

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 M8223-1

規格名称 鉄鉱石－ニッケル定量方法－第1部：ジメチルグリオキシム吸光光度法

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 M 8223:1997は、鉄鉱石中のニッケル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、1997年に改正を行ってから約27年経過した。この間、対応国際規格であるISO 9685は、改訂されていない。しかしながら、関係するJIS M 8202が改正及びJIS Z 8402規格群が制定され、試薬名称、分析方法規格に要求される事項、許容差の計算方法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：ジメチルグリオキシム吸光光度法”として制定し、併せてJIS M 8223を廃止する。

【期待効果】

この規格の改正によって規格使用者の利便性が高まるとともに、鉄鉱石の品質の迅速で正確な評価が行われ、効率的な産業活動に寄与することができる。

(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。

- 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 装置及び器具
- 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） ※⑤で「国際標準をJIS化するもの」とした場合は記入不要

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)にあつては中立者]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 試料溶液の調製	3
9.2 妨害元素の除去	4
9.3 呈色	4
9.4 吸光度の測定	5
10 空試験	5
11 検量線の作成	5
12 計算	6
13 許容差	7

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改正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 8223:1997 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 8223 規格群（鉄鉱石－ニッケル定量方法）は、次に示す部で構成する。

JIS M 8223-1 第 1 部：ジメチルグリオキシム吸光光度法

JIS M 8223-2 第 2 部：鉄抽出分離原子吸光分析法

鉄鉱石—ニッケル定量方法—

第 1 部：ジメチルグリオキシム吸光光度法

Iron ores—Determination of nickel—

Part 1: Dimethylglyoxime spectrophotometric method

1 適用範囲

この規格は、鉄鉱石中のニッケル定量方法のうち、ジメチルグリオキシム吸光光度法について規定する。

この方法は、ニッケル含有率（質量分率）0.01 %以上 2 %以下の定量に適用する。

注記 JIS M 8223 規格群の定量範囲を表 1 に示す。

表 1—JIS M 8223 規格群の定量範囲

規格番号	定量範囲 [質量分率 (%)]
JIS M 8223-1	0.01 以上 2 以下
JIS M 8223-2	0.001 以上 0.10 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

試料を塩酸及び硝酸で分解し、過塩素酸を加えて白煙を発生させる。塩類を溶解し、ろ過する。残さ(渣)を強熱して灰化した後、ふっ化水素酸で処理し、二硫酸ナトリウムで融解し、ろ液に合わせる。よう素でニッケルを酸化して、アンモニア水でアルカリ性とした後、ジメチルグリオキシムとの錯体を生成させ、分光光度計を用いて 440 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 (1+23, 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

6.8 アンモニア水 (1+50)

6.9 鉄 純度の高い鉄で、ニッケル含有率(質量分率)が、0.001 %未満であることが保証されているか、又は 0.01 %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。

6.10 酸化鉄(III) 純度の高い酸化鉄(III)で、ニッケル含有率(質量分率)が、0.001 %未満であることが保証されているか、又は 0.01 %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 臭素水(飽和, 約 35 g/L)

6.12 よう素溶液 よう素 3.6 g による化カリウム 30 g を加えて、水約 100 mL を加えて完全に溶解した後、水で液量を 1 000 mL とする。この溶液は、ガラス製の褐色瓶に保存する。

6.13 塩化ナトリウム

6.14 二硫酸ナトリウム (Na₂S₂O₇)

6.15 塩化アンモニウム溶液 (200 g/L)

6.16 くえん酸溶液 くえん酸一水和物 500 g を水に溶解し、水で液量を 1 000 mL とする。

6.17 ジメチルグリオキシム溶液 ジメチルグリオキシム 10 g を水酸化ナトリウム溶液 (10 g/L) 1 000 mL に溶解する。

6.18 ジメチルグリオキシム・エタノール溶液 ジメチルグリオキシム 1 g をエタノール (95) 100 mL に溶解し、不溶解残さがあればろ過する。

6.19 クロロホルム

6.20 ニッケル標準液 A (Ni : 500 µg/mL) ニッケル (質量分率 99.9 %以上) 0.500 g をはかりとってビーカー (300 mL) に移し入れ、時計皿で覆い、硝酸 (1+1) 約 20 mL を加え、加熱して溶解する。過塩素酸 約 10 mL を加え、引き続き加熱して蒸発させ、過塩素酸の濃厚な白煙を発生させる。放冷した後、水を加えて塩類を溶解する。常温まで冷却した後、時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、1 000 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、ニッケル標準液 A とする。

6.21 ニッケル標準液 B (Ni : 50 µg/mL) ニッケル標準液 A (6.20) を、使用の都度、水で正確に 10 倍にうすめて、ニッケル標準液 B とする。

7 装置及び器具

装置及び器具は、次による。

7.1 分光光度計 440 nm の波長における吸光度の測定に適した分光光度計を用いる。

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。

8 試料のはかりとり

試料のはかりとり量は、0.5 g とする。ただし、妨害元素を含み、9.2 の操作を行う場合のはかりとり量は、ニッケル量が 0.4 mg 未満となる量とする。

9 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。

9.1 試料溶液の調製

試料溶液の調製は、次による。

a) 試料の分解

- 1) 試料をはかりとって、ビーカー (300 mL) に移し入れる。
- 2) 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) にビーカーを置いて約 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。
- 3) 硝酸 (6.3) 5 mL 及び過塩素酸 (6.4) 20 mL を加え、引き続き加熱して蒸発させる。なお、クロム含有率 (質量分率) が 2 % 以上の試料の場合は、溶液が紅色となったときに、塩化ナトリウム (6.13) 0.1 g を少量ずつ加えて、大部分のクロムを二塩化二酸化クロムとして揮散させる。

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 10 分間加熱する。放冷した後、温水約 50 mL を加えて振り混ぜ、可溶性塩類を溶解する。

- 4) 時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、ろ紙（5種B）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、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。ろ紙及び残さを温塩酸（2+100）で塩化鉄（III）の黄色が認められなくなるまで洗浄し、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。
- b) **不溶解残さの処理** a) 4)の不溶解残さが少なく、その中にニッケル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、ろ紙及び残さを捨ててもよい。
- 1) 不溶解残さを、ろ紙とともにろつば（7.2）に移し入れ、バーナーなどで加熱して乾燥した後、ろ紙を700℃～800℃で強熱して灰化し、放冷する。ろつばは、必要に応じて蓋をする。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。
 - 2) 放冷した後、二硫酸ナトリウム（6.14）約3 gを加え、必要に応じて蓋をする。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。
 - 3) 放冷した後、ろつば及び蓋をa)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。この溶液を冷却して、試料溶液とする。

9.2 妨害元素の除去

妨害元素の除去は、次による。なお、マンガン含有率（質量分率）1%以下、銅含有率（質量分率）1%以下又はコバルト含有率（質量分率）0.3%以下の試料の場合は、この操作を省略してよい。

- a) 試料溶液を加熱して蒸発させ、液量を約40 mLとした後、室温まで冷却して、分液漏斗（100 mL）に水を用いて移し入れる。くえん酸溶液（6.16）2 mLを加え、アンモニア水（6.7）で中和し、更に過剰に1 mL加えてアルカリ性とし、流水中で冷却する。

注 中和は、pH試験紙などで確認している。

- b) ジメチルグリオキシム・エタノール溶液（6.18）2 mL及びクロロホルム（6.19）5 mLを加え、約30秒間振り混ぜ、二層に分離するまで静置する。下層の有機相を別の分液漏斗（100 mL）に移し、保存する。
- c) 元の分液漏斗にクロロホルム3 mLを加え、約30秒間振り混ぜ、二層に分離するまで静置する。下層の有機相をb)で保存した有機相と合わせる。この操作を更に2回繰り返した後、水相を捨てる。

なお、抽出時に水相が濁る場合は、有機相を合わせて保存した分液漏斗にアンモニア水（1+50）（6.8）10 mL～20 mLを加え、約30秒間振り混ぜ、二層に分離するまで静置する。下層の有機相を別の分液漏斗（100 mL）に移し、水相は、捨てる。

注記 妨害元素が多いと、抽出時に水相が濁る場合がある。

- d) c)の分液漏斗に塩酸（1+23）（6.2）10 mLを加え、約30秒間振り混ぜ、二層に分離するまで静置する。下層の有機相を別の分液漏斗（100 mL）に移し、水相は、100 mLの全量フラスコに水を用いて移し入れ、保存する。
- e) d)の分液漏斗に塩酸（1+23）5 mLを加え、約30秒間振り混ぜ、二層に分離するまで静置する。下層の有機相を捨て、水相は、d)で保存した水相と合わせる。

9.3 呈色

呈色は、次のいずれかによる。

- a) **妨害元素の除去（9.2）を行わない場合**

1) ニッケル定量範囲（質量分率）が 0.1 %未満の場合

- 1.1) 試料溶液を 250 mL の全量フラスコに水を用いて移し入れる。
- 1.2) よう素溶液（6.12） 10 mL 及びアンモニア水 35 mL を加えて、よく振り混ぜる。流水中で常温まで冷却した後、ジメチルグリオキシム溶液（6.17） 3 mL を加えて振り混ぜ、水で標線までうすめて、呈色液とする。

2) ニッケル定量範囲（質量分率）が 0.1 %以上の場合

- 2.1) 試料溶液を 250 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る。
- 2.2) 表 2 に従って分取して 100 mL の全量フラスコに移し入れ、必要に応じて水を加えて液量を 50 mL とする。
- 2.3) 1)の 1.2)の操作を行う。

表 2—溶液の分取量

ニッケル定量範囲 [質量分率 (%)]	分取量 mL
0.1 以上 0.4 未満	50
0.4 以上 1 未満	20
1 以上 2 以下	10

b) 妨害元素の除去（9.2）を行った場合

- 1) 9.2 で得た溶液（水相）に水を加えて液量を約 80 mL とする。
- 2) 塩化アンモニウム溶液（6.15） 10 mL 及び臭素水（6.11） 2 mL を加え、振り混ぜて約 1 分間静置してニッケルを酸化する。アンモニア水で中和した後、更に過剰に 1 mL 加えてアルカリ性とし、流水中で冷却する。
- 3) ジメチルグリオキシム溶液 2 mL を加えて振り混ぜ、水で標線までうすめて、呈色液とする。

注記 呈色液は、液温が常温以下であれば 30 分間は安定である。

9.4 吸光度の測定

呈色液を乾いたろ紙（5 種 A）を用いてろ過し、水酸化鉄などの沈殿を除去する。最初のろ液数 mL を捨て、次のろ液の一部を分光光度計（7.1）の吸収セル（10 mm）に取り、水を対照液として 440 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）又は試料はかりとり量の 60 %量の鉄（6.9）を、1 mg の桁まではかりとって、ビーカー（300 mL）に移し入れる。以降、9.1 a) 2)～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。9.1 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) 検量線作成用呈色液の調製

- 1) 7 個のビーカー（300 mL）を準備し、それぞれに試料はかりとり量の 85 %量の酸化鉄（III）（6.10）

又は試料はかりとり量の 60 %量の鉄 (6.9) を, 1 mg の桁まではかりとって移し入れる。表 3 によってニッケル標準液 A (6.20) 又はニッケル標準液 B (6.21) を正確に加える。

- 2) 以降, 9.1 a) 2) ~ 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。なお, 9.3 a) 2) の分取量は, 50 mL とする。

表 3—ニッケル標準液添加量

呈色 (9.3) の操作	使用する標準液	ニッケル標準液添加量 mL	呈色液中のニッケル量 mg
a) 1) による場合	標準液 B (6.21)	0, 1, 2, 4, 6, 8, 10	0, 0.05, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5
a) 2) による場合	標準液 A (6.20)	0, 0.5, 1, 1.5, 2, 3, 4	0, 0.25, 0.5, 0.75, 1, 1.5, 2
b) による場合	標準液 B (6.21)	0, 1, 2, 4, 6, 8, 10	0, 0.05, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5

b) 検量線の作成

- 1) 9.4 の操作を行う。
- 2) 得た吸光度と呈色液中のニッケル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) **ニッケル含有率の計算** 9.4 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ニッケル検出量 (mg) を求め, 試料中のニッケル含有率を, 次の式によって算出する。

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

ここで,

- Ni : 試料中のニッケル含有率 [質量分率 (%)]
- m_1 : 分取した試料溶液中のニッケル検出量 (mg)
- m_2 : 分取した空試験液中のニッケル検出量 (mg)
- m_3 : 箇条 10 ではかりとった酸化鉄 (III) (6.10) 又は鉄 (6.9) 中に含まれるニッケルの量 (mg)
酸化鉄 (III) 又は鉄のニッケル含有率が 0.001 %未満であることが保証されている場合は, 0 とする。
- B : 試料溶液及び空試験液の分取比
呈色を 9.3 の a) 1) 又は b) による場合は, 1
呈色を 9.3 の a) 2) による場合は,
分取量 (表 2) / 250 で求める。
- m : 箇条 8 ではかりとった試料の量 (g)

- b) **酸化ニッケル含有率の計算** 試料中の酸化ニッケル含有率は, ニッケル含有率から, 次の式によって算出する。

$$NiO = 1.2726 \times Ni$$

ここで, NiO : 試料中の酸化ニッケル含有率 [質量分率 (%)]
 Ni : 試料中のニッケル含有率 [質量分率 (%)]

13 許容差

許容差は、表 4 による。

表 4－許容差

		単位 質量分率 (%)	
ニッケル含有率		室内再現許容差 (R_d)	室間許容差 ^{a)} (P)
0.01 以上 0.5 以下		$f(n) \times [0.0053 \times (Ni) + 0.0008]$	$f(n) \times [0.0155 \times (Ni) + 0.0011]$
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、室間許容差の場合は分析に関与した分析室数である。また、(Ni) は、許容差を求めるニッケル定量値の平均値 [質量分率 (%)] である。 注記 この表の許容差計算式は、ニッケル含有率 (質量分率) 0.013 % 以上 0.40 % 以下の試料を用いた共同実験の結果から求めた。 注 ^{a)} 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。			