

**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 M8210-1

規格名称 鉄鉱石-コバルト定量方法-第1部：2-ニトロソ-1-ナフトール抽出分離吸光度法

**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 M 8210:1995は、鉄鉱石中のコバルト定量方法を規定したもので、3種類の方法を規定している。現行規格は、1995年に改正されて以降約27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）] 規格群及びJIS M 8202（鉄鉱石-分析方法通則）が改正され、許容差の計算方法、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1部：2-ニトロソ-1-ナフトール抽出分離吸光度法”として制定し、併せてM 8210を廃止する。

**(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 器具及び装置
- 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

**(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。**

市場適合性を有する分野

**④ 国が主体的に取り組む分野に該当する場合の内容****⑤ 市場適合性を有している場合の内容**

鉄鉱石市場において、この規格が関係する鉄鉱石の取引が一定量認められ、市場におけるニーズが確認できる。

**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）**

財務省貿易統計の鉄鉱石輸出入統計

## 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が目前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 器具及び装置	3
8 試料のはかりとり	3
9 操作	3
9.1 試料溶液の調製	3
9.2 呈色	4
9.3 吸光度の測定	5
10 空試験	5
11 検量線の作成	5
12 計算	5
13 許容差	6

## 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 M 8210:1995** 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 M 8210** 規格群には、次に示す部で構成する。

**JIS M 8210-1** 第 1 部：2-ニトロソ-1-ナフトール抽出分離吸光光度法

**JIS M 8210-2** 第 2 部：原子吸光分析法

## 鉄鉱石—コバルト定量方法—

第1部：2-ニトロソ-1-ナフトール抽出分離吸光光度  
法Iron ores—Determination of cobalt—  
Part 1: Spectrophotometric method of 2-Nitroso-1-naphthol complex  
after extraction

## 1 適用範囲

この規格は、鉄鉱石中のコバルト定量方法のうち、2-ニトロソ-1-ナフトール抽出分離吸光光度法について規定する。

この方法は、コバルト含有率（質量分率）0.001%以上0.1%以下の定量に適用する。

**注記** JIS M 8210 規格群の定量範囲を表1に示す。

表1—JIS M 8210 規格群の定量範囲

規格番号	定量範囲 [質量分率 (%) ]
JIS M 8210-1	0.001 以上 0.1 以下
JIS M 8210-2	0.001 以上 0.1 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 M 8202 鉄鉱石—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 M 8202 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 M 8202**による。

## 5 要旨

試料を塩酸、硝酸及び過塩素酸で分解し、過塩素酸白煙を発生させる。可溶性塩類を溶解し、ろ過する。不溶解残さ(渣)は、硫酸及びふっ化水素酸で処理した後、二硫酸ナトリウムで融解し、ろ液に合わせる。得た溶液をアンモニア性とし、2-ニトロソ-1-ナフトールを加えてコバルトとの錯体を生成させ、これをキシレンで抽出する。分光光度計を用いて、370 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 (5+1, 1+2, 1+10, 2+100)

### 6.3 硝酸

### 6.4 過塩素酸

### 6.5 ふっ化水素酸

### 6.6 硫酸 (1+1)

### 6.7 アンモニア水 (1+2)

### 6.8 水酸化ナトリウム (40 g/L)

### 6.9 過酸化水素 (1+9)

**6.10 酸化鉄(Ⅲ)** 純度の高い酸化鉄(Ⅲ)で、コバルト含有率(質量分率)0.0001%未満であることが保証されているか、又は0.001%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。

### 6.11 二硫酸ナトリウム ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_7$ )

**6.12 くえん酸溶液** くえん酸一水和物 50 g を水に溶解し、水で 100 mL にうすめる。

**6.13 2-ニトロソ-1-ナフトール溶液** 2-ニトロソ-1-ナフトール ( $\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NO}_2$ ) 0.05 g に水酸化ナトリウム溶液 (40 g/L) (6.8) 8 滴及び水 1 mL を加えて溶解した後、水で 100 mL にうすめる。

### 6.14 キシレン

**6.15 コバルト原液 (Co : 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )** コバルト(質量分率 99.9%以上) 0.100 g をはかりとってビーカー (200 mL) に移し入れ、時計皿で覆い、硝酸 (1+1) 10 mL 及び過塩素酸 5 mL を加え、加熱して溶解する。引き続き加熱して蒸発させ濃厚な白煙を発生させた後、常温まで冷却し、時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除く。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コバルト原液とする。

**6.16 コバルト標準液 (Co : 10 µg/mL)** コバルト原液 (6.15) を、使用の都度、水で正確に 10 倍にうすめてコバルト標準液とする。

## 7 器具及び装置

器具及び装置は、次による。

**7.1 分光光度計** 370 nm の波長における吸光度の測定に適した分光光度計を使用する。

**7.2 白金るつぼ** 容量 30 mL 以上で、蓋付きのもの。以下、るつぼという。

**7.3 pH 計**

## 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

コバルト含有率 [質量分率 (%)]		単位 g
		はかりとり量
0.001 以上	0.025 未満	1.0
0.025 以上	0.1 以下	0.25

## 9 操作

### 9.1 試料溶液の調製

#### 9.1.1 試料の分解

試料の分解操作は、次による。

- 試料をはかりとって、ビーカー (300 mL) に移し入れる。
- 時計皿で覆い、塩酸 (6.1) 20 mL を加え、初めは熱板周辺の低温部 (60 °C ~ 100 °C) にビーカーを置き約 1 時間保持した後、更に熱板の高温部に移して、約 10 分間沸騰直前まで加熱して分解する。
- 硝酸 (6.3) 5 mL 及び過塩素酸 (6.4) 15 mL を加え、引き続き加熱して蒸発させる。ビーカー内部に白煙が発生し始め、更に内部が透明となり、過塩素酸の蒸気がビーカーの内壁を伝わって還流する状態で約 5 分間加熱する。
- 放冷した後、温水約 50 mL を加え、加熱して可溶性塩類を溶解する。なお、クロムを含む試料の場合は、溶解した後、過酸化水素 (1+9) (6.9) を滴加してクロムを還元し、しばらく沸騰して、過剰の過酸化水素を分解する。

時計皿の下面を温水で洗って、時計皿を取り除き、ろ紙 (5 種 B) 及び少量のろ紙パルプを用いて不溶解残さをろ過する。ポリスマンでビーカー内壁をこすり、をできるだけ少量の温塩酸 (2+100) (6.2) を用いて付着物の全量をろ紙上に移す。ろ紙を温塩酸 (2+100) で塩化鉄 (III) の黄色が認められなくなるまで洗浄、次に、温水で 3, 4 回洗浄する。ろ液及び洗液は、ビーカー (300 mL) に受け、主液として保存する。

### 9.1.2 不溶解残さの処理

不溶解残さの処理操作は、次による。なお、不溶解残さが少なく、その中にコバルトを含まないことがあらかじめ分かっている場合は、この操作を省略してもよい。

- a) 不溶解残さを、ろ紙とともにろつば (7.2) に移し入れ、加熱して乾燥した後、ろ紙を 700 °C~800 °C で強熱して灰化する。放冷した後、この強熱後の残さを硫酸 (1+1) (6.6) 2, 3 滴で湿した後、ふっ化水素酸 (6.5) 約 5 mL を加えて穏やかに加熱し、二酸化けい素をふっ化けい素として、硫酸を三酸化硫黄として揮散させる。
- b) 放冷した後、二硫酸ナトリウム (6.11) 2.0 g を加え、蓋をする。初めは徐々に加熱し、次第に温度を高め、暗赤熱状に加熱して残さを融解する。なお、二硫酸ナトリウムが 2.0 g では不足の場合は、3.0 g 使用してもよいが、この場合は、検量線用溶液 [11 c)] にも同量の二硫酸ナトリウムが含まれるように調製する。
- c) 放冷した後、ろつば及び蓋を 9.1.1 d) で保存した主液に入れ、穏やかに加熱して融成物を溶解する。ろつば及び蓋を温水で洗って取り出す。
- d) c) で得た溶液を加熱して蒸発させ液量を約 70 mL とし、常温まで冷却した後、主液として保存する。

### 9.1.3 溶液の調製

9.1.1 又は 9.1.2 で得た主液を、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、試料溶液とする。

## 9.2 呈色

呈色操作は、次による。

- a) 試料溶液を、表 3 に従って分取りしてビーカー (200 mL) に移し入れ、水で液量を約 25 mL とする。
- b) くえん酸溶液 (6.12) 4 mL を加え、pH 計 (7.3) を使用し、アンモニア水 (1+2) (6.7) 及び塩酸 (1+2) (6.2) を用いて pH を 6.5~7.0 の範囲に調整する。この溶液を、水を用いて分液漏斗 (100 mL) に移し入れ、水で液量を 50 mL とし、常温まで冷却する。
- c) 2-ニトロソ-1-ナフトール溶液 (6.13) を正確に 5 mL 加えて振り混ぜ、5 分間以上放置した後、キシレン (6.14) 20 mL を正確に加え、栓をして約 30 秒間激しく振り混ぜる。しばらく静置して二層に分離したら下層の水相を捨て、塩酸 (5+1) (6.2) 10 mL を加えて再び約 30 秒間激しく振り混ぜる。静置して下層の水相を捨て、更に水 5 mL を加えて軽く振り混ぜて、しばらく静置して下層の水相を捨てる。
- d) 水酸化ナトリウム溶液 (6.8) 5 mL を加えて約 10 秒間激しく振り混ぜ、静置して下層の水相を捨てる。水酸化ナトリウム溶液によって水相に黄色の着色が認められなくなるまで、この洗浄操作を繰り返す。水相に黄色の着色が認められなくなった後、更に塩酸 (1+10) (6.2) 5 mL で 1 回洗浄した後、下層の水相は捨てる。上層の有機相を呈色液とする。

注<sup>1)</sup> 分取した溶液中にマンガン 5 mg, 銅 0.2 mg, ニッケル 5 mg, クロム (III) 10 mg, モリブデン 5 mg 又はバナジウム 3 mg までが単独で共存しても妨害とならない。

表 3—試料溶液分取量

		単位 mL
コバルト定量範囲 [質量分率 (%)]		試料溶液分取量
0.001 以上	0.01 未満	25
0.01 以上	0.1 以下	10

### 9.3 吸光度の測定

呈色液を、乾いたろ紙（5種 A）に通過させる。最初のろ液を少量捨て、その後のろ液は、乾燥したビーカー（50 mL）に受ける。この一部を分光光度計（7.1）の吸収セル（10 mm）に取り、キシレンを対照液として、370 nm の波長における吸光度を測定する。

## 10 空試験

試料の代わりに、試料はかりとり量の 85 % 量の酸化鉄（Ⅲ）（6.10）をはかりとって、ビーカー（300 mL）に移し入れる。酸化鉄（Ⅲ）の量は、1 mg の桁まではかる。以下、9.1.1 b)～9.3 の手順に従って、試料と同じ操作を試料と併行して行う。9.1.3 で得た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、それぞれに表 2 の試料はかりとり量の 85 % 量の酸化鉄（Ⅲ）（6.10）をはかりとって移し入れ、9.1.1 b)～9.1.3 に従って操作する。酸化鉄（Ⅲ）の量は、1 mg の桁まではかる。
- b) a) の溶液を、表 3 に従って分取してビーカー（200 mL）に移し、更にこれらの溶液にコバルト標準液（6.16）を表 4 に従って正確に加えた後、水で液量を 25 mL とする。

表 4—コバルト標準液添加量

コバルト標準液（6.16）添加量 mL	呈色液中のコバルト量 μg
0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5	0, 5, 10, 15, 20, 25
<b>注記</b> 呈色液中のコバルト量は、検量線用溶液中のコバルト量である。	

- c) 9.2 b)～9.3 の手順に従って、試料と同じ操作を試料と併行しておこなう。9.1.3 で得た溶液を検量線用溶液とする。
- d) 得た吸光度と呈色液中のコバルト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

計算は、次による。

- a) **コバルト含有率の計算** 9.3 及び箇条 10 で得た吸光度と箇条 11 で作成した検量線とから相当するコバルト検出量（μg）を求め、試料中のコバルト含有率を、次の式によって算出する。

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

ここで、

- Co : 試料中のコバルト含有率 [質量分率 (%) ]  
 m<sub>1</sub> : 試料の呈色液中のコバルト検出量 (μg)  
 m<sub>2</sub> : 空試験の呈色液中のコバルト検出量 (μg)

- $m_3$  : 箇条 10 ではかりとった酸化鉄 (Ⅲ) (6.10) 中に含まれるコバルトの量 ( $\mu\text{g}$ )  
酸化鉄 (Ⅲ) のコバルト含有率が 0.000 1 % 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 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  
分取量 (表 3) / 100 で求める。

- b) **酸化コバルト含有率の計算** 試料中の酸化コバルト含有率は、コバルト含有率から、次の式によって算出する。

$$CoO = 1.271 \times Co$$

ここで、  
 $CoO$  : 試料中の酸化コバルト含有率 [質量分率 (%) ]  
 $Co$  : 試料中のコバルト含有率 [質量分率 (%) ]

### 13 許容差

許容差は、表 5 による。

表 5—許容差

コバルト含有率		室内再現許容差 ( $R_w$ )	室間許容差 <sup>a)</sup> ( $P$ )
0.001 以上	0.1 以下	$f(n) \times [0.010 0 \times (Co) + 0.000 05]$	$f(n) \times 0.002 6 \times (Co)^{0.352 8}$
<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、室間許容差の場合は分析に関与した分析室数である。また、(<math>Co</math>) は、許容差を求めるコバルト定量値の平均値 [質量分率 (%) ] である。</p> <p><b>注記</b> この表の許容差計算式は、コバルト含有率 (質量分率) 0.002 % 以上 0.023 % 以下の試料を用い、共同実験した結果から求めた。</p> <p><b>注<sup>a)</sup></b> この規格における室間許容差は、各分析室において JIS M 8202 の 6.5 (分析値の採択) によって得た分析値を用いて判定する。</p>			