し、得た吸光度と標準モリブデン溶液として加えたモリブデン量の $\frac{1}{2}$ の量との関係線を作成し、この関係線を原点を通るように平行移動して検量線とする。

8.2.7 計算 **8.2.4.3** で得た吸光度と、**8.2.6** で作成した検量線とからモリブデン量を求め、試料中のモリブデン含有率を次の式によって算出する。

$$Mo = \frac{A}{m \times \frac{1}{2}} \times 100$$

ここに、
 Mo : 試料中のモリブデン含有率 [% (m/m)]
 A : 分取した試料溶液中のモリブデン検出量 (g)
 m : 試料はかり取り量 (g)

備考 試料の分解に、次の方法を用いてもよい。

試料をはかり取ってトールビーカー (200～300ml) に移し入れ、時計皿で覆い、過酸化水素 10～20ml⁽⁶⁾を加え、放置又は加熱して分解する⁽⁷⁾。次に、水酸化ナトリウム溶液 15ml を加え、約 10 分間煮沸し、常温まで冷却した後、時計皿の下面を水で洗淨して時計皿を取り除き、溶液を 100ml の全量フラスコに水を用いて移し入れ、水で標線まで薄める。以下、**8.2.4.2**～**8.2.7** に

従って操作し、モリブデン含有率を求める。ただし、この場合の検量線の作成は、次による。

タングステン粉 [8.2.2 e] を 1.0g ずつをはかり取って数個のトールピーカー (200~300ml) に移し入れ、過酸化水素 10~20ml⁽⁶⁾を加え、放置又は加熱して分解した後、水酸化ナトリウム溶液 15ml を加え、約 10 分間煮沸する。常温まで冷却した後、溶液を 100ml の全量フラスコに水を用いて移し入れ、標準モリブデン溶液 [8.2.2 k] 0~16.0ml (モリブデンとして 0~160 μ g) を段階的に加え、水で標線まで薄める。以下、8.2.4.2 及び 8.2.4.3 の手順に従って操作し、得た吸光度と標準モリブデン溶液として加えたモリブデン量の $\frac{1}{2}$ の量との関係線を作成し、この関係線を原点を通るように平行移動して検量線とする。

8.3 原子吸光法

8.3.1 要旨 試料を適切な試薬で分解した後、溶液を原子吸光光度計の一酸化二窒素・アセチレンフレイム中に噴霧し、その吸光度を測定する。

8.3.2 試薬 試薬は、次による。

a) リン酸 (1+1)

b) ほう酸溶液 (50g/L)

c) 混酸 A (硝酸 1, ふっ化水素酸 1)

d) 混酸 B (塩酸 3, 硝酸 1, 水 4)

e) タングステン粉 モリブデン含有率が既知で、かつ、そのモリブデン含有率が試料中のモリブデン含有率より低いもの。

f) 過酸化水素

g) 標準モリブデン溶液 (50 μ gMo/ml) 8.2.2 k) の原液 (1 000 μ gMo/ml) を使用の都度、必要量だけ水で正しく 20 倍に薄めて標準モリブデン溶液とする。

8.3.3 試料はかり取り量 試料はかり取り量は、試料溶液の調製を 8.3.4.1 a) で行う場合は、3.0g とし、試料溶液の調製を 8.3.4.1 b) で行う場合は、1.0g とし、10mg のけたまではかる。

8.3.4 操作

8.3.4.1 試料溶液の調製 試料溶液の調製は、次のいずれかの手順によって行う。

a) 混酸 A による分解 7.3.4.1 a) による⁽¹⁸⁾。

注⁽¹⁸⁾ 注⁽¹⁰⁾は適用しない。

b) 過酸化水素・混酸 B による分解 7.3.4.1 b) による⁽¹⁵⁾。

8.3.4.2 吸光度の測定 8.3.4.1 の a) 又は b) で得た溶液の一部を、水を用いてゼロ点を調整した原子吸光光度計の一酸化二窒素・アセチレンフレイム中に噴霧し、波長 313.3nm における吸光度を測定する。

8.3.5 空試験 8.3.6 の検量線作成操作において得られる標準モリブデン溶液を添加しない溶液の吸光度を、空試験の吸光度とする。

8.3.6 検量線の作成 検量線の作成は、次のいずれかの手順によって行う。

a) 試料溶液の調製を 8.3.4.1 a) によって行う場合

- 1) タングステン粉 [8.3.2 e] を 3.0g ずつ数個はかり取り、それぞれ白金皿 (75 番又は 90 番) に移し入れる。
- 2) 7.3.4.1 a) 2) の操作を試料と並行して行った後、溶液を 100ml の全量フラスコに水を用いて移し入れる。
- 3) 標準モリブデン溶液 [8.3.2 g] 0~12.0ml (モリブデンとして 0~600 μ g) を段階的に加え、水で標線まで薄める。

- 4) これらの溶液の一部を、水を用いてゼロ点を調整した原子吸光光度計の一酸化二窒素・アセチレンフラーム中に噴霧し、波長 313.3nm における吸光度を試料と並行して測定し、得た吸光度とモリブデン量との関係線を作成し、その関係線を原点を通るように平行移動して検量線とする。

b) 試料溶液の調製を 8.3.4.1 b) によって行う場合

- 1) タングステン粉 [8.3.2 e)] を 1.0g ずつ数個はかり取り、それぞれビーカー (100~200ml) に移し入れる。
- 2) 7.3.4.1 b)2) の操作を試料と並行して行った後、溶液を 50ml の全量フラスコに水を用いて移し入れる。
- 3) 標準モリブデン溶液 [8.3.2 g)] 0~4.0ml (モリブデンとして 0~200μg) を段階的に加え、水で標線まで薄める。
- 4) 8.3.6 a)4) に従って操作する。

8.3.7 計算 8.3.4.2 及び 8.3.5 で得た吸光度と、8.3.6 で作成した検量線とからモリブデン量を求め、試料中のモリブデン含有率を次の式によって算出する。

$$Mo = \frac{A_1 - (A_2 - A_3)}{m} \times 100$$

ここに、 Mo : 試料中のモリブデン含有率 [% (m/m)]

A_1 : 試料溶液中のモリブデン検出量 (g)

A_2 : 空試験液中のモリブデン検出量 (g)

A_3 : タングステン粉 [8.3.2 e)] 3.0g 又は 1.0g 中に含まれるモリブデン量 (g)

m : 試料はかり取り量 (g)

8.4 誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光法

8.4.1 要旨 試料を過酸化水素・混酸で分解した後、溶液を誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光装置のアルゴンプラズマ中に噴霧し、その発光強度を測定する。

8.4.2 試薬 試薬は、次による。

- a) リン酸 (1+1)
- b) 混酸 B (塩酸 3, 硝酸 1, 水 4)
- c) タングステン粉 8.3.2 e) による。
- d) 過酸化水素
- e) 標準モリブデン溶液 (50μgMo/ml) 8.3.2 g) による。

8.4.3 試料はかり取り量 試料はかり取り量は、1.0g とし、10mg のけたまではかる。

8.4.4 操作

8.4.4.1 試料溶液の調製 試料溶液の調製は、8.3.4.1 b) による。

8.4.4.2 発光強度の測定 8.4.4.1 で得た溶液の一部を、誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光装置のアルゴンプラズマ中に噴霧し、波長 277.540nm における発光強度を測定する⁽¹⁶⁾。

8.4.5 空試験 8.4.6 の検量線の作成操作において得られる標準モリブデン溶液を添加しない溶液の発光強度を、空試験の発光強度とする。

8.4.6 検量線の作成 検量線の作成は、次の手順によって行う。

- a) タングステン粉 [8.4.2 c)] を 1.0g ずつ数個はかり取り、それぞれビーカー (100~200ml) に移し入れる。
- b) 7.3.4.1 b)2) に従って操作した後、溶液を 50ml の全量フラスコに水を用いて移し入れる。
- c) 標準モリブデン溶液 [8.4.2 e)] 0~4.0ml (モリブデンとして 0~200μg) を段階的に加え、水で標線ま

で薄める。

- d) これらの溶液の一部を、誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光装置のアルゴンプラズマ中に噴霧し、波長 277.540nm における発光強度を試料と並行して測定し、得た発光強度とモリブデン量との関係線を作成し、その関係線を原点を通るように平行移動して検量線とする。

8.4.7 計算 8.4.4.2 及び 8.4.5 で得た発光強度と、8.4.6 で作成した検量線とからモリブデン量を求め、試料中のモリブデン含有率を次の式によって算出する。

$$Mo = \frac{A_1 - (A_2 - A_3)}{m} \times 100$$

ここに、 Mo : 試料中のモリブデン含有率 [% (m/m)]

A_1 : 試料溶液中のモリブデン検出量 (g)

A_2 : 空試験液中のモリブデン検出量 (g)

A_3 : タングステン粉 [8.4.2 c)] 1.0g 中に含まれるモリブデン量 (g)

m : 試料はかり取り量 (g)

9. カルシウム定量方法

9.1 定量方法の区分 カルシウムの定量方法は、次のいずれかによる。

- a) **原子吸光法** この方法は、カルシウム含有率 0.000 5% (m/m) 以上 0.01% (m/m) 以下の試料に適用する。
b) **誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光法** この方法は、カルシウム含有率 0.000 1% (m/m) 以上 0.01% (m/m) 以下の試料に適用する。

9.2 原子吸光法

9.2.1 要旨 試料を過酸化水素・混酸で分解した後、溶液を原子吸光光度計の一酸化二窒素・アセチレンフレーム中に噴霧し、その吸光度を測定する。

9.2.2 試薬 試薬は、次による。

- a) **塩酸 (1+1)**
b) **りん酸 (1+1)**
c) **混酸 B (塩酸 3, 硝酸 1, 水 4)**
d) **タングステン粉** カルシウム含有率が既知で、かつ、そのカルシウム含有率が試料中のカルシウム含有率より低いもの。
e) **過酸化水素**
f) **標準カルシウム溶液 (20 μ gCa/ml)** あらかじめ 110℃で乾燥し、デシケーター中で放冷した炭酸カルシウム [99.5% (m/m) 以上] 0.250g をはかり取り、ビーカー (200ml) に移し入れ、時計皿で覆い、塩酸 (1+1) 20ml を少量ずつ加え分解した後、加熱して二酸化炭素などを追い出す。常温まで冷却した後、時計皿の下面を水で洗浄して時計皿を取り除き、溶液を 100ml の全量フラスコに水を用いて移し入れ、水で標線まで薄めて原液 (1 000 μ gCa/ml) とする。又は、JIS K 0038 に規定するカルシウム標準液の Ca 1 000 を原液とする。この原液を使用の都度、必要量だけ水で正しく 50 倍に薄めて標準カルシウム溶液とする。

9.2.3 試料はかり取り量 試料はかり取り量は、1.0g とし、10mg のけたまではかる。

9.2.4 操作⁽⁹⁾

注⁽⁹⁾ 使用する器具は、塩酸 (1+1) で洗浄した後、水で洗浄して用いる。

9.2.4.1 試料溶液の調製 試料溶液の調製は、次の手順によって行う。

- a) 試料をはかり取って、四ふっ化エチレン樹脂ビーカー又は石英ビーカー (100~200ml) に移し入れる。

b) 四ふっ化エチレン樹脂時計皿又はポリエチレン時計皿で覆い、りん酸 (1+1) 1ml 及び過酸化水素 10～20ml を加え、放置又は加熱して分解する⁽⁹⁾。液量が約 5ml になるまで加熱して蒸発し常温まで冷却した後、混酸 B10ml を少量ずつ加え、数分間放置し激しい発泡を終わらせ、約 5 分間煮沸して常温まで冷却した後、時計皿の下面を水で洗浄して時計皿を取り除く。

c) 溶液を 50ml の全量フラスコに水を用いて移し入れ、水で標線まで薄める。

9.2.4.2 吸光度の測定 9.2.4.1 c) で得た溶液の一部を、水を用いてゼロ点を調整した原子吸光光度計の一酸化二窒素・アセチレンフレイム中に噴霧し、波長 422.7nm における吸光度を測定する。

9.2.5 空試験 9.2.6 の検量線の作成操作において得られる標準カルシウム溶液を添加しない溶液の吸光度を、空試験の吸光度とする。

9.2.6 検量線の作成 検量線の作成は、次の手順によって行う。

a) タングステン粉 [9.2.2 d)] を 1.0g ずつ数個はかり取り、それぞれ四ふっ化エチレン樹脂ビーカー又は石英ビーカー (100～200ml) に移し入れる。

b) 9.2.4.1 b) の操作を試料と並行して行った後、溶液を 50ml の全量フラスコに水を用いて移し入れる。

c) 標準カルシウム溶液 [9.2.2 f)] 0～5.0ml (カルシウムとして 0～100μg) を段階的に加え、水で標線まで薄める。

d) これらの溶液の一部を、水を用いてゼロ点を調整した原子吸光光度計の一酸化二窒素・アセチレンフレイム中に噴霧し、波長 422.7nm における吸光度を試料と並行して測定し、得た吸光度とカルシウム量との関係線を作成し、その関係線を原点を通るように平行移動して検量線とする。

9.2.7 計算 9.2.4.2 及び 9.2.5 で得た吸光度と、9.2.6 で作成した検量線とからカルシウム量を求め、試料中のカルシウム含有率を次の式によって算出する。

$$Ca = \frac{A_1 - (A_2 - A_3)}{m} \times 100$$

ここに、 Ca : 試料中のカルシウム含有率 [% (m/m)]

A₁ : 試料溶液中のカルシウム検出量 (g)

A₂ : 空試験液中のカルシウム検出量 (g)

A₃ : タングステン粉 [9.2.2 d)] 1.0g 中に含まれるカルシウム量 (g)

m : 試料はかり取り量 (g)

9.3 誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光法

9.3.1 要旨 試料を過酸化水素・混酸で分解した後、溶液を誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光装置のアルゴンプラズマ中に噴霧し、その発光強度を測定する。

9.3.2 試薬 試薬は、次による。

a) 塩酸 (1+1)

b) りん酸 (1+1)

c) 混酸 B (塩酸 3, 硝酸 1, 水 4)

d) タングステン粉 9.2.2 d) による。

e) 過酸化水素

f) 標準カルシウム溶液 (20μgCa/ml) 9.2.2 f) による。

9.3.3 試料はかり取り量 試料はかり取り量は、1.0g とし、10mg のけたまではかる。

9.3.4 操作⁽⁹⁾

9.3.4.1 試料溶液の調製 試料溶液の調製は、9.2.4.1 による。

9.3.4.2 発光強度の測定 9.3.4.1 で得た溶液の一部を、誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光装置のアルゴンプラズマ中に噴霧し、波長 393.366nm における発光強度を測定する⁽¹⁶⁾。

9.3.5 空試験 9.3.6 の検量線の作成操作において得られる標準カルシウム溶液を添加しない溶液の発光強度を、空試験の発光強度とする。

9.3.6 検量線の作成 検量線の作成は、次の手順によって行う。

- a) タングステン粉 [9.3.2 d)] を 1.0g ずつ数個はかり取り、それぞれ四ふっ化エチレン樹脂ビーカー又は石英ビーカー (100～200ml) に移し入れる。
- b) 9.2.4.1 b) に従って操作した後、溶液を 50ml の全量フラスコに水を用いて移し入れる。
- c) 標準カルシウム溶液 [9.3.2 f)] 0～5.0ml (カルシウムとして 0～100μg) を段階的に加え、水で標線まで薄める。
- d) これらの溶液の一部を、誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光装置のアルゴンプラズマ中に噴霧し、波長 393.366nm における発光強度を試料と並行して測定し、得た発光強度とカルシウム量との関係線を作成し、その関係線を原点を通るように平行移動して検量線とする。

9.3.7 計算 9.3.4.2 及び 9.3.5 で得た発光強度と、9.3.6 で作成した検量線とからカルシウム量を求め、試料中のカルシウム含有率を次の式によって算出する。

$$Ca = \frac{A_1 - (A_2 - A_3)}{m} \times 100$$

ここに、 Ca : 試料中のカルシウム含有率 [% (m/m)]

A₁ : 試料溶液中のカルシウム検出量 (g)

A₂ : 空試験液中のカルシウム検出量 (g)

A₃ : タングステン粉 [9.3.2 d)] 1.0g 中に含まれるカルシウム量 (g)

m : 試料はかり取り量 (g)

10. けい素定量方法

10.1 定量方法の区分 けい素の定量方法は、次のいずれかによる。

- a) **四ふっ化けい素気化分離モリブドけい酸青吸光度法** この方法は、けい素含有率 0.000 5% (m/m) 以上 0.005% (m/m) 以下の試料に適用する。
- b) **四ふっ化けい素気化分離誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光法** この方法は、けい素含有率 0.000 5% (m/m) 以上 0.005% (m/m) 以下の試料に適用する。
- c) **混酸分解誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光法** この方法は、けい素含有率 0.001% (m/m) 以上 0.02% (m/m) 以下の試料に適用する。

10.2 四ふっ化けい素気化分離モリブドけい酸青吸光度法

10.2.1 要旨 試料を過酸化水素で分解し、硫酸を加え酸性とした溶液に、ふっ化水素酸を加えた後、窒素 (又は酸素) を通気してけい素を四ふっ化けい素として気化分離し、ほう酸に吸収させる。七モリブデン酸六アンモニウムを加え、けい素をモリブドけい酸とした後、しゅう酸及び L (+) - アスコルビン酸を加えてモリブドけい酸青を生成させ、光度計を用いてその吸光度を測定する。

10.2.2 試薬 試薬は、次による。

- a) **塩酸 (1+1)**
- b) **ふっ化水素酸 (1+19)**
- c) **硫酸 (3+1)**
- d) **吸収溶液** ほう酸 5g を水に溶解し、水で液量を 1 000ml とする。

- e) 窒素（又は酸素） 99.9% (v/v) 以上のもの。
- f) 過酸化水素
- g) セモリブデン酸六アンモニウム溶液 セモリブデン酸六アンモニウム四水和物 10g を水に溶解し、水で液量を 100ml とする。
- h) しゅう酸溶液 しゅう酸二水和物 10g を水に溶解し、水で液量を 100ml とする。
- i) L(+) -アスコルビン酸溶液 (30g/L) 使用の都度調製する。
- j) 標準けい素溶液 (100 μ gSi/ml) あらかじめ 1 000℃で強熱し、デシケーター中で室温まで放冷した二酸化けい素 [99.9% (m/m) 以上] 0.214g をはかり取って白金るつぼ (30 番) に移し入れ、炭酸ナトリウム 2.5g を加えて混合し、加熱して融解する。放冷した後、温水約 50ml を入れたポリエチレンビーカー (200ml) 中に浸し、水浴上で温めて融成物を溶解した後、白金るつぼを水洗して取り出す。常温まで冷却した後、溶液を 100ml の全量フラスコに水を用いて移し入れ、水で標線まで薄めて原液 (1 000 μ gSi/ml) とし、ポリエチレン瓶中に保存する。この原液を使用の都度、必要量だけ水で正しく 100 倍に薄めて標準けい素溶液とする。

10.2.3 装置 四ふっ化けい素気化装置は、気化容器、窒素送入管、導管及び吸収容器からなる。装置は、通常図 1 に示すものを用いる。

- a) 気化容器 容量 150ml の四ふっ化エチレン樹脂ふた付き瓶。
- b) 窒素送入管 直径約 20mm のボールフィルタの付いた内径 2～5mm の四ふっ化エチレン樹脂管又はポリエチレン管。
- c) 導管 内径 2～3.5mm の四ふっ化エチレン樹脂管又はポリエチレン管。
- d) 吸収容器 内径約 25mm、高さ 120～150mm で 25ml 標線入りの四ふっ化エチレン樹脂容器又はポリエチレン容器。

単位 mm

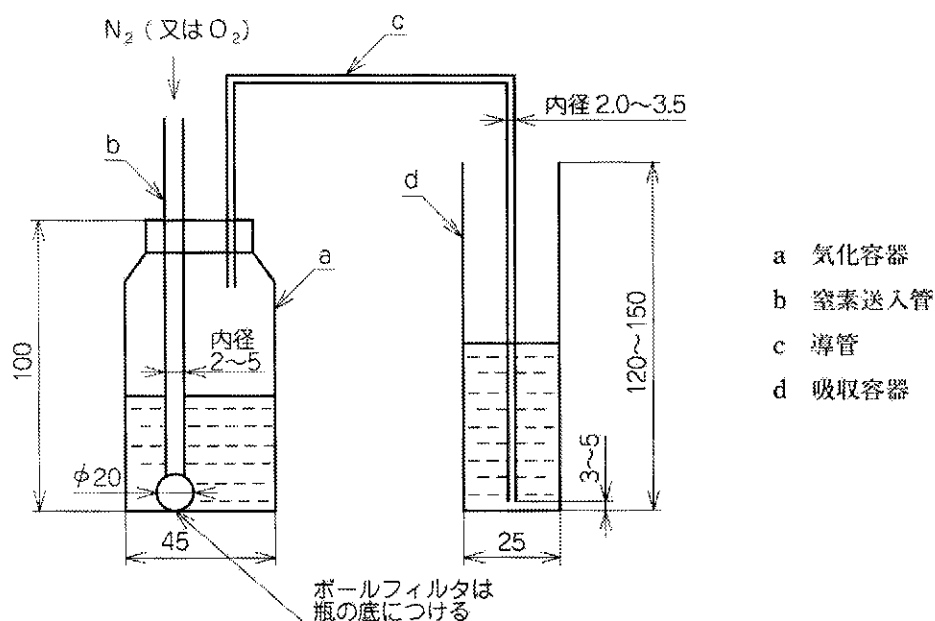


図 1 四ふっ化けい素気化装置の例

10.2.4 試料はかり取り量 試料はかり取り量は、1.0g とし、10mg のけたまではかる。

10.2.5 操作

10.2.5.1 試料溶液の調製 試料溶液の調製は、次の手順によって行う。

- a) 試料をはかり取って、気化容器 (a) に移し入れる。
- b) 過酸化水素 10～20ml⁽⁶⁾を加え、放置又は加熱して分解する。液量が約 10ml になるまで加熱して蒸発した後、室温まで冷却する。
- c) 水で冷却しながら硫酸 (3+1) 40ml を加え⁽²⁰⁾、再び室温まで冷却する。

注⁽²⁰⁾ 容器の壁に付着した水滴に、ふっ化けい素が吸収されるのを防ぐため容器を回転させながら内壁に沿って少量ずつ添加する。

10.2.5.2 ふっ化けい素の気化分離及び吸収 四ふっ化けい素の気化分離及び吸収は、次の手順によって行う。

- a) 10.2.5.1 c)で得た気化容器を図 1 のように組み立て、吸収容器 (d) に吸収溶液 [10.2.2 d)] 25ml を入れる。
- b) 試料溶液に、窒素送入管 (b) からふっ化水素酸 (1+19) 1ml を加えた後、窒素（又は酸素）を通気し、徐々に流量を上げ、毎分約 1 000ml の流量で約 30 分間通気する。
- c) 吸収容器 (d) を外し、水で標線まで薄める。

10.2.5.3 呈色 呈色は、次の手順によって行う。

- a) 10.2.5.2 c)で得た溶液から正しく 10ml を 25ml ポリエチレン全量フラスコに分取する。
- b) 塩酸 (1+1) 0.5ml 及びセモリブデン酸六アンモニウム溶液 [10.2.2 g)] 1.5ml を加え振り混ぜた後、10 分間放置する。次に、しゅう酸溶液 [10.2.2 h)] 2ml を加え振り混ぜ、直ちに (30 秒以内) L(+) - アスコルビン酸溶液 [10.2.2 i)] 2ml を加え振り混ぜ、水で標線まで薄める。

10.2.5.4 吸光度の測定 10.2.5.3 b)で得た溶液の一部を光度計の吸収セル (10mm) に取り、水を対照液として波長 810nm 付近の吸光度を測定する。

10.2.6 空試験 試料を用いなくて試料と同じ操作を試料と並行して行い、得られた溶液の吸光度を空試験の吸光度とする。

10.2.7 検量線の作成 数個の気化容器 (a) に、標準けい素溶液 [10.2.2 j)] 0～5.0ml (けい素として 0～50μg) を段階的に加え、水で液量を 10ml とした後、水で冷却しながら硫酸 (3+1) 40ml を加え⁽²⁰⁾、室温まで冷却する。気化容器を図 1 のように組み立て、吸収容器 (d) に吸収溶液 [10.2.2 d)] 25ml を入れる。以下、10.2.5.2 b)～10.2.5.4 の手順に従って操作し、得た吸光度とけい素量との関係線を作成し、その関係線を原点を通るように平行移動して検量線とする。

10.2.8 計算 10.2.5.4 及び 10.2.6 で得た吸光度と、10.2.7 で作成した検量線とからけい素量を求め、試料中のけい素含有率を次の式によって算出する。

$$Si = \frac{A_1 - A_2}{m \times \frac{10}{25}} \times 100$$

ここに、
Si : 試料中のけい素含有率 [% (m/m)]
*A*₁ : 分取した試料溶液中のけい素検出量 (g)
*A*₂ : 空試験液中のけい素検出量 (g)
m : 試料はかり取り量 (g)

10.3 四ふっ化けい素気化分離誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光法

10.3.1 要旨 試料を過酸化水素で分解し、硫酸を加え酸性とした溶液に、ふっ化水素酸を加えた後、窒素（又は酸素）を通気してけい素を四ふっ化けい素として気化分離し、ほう酸に吸収させ、溶液を誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光装置のアルゴンプラズマ中に噴霧し、その発光強度を測定する。

10.3.2 試薬 試薬は、次による。

- a) ふっ化水素酸 (1+19)
- b) 硫酸 (3+1)
- c) 吸収溶液 ほう酸 5g を水に溶解し、水で液量を 1 000ml とする。
- d) 窒素（又は酸素） 99.9% (v/v) 以上のもの。
- e) 過酸化水素
- f) 標準けい素溶液 (10 μ gSi/ml) 10.2.2 j)による。

10.3.3 装置 装置は、10.2.3 による。

10.3.4 試料はかり取り量 試料はかり取り量は、1.0g とし、10mg のけたまではかる。

10.3.5 操作

10.3.5.1 試料溶液の調製 試料溶液の調製は、10.2.5.1 による。

10.3.5.2 四ふっ化けい素の気化分離及び吸収 四ふっ化けい素の気化分離及び吸収は、10.2.5.2 による。

10.3.5.3 発光強度の測定 10.2.5.2 c)で得た溶液の一部を、誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光装置のアルゴンプラズマ中に噴霧し、波長 251.611nm における発光強度を測定する⁽¹⁶⁾。

10.3.6 空試験 試料を用いないで試料と同じ操作を試料と並行して行い、得られた溶液の発光強度を空試験の発光強度とする。

10.3.7 検量線の作成 検量線の作成は、次の手順によって行う。

- a) 数個の気化容器 (a) に、標準けい素溶液 [10.3.2 f)] 0～5.0ml（けい素として 0～50 μ g）を段階的に加え、水で液量を 10ml とした後、水で冷却しながら硫酸 (3+1) 40ml を加え⁽²⁰⁾、室温まで冷却する。
- b) 気化容器を図 1 のように組み立て、吸収容器 (d) に吸収溶液 [10.3.2 c)] 25ml を入れる。以下、10.2.5.2 の b)～c)の手順に従って操作する。
- c) これらの溶液の一部を、誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光装置のアルゴンプラズマ中に噴霧し、波長 251.611nm における発光強度を試料と並行して測定し、得た発光強度とけい素量との関係線を作成し、その関係線を原点を通るように平行移動して検量線とする。

10.3.8 計算 10.3.5.3 及び 10.3.6 で得た発光強度と、10.3.7 で作成した検量線とからけい素量を求め、試料中のけい素含有率を次の式によって算出する。

$$Si = \frac{A_1 - A_2}{m} \times 100$$

ここに、
 Si : 試料中のけい素含有率 [% (m/m)]
 A_1 : 試料溶液中のけい素検出量 (g)
 A_2 : 空試験液中のけい素検出量 (g)
 m : 試料はかり取り量 (g)

10.4 混酸分解誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光法

10.4.1 要旨 試料を過酸化水素・混酸で分解した後、溶液を誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光装置のアルゴンプラズマ中に噴霧し、その発光強度を測定する。

10.4.2 試薬 試薬は、次による。

- a) リン酸 (1+1)

b) 混酸 B (塩酸 3, 硝酸 1, 水 4)

c) タングステン粉 けい素含有率が既知で、かつ、そのけい素含有率が試料中のけい素含有率より低いもの。

d) 過酸化水素

e) 標準けい素溶液 (50 μ gSi/ml) 10.2.2 j)の原液 (1 000 μ gSi/ml) を使用の都度、必要量だけ水で正しく 20 倍に薄めて標準けい素溶液とする。

10.4.3 試料はかり取り量 試料はかり取り量は、1.0g とし、10mg のけたまではかる。

10.4.4 操作

10.4.4.1 試料溶液の調製 試料溶液の調製は、次の手順によって行う。

a) 試料をはかり取って、四ふつ化エチレン樹脂ビーカー (100~200ml) に移し入れる

b) 四ふつ化エチレン樹脂時計皿で覆い、りん酸 (1+1) 2ml 及び過酸化水素 10~20ml⁽⁶⁾を加え、放置又は加熱して分解する。液量が約 5ml になるまで加熱して蒸発し室温まで冷却した後、混酸 B10ml を少量ずつ加え、数分間放置し激しい発泡を終わらせ、約 5 分間煮沸して常温まで冷却した後、時計皿の下面を水で洗浄して時計皿を取り除く。

c) 溶液を 50ml の全量フラスコに水を用いて移し入れ、水で標線まで薄める。

10.4.4.2 発光強度の測定 10.4.4.1 c)で得た溶液の一部を、誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光装置のアルゴンプラズマ中に噴霧し、波長 250.690nm における発光強度を測定する⁽⁶⁾。

10.4.5 空試験 10.4.6 の検量線の作成操作において得られる標準けい素溶液を添加しない溶液の発光強度を、空試験の発光強度とする。

10.4.6 検量線の作成 検量線の作成は、次の手順によって行う。

a) タングステン粉 [10.4.2 c)] を 1.0g ずつ数個はかり取り、それぞれ四ふつ化エチレン樹脂ビーカー (100~200ml) に移し入れる。

b) 10.4.4.1 b)に従って操作した後、溶液を 50ml の全量フラスコに水を用いて移し入れる。

c) 標準けい素溶液 [10.4.2 e)] 0~4.0ml (けい素として 0~200 μ g) を段階的に加え、水で標線まで薄める。

d) これらの溶液の一部を、誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光装置のアルゴンプラズマ中に噴霧し、波長 250.690nm における発光強度を試料と並行して測定し、得た発光強度とけい素量との関係線を作成し、その関係線を原点を通るように平行移動して検量線とする。

10.4.7 計算 10.4.4.2 及び 10.4.5 で得た発光強度と、10.4.6 で作成した検量線とからけい素量を求め、試料中のけい素含有率を次の式によって算出する。

$$Si = \frac{A_1 - (A_2 - A_3)}{m} \times 100$$

ここに、
 Si : 試料中のけい素含有率 [% (m/m)]
 A_1 : 試料溶液中のけい素検出量 (g)
 A_2 : 空試験液中のけい素検出量 (g)
 A_3 : タングステン粉 [10.4.2 c)] 1.0g 中に含まれるけい素量 (g)
 m : 試料はかり取り量 (g)

11. アルミニウム定量方法

11.1 定量方法の区分 アルミニウムの定量方法は、次のいずれかによる。

a) 陽イオン交換分離原子吸光法 この方法は、アルミニウム含有率 0.000 2% (m/m) 以上 0.01% (m/m) 以下の試料に適用する。

- b) **陽イオン交換分離誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光法** この方法は、アルミニウム含有率 0.000 1% (m/m) 以上 0.01% (m/m) 以下の試料に適用する。
- c) **混酸分解誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光法** この方法は、アルミニウム含有率 0.000 5% (m/m) 以上 0.01% (m/m) 以下の試料に適用する。

11.2 陽イオン交換分離原子吸光法

11.2.1 要旨 試料を過酸化水素で分解し、硝酸を加えた後、陽イオン交換カラムに通して、アルミニウムを吸着させ、タングステンを出させる。希塩酸で洗浄して残存するタングステンを除いた後、塩酸でアルミニウムを溶離する。溶出液に硝酸及び過塩素酸を加え乾固し、塩酸を加えて溶解した後、溶液を原子吸光光度計の一酸化二窒素・アセチレンフレイム中に噴霧し、その吸光度を測定する。

11.2.2 試薬 試薬は、次による。

- 塩酸 (1+1, 1+3, 1+50)**
- 硝酸 (1+1)**
- 過塩素酸 (1+1)**
- 過酸化水素**
- 標準アルミニウム溶液 (20 μ gAl/ml)** アルミニウム [99.9% (m/m) 以上] 1.000g をはかり取ってビーカー (200ml) に移し入れ、時計皿で覆い、塩酸 (1+1) 10ml 及び硝酸 (1+1) 1ml を加え、穏やかに加熱して分解する。常温まで冷却した後、時計皿の下面を水で洗浄して時計皿を取り除き、溶液を 1 000ml の全量フラスコに水を用いて移し入れ、水で標線まで薄めて原液 (1 000 μ gAl/ml) とする。この溶液を使用の都度、必要量だけ水で正しく 50 倍に薄めて標準アルミニウム溶液とする。

11.2.3 器具 器具は、通常次による。

陽イオン交換カラム 一端を細くしたポリエチレン管 (長さ 250mm, 内径 10mm) に水でほぐしたポリエチレンウールを約 5mm の厚さに緩く詰め、水で膨潤させた強酸性陽イオン交換樹脂 (74~149mm, 交換容量 1.9meq/ml 以上のもの) 約 10ml をスラリー状にして流し入れ、沈降させた後、その上に水でほぐしたポリエチレンウールを約 5mm の厚さに詰める。この陽イオン交換カラムは、ポリエチレンウールの詰め方を調節するなどして流出液の流量を毎分 1.0~1.5ml になるようにした後、塩酸 (1+3) 100ml, 水 100ml を順次通しておく。

11.2.4 試料はかり取り量 試料はかり取り量は、3.0g とし、10mg のけたまではかる。

11.2.5 操作

11.2.5.1 試料溶液の調製 試料溶液の調製は、次の手順によって行う。

- 試料をはかり取って、四ふっ化エチレン樹脂ビーカー又は石英ビーカー (100~200ml) に移し入れる。
- 四ふっ化エチレン樹脂時計皿又は石英時計皿で覆い、過酸化水素 20~30ml を加え、放置又は加熱して分解する。時計皿の下面を水で洗浄して時計皿を取り除き、硝酸 (1+1) 1ml を加える。
- 水で薄めて液量を約 100ml とし、陽イオン交換カラムに通す。次に塩酸 (1+50) 20ml を用いてビーカーを洗浄して陽イオン交換カラムに通し、更に塩酸 (1+50) 100ml を通し、流出液は捨てる。
- 塩酸 (1+3) 100ml を陽イオン交換カラムに通し、溶出液は四ふっ化エチレン樹脂ビーカー (100~200ml) に受け、硝酸 (1+1) 2ml 及び過塩素酸 (1+1) 1ml を加え、加熱して蒸発乾固する。
- 塩酸 (1+1) 5ml を加えて塩類を溶解し、25ml の全量フラスコに水を用いて移し入れ、水で標線まで薄める。

11.2.5.2 吸光度の測定 11.2.5.1 e) で得た溶液の一部を、水を用いてゼロ点を調整した原子吸光光度計の一酸化二窒素・アセチレンフレイム中に噴霧し、波長 309.3nm における吸光度を測定する。

11.2.6 空試験 試料を用いなくて試料と同じ操作を試料と並行して行い、得られた溶液の吸光度を空試験の吸光度とする。

11.2.7 検量線の作成 検量線の作成は、次の手順によって行う。

- a) 数個の 25ml の全量フラスコに、塩酸 (1+1) 5ml を加え、標準アルミニウム溶液 [11.2.2 e)] 0～15.0ml (アルミニウムとして 0～300μg) を段階的に加え、水で標線まで薄める。
- b) これらの溶液の一部を、水を用いてゼロ点を調整した原子吸光光度計の一酸化二窒素・アセチレンフレイム中に噴霧し、波長 309.3nm における吸光度を試料と並行して測定し、得た吸光度とアルミニウム量との関係線を作成し、その関係線を原点を通るように平行移動して検量線とする。

11.2.8 計算 11.2.5.2 及び 11.2.6 で得た吸光度と、11.2.7 で作成した検量線とからアルミニウム量を求め、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。

$$Al = \frac{A_1 - A_2}{m} \times 100$$

ここに、 Al : 試料中のアルミニウム含有率 [% (m/m)]

A_1 : 試料溶液中のアルミニウム検出量 (g)

A_2 : 空試験液中のアルミニウム検出量 (g)

m : 試料はかり取り量 (g)

11.3 陽イオン交換分離誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光法

11.3.1 要旨 試料を過酸化水素で分解し、硝酸を加えた後、陽イオン交換カラムに通してアルミニウムを吸着させ、タングステンを流出させる。希塩酸で洗浄して残存するタングステンを除いた後、塩酸でアルミニウムを溶離する。溶出液に硝酸及び過塩素酸を加え乾固し、塩酸を加えて溶解した後、溶液を誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光装置のアルゴンプラズマ中に噴霧し、その発光強度を測定する。

11.3.2 試薬 試薬は、次による。

- a) 塩酸 (1+1, 1+3, 1+50)
- b) 硝酸 (1+1)
- c) 過塩素酸 (1+1)
- d) 過酸化水素
- e) 標準アルミニウム溶液 (20μgAl/ml) 11.2.2 e)による。

11.3.3 器具 器具は、11.2.3 による。

11.3.4 試料はかり取り量 試料はかり取り量は、3.0g とし、10mg のけたまではかる。

11.3.5 操作

11.3.5.1 試料溶液の調製 試料溶液の調製は、11.2.5.1 による。

11.3.5.2 発光強度の測定 11.3.5.1 で得た溶液の一部を、誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光装置のアルゴンプラズマ中に噴霧し、波長 396.152nm における発光強度を測定する⁽¹⁶⁾。

11.3.6 空試験 試料を用いなくて試料と同じ操作を試料と並行して行い、得られた溶液の発光強度を空試験の発光強度とする。

11.3.7 検量線の作成 検量線の作成は、次の手順によって行う。

- a) 数個の 25ml の全量フラスコに、塩酸 (1+1) 5ml を加え標準アルミニウム溶液 [11.3.2 e)] 0～15.0ml (アルミニウムとして 0～300μg) を段階的に加え、水で標線まで薄める。
- b) これらの溶液の一部を、誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光装置のアルゴンプラズマ中に噴霧し、波長 396.152nm における発光強度を試料と並行して測定し、得た発光強度とアルミニウム量との関係線を作成し、その関係線を原点を通るように平行移動して検量線とする。

作成し、その関係線を原点を通るように平行移動して検量線とする。

11.3.8 計算 11.3.5.2 及び 11.3.6 で得た発光強度と、11.3.7 で作成した検量線とからアルミニウム量を求め、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。

$$Al = \frac{A_1 - A_2}{m} \times 100$$

ここに、
 Al : 試料中のアルミニウム含有率 [% (m/m)]
 A_1 : 試料溶液中のアルミニウム検出量 (g)
 A_2 : 空試験液中のアルミニウム検出量 (g)
 m : 試料はかり取り量 (g)

11.4 混酸分解誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光法

11.4.1 要旨 試料を過酸化水素・混酸で分解した後、溶液を誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光装置のアルゴンプラズマ中に噴霧し、その発光強度を測定する。

11.4.2 試薬 試薬は、次による。

- a) リン酸 (1+1)
- b) 混酸 B (塩酸 3, 硝酸 1, 水 4)
- c) タングステン粉 アルミニウム含有率が既知で、かつ、そのアルミニウム含有率が試料中のアルミニウム含有率より低いもの。
- d) 過酸化水素
- e) 標準アルミニウム溶液 (20 μ g Al/ml) 11.2.2 e) による。

11.4.3 試料はかり取り量 試料はかり取り量は、1.0g とし、10mg のけたまではかる。

11.4.4 操作

11.4.4.1 試料溶液の調製 試料溶液の調製は、9.2.4.1 による。

11.4.4.2 発光強度の測定 11.4.4.1 で得た溶液の一部を、誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光装置のアルゴンプラズマ中に噴霧し、波長 394.401nm における発光強度を測定する⁽¹⁶⁾。

11.4.5 空試験 11.4.6 の検量線の作成操作において得られる標準アルミニウム溶液を添加しない溶液の発光強度を、空試験の発光強度とする。

11.4.6 検量線の作成 検量線の作成は、次の手順によって行う。

- a) タングステン粉 [11.4.2 c)] を 1.0g ずつ数個はかり取り、それぞれ四ふつ化エチレン樹脂ビーカー又は石英ビーカー (100~200ml) に移し入れる。
- b) 9.2.4.1 b)2) に従って操作した後、溶液を 50ml の全量フラスコに水を用いて移し入れる。
- c) 標準アルミニウム溶液 [11.4.2 e)] 0~5.0ml (アルミニウムとして 0~100 μ g) を段階的に加え、水で標線まで薄める。
- d) これらの溶液の一部を、誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光装置のアルゴンプラズマ中に噴霧し、波長 394.401nm における発光強度を試料と並行して測定し、得た発光強度とアルミニウム量との関係線を作成し、その関係線を原点を通るように平行移動して検量線とする。

11.4.7 計算 11.4.4.2 及び 11.4.5 で得た発光強度と、11.4.6 で作成した検量線とからアルミニウム量を求め、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。

$$Al = \frac{A_1 - (A_2 - A_3)}{m} \times 100$$

ここに、
 Al : 試料中のアルミニウム含有率 [% (m/m)]
 A_1 : 試料溶液中のアルミニウム検出量 (g)

A_2 : 空試験液中のアルミニウム検出量 (g)
 A_3 : タングステン粉 [11.4.2 c)] 1.0g 中に含まれるアルミニウム量 (g)
 m : 試料はかり取り量 (g)

12. マグネシウム定量方法

12.1 定量方法の区分 マグネシウムの定量方法は、次のいずれかによる。

- a) **原子吸光法** この方法は、マグネシウム含有率 0.000 5% (m/m) 以上 0.005% (m/m) 以下の試料に適用する。
- b) **誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光法** この方法は、マグネシウム含有率 0.000 1% (m/m) 以上 0.005% (m/m) 以下の試料に適用する。

12.2 原子吸光法

12.2.1 要旨 試料を過酸化水素・混酸で分解した後、溶液を空気・アセチレンフレイム中に噴霧し原子吸光光度計を用いて、その吸光度を測定する。

12.2.2 試薬 試薬は、次による。

- a) **塩酸 (1+1)**
- b) **りん酸 (1+1)**
- c) **混酸 B (塩酸 3, 硝酸 1, 水 4)**
- d) **タングステン粉** マグネシウム含有率が既知で、かつ、そのマグネシウム含有率が試料中のマグネシウム含有率より低いもの。
- e) **過酸化水素**
- f) **標準マグネシウム溶液 (10 μ gMg/ml)** 金属マグネシウム [99.5% (m/m) 以上] 1.000g をはかり取ってビーカー (200ml) に移し入れ、時計皿で覆い、硝酸 (1+1) 50ml を少量ずつ加え、穏やかに加熱して分解した後、煮沸して窒素酸化物などを追い出す。常温まで冷却した後、時計皿の下面を水で洗浄して時計皿を取り除き、溶液を 1 000ml の全量フラスコに水を用いて移し入れ、水で標線まで薄めて原液 (1 000 μ gMg/ml) とする。又は、JIS K 0037 に規定するマグネシウム標準液の Mg1 000 を原液とする。この原液を使用の都度、必要量だけ水で正しく 100 倍に薄めて標準マグネシウム溶液とする。

12.2.3 試料はかり取り量 試料はかり取り量は、1.0g とし、10mg のけたまではかる。

12.2.4 操作⁽¹⁾

12.2.4.1 試料溶液の調製 試料溶液の調製は、9.2.4.1 による。

12.2.4.2 吸光度の測定 12.2.4.1 で得た溶液の一部を、水を用いてゼロ点を調整した原子吸光光度計の空気・アセチレンフレイム中に噴霧し、波長 285.2nm における吸光度を測定する。

12.2.5 空試験 12.2.6 の検量線の作成操作において得られる標準マグネシウム溶液を添加しない溶液の吸光度を、空試験の吸光度とする。

12.2.6 検量線の作成 検量線の作成は、次の手順によって行う。

- a) タングステン粉 [12.2.2 d)] を 1.0g ずつ数個はかり取り、それぞれ四ふっ化エチレン樹脂ビーカー又は石英ビーカー (100~200ml) に移し入れる。
- b) 9.2.4.1 b) の操作を試料と並行して行った後、溶液を 50ml の全量フラスコに水を用いて移し入れる。
- c) 標準マグネシウム溶液 [12.2.2 f)] 0~5.0ml (マグネシウムとして 0~50 μ g) を段階的に加え、水で標線まで薄める。
- d) これらの溶液の一部を、水を用いてゼロ点を調整した原子吸光光度計の空気・アセチレンフレイム中

に噴霧し、波長 285.2nm における吸光度を試料と並行して測定し、得た吸光度とマグネシウム量との関係線を作成し、その関係線を原点を通るように平行移動して検量線とする。

12.2.7 計算 12.2.4.2 及び 12.2.5 で得た吸光度と、12.2.6 で作成した検量線とからマグネシウム量を求め、試料中のマグネシウム含有率を次の式によって算出する。

$$Mg = \frac{A_1 - (A_2 - A_3)}{m} \times 100$$

ここに、
Mg : 試料中のマグネシウム含有率 [% (m/m)]
A₁ : 試料溶液中のマグネシウム検出量 (g)
A₂ : 空試験液中のマグネシウム検出量 (g)
A₃ : タングステン粉 [12.2.2 d)] 1.0g 中に含まれるマグネシウム量 (g)
m : 試料はかり取り量 (g)

12.3 誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光法

12.3.1 要旨 試料を過酸化水素・混酸で分解した後、溶液を誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光装置のアルゴンプラズマ中に噴霧し、その発光強度を測定する。

12.3.2 試薬 試薬は、次による。

- a) 塩酸 (1+1)
- b) リン酸 (1+1)
- c) 混酸 B (塩酸 3, 硝酸 1, 水 4)
- d) タングステン粉 12.2.2 d) による。
- e) 過酸化水素
- f) 標準マグネシウム溶液 (10µgMg/ml) 12.2.2 f) による。

12.3.3 試料はかり取り量 試料はかり取り量は、1.0g とし、10mg のけたまではかる。

12.3.4 操作⁽¹⁵⁾

12.3.4.1 試料溶液の調製 試料溶液の調製は、9.2.4.1 による。

12.3.4.2 発光強度の測定 12.3.4.1 で得た溶液の一部を、誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光装置のアルゴンプラズマ中に噴霧し、波長 279.553nm における発光強度を測定する⁽¹⁶⁾。

12.3.5 空試験 12.3.6 の検量線の作成操作において得られる標準マグネシウム溶液を添加しない溶液の発光強度を、空試験の発光強度とする。

12.3.6 検量線の作成 検量線の作成は、次の手順によって行う。

- a) タングステン粉 [12.3.2 d)] を 1.0g ずつ数個はかり取り、それぞれ四ふっ化エチレン樹脂ビーカー又は石英ビーカー (100~200ml) に移し入れる。
- b) 9.2.4.1 b) に従って操作した後、溶液を 50ml の全量フラスコに水を用いて移し入れる。
- c) 標準マグネシウム溶液 [12.3.2 f)] 0~5.0ml (マグネシウムとして 0~50µg) を段階的に加え、水で標線まで薄める。
- d) これらの溶液の一部を、誘導結合プラズマ (ICP) 発光分光装置のアルゴンプラズマ中に噴霧し、波長 279.553nm における発光強度を試料と並行して測定し、得た発光強度とマグネシウム量との関係線を作成し、その関係線を原点を通るように平行移動して検量線とする。

12.3.7 計算 12.3.4.2 及び 12.3.5 で得た発光強度と、12.3.6 で作成した検量線とからマグネシウム量を求め、試料中のマグネシウム含有率を次の式によって算出する。

$$Mg = \frac{A_1 - (A_2 - A_3)}{m} \times 100$$

ここに、 Mg : 試料中のマグネシウム含有率 [% (m/m)]
 A_1 : 試料溶液中のマグネシウム検出量 (g)
 A_2 : 空試験液中のマグネシウム検出量 (g)
 A_3 : タングステン粉 [12.3.2 d)] 1.0g 中に含まれるマグネシウム量 (g)
 m : 試料はかり取り量 (g)

13. カリウム定量方法

13.1 定量方法 カリウムの定量方法は、原子吸光法による。この方法はカリウム含有率 0.001% (m/m) 以上 0.02% (m/m) 以下の試料に適用する。

13.2 要旨 試料を適切な試薬で分解した後、塩化セシウムを加え、溶液を原子吸光光度計の空気・アセチレンフレイム中に噴霧し、その吸光度を測定する。

13.3 試薬 試薬は、次による。

a) 混酸 C (硝酸 1, ふっ化水素酸 1, 水 3)

b) タングステン粉 カリウム含有率が既知で、かつ、そのカリウム含有率が試料中のカリウム含有率より低いもの。

c) 過酸化水素

d) 塩化セシウム溶液 (5g/L)

e) 標準カリウム溶液 (20 μ gK/ml) あらかじめ 500~600℃で約 1 時間加熱し、デシケーター中で放冷した塩化カリウム [99.9% (m/m) 以上] 1.907g をはかり取り、水約 100ml に溶解した後、1 000ml の全量フラスコに水を用いて移し入れ、水で標線まで薄めて原液 (1 000 μ gK/ml) としポリエチレン瓶中に保存する。この原液を使用の都度、必要量だけ水で正しく 50 倍に薄めて標準カリウム溶液とする。又は、JIS K 0036 に規定するカリウム標準液の K1 000 を原液とする。この原液を使用の都度、必要量だけ水で正しく 50 倍に薄めて標準カリウム溶液とする。

13.4 試料はかり取り量 試料はかり取り量は、0.50g とし、10mg のけたまではかる。

13.5 操作⁽¹⁾

13.5.1 試料溶液の調製 試料溶液の調製は、次のいずれかの手順によって行う。

a) 過酸化水素による分解

- 1) 試料をはかり取って石英ビーカー (100~200ml)、四ふっ化エチレン樹脂ビーカー (100~200ml) 又はポリエチレンビーカー (100~200ml) に移し入れる。
- 2) 四ふっ化エチレン樹脂時計皿又はポリエチレン時計皿で覆い、過酸化水素 10~20ml⁽²⁾を加え、放置又は加熱して分解する⁽³⁾。常温まで冷却した後、時計皿の下面を水で洗浄して時計皿を取り除き、塩化セシウム溶液 5ml を加える。
- 3) 溶液を 50ml のポリエチレン全量フラスコに水を用いて移し入れ、水で標線まで薄める。

b) 混酸 C による分解

- 1) 試料をはかり取って白金皿 (75 番又は 90 番)、四ふっ化エチレン樹脂ビーカー (100~200ml) 又はポリエチレンビーカー (100~200ml) に移し入れる。
- 2) 白金ふた、四ふっ化エチレン樹脂時計皿又はポリエチレン時計皿で覆い、混酸 C 5ml を少量ずつ加え、穏やかに加熱して分解する⁽³⁾。引き続き加熱して酸化窒素などを追い出し常温まで冷却した後、時計皿の下面を水で洗浄してふた又は時計皿を取り除き、塩化セシウム溶液 5ml を加える。
- 3) 溶液を 50ml のポリエチレン全量フラスコに水を用いて移し入れ、水で標線まで薄める。

13.5.2 吸光度の測定 13.5.1 の a)3)又は b)3)で得た溶液の一部を、水を用いてゼロ点を調整した原子吸光光度計の空気・アセチレンフレーム中に噴霧し、波長 766.5nm における吸光度を測定する。

13.6 空試験 13.7 の検量線の作成操作において得られる標準カリウム溶液を添加しない溶液の吸光度を、空試験の吸光度とする。

13.7 検量線の作成 検量線の作成は、次のいずれかの手順によって行う。

a) 試料溶液の調製を 13.5.1 a)によって行う場合

- 1) タングステン粉 [13.3 b)] を 0.50g ずつ数個はかり取り、それぞれ石英ビーカー (100~200ml)、四ふっ化エチレン樹脂ビーカー (100~200ml) 又はポリエチレンビーカー (100~200ml) に移し入れる。
- 2) 13.5.1 a)2)の操作を試料と並行して行った後、溶液を 50ml のポリエチレン全量フラスコに水を用いて移し入れる。
- 3) 標準カリウム溶液 [13.3 e)] 0~5.0ml (カリウムとして 0~100μg) を段階的に加え、水で標線まで薄める。
- 4) これらの溶液の一部を、水を用いてゼロ点を調整した原子吸光光度計の空気・アセチレンフレーム中に噴霧し、波長 766.5nm における吸光度を試料と並行して測定し、得た吸光度とカリウム量との関係線を作成し、その関係線を原点を通るように平行移動して検量線とする。

b) 試料溶液の調製を 13.5.1 b)によって行う場合

- 1) タングステン粉 [13.3 b)] を 0.50g ずつ数個はかり取り、それぞれ白金皿 (75 番又は 90 番)、四ふっ化エチレン樹脂ビーカー (100~200ml) 又はポリエチレンビーカー (100~200ml) に移し入れる。
- 2) 13.5.1 b)2)の操作を試料と並行して行った後、溶液を 50ml のポリエチレン全量フラスコに水を用いて移し入れる。
- 3) 標準カリウム溶液 [13.3 e)] 0~5.0ml (カリウムとして 0~100μg) を段階的に加え、水で標線まで薄める。
- 4) 13.7 a)4)に従って操作する。

13.8 計算 13.5.2 及び 13.6 で得た吸光度と、13.7 で作成した検量線とからカリウム量を求め、試料中のカリウム含有率を次の式によって算出する。

$$K = \frac{A_1 - (A_2 - A_3)}{m} \times 100$$

ここに、
 K : 試料中のカリウム含有率 [% (m/m)]
 A_1 : 試料溶液中のカリウム検出量 (g)
 A_2 : 空試験液中のカリウム検出量 (g)
 A_3 : タングステン粉 [13.3 b)] 1.0g 中に含まれるカリウム量 (g)
 m : 試料はかり取り量 (g)

14. 不揮発分定量方法

14.1 定量方法 不揮発分の定量方法は、揮発分分離重量法による。この方法は、不揮発分含有率 0.002% (m/m) 以上の試料に適用する。

14.2 要旨 試料を加熱して酸化物にし、塩化水素及び酸素 (又は圧縮空気) を通じて揮発分を揮発させ、残分の質量をはかる。

14.3 試薬 試薬は、次による。

a) 塩酸

b) 硫酸

c) 液化塩化水素

d) 酸素（又は圧縮空気）

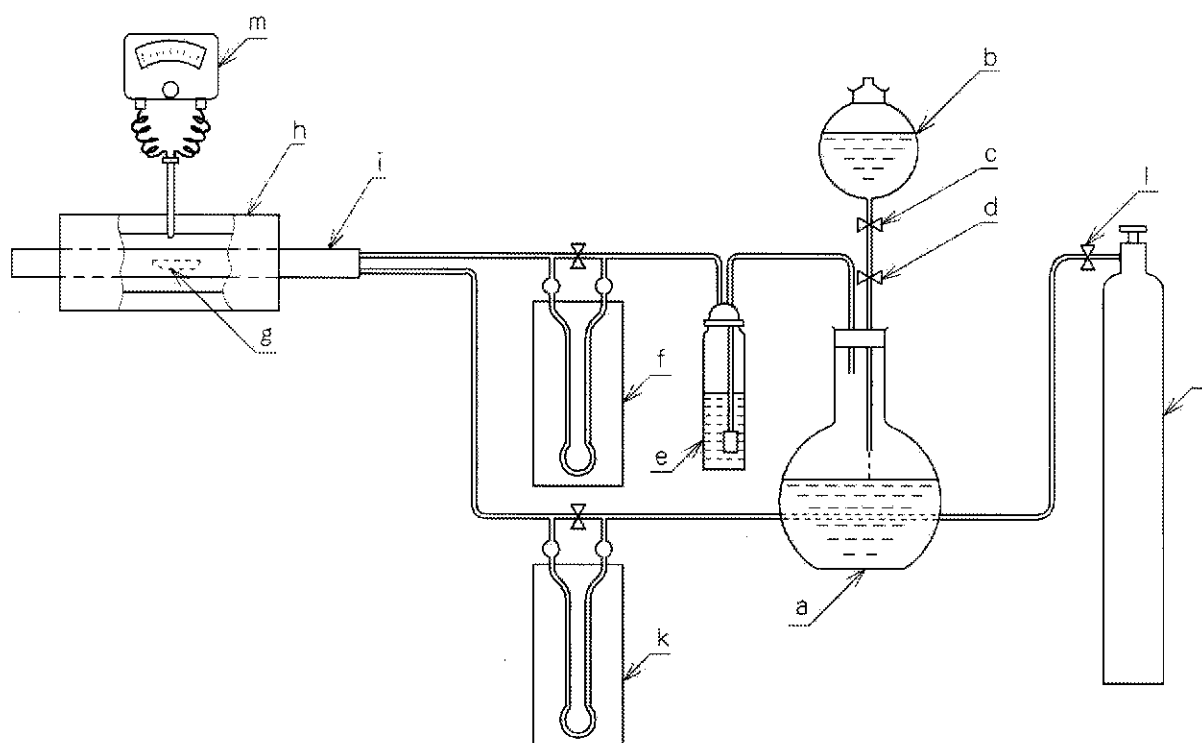
14.4 装置 不揮発分定量装置は、通常図 2 に示すものを用いる。

不揮発分定量装置は、塩化水素発生部と反応部とからなる。

a) 塩化水素発生部⁽²⁾ 塩化水素発生部は、塩酸を入れた塩化水素発生用フラスコ (a)、塩化水素を発生させるために滴下する硫酸を入れた硫酸滴下漏斗 (b)、発生した塩化水素を清浄にするための硫酸を入れた塩化水素洗浄瓶 (e) 及び塩化水素流量計 (f) からなる。

注⁽²⁾ 液化塩化水素ポンプを用いてもよい。

b) 反応部 反応部は、電気抵抗加熱炉 (h)、反応管 (i) 及び熱電温度計 (m) からなり炉の中央部において約 800℃の温度を保つことのできるもので、反応管 (i) の加熱中央部の温度を熱電温度計 (m) を用いて測定できるもの。



- | | |
|----------------|---------------------|
| a 塩化水素発生用フラスコ | h 電気抵抗加熱炉 |
| b 硫酸滴下漏斗 | i 反応管(石英製) |
| c 硫酸滴下コック | j 酸素(又は圧縮空気)ボンベ |
| d 硫酸滴下量調節コック | k 酸素(又は圧縮空気)流量計 |
| e 塩化水素洗浄瓶 | l 酸素(又は圧縮空気)流量調節コック |
| f 塩化水素流量計 | m 熱電温度計 |
| g 白金ボート又は石英ボート | |

図 2 不揮発分定量装置の例

14.5 試料はかり取り量 試料はかり取り量は、5.0g とし、10mg のけたまではかる。

14.6 操作

14.6.1 準備操作 不揮発分定量装置 [14.4] の電気抵抗加熱炉 (h) に通電して反応管 (i) を加熱し、管内温度を 750～800℃⁽²²⁾に保持する。

注⁽²²⁾ 熱電温度計 (m) の指示値は、一般的に管内温度と異なるので、その差を求めておき、その差を補正して温度計の温度を設定する。

14.6.2 試料の酸化 試料の酸化は、次のいずれかによる。

- a) **白金皿又は磁器るつぼ中で行う場合** 試料をはかり取って、白金皿 (50 番又は 75 番) 又は磁器るつぼ (A 形 50ml) に移し入れ 750～800℃の温度で約 1 時間加熱して酸化する。室温まで放冷した後、酸化物を白金ボート又は石英ボート (g) に移し入れ 14.6.1 で昇温した反応管 (i) の中央部に挿入する。
- b) **白金ボート又は石英ボート中で行う場合** 試料をはかり取って、白金ボート又は石英ボート (g) に移し入れ 14.6.1 で昇温した反応管 (i) の中央部に挿入し、約 1 時間加熱して酸化する⁽²³⁾。

注⁽²³⁾ 試料によっては酸化の過程でボートからあふれ出るものがあるので、あふれ出ていないか確認する。あふれ出る場合の試料の酸化は、a) による。

14.6.3 揮発分の揮発 揮発分の揮発は、次の手順によって行う。

- a) 塩化水素発生部 [14.4 a)] ⁽²¹⁾と反応管 (i) とを接続し、塩化水素発生用フラスコ (a) の塩酸中に滴下漏斗 (b) のコック (c) 及び (d) を開いて硫酸を滴下し、塩化水素を発生させ⁽²⁴⁾流量計 (f) によって反応管 (i) の断面積 (cm²) 当たり 20～40ml/分になるようにコック (d) を調節する。また、酸素 (又は圧縮空気)が、流量計 (k) によって反応管 (i) の断面積 (cm²) 当たり 3～6ml/分になるようにコック (l) を調製する。

注⁽²⁴⁾ 塩化水素発生部に塩化水素ポンペを用いる場合には、ポンペと塩化水素流量計 (f) とを接続し、反応管 (i) の断面積 (cm²) 当たり 20～40ml/分になるように塩化水素流量を調整する。

- b) 塩化水素及び酸素 (又は圧縮空気) を流してから 1.5～2 時間経過して揮発が完結したことを確かめた後⁽²⁵⁾、ボートを取り出し、デシケーターに移し入れ室温まで放冷する。

注⁽²⁵⁾ 三酸化タングステンによる黄色が認められないことを確かめる。

14.6.4 ひょう量 ひょう量は、次の手順によって行う。

- a) 14.6.3 b) で室温まで放冷したボートの質量を 0.1mg のけたまではかる。
- b) ボートの内容物を羽毛で払い出した後、ボートの質量を 0.1mg のけたまではかる。

14.7 計算 試料中の不揮発分含有率を、次の式によって算出する。

$$NVR = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100$$

ここに、 NVR : 試料中の不揮発分含有率 [% (m/m)]

m_1 : 14.6.4 a) で得た質量 (g)

m_2 : 14.6.4 b) で得た質量 (g)

m_0 : 試料はかり取り量 (g)

タングステン・モリブデン関係 JIS 原案策定委員会 構成表

	氏名			所属
(委員長)	辻 川 正 弘			日本工業標準調査会臨時委員
(委員)	橋 本 進			社団法人日本規格協会技術部
	藤 井 忠 行			科学技術庁金属材料研究所
	菊 地 正			山口東京理科大学基礎工学部
	杉 浦 稔			岩崎電気株式会社
	斉 藤 武 志			東芝タンガロイ株式会社
	石 塚 昌 泰			東芝ライテック株式会社
	瀬 戸 啓 之			東京タングステン株式会社
	鮫 島 進 一			日本新金属株式会社
	荒 木 敏 春			株式会社東芝
(分科会)	鮎 川 昇			日本タングステン株式会社
	仙 場 謙 次			日本タングステン株式会社
	秋 吉 直 義			東邦金属株式会社
	堀 田 幸 男			松下電子工業株式会社
	山 口 悟			株式会社東芝
	国 本 宏			東京タングステン株式会社
	福 田 政 則			日本新金属株式会社
	仲 田 公 夫			東邦金属株式会社
	幸 本 京 一			東邦金属株式会社
	安 宅 とも子			松下電子工業株式会社
	児 玉 吉 弘			松下電子工業株式会社
	内 藤 光 博			東芝電子エンジニアリング株式会社
(事務局)	小 泉 英 雄			タングステン・モリブデン工業会