



H 1054 : 2002

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、日本伸銅協会 (JCBA) / 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 1054 : 1994** は改正され、この規格に置き換えられる。

今回の改正では、旧規格様式を新規格様式に変更、**JIS H 2202** (鋳物用銅合金地金)、**JIS H 5120** (銅及び銅合金鋳物) 及び **JIS H 5121** (銅合金連続鋳造鋳物) の改正に伴う合金記号の変更並びに規格全体において最新の表現方法に見直し変更を行った。

JIS H 1054 には、次に示す附属書がある。

附属書 (参考) **JIS** と対応する国際規格との対比表

目次

	ページ
序文	1
1. 適用範囲	1
2. 引用規格	1
3. 一般事項	1
4. 定量方法の区分	1
5. 塩化物抽出分離エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム・亜鉛逆滴定法	5
5.1 要旨	5
5.2 試薬	5
5.3 試料はかり取り量	6
5.4 操作	6
5.4.1 試料溶液の調製	6
5.4.2 鉄の抽出	6
5.4.3 滴定	6
5.5 空試験	7
5.6 計算	7
6. スルホサリチル酸吸光光度法	7
6.1 要旨	7
6.2 試薬	7
6.3 試料はかり取り量	8
6.4 操作	8
6.4.1 試料溶液の調製	8
6.4.2 呈色	8
6.4.3 吸光度の測定	9
6.5 空試験	9
6.6 検量線の作成	9
6.7 計算	9
7. 塩化物抽出分離 1,10-フェナントロリン吸光光度法	10
7.1 要旨	10
7.2 試薬	10
7.3 試料はかり取り量	10
7.4 操作	10
7.4.1 試料溶液の調製	10
7.4.2 鉄の抽出	11
7.4.3 呈色	11
7.4.4 吸光度の測定	11

	ページ
7.5 空試験	11
7.6 検量線の作成	11
7.7 計算	11
8. 原子吸光法	12
8.1 要旨	12
8.2 試薬	12
8.3 試料はかり取り量	13
8.4 操作	13
8.4.1 試料溶液の調製	13
8.4.2 吸光度の測定	13
8.5 空試験	13
8.6 検量線の作成	13
8.7 計算	14
9. ICP 発光分光法	14
9.1 要旨	14
9.2 試薬	14
9.3 試料はかり取り量	15
9.4 操作	15
9.4.1 試料溶液の調製	15
9.4.2 発光強度の測定	15
9.5 空試験	15
9.6 検量線の作成	15
9.7 計算	16
附属書（参考） JIS と対応する国際規格との対比表	17

銅及び銅合金中の鉄定量方法

Methods for determination of iron in copper and copper alloys

序文 この規格は、1976年に第1版として発行された **ISO 1812**, Copper alloys—Determination of iron content—1,10-phenanthroline spectrophotometric method 及び 1984年に第1版として発行された **ISO 4748**, Copper alloys—Determination of iron content—Na₂ EDTA titrimetric method を基に、対応する部分（5.塩化物抽出分離エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム・亜鉛逆滴定法及び 7.塩化物抽出分離 1,10-フェナントロリン吸光光度法）については対応国際規格を翻訳し、技術的内容を変更することなく作成した日本工業規格であるが、対応国際規格には規定されてない規定項目（5.及び 7.以外の項目）を日本工業規格として追加している。

なお、この規格で点線の下線を施してある箇所は、原国際規格を追加又は変更している事項である。

1. 適用範囲 この規格は、銅及び銅合金（伸銅品、鋳物用地金及び鋳物）中の鉄定量方法について規定する。

備考 この規格の対応国際規格を、次に示す。

なお、対応の程度を表す記号は、ISO/IEC Guide 21に基づき、IDT（一致している）、MOD（修正している）、NEG（同等でない）とする。

ISO 1812 : 1976 Copper alloys — Determination of iron content — 1,10-Phenanthroline spectrophotometric method (MOD)

ISO 4748 : 1984 Copper alloys—Determination of iron content—Na₂ EDTA titrimetric method (MOD)

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。この引用規格は、その最新版（追補を含む。）を適用する。

JIS H 1012 銅及び銅合金の分析方法通則

3. 一般事項 分析方法に共通な一般事項は、**JIS H 1012**による。

4. 定量方法の区分 鉄の定量方法は、次のいずれかによる。

なお、各定量方法を適用する銅及び銅合金の合金番号又は記号は、**表 1**による。

- a) **塩化物抽出分離エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム・亜鉛逆滴定法** この方法は、鉄含有率 0.3% (m/m) 以上 7.5% (m/m) 以下の試料に適用する。
- b) **スルホサリチル酸吸光光度法** この方法は、鉄含有率 0.06% (m/m) 以上 6.0% (m/m) 以下の試料に適用する。
- c) **塩化物抽出分離 1,10-フェナントロリン吸光光度法** この方法は、鉄含有率 0.000 1% (m/m) 以上 0.4%

(m/m) 以下の試料に適用する。

d) **原子吸光法** この方法は、鉄含有率 0.01% (m/m) 以上 6.0% (m/m) 以下の試料に適用する。

e) **ICP 発光分光法** この方法は、鉄含有率 0.01% (m/m) 以上 6.0% (m/m) 以下の試料に適用する。

表 1 定量方法及び適用対象合金番号又は記号

合金番号 又は記号	対応規格番号 (参考)	定量方法				
		塩化物抽出分離 エチレンジアミ ン四酢酸二水素 二ナトリウム・ 亜鉛逆滴定法	スルホサリチル 酸吸光光度法	塩化物抽出分離 1,10-フェナント ロリン吸光光度 法	原子吸光法	ICP 発光分光法
C1700	JIS H 3130		○		○(●)	○(●)
C1720	JIS H 3130 JIS H 3270		○		○(●)	○(●)
C2051	JIS H 3100			○	○(●)	○(●)
C2100	JIS H 3100 JIS H 3260			○	○(●)	○(●)
C2200	JIS H 3100 JIS H 3260 JIS H 3300			○	○(●)	○(●)
C2300	JIS H 3100 JIS H 3260 JIS H 3300			○	○(●)	○(●)
C2400	JIS H 3100 JIS H 3260			○	○(●)	○(●)
C2600	JIS H 3100 JIS H 3250 JIS H 3260 JIS H 3300 JIS H 3320			○	○(●)	○(●)
C2680	JIS H 3100 JIS H 3320			○	○(●)	○(●)
C2700	JIS H 3250 JIS H 3260 JIS H 3300			○	○(●)	○(●)
C2720	JIS H 3100		○(●)	○	○(●)	○(●)
C2800	JIS H 3250 JIS H 3260 JIS H 3300		○(●)	○	○(●)	○(●)
C2801	JIS H 3100		○(●)	○	○(●)	○(●)
C3501	JIS H 3260		○(●)	○	○(●)	○(●)
C3560	JIS H 3100		○(●)	○	○(●)	○(●)
C3561	JIS H 3100		○(●)	○	○(●)	○(●)
C3601	JIS H 3250		○(●)	○	○(●)	○(●)
C3602	JIS H 3250	○(●)	○(●)	○	○(●)	○(●)
C3603	JIS H 3250	○(●)	○(●)	○	○(●)	○(●)
C3604	JIS H 3250	○(●)	○(●)	○	○(●)	○(●)
C3605	JIS H 3250	○(●)	○(●)	○	○(●)	○(●)
C3710	JIS H 3100		○(●)	○	○(●)	○(●)
C3712	JIS H 3250	○(●)	○(●)	○(●)	○(●)	○(●)

合金番号 又は記号	対応規格番号 (参考)	定量方法				
		塩化物抽出分離 エチレンジアミ ン四酢酸二水素 二ナトリウム・ 亜鉛逆滴定法	スルホサリチル 酸吸光光度法	塩化物抽出分離 1,10-フェナント ロリン吸光光度 法	原子吸光法	ICP 発光分光法
C3713	JIS H 3100		○(●)	○	○(●)	○(●)
C3771	JIS H 3250	○(●)	○(●)	○(●)	○(●)	○(●)
C4250	JIS H 3100			○	○(●)	○(●)
C4430	JIS H 3300 JIS H 3320			○	○(●)	○(●)
C4621	JIS H 3100		○(●)	○	○(●)	○(●)
C4622	JIS H 3250		○(●)	○	○(●)	○(●)
C4640	JIS H 3100		○(●)	○	○(●)	○(●)
C4641	JIS H 3250		○(●)	○	○(●)	○(●)
C5210	JIS H 3130		○(●)	○	○(●)	○(●)
C6140	JIS H 3100	○	○		○	○
C6161	JIS H 3100 JIS H 3250	○	○		○	○
C6191	JIS H 3250	○	○		○	○
C6241	JIS H 3250	○	○		○	○
C6280	JIS H 3100	○	○		○	○
C6301	JIS H 3100	○	○		○	○
C6711	JIS H 3100	○(●)	○(●)	○(●)	○(●)	○(●)
C6712	JIS H 3100	○(●)	○(●)	○(●)	○(●)	○(●)
C6782	JIS H 3250	○(●)	○	○(●)	○	○
C6783	JIS H 3250	○(●)	○	○(●)	○	○
C6870	JIS H 3300			○	○(●)	○(●)
C6871	JIS H 3300			○	○(●)	○(●)
C6872	JIS H 3300			○	○(●)	○(●)
C7060	JIS H 3100 JIS H 3300 JIS H 3320	○	○		○	○
C7100	JIS H 3300	○	○		○	○
C7150	JIS H 3100 JIS H 3300 JIS H 3320	○	○		○	○
C7164	JIS H 3300	○	○		○	○
C7351	JIS H 3110		○(●)	○	○(●)	○(●)
C7451	JIS H 3110 JIS H 3270		○(●)	○	○(●)	○(●)
C7521	JIS H 3110 JIS H 3270		○(●)	○	○(●)	○(●)
C7541	JIS H 3110 JIS H 3270		○(●)	○	○(●)	○(●)
C7701	JIS H 3130 JIS H 3270		○(●)	○	○(●)	○(●)
C7941	JIS H 3270		○(●)	○	○(●)	○(●)
CACIn201	JIS H 2202		○(●)	○	○(●)	○(●)
CACIn202	JIS H 2202	○(●)	○(●)	○(●)	○(●)	○(●)

合金番号 又は記号	対応規格番号 (参考)	定量方法				
		塩化物抽出分離 エチレンジアミ ン四酢酸二水素 二ナトリウム・ 亜鉛逆滴定法	スルホサリチル 酸吸光光度法	塩化物抽出分離 1,10-フェナント ロリン吸光光度 法	原子吸光法	ICP 発光分光法
CACIn203	JIS H 2202	○(1)	○(2)	○(2)	○(3)	○(3)
CACIn301	JIS H 2202	○	○		○	○
CACIn302	JIS H 2202	○	○		○	○
CACIn303	JIS H 2202	○	○		○	○
CACIn304	JIS H 2202	○	○		○	○
CACIn401	JIS H 2202	○(1)	○(2)	○	○(3)	○(3)
CACIn402	JIS H 2202		○(2)	○	○(3)	○(3)
CACIn403	JIS H 2202		○(2)	○	○(3)	○(3)
CACIn406	JIS H 2202		○(2)	○	○(3)	○(3)
CACIn407	JIS H 2202		○(2)	○	○(3)	○(3)
CACIn502	JIS H 2202		○(2)	○	○(3)	○(3)
CACIn503	JIS H 2202		○(2)	○	○(3)	○(3)
CACIn602	JIS H 2202		○	○	○(3)	○(3)
CACIn603	JIS H 2202		○	○	○(3)	○(3)
CACIn604	JIS H 2202		○	○	○(3)	○(3)
CACIn605	JIS H 2202		○	○	○(3)	○(3)
CACIn701	JIS H 2202	○	○		○	○
CACIn702	JIS H 2202	○	○		○	○
CACIn703	JIS H 2202	○	○		○	○
CACIn704	JIS H 2202	○	○		○	○
CACIn803	JIS H 2202		○(2)	○	○(3)	○(3)
CAC201	JIS H 5120		○(2)	○	○(3)	○(3)
CAC202	JIS H 5120	○(1)	○(2)	○(2)	○(3)	○(3)
CAC203	JIS H 5120	○(1)	○(2)	○(2)	○(3)	○(3)
CAC301	JIS H 5120	○	○		○	○
CAC301C	JIS H 5121	○	○		○	○
CAC302	JIS H 5120	○	○		○	○
CAC302C	JIS H 5121	○	○		○	○
CAC303	JIS H 5120	○	○		○	○
CAC303C	JIS H 5121	○	○		○	○
CAC304	JIS H 5120	○	○		○	○
CAC304C	JIS H 5121	○	○		○	○
CAC401	JIS H 5120	○(1)	○(2)	○	○(3)	○(3)
CAC401C	JIS H 5121	○(1)	○(2)	○	○(3)	○(3)
CAC402	JIS H 5120		○(2)	○	○(3)	○(3)
CAC402C	JIS H 5121		○(2)	○	○(3)	○(3)
CAC403	JIS H 5120		○(2)	○	○(3)	○(3)
CAC403C	JIS H 5121		○(2)	○	○(3)	○(3)
CAC406	JIS H 5120		○(2)	○	○(3)	○(3)
CAC406C	JIS H 5121		○(2)	○	○(3)	○(3)
CAC407	JIS H 5120		○(2)	○	○(3)	○(3)
CAC407C	JIS H 5121		○(2)	○	○(3)	○(3)
CAC502A	JIS H 5120		○(2)	○	○(3)	○(3)
CAC502B	JIS H 5120		○(2)	○	○(3)	○(3)

合金番号 又は記号	対応規格番号 (参考)	定量方法				
		塩化物抽出分離 エチレンジアミン 四酢酸二水素 二ナトリウム・ 亜鉛逆滴定法	スルホサリチル 酸吸光度法	塩化物抽出分離 1,10-フェナント ロリン吸光度 法	原子吸光法	ICP 発光分光法
CAC502C	JIS H 5121		○(f)	○	○(f)	○(f)
CAC503A	JIS H 5120		○(f)	○	○(f)	○(f)
CAC503B	JIS H 5120		○(f)	○	○(f)	○(f)
CAC503C	JIS H 5121		○(f)	○	○(f)	○(f)
CAC602	JIS H 5120		○(f)	○	○(f)	○(f)
CAC603	JIS H 5120		○(f)	○	○(f)	○(f)
CAC603C	JIS H 5121		○(f)	○	○(f)	○(f)
CAC604	JIS H 5120		○(f)	○	○(f)	○(f)
CAC604C	JIS H 5121		○(f)	○	○(f)	○(f)
CAC605	JIS H 5120		○(f)	○	○(f)	○(f)
CAC605C	JIS H 5121		○(f)	○	○(f)	○(f)
CAC701	JIS H 5120	○	○		○	○
CAC701C	JIS H 5121	○	○		○	○
CAC702	JIS H 5120	○	○		○	○
CAC702C	JIS H 5121	○	○		○	○
CAC703	JIS H 5120	○	○		○	○
CAC703C	JIS H 5121	○	○		○	○
CAC704	JIS H 5120	○	○		○(f)	○(f)
CAC803	JIS H 5120		○(f)	○	○(f)	○(f)

注(f) 鉄含有率0.3% (m/m) 未満の試料には用いない。

(f) 鉄含有率 0.06% (m/m) 未満の試料には用いない。

(f) 鉄含有率 0.4% (m/m) を超える試料には用いない。

(f) 鉄含有率 0.01% (m/m) 未満の試料には用いない。

5. 塩化物抽出分離エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム・亜鉛逆滴定法

5.1 要旨 試料をそのすず含有率に応じて塩酸と過酸化水素、又は塩酸と硝酸とで分解し、すずが多く含まれる場合には、臭化水素酸を加え、すずを臭化すずとして揮散させる。塩酸の濃度を調節した後、4-メチル-2-ペンタノンで鉄 (III) の塩化物錯体を抽出する。有機相に水、塩酸及びエタノールを加えて均一な溶液とする。ふっ化アンモニウム、チオ尿素及び過剰のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム（以下、EDTA2Na という。）を加えた後、pH を調節し、亜鉛標準溶液で逆滴定する。

5.2 試薬 試薬は、次による。

- 塩酸
- 塩酸 (1+1)
- 硝酸 (1+1)
- 臭化水素酸
- 硫酸
- 過酸化水素
- 塩化リチウム溶液 (275g/l)
- ふっ化アンモニウム溶液 (37g/l)
- EDTA2Na 溶液 エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 18.61g をはかり取り、ビーカ

ー (200ml) に移し入れ、水を加えて溶解した後、溶液を 1 000ml の全量フラスコに水を用いて移し入れ、水で標線まで薄める。

j) チオ尿素溶液 (100g/l)

k) ヘキサメチレンテトラミン溶液 (200g/l)

l) エタノール (99.5)

m) 4-メチル-2-ペンタノン

n) 0.05mol/l 亜鉛標準溶液 亜鉛 [99.99% (m/m) 以上] 3.269g をはかり取り、ビーカー (300ml) に移し入れ、時計皿で覆い、硝酸 (1+1) 25ml を加えて分解した後、加熱して窒素酸化物を除く。常温まで冷却した後、時計皿の下面及びビーカーの内壁を水で洗って時計皿を取り除く。ヘキサメチレンテトラミン溶液[k]を用いて pH を 4.5~5.0 に調節した後、溶液を 1 000ml の全量フラスコに水を用いて移し入れ、水で標線まで薄める。

o) キシレノールオレンジ溶液 (0.1g/l) この溶液は、褐色瓶に保存する。

5.3 試料はかり取り量 試料はかり取り量は、1.00g とする。

5.4 操作

5.4.1 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) すず含有率 0.02% (m/m) 未満の試料の場合

- 1) 試料をはかり取って、ビーカー (200ml) に移し入れる。
- 2) 時計皿で覆い、塩酸 10ml 及び塩酸 (1+1) 10ml を加え、更に過酸化水素 10ml を少量ずつ加え、流水で冷却しながら分解した後、加熱して過剰の過酸化水素を分解する。

b) すず含有率 0.02% (m/m) 以上の試料の場合

- 1) 試料をはかり取って、ビーカー (200ml) に移し入れる。
- 2) 時計皿で覆い、塩酸 5ml 及び硝酸 (1+1) 10ml を加え、加熱して試料を分解する。時計皿の下面及びビーカーの内壁をできるだけ少量の水で洗って、時計皿を取り除く。硫酸 10ml を加え、加熱して硫酸の白煙を発生させる。
- 3) 放冷した後、臭化水素酸 10ml を加え、穏やかに加熱して硫酸の白煙を発生させる。放冷した後、ビーカーの内壁をできるだけ少量の水で洗い、加熱して硫酸の白煙が発生しなくなるまで乾固する。放冷した後、時計皿で覆い、塩酸 (1+1) 30ml 及び過酸化水素 2, 3 滴を加え、加熱して塩類を溶解し、煮沸して過剰の過酸化水素を分解する。

5.4.2 鉄の抽出 鉄の抽出は、次の手順によって行う。

- a) 5.4.1 の a)2)又は b)3)で得た溶液を室温まで冷却し、時計皿の下面及びビーカーの内壁を塩酸 (1+1) で洗って時計皿を取り除く。溶液を分液漏斗 (150ml) に塩酸 (1+1) を用いて移し入れ、塩酸 (1+1) で液量を 50ml とする。
- b) 4-メチル-2-ペンタノン 30ml を加え、1 分間激しく振り混ぜる。静置して 2 相に分離した後、水相 (下層) を別の分液漏斗に移し入れ、有機相は保存する。
- c) 4-メチル-2-ペンタノン 20ml を加え、1 分間穏やかに振り混ぜる。静置して 2 相に分離した後、水相 (下層) を捨てる。
- d) c)で得た有機相を b)で保存してある有機相に合わせた後、塩化リチウム溶液 20ml を加え、30 秒間激しく振り混ぜる。静置して 2 相に分離した後、水相 (下層) を捨てる。塩化リチウム溶液 20ml を加え、30 秒間激しく振り混ぜる。静置して 2 相に分離した後、水相 (下層) を捨てる。

5.4.3 滴定 滴定は、次の手順によって行う。

- a) 5.4.2d)で得た有機相を水 50ml を用いてビーカー (500ml) に移し入れ、塩酸 (1+1) 2ml を加え、振り混ぜる。
- b) エタノール 130ml を加え、直ちに振り混ぜ、ふっ化アンモニウム溶液を溶液が無色になるまで加える。
- c) チオ尿素溶液 5ml 及び EDTA2Na 溶液[5.2i)]^(f)を加えた後、ヘキサメチレンテトラミン溶液を用いて溶液の pH を 4.8～5.0 に調節する。
- d) キシレノールオレンジ溶液[5.2o)]1ml を指示薬として加えた後、0.05mol/l 亜鉛標準溶液[5.2n)]で滴定し、溶液の色が黄色から赤紫になった点を終点とする。

注^(f) EDTA2Na 溶液[5.2i)]の添加量は、試料中の鉄含有率に応じて表2による。

表 2 EDTA2Na 溶液[5.2i)]添加量

試料中の鉄含有率 % (m/m)	EDTA2Na 溶液[5.2i)]添加量 ml
0.3 以上 2.0 未満	10.00
2.0 以上 5.0 未満	20.00
5.0 以上 7.5 以下	30.00

5.5 空試験 試薬だけを用いて、試料と同じ操作を試料と並行して行う。

5.6 計算 試料中の鉄含有率を、次の式によって算出する。

$$Fe = \frac{(V_1 - V_2) \times 0.002793}{m} \times 100$$

ここに、 Fe : 試料中の鉄含有率 [% (m/m)]
 V_1 : 空試験での 0.05mol/l 亜鉛標準溶液[5.2n)]の使用量 (ml)
 V_2 : 試料溶液での 0.05mol/l 亜鉛標準溶液[5.2n)]の使用量 (ml)
 m : 試料はかり取り量 (g)

6. スルホサリチル酸吸光光度法

6.1 要旨 試料を硝酸で分解する。すずが含まれる場合には、臭化水素酸を加え、すずを臭化すずとして揮散させる。アンモニア水と硝酸を用いて pH を調節した後、スルホサリチル酸を加えてスルホサリチル酸鉄錯体を生成させ、光度計を用いてその吸光度を測定する。

6.2 試薬 試薬は、次による。

- a) 硝酸 (1+1, 1+3)
- b) 臭化水素酸
- c) 硫酸 (1+1)
- d) アンモニア水 (1+1, 1+3)
- e) 銅 99.96% (m/m) 以上で、鉄を含有しないもの又は鉄含有率が低く既知のもの。
- f) 亜鉛 99.9% (m/m) 以上で、鉄を含有しないもの又は鉄含有率が低く既知のもの。
- g) ニッケル 99.9% (m/m) 以上で、鉄を含有しないもの又は鉄含有率が低く既知のもの。
- h) スルホサリチル酸溶液 スルホサリチル酸二水和物 10g を水に溶解し、水で液量を 100ml とし、アンモニア水 (1+3) で pH を 2.0～2.5 に調節する。
- i) 標準鉄溶液 (200 μ gFe/ml) 鉄 [99.9% (m/m) 以上] 0.200g をはかり取り、ビーカー (200ml) に移し入れ、時計皿で覆い、硝酸 (1+1) 10ml を加え、加熱して分解し、さらに加熱を続けて窒素酸化物を除く。常温まで冷却した後、時計皿の下面及びビーカーの内壁を水で洗っ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標準鉄溶液とする。

6.3 試料はかり取り量 試料はかり取り量は、試料中の鉄含有率に応じて表 3 による。

表 3 試料はかり取り量

試料中の鉄含有率 %(m/m)	試料はかり取り量 g
0.06 以上 1.0 未満	1.00
1.0 以上 6.0 以下	0.50

6.4 操作

6.4.1 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) すずを含まない試料の場合

- 1) 試料をはかり取って、ビーカー (200ml) に移し入れる。
- 2) 時計皿で覆い、硝酸 (1+1) 15ml を加え、加熱して分解し、さらに加熱して窒素酸化物を除く。室温まで冷却した後、時計皿の下面及びビーカーの内壁を水で洗って時計皿を取り除く⁽⁹⁾。
- 3) 硫酸 (1+1) 20ml を加え、加熱して硫酸の白煙を発生させる。放冷した後、水約 20ml を少量ずつ加える。溶液をろ紙 (5 種 B) でろ過し、温水で十分に洗浄し、ろ液と洗液とを合わせ、加熱して液量が約 50ml になるまで濃縮した後、室温まで冷却する。

注⁽⁹⁾ けい素及び鉛を含有しない試料の場合には、次の3)の操作は行わない。

b) すずを含む試料の場合

- 1) 試料をはかり取って、ビーカー (200ml) に移し入れる。
- 2) 時計皿で覆い、硝酸 (1+1) 15ml を加え、加熱して分解し、さらに加熱して窒素酸化物を除く。室温まで冷却した後、時計皿の下面及びビーカーの内壁を水で洗って時計皿を取り除く。硫酸 (1+1) 20ml を加え、加熱して硫酸の白煙を発生させる。
- 3) 放冷した後、臭化水素酸 15ml を加え、穏やかに加熱して硫酸の白煙を発生させる。放冷した後、ビーカーの内壁を少量の水で洗って、さらに加熱して硫酸の白煙が発生しなくなるまで乾固する。放冷した後、ビーカーの内壁を少量の水で洗い、水約 20ml を加え、加熱して塩類を溶解し⁽⁷⁾、室温まで冷却する。

注⁽⁷⁾ 沈殿が認められる場合には、溶液をろ紙 (5 種 B) でろ過した後、温水で十分に洗浄し、ろ液と洗液とを合わせ、加熱して液量が約 50ml になるまで濃縮する。

6.4.2 呈色 呈色は、次のいずれかの手順によって行う。

a) 試料中の鉄含有率が 0.06% (m/m) 以上 0.2% (m/m) 未満の場合

- 1) 6.4.1a) の 2) 若しくは 3) 又は 6.4.1b) 3) で得た溶液に水酸化物の沈殿が生成し始めるまでアンモニア水 (1+1) を加えた後、硝酸 (1+3) 及びアンモニア水 (1+3) を用いて pH を 2.0~2.5 に調節する。
- 2) 溶液を 100ml の全量フラスコに水を用いて移し入れ、スルホサリチル酸溶液[6.2h)]3.0ml を加えた後、水で標線まで薄め、約 15 分間静置する。

b) 試料中の鉄含有率が 0.2% (m/m) 以上 6.0% (m/m) 以下の場合

- 1) 6.4.1a) の 2) 若しくは 3) 又は 6.4.1b) 3) で得た溶液を 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。この溶液を鉄量が 0.5~2.0mg になるようにビーカー (200ml) に分取し、水で液量を約 50ml とする。
- 2) 溶液に水酸化物が生成し始めるまでアンモニア水 (1+1) を加えた後、硝酸 (1+3) 及びアンモニア水 (1+3) を用いて pH を 2.0~2.5 に調節する。
- 3) a) 2) の操作を行う。

6.4.3 吸光度の測定 6.4.2 の a)2)又は b)3)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 545nm 付近の吸光度を測定する。

6.5 空試験 空試験は、次のいずれかによる。

a) 6.4.2a)によって呈色させる場合 6.6a)の検量線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。

b) 6.4.2b)によって呈色させる場合 6.6b)の検量線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。

6.6 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) 6.4.2a)によって呈色させる場合

1) 銅[6.2e]、亜鉛[6.2f]及びニッケル[6.2g]をはかり取った試料中に含まれる量と 10mg のけたまで同じになるように数個はかり取り、その各々を数個のビーカー (200ml) に移し入れ、6.4.1a)2)の操作を行う。

2) 溶液に、標準鉄溶液[6.2i)]0～10.0ml (鉄として 0～2000μg) を段階的に加え、以下、6.4.2b)2)～6.4.3 の手順に従って操作し、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) 6.4.2b)によって呈色させる場合

1) a)1)の操作を行う。

2) 溶液を 100ml の全量フラスコに水を用いて移し入れ、水で標線まで薄めた後、6.4.2b)1)で分取した試料溶液と同量をビーカー (200ml) に分取し、水で液量を約 50ml とする。

3) a)2)の操作を行う。

6.7 計算 計算は、次のいずれかによる。

a) 6.4.2a)によって呈色させた場合 6.4.3 及び 6.5a)で得た吸光度と、6.6a)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)]

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)

A_3 : 6.6a)1)ではかり取った銅[6.2e]、亜鉛[6.2f]及びニッケル[6.2g]中に含まれる鉄の含量 (g)

m : 試料はかり取り量 (g)

b) 6.4.2b)によって呈色させた場合 6.4.3 及び 6.5b)で得た吸光度と、6.6b)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。

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

ここに、 Fe : 試料中の鉄含有率 [% (m/m)]

A_1 : 分取した試料溶液中の鉄検出量 (g)

A_2 : 分取した空試験液中の鉄検出量 (g)

A_3 : 6.6b)1)ではかり取った銅[6.2e]、亜鉛[6.2f]及びニッケル[6.2g]中に含まれる鉄の含量 (g)

B : 6.4.2b)1)で分取した試料溶液及び6.6b)2)で分取した空試験液の量 (ml)
 m : 試料はかり取り量 (g)

7. 塩化物抽出分離 1,10-フェナントロリン吸光光度法

7.1 要旨 試料を塩酸と過酸化水素とで分解し、塩酸濃度を調節した後、4-メチル-2-ペンタノンで鉄 (III) の塩化物錯体を抽出する。有機相を塩酸で洗浄した後、鉄 (III) を L (+)-アスコルビン酸で還元して水で逆抽出する。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 試薬 試薬は、次による。

- a) 塩酸
- b) 塩酸 (7+3, 1+1)
- c) ふっ化水素酸
- d) 過酸化水素
- e) L (+)-アスコルビン酸溶液 (10g/l) 使用の都度、調製する。
- f) 1,10-フェナントロリン溶液 1,10-フェナントロリン塩酸塩一水和物 0.2g をビーカー (200ml) に取り、酢酸 4ml を加えて溶解した後、酢酸アンモニウム 32g 及び水 80ml を加え、酢酸アンモニウムを溶解する。アンモニア水及び酢酸を用いて pH を 6.4~6.6 に調節した後、水で液量を 100ml とする。
- g) 4-メチル-2-ペンタノン
- h) ヘキサン
- i) 標準鉄溶液 (10 μ gFe/ml) 鉄 [99.5% (m/m) 以上] 0.100g 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) 40ml を加え、加熱して分解する。常温まで冷却した後、時計皿の下面及びビーカーの内壁を水で洗っ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 (100 μ gFe/ml) とする。この原液を使用の都度、必要量だけ水で正確に 10 倍に薄めて標準鉄溶液とする。

7.3 試料はかり取り量 試料はかり取り量は、試料中の鉄含有率に応じて表 4 による。

表 4 試料はかり取り量

試料中の鉄含有率 % (m/m)	試料はかり取り量 g
0.000 1 以上 0.004 未満	5.00
0.004 以上 0.04 未満	2.00
0.04 以上 0.4 以下	0.20

7.4 操作

7.4.1 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) 試料中の鉄含有率が 0.004% (m/m) 未満の場合

- 1) 試料をはかり取って、ビーカー (300ml) (°)に移し入れ、時計皿(°)で覆う。
- 2) 塩酸 (7+3) 40ml を加え、流水で冷却しながら過酸化水素 40ml を少量ずつ加え、完全に分解する(°)。
- 3) 穏やかに煮沸して過酸化水素を分解した後、常温まで冷却する。時計皿の下面及びビーカーの内壁を塩酸 (1+1) で洗って時計皿を取り除く。
- 4) 溶液を分液漏斗 (200ml) に塩酸 (1+1) を用いて移し入れ、塩酸 (1+1) で液量を 100ml とする。

注(°) 試料が鋳物用シルジン青銅合金地金 (CACIn803) 及びシルジン青銅鋳物 (CAC803) の場合に

は、ビーカー (300ml) 及び時計皿は、四ふつ化エチレン樹脂製又はポリエチレン製のものをを用いる。

- (⁹) 注(⁸)を適用した場合には、更にふつ化水素酸 2ml を加えて完全に分解した後、溶液をビーカー (300ml) に水を用いて移し入れる。

b) 試料中の鉄含有率が 0.004% (m/m) 以上 0.4% (m/m) 以下の場合

- 1) a)の 1)～3)の手順に従って操作する。
- 2) 溶液を 100ml の全量フラスコに塩酸 (1+1) を用いて移し入れ、塩酸 (1+1) で標線まで薄めた後、分液漏斗 (200ml) に正確に 25ml 分取する。

7.4.2 鉄の抽出 鉄の抽出は、次の手順によって行う。

- a) 7.4.1 の a)4)又は b)2)で得た分液漏斗中の溶液に 4-メチル-2-ペンタノン 20ml を加え、15 秒間激しく振り混ぜる。静置して 2 相に分離した後、水相 (下層) を捨てる。
- b) 有機相に塩酸 (1+1) 20ml を加え、15 秒間激しく振り混ぜる。静置して 2 相に分離した後(¹⁰)、水相 (下層) を捨てる。この操作を更に 2 回繰り返す。
- c) L(+)-アスコルビン酸溶液[7.2e)]10ml を加えた後、20 秒間激しく振り混ぜる。静置して 2 相に分離した後、水相 (下層) を 50ml の全量フラスコに少量の水を用いて移し入れ、保存する。
- d) 有機相に L (+) -アスコルビン酸溶液[7.2e)]10ml を加えた後、20 秒間激しく振り混ぜる。静置して 2 相に分離した後、水相 (下層) を c)で保存してある全量フラスコに少量の水を用いて移し入れる。有機相は捨てる。

注(¹⁰) 相分離が悪い場合には、ヘキサン2ml を加え、振り混ぜる。

7.4.3 呈色 7.4.2d)で得た全量フラスコ中の溶液に 1,10-フェナントロリン溶液[7.2f)]5.0ml を加えて振り混ぜ、水で標線まで薄める。

7.4.4 吸光度の測定 7.4.3 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(¹¹)。

注(¹¹) 7.4.3 の操作終了後、30分以内に吸光度を測定する。

7.5 空試験 試薬だけを用いて、試料と同じ操作を試料と並行して行う。

7.6 検量線の作成 標準鉄溶液[7.2i)]0～20.0ml (鉄として 0～200μg) を段階的に数個の 50ml の全量フラスコに取る。それぞれに L(+)-アスコルビン酸溶液[7.2e)]20ml を加え、振り混ぜる。1 分間静置した後、1,10-フェナントロリン溶液[7.2f)]5.0ml を加え、水で標線まで薄める。30 分以内に、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。

7.7 計算 計算は、次のいずれかによる。

- a) 7.4.1a)によって試料溶液を調製した場合 7.4.4 及び 7.5 で得た吸光度と 7.6 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)

m : 試料はかり取り量 (g)

- b) 7.4.1b)によって試料溶液を調製した場合 7.4.4 及び 7.5 で得た吸光度と 7.6 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。

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

ここに、
 Fe : 試料中の鉄含有率 [% (m/m)]
 A_1 : 分取した試料溶液中の鉄検出量 (g)
 A_2 : 分取した空試験液中の鉄検出量 (g)
 m : 試料はかり取り量 (g)

8. 原子吸光法

8.1 要旨 試料を塩酸と硝酸との混酸で分解した後、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。

8.2 試薬 試薬は、次による。

a) 塩酸 (1+9)

b) 混酸 (塩酸 1, 硝酸 1, 水 2) 使用の都度、調製する。

c) 銅溶液 (20mgCu/ml) 銅 [99.96% (m/m) 以上] 10.0g をはかり取ってビーカー (300ml) に移し入れ、時計皿で覆い、混酸[b)]200ml を加え、穏やかに加熱して分解する。常温まで冷却した後、時計皿の下面及びビーカーの内壁を水で洗って時計皿を取り除き、溶液を 500ml 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。

d) 亜鉛溶液 (20mgZn/ml) 亜鉛 [99.9% (m/m) 以上] 10.0g をはかり取ってビーカー (300ml) に移し入れ、時計皿で覆い、混酸[b)]200ml を数回に分けて加え、穏やかに加熱して分解する。常温まで冷却した後、時計皿の下面及びビーカーの内壁を水で洗って時計皿を取り除き、溶液を 500ml 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。

e) ニッケル溶液 (20mgNi/ml) ニッケル [99.9% (m/m) 以上] 10.0g をはかり取ってビーカー (300ml) に移し入れ、時計皿で覆い、混酸[b)]200ml を加え、穏やかに加熱して分解する。常温まで冷却した後、時計皿の下面及びビーカーの内壁を水で洗って時計皿を取り除き、溶液を 500ml 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。

f) 鉛溶液 (20mgPb/ml) 鉛 [99.9% (m/m) 以上] 10.0g をはかり取ってビーカー (500ml) に移し入れ、時計皿で覆い、硝酸 (1+4) 250ml を加え、穏やかに加熱して分解する。常温まで冷却した後、時計皿の下面及びビーカーの内壁を水で洗って時計皿を取り除き、溶液を 500ml 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。

g) すず溶液 (20mgSn/ml) すず [99.9% (m/m) 以上] 10.0g をはかり取ってビーカー (500ml) に移し入れ、時計皿で覆い、塩酸 225ml 及び硝酸 75ml を加え、穏やかに加熱して分解する。常温まで冷却した後、時計皿の下面及びビーカーの内壁を水で洗って時計皿を取り除き、溶液を 500ml の全量フラスコに塩酸 (1+1) を用いて移し入れ、塩酸 (1+1) で標線まで薄める。

h) アルミニウム溶液 (20mgAl/ml) アルミニウム [99.9% (m/m) 以上] 10.0g をはかり取ってビーカー (500ml) に移し入れ、時計皿で覆い、塩酸 (1+1) 200ml 及び銅溶液[c)]1ml を加え、穏やかに加熱して分解する。硝酸 (1+1) 2ml を加え、加熱して完全に分解する。常温まで冷却した後、時計皿の下面及びビーカーの内壁を水で洗って時計皿を取り除き、溶液を 500ml 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。

- i) マンガン溶液 (20mgMn/ml) マンガン [99.9% (m/m) 以上] 10.0g をはかり取ってビーカー (500ml) に移し入れ、時計皿で覆い、塩酸 (1+1) 300ml を加え、穏やかに加熱して分解する。常温まで冷却した後、時計皿の下面及びビーカーの内壁を水で洗って時計皿を取り除き、溶液を 500ml 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。
- j) 標準鉄溶液 A (1 000 μ gFe/ml) 鉄 [99.5% (m/m) 以上] 1.000g をはかり取ってビーカー (300ml) に移し入れ、時計皿で覆い、塩酸 (1+1) 30ml 及び硝酸 5ml を加え、穏やかに加熱して分解する。常温まで冷却した後、時計皿の下面及びビーカーの内壁を水で洗っ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標準鉄溶液 A とする。
- k) 標準鉄溶液 B (100 μ gFe/ml) 標準鉄溶液 A[j)] を使用の都度、必要量だけ水で正しく 10 倍に薄めて標準鉄溶液 B とする。

8.3 試料はかり取り量 試料はかり取り量は、1.00g とする。

8.4 操作

8.4.1 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ビーカー (200ml) に移し入れる。
- b) 時計皿で覆い、混酸[7.2b)] 20ml を加え、穏やかに加熱して分解する。常温まで冷却した後、時計皿の下面及びビーカーの内壁を水で洗って時計皿を取り除く⁽¹²⁾。
- c) 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⁽¹³⁾。
- d) この溶液を表 5 の分取量に従って 100ml の全量フラスコに分取し、塩酸 (1+9) で標線まで薄める。

注⁽¹²⁾ けい酸の沈殿が析出した場合には、溶液をろ紙 (5種 A) でろ過した後、水でろ紙を洗浄し、ろ液と洗液とを合わせる。

⁽¹³⁾ 試料中の鉄含有率が 0.01% (m/m) 以上 0.2% (m/m) 未満の場合には、次の d) の操作は行わない。

表 5 分取量

試料中の鉄含有率 % (m/m)	分取量 ml
0.2 以上 1.0 未満	20.0
1.0 以上 6.0 以下	10.0

8.4.2 吸光度の測定 8.4.1 の c) 又は d) 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 又は 372.0nm における吸光度を測定する。

8.5 空試験 試薬だけを用いて、8.4.1 及び 8.4.2 の手順に従って試料と同じ操作を試料と並行して行う⁽¹⁴⁾。

注⁽¹⁴⁾ 8.4.1d) で試料溶液を分取する場合には、空試験液も試料溶液と同量分取する。

8.6 検量線の作成 検量線の作成は、次の手順によって行う。

a) 試料用検量線の作成

- 銅溶液[8.2c)], 亜鉛溶液[8.2d)], ニッケル溶液[8.2e)], 鉛溶液[8.2f)], すず溶液[8.2g)], アルミニウム溶液[8.2h)] 及びマンガン溶液[8.2i)] を、その銅、亜鉛、ニッケル、鉛、すず、アルミニウム及びマンガンの量が 8.4.1a) ではかり取った試料中の銅、亜鉛、ニッケル、鉛、すず、アルミニウム及びマンガンの量と 10mg のけたまで等しくなるように数個の 100ml の全量フラスコに取る。
- 水で標線まで薄めた後、各溶液を 8.4.1d) で分取した試料溶液と同量ずつ分取し、それぞれ 100ml の全量フラスコに移し入れる⁽¹⁵⁾。
- 標準鉄溶液 A[8.2j)] 及び／又は標準鉄溶液 B[8.2k)] の各種液量 (鉄として 0~6 000 μ g) を段階的に正確に加え、塩酸 (1+9) ⁽¹⁶⁾ で標線まで薄める。

- 4) 各溶液の一部を、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 248.3nm 又は 372.0nm 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。

注⁽¹⁵⁾ 注⁽¹³⁾を適用した場合には、この2)の操作は行わない。

(⁽¹⁶⁾ 注⁽¹³⁾を適用した場合には、塩酸 (1+9) の代わりに水を用いる。

- b) 空試験用検量線の作成 数個の 100ml の全量フラスコに混酸[8.2b)]20ml を取る。以下、a)の 2)~4)の手順に従って操作する。

8.7 計算 計算は、次のいずれかによる。

- a) 8.4.1d)の操作を行わなかった場合 8.4.2 及び 8.5 で得た吸光度と 8.6 の a)及び b)で作成した検量線とから、それぞれ鉄量を求め、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)

m : 試料はかり取り量 (g)

- b) 8.4.1d)の操作を行った場合 8.4.2 及び 8.5 で得た吸光度と 8.6 の a)及び b)で作成した検量線とから、それぞれ鉄量を求め、試料中の鉄含有率を、次の式によって算出する。

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

ここに、 Fe : 試料中の鉄含有率 [% (m/m)]

A₁ : 分取した試料溶液中の鉄検出量 (g)

A₂ : 分取した空試験液中の鉄検出量 (g)

m : 試料はかり取り量 (g)

B : 8.4.1d)で分取した試料溶液及び空試験液の量 (ml)

9. ICP 発光分光法

- 9.1 要旨 試料を塩酸と硝酸との混酸で分解し、溶液を 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。

- 9.2 試薬 試薬は、次による。

- a) 塩酸 (1+9)

- b) 混酸 (塩酸 2, 硝酸 1, 水 2) 使用の都度調製する。

- c) 銅 99.96% (m/m) 以上で、鉄を含有しないもの又は鉄含有率が低く既知のもの。

- d) 亜鉛 99.9% (m/m) 以上で、鉄を含有しないもの又は鉄含有率が低く既知のもの。

- e) ニッケル 99.9% (m/m) 以上で、鉄を含有しないもの又は鉄含有率が低く既知のもの。

- f) 鉛 99.9% (m/m) 以上で、鉄を含有しないもの又は鉄含有率が低く既知のもの。

- g) すず 99.9% (m/m) 以上で、鉄を含有しないもの又は鉄含有率が低く既知のもの。

- h) アルミニウム 99.9% (m/m) 以上で、鉄を含有しないもの又は鉄含有率が低く既知のもの。

- i) マンガン 99.9% (m/m) 以上で、鉄を含有しないもの又は鉄含有率が低く既知のもの。

- j) 標準鉄溶液 (500µgFe/ml) 鉄 [99.9% (m/m) 以上] 0.500g をはかり取り、ビーカー (200ml) に移し入れ、塩酸 (1+1) 30ml を加え、時計皿で覆い、加熱して分解する。硝酸 1ml を加え、加熱して鉄を

酸化し、更に加熱して窒素酸化物を除く。常温まで冷却した後、時計皿の下面及びビーカーの内壁を水で洗っ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標準鉄溶液とする。

9.3 試料はかり取り量 試料はかり取り量は、0.50g とする。

9.4 操作

9.4.1 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。

- 試料をはかり取って、ビーカー (200ml) に移し入れる。
- 時計皿で覆い、混酸[9.2b)]30ml を加え、加熱して分解する。常温まで冷却した後、時計皿の下面及びビーカーの内壁を水で洗って時計皿を取り除く⁽¹³⁾。
- 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⁽¹⁷⁾。
- この溶液から 10.0ml を 100ml の全量フラスコに分取し、塩酸 (1+9) で標線まで薄める。

注⁽¹⁷⁾ 試料中の鉄含有率が0.01% (m/m) 以上0.5% (m/m) 未満の場合には、次の d) の操作は行わない。

9.4.2 発光強度の測定 9.4.1 の c) 又は d) で得た溶液の一部を、ICP 発光分光装置のアルゴンプラズマ中に噴霧し、波長 238.204nm 又は 259.940nm の発光強度を測定する⁽¹⁸⁾。

注⁽¹⁸⁾ 精度及び真度を確認してあれば高次のスペクトル線を用いてもよく、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。

9.5 空試験 空試験は、次のいずれかによる。

- 9.4.1d) の操作を行わない場合 9.6a) の検量線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。
- 9.4.1d) の操作を行う場合 9.6b) の検量線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。

9.6 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) 9.4.1d) の操作を行わない場合

- 銅[9.2c)], 亜鉛[9.2d)], ニッケル[9.2e)], 鉛[9.2f)], すず[9.2g)], アルミニウム[9.2h)] 及びマンガン[9.2i)] を 0.50g の試料中に含まれる量と 10mg のけたまで等しくなるように、それぞれ数個はかり取り、数個のビーカー (200ml) に移し入れる。
- 9.4.1b) の操作を行った後、標準鉄溶液[9.2j)] 0~5.0ml (鉄量として 0~2 500µg) を段階的に加える。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。
- 溶液の一部を ICP 発光分光装置のアルゴンプラズマ中に噴霧し、波長 238.204nm 又は 259.940nm の発光強度を試料と並行して測定し⁽¹⁸⁾、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。

b) 9.4.1d) の操作を行う場合

- 銅[9.2c)], 亜鉛[9.2d)], ニッケル[9.2e)], 鉛[9.2f)], すず[9.2g)], アルミニウム[9.2h)] 及びマンガン[9.2i)] を 0.50g の試料中に含まれる量と 10mg のけたまで等しくなるように、それぞれ数個はかり取り、数個のビーカー (200ml) に移し入れる。
- 9.4.1 の b) 及び c) の手順に従って操作した後、溶液を 10.0ml ずつ数個の 100ml の全量フラスコに分取し、標準鉄溶液[9.2j)] 0~6.0ml (鉄量として 0~3 000µg) を段階的に加え、塩酸 (1+9) で標線まで薄める。
- 溶液の一部を ICP 発光分光装置のアルゴンプラズマ中に噴霧し、波長 238.204nm 又は 259.940nm の発光強度を試料と並行して測定し⁽¹⁸⁾、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。

9.7 計算 計算は、次のいずれかによる。

a) 9.4.1d)の操作を行わなかった場合 9.4.2 及び 9.5a)で得た発光強度と、9.6a)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)]
 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)
 A_3 : 9.6a)1)ではかり取った銅[9.2c)], 亜鉛[9.2d)], ニッケル[9.2e)], 鉛[9.2f)], すず[9.2g)], アルミニウム[9.2h)]及びマンガン[9.2i)]中に含まれる鉄の含量 (g)
 m : 試料はかり取り量 (g)

b) 9.4.1d)の操作を行った場合 9.4.2 及び 9.5b)で得た発光強度と、9.6b)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。

$$Fe = \frac{A_1 - \left(A_2 - A_3 \times \frac{10}{100} \right)}{m \times \frac{10}{100}} \times 100$$

ここに、
 Fe : 試料中の鉄含有率 [% (m/m)]
 A_1 : 分取した試料溶液中の鉄検出量 (g)
 A_2 : 分取した空試験液中の鉄検出量 (g)
 A_3 : 9.6b)1)ではかり取った銅[9.2c)], 亜鉛[9.2d)], ニッケル[9.2e)], 鉛[9.2f)], すず[9.2g)], アルミニウム[9.2h)]及びマンガン[9.2i)]中に含まれる鉄の含量 (g)
 m : 試料はかり取り量 (g)

附属書（参考） JIS と対応する国際規格との対比表

JIS H 1054：銅及び銅合金中の鉄定量方法				ISO 1812：1976 銅合金－鉄の 1,10-フェナントロリン吸光光度法 ISO 4748：1984 銅合金－Na2EDTA 滴定法			
(I) JIS の規定		(II) 国際規格番号	(III) 国際規格の規定		(IV) JIS と国際規格との技術的差異の項目ごとの評価及びその内容 表示箇所：本体 表示方法：点線の下線		(V) JIS と国際規格との技術的差異の理由及び今後の対策
項目番号	内容		項目番号	内容	項目ごとの評価	技術的差異の内容	
1. 適用範囲	銅及び銅合金（伸銅品、鋳物用地金及び鋳物）中の鉄定量方法を規定	ISO 1812 ISO 4748	1. 1.	銅合金中の鉄定量方法を規定 銅合金中の鉄定量方法を規定	MOD/追加	ISO を包含し、すべての伸銅品及び鋳物を対象としている。	
2. 引用規格	JIS H 1012 銅及び銅合金の分析方法通則を引用			ISO には規定されていない。	MOD/追加		
3. 一般事項	分析の一般事項は JIS H 1012 によることを規定			ISO には規定されていない。	MOD/追加		
4. 定量方法の区分	a) 塩化物抽出分離エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム・亜鉛逆滴定法 $0.3 \leq \text{Fe} \leq 7.5$	ISO 4748	2. 及び 5.	Na2EDTA 滴定法 定量範囲規定なし	MOD/変更	ISO では規定していない定量方法を追加した。	定量方法は、濃度範囲や対応設備の有無などから適切な方法が選択されるべきであるので一つに限定することは好ましくない。したがって、従来から規定されていた JIS の定量方法及び最新の機器による定量方法を追加した。 ISO を包含した五つの定量方法を規定しており、状況に応じていずれかを選択して使用ができる。したがって、国際的にも、何ら問題ないので JIS だけに規定された定量方法を ISO へ提案することは当面行わない。
	b) スルホサリチル酸吸光光度法 $0.06 \leq \text{Fe} \leq 6.0$	—	—	ISO には規定されていない。	MOD/追加		
	c) 塩化物抽出分離 1,10-フェナントロリン吸光光度法 $0.0001 \leq \text{Fe} \leq 0.4$	ISO 1812	2. 及び 7.	1,10-フェナントロリン吸光光度法 $\text{Fe} \leq 0.4$	MOD/変更		
	d) 原子吸光法 $0.01 \leq \text{Fe} \leq 6.0$	—	—	ISO には規定されていない。	MOD/追加		
	e) ICP 発光分光法 $0.01 \leq \text{Fe} \leq 6.0$	—	—	ISO には規定されていない。	MOD/追加		

(I) JIS の規定		(II) 国際規格番号	(III) 国際規格の規定		(IV) JIS と国際規格との技術的差異の項目ごとの評価及びその内容 表示箇所：本体 表示方法：点線の下線		(V) JIS と国際規格との技術的差異の理由及び今後の対策
項目番号	内容		項目番号	内容	項目ごとの評価	技術的差異の内容	
5. 塩化物抽出分離エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム・亜鉛逆滴定法	試料をそのすず含有率に応じて塩酸と過酸化水素、又は塩酸と硝酸とで分解し、すずが多く含まれる場合には、臭化水素酸を加え、すずを臭化すずとして揮散させる。塩酸の濃度を調節した後、4-メチル-2-ペンタノンで鉄 (III) の塩化物錯体を抽出する。有機相に水、塩酸及びエタノールを加えて均一な溶液とする。ふつ化アンモニウム、チオ尿素及び過剰のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム（以下、EDTA2Na という。）を加えた後、pH を調節し、亜鉛標準溶液で逆滴定する。	ISO 4748	2.	JIS に同じ	IDT	技術的内容は一致している。	
6. スルホサリチル酸吸光度法	試料を硝酸で分解する。すずが含まれる場合には、臭化水素酸を加え、すずを臭化すずとして揮散させる。アンモニア水と硝酸を用いて pH を調節した後、スルホサリチル酸を加えてスルホサリチル酸鉄錯体を生成させ、光度計を用いてその吸光度を測定する。	—	—	—	MOD/追加	ISO では規定していない定量方法を追加した。	ISO に規定がなくても、何ら問題はないので、当面 ISO に提案することは見送る。

(I) JIS の規定		(II) 国際規格番号	(III) 国際規格の規定		(IV) JIS と国際規格との技術的差異の項目ごとの評価及びその内容 表示箇所：本体 表示方法：点線の下線		(V) JIS と国際規格との技術的差異の理由及び今後の対策
項目番号	内容		項目番号	内容	項目ごとの評価	技術的差異の内容	
7. 塩化物抽出分離 1, 10-フェナントロリン吸光度法	試料を塩酸と過酸化水素とで分解し、塩酸濃度を調節した後、4-メチル-2-ペンタノンで鉄 (III) の塩化物錯体を抽出する。有機相を塩酸で洗浄した後、鉄 (III) を L (+)-アスコルビン酸で還元して水で逆抽出する。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。	ISO 1182	2.	JIS に同じ	IDT	技術的内容は一致している。	
8. 原子吸光法	試料を塩酸と硝酸との混酸で分解した後、溶液を原子吸光度計の空気・アセチレンフレーム中に噴霧し、その吸光度を測定する。	—	—	—	MOD/追加	ISO では規定していない定量方法を追加した。	ISO に規定がなくても、何ら問題はないので、当面 ISO に提案することは見送る。
9. ICP 発光分光法	試料を塩酸と硝酸との混酸で分解し、溶液を 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。	—	—	—	MOD/追加	ISO では規定していない定量方法を追加した。	ISO で採用の動きがあり、様子見とする。

JIS と国際規格との対応の程度の全体評価：MOD

備考1. 項目ごとの評価欄の記号の意味は、次のとおりである。

- IDT…………… 技術的差異がない。
- MOD/追加…………… 国際規格にない規定項目又は規定内容を追加している。
- MOD/変更…………… 国際規格の規定内容を変更している。

2. JIS と国際規格との対応の程度の全体評価欄の記号の意味は、次のとおりである。

- MOD…………… 国際規格を修正している。

伸銅品分析 JIS 原案作成本委員会 構成表

	氏名	所属
(委員長)	○ 佐 山 恭 正	日本新金属株式会社技術開発部
	小 熊 幸 一	千葉大学工学部
	藤 沼 弘	東洋大学工学部
	大河内 春 乃	東京理科大学理学部
	橋 本 進	財団法人日本規格協会
	宮 田 恵 守	NTT 東日本株式会社
	佐 藤 秀 樹	日本電子材料工業会
	矢 岡 隆	日本鋁業協会技術部兼環境保安部
	福 島 茂	富士通分析ラボ株式会社分析部
	○ 田 口 克 徳	株式会社コベルコ科研開発事業所
	○ 関 根 孝 雄	三菱マテリアル株式会社総合研究所
	○ 小 林 秀 章	日本青銅株式会社技術部
	○ 豊 嶋 雅 康	住友軽金属工業株式会社研究開発センター
	○ 東 原 巖	元古河電気工業株式会社
	○ 久留須 一 彦	古河電気工業株式会社横浜研究所
	○ 小 松 孝 之	日鋁金属株式会社技術開発センター
(事務局)	藤 沢 裕	日本伸銅協会技術部
備考：○印を付してある者は、分科会委員も兼ねる。		

日本工業標準調査会標準部会 非鉄金属技術専門委員会 構成表

	氏名	所属
(委員長)	神 尾 彰 彦	東京工業大学
(委員)	藍 田 勲	株式会社神戸製鋼所
	有 川 彰 一	財団法人日本船舶標準協会
	一 瀬 明	住友金属鉱山株式会社
	今 福 豊	日本伸銅協会
	碓 井 栄 喜	社団法人軽金属学会
	齋 藤 鐵 哉	独立行政法人物質・材料研究機構
	酒 井 勝 之	社団法人日本アルミニウム協会
	中 村 守	独立行政法人産業技術総合研究所
	西 村 尚	東京都立大学工学部機械工学科
	平 山 晴 彦	日本鋁業協会
	村 上 陽 一	社団法人日本電機工業会
	柳 沢 健 史	古河電気工業株式会社
	山 田 桑太郎	社団法人日本鉄道車輛工業会