

1. 制定/改正の別

改正

2. 産業標準案の番号及び名称

規格番号 JIS M8216

規格名称 鉄鉱石－りん定量方法－モリブドリン酸青吸光光度法

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】

この規格は、鉄鉱石のりん含有率の定量方法を規定しており、2021年に改正を行ってから約3年経過した。最近、この規格と同一原理で、試料溶液の調製手順が異なるISO 4687-1:1992によって鉄鉱石のりん含有率を定量する場合もあることから、この方法も選択できる規定とする必要がある。

【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

主な改正点は、次のとおり。

- ・ ISO 4687-1: 1992を対応国際規格とする。
- ・ 操作において、対応国際規格の試料溶液の調製方法を追加する。
- ・ 許容差において、対応国際規格に規定している許容差を追加する。

(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 欠点があるとすると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

国際標準をJIS化するもの

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下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
序文	1
1 適用範囲	1
2 引用規格	1
3 用語及び定義	2
4 一般事項	2
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	4
9.1 試料溶液の調製	4
9.2 呈色	5
9.3 対照溶液の調製	5
9.4 吸光度の測定	6
10 空試験	6
11 検量線の作成	6
12 計算	7
13 許容差	7
附属書 A (規定) 対応国際規格の操作方法	9
附属書 JA (参考) JIS と対応国際規格との対比表	14

まえがき

この規格は、産業標準化法第 16 条において準用する同法第 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、経済産業大臣が改正した日本産業規格である。これによって、JIS M 8216:2021 は改正され、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 DRAFT 2024/02/22

鉄鉱石—りん定量方法— モリブドリン酸青吸光光度法

Iron ores—Determination of phosphorus— Molybdophosphate blue spectrophotometric method

序文

この規格は、1992年に第1版として発行されたISO 4687-1を基とし、技術的内容を変更して作成した日本産業規格である。

なお、対応国際規格の具体的な操作方法は、**附属書A**に規定し、**箇条5**までにおいて側線又は点線の下線を施してある箇所は、対応国際規格を変更している事項である。技術的差異の一覧表にその説明を付けて、**附属書JA**に示す。

1 適用範囲

この規格は、鉄鉱石中のりん定量方法について規定する。

この方法は、りん含有率（質量分率）0.002%以上2%以下の定量に適用する。なお、本体の方法は、りん含有率（質量分率）0.002%以上1.0%以下の定量に、**附属書A**の方法は、りん含有率（質量分率）0.003%以上2%以下の定量に適用する。

注記 この規格の対応国際規格及びその対応の程度を表す記号を、次に示す。

ISO 4687-1:1992, Iron ores — Determination of phosphorus content — Part 1:Molybdenum blue spectrophotometric method (MOD)

なお、対応の程度を表す記号“MOD”は、ISO/IEC Guide 21-1に基づき、“修正している”ことを示す。

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、次のいずれかの方法で分解し、溶液化する。

- 一 塩酸、硝酸及び過塩素酸で分解し、ろ過する。残さは、ふっ化水素酸で処理した後、二硫酸カリウムで融解して、融成物を塩酸に溶解する。りんを、りん酸鉄として回収した後、これをろ液と合わせる。
- 一 過酸化ナトリウムで融解して、融成物を温水で溶解し、硫酸を加えた後、過酸化水素で溶解する。
- 一 炭酸ナトリウム及び四ほう酸ナトリウムの混合融剤で融解して、融成物を塩酸で溶解する。

これらの溶液中の鉄などを亜硫酸水素ナトリウムで還元した後、りんをモリブデン（VI）酸アンモニウム及び硫酸ヒドラジニウムでモリブドリん酸青とし、分光光度計を用いて **825 nm**、**820 nm** 又は **660 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+1）
- 6.3 硝酸
- 6.4 過塩素酸
- 6.5 ふっ化水素酸
- 6.6 臭化水素酸
- 6.7 硫酸（1+1）
- 6.8 アンモニア水
- 6.9 過酸化水素（1+9）
- 6.10 過酸化ナトリウム
- 6.11 亜硫酸水素ナトリウム溶液（100 g/L）
- 6.12 二硫酸カリウム

6.13 硫酸ヒドラジニウム硫酸溶液 硫酸ヒドラジニウム溶液 (1.5 g/L) 10 mL に、硫酸 (1+1) (6.7) 15 mL 及び水 75 mL を加えて振り混ぜる。

6.14 呈色試薬溶液 モリブデン (VI) 酸アンモニウム溶液 [モリブデン (VI) 酸アンモニウム四水和物 20 g を温水 100 mL に溶解し、これに硫酸 (1+1) (6.7) 600 mL を加えて冷却した後、水で 1 000 mL にうすめたもの。] 25 mL、硫酸ヒドラジニウム硫酸溶液 (6.13) 10 mL 及び水 65 mL を使用の都度、混合して調製する。

6.15 塩化鉄 (III) 溶液 純度の高い鉄 [りん含有率 (質量分率) 0.005 % 以下のもの。] 0.300 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、塩酸 (6.1) 10 mL を加えて穏やかに加熱して分解する。硝酸 (6.3) 3 mL を加えて鉄を酸化した後、過塩素酸 (6.4) 5 mL を加えて加熱して蒸発し、十分に白煙を発生させる。

放冷した後、時計皿の下面を少量の塩酸 (10+6) で洗って時計皿を取り除き、塩酸 (10+6) 20 mL で分液漏斗 (100 mL) に洗い移す。4-メチル-2-ペンタノン 20 mL を加えて約 1 分間激しく振り混ぜ、静置して二層に分離した後、下層の水相を捨てる。分液漏斗に水 20 mL を加えて約 1 分間激しく振り混ぜ、静置して二層に分離した後、下層の水相をビーカー (300 mL) に移す。更に水 5 mL を分液漏斗に加えて、同様に操作して、下層の水相を同じビーカーに集める。集めた水相を加熱し、沸騰させて、大部分の有機溶媒を揮散させる。硝酸 5 mL 及び過塩素酸 10 mL を加えて加熱して蒸発し、濃厚な白煙が出始めたら加熱を止める。

なお、りんの定量値に影響がないことを確認した場合は、鉄除去の操作を省略してもよい。

放冷した後、塩酸 10 mL を加えて加熱して溶解し、数滴の硝酸を加えて酸化する。沸騰させた後、常温まで冷却し、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る。

6.16 りん原液 (P : 500 µg/mL) りん酸二水素カリウムを 105 °C で質量差が 0.3 mg 以下の恒量とし、デシケーター中で常温まで放冷した後、その 2.196 5 g をはかりとり、水に溶解して 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る。

6.17 りん標準液 A (P : 100 µg/mL) りん原液 (6.16) を、使用の都度、水で正確に 5 倍にうすめてりん標準液 A とする。

6.18 りん標準液 B (P : 10 µg/mL) りん原液 (6.16) を、使用の都度、水で正確に 50 倍にうすめてりん標準液 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 825 nm 又は 660 nm の波長における吸光度の測定に適したもの。

7.2 呈色に用いる全量フラスコ 呈色には 100 mL の全量フラスコを用いる。新しい全量フラスコを使用する場合は、水を標線まで入れて、沸騰水浴中で約 10 分間加熱した後、常温まで冷却する。この操作を 4、5 回繰り返した後、呈色に用いる。

8 試料のはかりとり

試料のはかりとりは、表 1 による

表 1—試料はかりとり量

りん定量範囲 [質量分率 (%)]	試料はかりとり量	
	酸分解法	アルカリ融解法
0.002 以上 0.05 未満	1.0	1.0
0.05 以上 0.2 未満	0.50	1.0
0.2 以上 0.5 未満	0.50	0.50
0.5 以上 1.0 以下	0.25	0.25

単位 g

9 操作

9.1 試料溶液の調製

9.1.1 試料溶液

試料溶液の調製は、酸分解法又はアルカリ融解法のいずれかによる。

9.1.2 酸分解法

酸分解法の操作は、次による。

- 試料をはかりとってビーカー (300 mL) に移し入れ、時計皿で覆う。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。
- 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 10 分間加熱する。放冷した後、時計皿の下面を温水で洗って、時計皿を取り除く。
- 温水約 50 mL を加えて可溶性塩類を溶解し、ろ紙 (5 種 B) 及びろ紙パルプを用いて不溶解残さをろ過し、温水で十分洗浄する。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。
- 不溶解残さは、ろ紙とともに白金るつぼ (30 mL) に移し入れ、乾燥した後、強熱して灰化し、放冷する。この強熱後の残さを硫酸 (1+1) (6.7) で湿した後、ふっ化水素酸 (6.5) 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。放冷した後、二硫酸カリウム (6.12) 約 3 g を加え、蓋をして、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。

放冷した後、白金るつぼ及び蓋をビーカー (300 mL) に入れ、温水約 30 mL 及び塩酸約 5 mL を加えて塩類を溶解する。白金るつぼ及び蓋は、水で洗って取り出す。

- d) のビーカーに塩化鉄 (III) 溶液 (6.15) 10 mL を正確に加えた後、振り混ぜながらアンモニア水 (6.8) を少量ずつ加え、りん酸鉄、水酸化鉄などの沈殿の生成が終わり微アルカリ性となったら、添加を止める。約 2 分間沸騰させた後、熱源から降ろして静置し、沈殿を沈降させる。

沈殿をろ紙 (5 種 A) を用いてこし分け、温水で洗浄する。このときのろ液及び洗液は捨てる。ろ紙上から温塩酸 (1+1) (6.2) 約 10 mL を注いで沈殿を溶解した後、ろ紙上に鉄の存在が認められなくなるまで温水で洗浄する。溶液及び洗液は、c) で保存した主液と合わせる。

なお、9.2 a) において、表 2 に従って分取する試料溶液中に、ひ素が 0.10 mg 以上含まれる場合は、臭化水素酸 (6.6) 5 mL を加える。

- f) e)で得た溶液を、加熱濃縮して、時計皿で覆い、濃厚な白煙がビーカーの内壁を伝わって還流する状態で、約3分間加熱を続ける。放冷した後、時計皿の下面を温水で洗って、時計皿を取り除く。これに温水約50 mLを加えて塩類を溶解する。

なお、塩類溶解後も不溶解残さを認めた場合は、ろ紙(5種B)を用いてろ過し、温水で十分に洗浄する。ろ液及び洗液をビーカーに受け、ろ紙及び不溶解残さは捨てる。

- g) 塩類を溶解した溶液及び不溶解残さる過後のろ液及び洗液を、常温まで冷却した後、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。

なお、砂鉄のようにチタン含有率が高い試料の場合は、硫酸(1+1) 1 mLを加えた後、水で標線までうすめる。試料溶液に硫酸(1+1)を加えた場合は、**箇条 11**の検量線用溶液及び**9.3**の対照溶液にも同量の硫酸(1+1)を加える。

9.1.3 アルカリ融解法

アルカリ融解法の操作は、次による。

- a) 試料をはかりとってニッケルるつぼ(30 mL)又はジルコニウムるつぼ(35 mL)に移し入れ、過酸化ナトリウム(6.10) 5 gを加えて、白金線によく混合する。
- b) るつぼと同じ素材の蓋をして、初めは低温で徐々に加熱し、内容物が焼結状態になってから次第に温度を高めて、暗赤熱状態で融解した後、熱源から降ろし放冷する。
- c) るつぼ及び蓋を、温水100 mLを入れたビーカー(300 mL)に入れ、直ちに時計皿で覆い、融成物を溶解する。硫酸(1+1)(6.7) 20 mLを少量ずつ加えて、穏やかに加熱した後、過酸化水素(1+9)(6.9) 1 mLを加えて、酸化物などを溶解する。るつぼ及び蓋を、水で洗って取り出す。ニッケルるつぼの場合は、ガラス棒などでるつぼの内壁をこすると、黒色のニッケル酸化物が剥がれ落ちて混入するので、射水による洗浄だけで処理する。
- d) 溶液を3分～5分間沸騰させ過剰の過酸化水素を分解する。時計皿の下面を水で洗って、時計皿を取り除き、常温まで冷却後、ろ紙(5種A)を用いてろ過し、水で十分に洗浄する。ろ液及び洗液は、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。

9.2 呈色

呈色の操作は、次による。

- a) 9.1で得た試料溶液を、**表 2**に従って分取して100 mLの全量フラスコ(7.2)に移し入れる。

表 2—試料溶液分取量

りん定量範囲 [質量分率 (%)]	試料溶液分取量	
	酸分解法	アルカリ融解法
0.002 以上 0.05 未満	25	25
0.05 以上 0.2 未満	25	10
0.2 以上 0.5 未満	10	10
0.5 以上 1.0 以下	10	10

- b) 亜硫酸水素ナトリウム溶液(6.11) 10 mLを加え、沸騰水浴中で加熱して溶液の色が変化しなくなるまで鉄を還元する。これに呈色試薬溶液(6.14) 25 mLを加えて再び沸騰水浴中で10分間加熱を続ける。これを常温まで冷却した後、水で標線までうすめ、呈色液とする。

9.3 対照溶液の調製

9.2 に従って、試料と同じ操作を行い、**対照溶液**とする。ただし、呈色試薬溶液（6.14）の代わりに硫酸ヒドラジニウム硫酸溶液（6.13）25 mL を用いる。

9.4 吸光度の測定

9.2 で得た呈色液及び 9.3 で得た対照溶液の一部を、それぞれ**表 3**に従って分光光度計（7.1）の吸収セルにとり、対照溶液を対照液として 825 nm 又は 660 nm の波長における吸光度を測定する。

表 3—吸収セル

りん定量範囲 [質量分率 (%)]	単位 mm 吸収セルの光路長
0.002 以上 0.05 未満	20
0.05 以上 1.0 以下	10

10 空試験

試料を用いないで、9.1～9.4 の手順に従って、試料と同じ操作を試料と併行して行う。

11 検量線の作成

検量線の作成は、次のいずれかによる。

a) 酸分解法（9.1.2）で試料溶液を調製する場合

- 1) **表 4** のりん定量範囲ごとに 6 個のビーカー（300 mL）を準備し、それぞれにりん標準液を**表 4**に従って正確に加える。
- 2) 硝酸（6.3）5 mL 及び過塩素酸（6.4）15 mL を加えて時計皿で覆い、加熱して蒸発させる。ビーカー内部が透明となり、次に、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 分間加熱を続ける。常温まで放冷した後、時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、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。
- 3) 以降、9.2～9.4 に従って操作し、得た吸光度とりん添加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。

b) アルカリ融解法（9.1.3）で試料溶液を調製する場合

- 1) ニッケルるつぼ（30 mL）又はジルコニウムるつぼ（35 mL）を 6 個準備し、それぞれに過酸化ナトリウム（6.10）5 g をはかりとる。
- 2) 以降、9.1.3 b)～d)に従って操作するが、9.1.3 d)の沸騰時間は、10 分～15 分間とする。
注記 過酸化水素が消費されないため、分解に時間がかかる。
- 3) **表 4** のりん定量範囲ごとに 2 個一組の 100 mL の全量フラスコ 6 組を準備し、それぞれの組に**表 4**に従ってりん標準液を正確に加える。さらに、9.1.3 b)～d)の操作によって得た試料溶液を、**表 2**に従って分取して加える。
- 4) 各組の第 1 の全量フラスコは、9.2 b)に従って操作し、呈色液を得る。第 2 の全量フラスコは、9.3 に従って操作して、対照溶液を得る。
- 5) 9.4 に従って操作し、得た吸光度とりん添加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 4—りん標準液添加量

単位 mL

りん定量範囲 [質量分率 (%)]	分解法	使用するりん標準液	りん標準液添加量
0.002 以上 0.05 未満	酸分解	標準液 A (6.17)	0, 1, 2, 3, 4, 5
	アルカリ融解	標準液 B (6.18)	0, 1, 2, 3, 4, 5
0.05 以上 0.2 未満	酸分解	標準液 A (6.17)	0, 2, 4, 6, 8, 10
	アルカリ融解	標準液 B (6.18)	0, 2, 4, 6, 8, 10
0.2 以上 0.5 未満	酸分解	原液 (6.16)	0, 1, 2, 3, 4, 5
	アルカリ融解	標準液 B (6.18)	0, 2, 4, 6, 8, 10
0.5 以上 1.0 以下	酸分解	原液 (6.16)	0, 1, 2, 3, 4, 5
	アルカリ融解	標準液 B (6.18)	0, 2, 4, 6, 8, 10

12 計算

計算は、次による。

- a) **りん含有率の計算** 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りん検出量 (g) を求め、試料中のりん含有率を、次の式によって算出する。

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

ここで、

- P : 試料中のりん含有率 [質量分率 (%)]
 A_1 : 分取した試料溶液中のりん検出量 (g)
 A_2 : 分取した空試験溶液中のりん検出量 (g)
 m : はかりとった試料の質量 (g)
 B : 試料及び空試験溶液の分取比
 分取量 (表 2) / 250 で求める。

- b) **酸化りん含有率の計算** 試料中の酸化りん含有率の計算は、りん含有率から次の式によって算出する。

$$P_2O_5 = 2.2914 \times P$$

ここで、

- P_2O_5 : 試料中の酸化りん含有率 [質量分率 (%)]
 P : 試料中のりん含有率 [質量分率 (%)]

13 許容差

許容差は、表 5 による。

表 5—許容差

単位 質量分率 (%)

分解法	りん含有率		室内再現許容差	室間許容差 ^{a)}
酸分解	0.002 以上	0.20 未満	$f(n) \times [0.0115 \times (P) + 0.0003]$	$f(n) \times [0.0317 \times (P) + 0.0005]$
	0.20 以上	0.6 以下	$f(n) \times [0.0040 \times (P) - 0.0004]$	$f(n) \times [0.0041 \times (P) + 0.0009]$
アルカリ融解	0.002 以上	0.20 未満	$f(n) \times [0.0062 \times (P) + 0.0005]$	$f(n) \times [0.0253 \times (P) + 0.0003]$
	0.20 以上	0.6 以下	$f(n) \times [0.0030 \times (P) + 0.0009]$	$f(n) \times [0.0042 \times (P) + 0.0014]$

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、 (P) は、許容差を求め るりん定量値の平均値 [質量分率 (%)] である。

注記 1 この表の許容差計算式は、りん含有率 (質量分率) 0.014% 以上 0.6% 以下の試料を用いた共同実験の結果か ら得た。

注記 2 JIS M 8202 は、室内再現許容差を R_d で、室間許容差は P で表すとしている。

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) によって求めた分析値 を用いて判定する。

附属書 A
(規定)
対応国際規格の操作方法

A.1 一般

この附属書は、対応国際規格の操作方法を規定する。

この方法は、りん含有率（質量分率）0.003%以上2%以下の定量に適用する。なお、ひ素、バリウム又はチタンが共存しても定量結果に影響しない。

A.2 試薬

試薬は、次による。

A.2.1 塩酸

A.2.2 塩酸 (1+1)

A.2.3 過塩素酸 質量分率 70%のもの。

A.2.4 過塩素酸 (1+3) 過塩素酸（質量分率 70%）を用いて調製する。

注記 対応国際規格は、3 mol/L と規定している。

A.2.5 炭酸ナトリウム

A.2.6 四ほう酸ナトリウム（無水）(Na₂B₄O₇)

A.2.7 亜硫酸ナトリウム溶液 (100 g/L) この溶液は、使用の都度、調製することが望ましい。

A.2.8 硫酸ヒドラジニウム溶液 (2 g/L) この溶液は、使用の都度、調製することが望ましい。

A.2.9 呈色試薬溶液 モリブデン (VI) 酸アンモニウム四水和物 20 g を水 500 mL に溶解し、これに過塩素酸 (A.2.3) 255 mL をかき混ぜながら少量ずつ加えて、放冷する。1 000 mL の全量フラスコに移し入れ、水で標線までうすめる。

A.2.10 マトリックス溶液 ビーカー (300 mL) に、炭酸ナトリウム (A.2.5) 1.6 g 及び四ほう酸ナトリウム（無水）(A.2.6) 0.8 g をとり、水 40 mL を加える。溶液をかき混ぜながら、塩酸 (1+1) 70 mL (A.2.2) を少量ずつ加えた後、加熱して1分間沸騰させる。放冷した後、200 mL の全量フラスコに移し入れ、水で標線までうすめる。

A.2.11 りん原液 (P : 200 µg/mL) りん酸二水素カリウムを 110 °C で恒量とし、デシケーター中で常温まで放冷する。その 0.219 7 g をはかりとり、水に溶解して 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。

A.2.12 りん標準液 (P : 20 µg/mL) りん原液 (A.2.11) を、使用の都度、水で正確に 10 倍にうすめてり

ん標準液とする。

A.3 装置及び器具

装置及び器具は、次による。

A.3.1 マッフル炉 1 020 °Cまで昇温可能なもの。

A.3.2 マグネティックスターラー付き加熱器 以下、加熱器という。

A.3.3 回転子 四ふっ化エチレン樹脂などで被覆された、長さ 10 mm 程度のもの。

A.3.4 分光光度計 820 nm の波長における吸光度の測定に適したもの。

A.4 試料のはかりとり

試料のはかりとり量は、0.5 g とする。

A.5 操作

A.5.1 試料溶液の調製

試料溶液の調製の操作は、次による。

- a) 炭酸ナトリウム (A.2.5) 0.8 g を白金るつぼ (30 mL) (以下、るつぼという。) に入れる。
- b) 試料をはかりとって、るつぼに移し入れ、白金又はステンレス製の棒を使って十分混ぜ合わせる。四ほう酸ナトリウム (無水) (A.2.6) 0.4 g を加え、同じ棒を使って再度十分混ぜ合わせる。
- c) 炉内温度を 1 020 °C に調節したマッフル炉 (A.3.1) 内に b) のるつぼを置き、30 分間保持した後、るつぼを炉から取り出す。るつぼをゆっくり回転させながら融生物を固化させ、放冷する。
- d) るつぼの中に回転子 (A.3.3) を置き、ビーカー (200 mL) の中にるつぼを倒して置く。水 25 mL 及び塩酸 (1+1) (A.2.2) 35 mL を加えて時計皿で覆い、加熱器 (A.3.2) で融生物が溶解するまで回転子を回転させながら加温する。溶液が融生物全体に接触するように、るつぼを回転させてもよい。
- e) 放冷した後、時計皿の下面を水で洗って、時計皿を取り除く。るつぼ及び回転子を水で洗って取り出す。溶液を 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て、試料溶液 A とする。
- f) リン定量範囲 (質量分率) が 0.2 % 以上の場合、試料溶液をマトリックス溶液 (A.2.10) で正確に 10 倍にうすめて試料溶液 B とする。

A.5.2 呈色

呈色の操作は、次による。

- a) リン定量範囲 (質量分率) によって、次のいずれかによる。
 - 1) **リン定量範囲 (質量分率) 0.2 % 未満の場合** トールビーカー (250 mL) を 2 個準備し、それぞれに試料溶液 A 及びマトリックス溶液 (A.2.10) を、表 A.1 に従って加える。2 個のうち 1 個を、鉄補償液とする。
 - 2) **リン定量範囲 (質量分率) 0.2 % 以上の場合** トールビーカー (250 mL) に、試料溶液 B 及びマト

リックス溶液を表 A.1 に従って加える。

表 A.1—試料溶液の分取量及びマトリックス溶液の添加量

りん定量範囲 [質量分率 (%)]		使用する 試料溶液	試料溶液 分取量	マトリックス溶液 添加量
0.003 以上	0.1 未満	試料溶液 A	20	0
0.1 以上	0.2 未満	試料溶液 A	10	10
0.2 以上	1 未満	試料溶液 B	20	0
1 以上	2 以下	試料溶液 B	10	10

単位 mL

注記 対応国際規格では、りん定量範囲の“0.1 以上”を“0.05 以上”、“1 以上”を“0.5 以上”として定量範囲を上の方と重複した規定としているが、重複している範囲では、表の上の方を適用することが望ましいとしている。

- b) a) で得た溶液に、亜硫酸ナトリウム溶液 (A.2.7) 15 mL を加える。混合した後、時計皿で覆って、室温で 2 分間放置する。トールビーカーを沸騰水浴に、ビーカー内の液面の高さまで浸せきして、10 分間加熱した後、水浴から取り出す。
- c) ビーカーに回転子 (A.3.3) を入れ、回転子を回転させながら、過塩素酸 (1+3) (A.2.4) 25 mL、水 20 mL 及び呈色試薬溶液 (A.2.9) 10 mL を加える。過塩素酸 (1+3) と水とを 25 mL 対 20 mL の割合で混合した溶液をあらかじめ調製しておき、これを 45 mL 加えてもよい。
- なお、鉄補償液には過塩素酸 (1+3) 35 mL 及び水 20 mL を加え、呈色試薬溶液を加えない。
- d) 硫酸ヒドラジニウム溶液 (A.2.8) 2 mL を加え、混合した後、トールビーカーを沸騰水浴に、ビーカー内の液面の高さまで浸せきして、浴が沸騰した状態で 20 分間加熱する。水浴で冷却した後、時計皿の下面を水で洗って、時計皿を取り除く。
- e) 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て、呈色液とする。

注記 呈色液は、少なくとも 5 時間は安定であることが確認されている。

A.5.3 吸光度の測定

A.5.2 で得た呈色液の一部を、分光光度計 (A.3.4) の吸収セル (10 mm) にとり、水を対照液として 820 nm の波長における吸光度を測定する。空試験液の吸光度が 0.025 を超える場合は、更に純度が高い試薬を使うことが望ましい。なお、試料溶液 A の吸光度は、対応する鉄補償液の吸光度を差し引いて補正する。

A.6 空試験

試料を用いずに、A.5.1～A.5.3 の手順に従って、試料と同じ操作を試料と併行して行う。A.5.1 で得た溶液を空試験液とする。

A.7 検量線の作成

A.7.1 検量線用標準液の調製

検量線用標準液の調製は、次による。

- a) ビーカー (300 mL) に、炭酸ナトリウム (A.2.5) 0.8 g 及び四ほう酸ナトリウム (無水) (A.2.6) 0.4 g をはかりとり、水 30 mL を加える。かき混ぜながら、塩酸 (1+1) (A.2.2) 35 mL を少量ずつ加える。

- b) 時計皿で覆って、加熱して1分間沸騰させた後、放冷する。時計皿の下面を水で洗って、時計皿を取り除き、りん標準液 (A.2.12) 25 mL を正確に加える。
- c) 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て、検量線用標準液とする。

注記 検量線用標準液のりん濃度は、5 µg/mL となる。

A.7.2 検量線の作成

検量線の作成は、次による。

- a) 4 個のビーカー (300 mL) を準備し、検量線用標準液 (A.7.1) 及びマトリックス溶液 (A.2.10) を表 A.2 に従って正確に加える。
- b) A.5.1 b)~A.5.3 に従って操作し、得た吸光度と呈色液中のりん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 A.2—検量線用標準液の分取量及びマトリックス溶液の添加量

検量線用溶液	検量線用標準液分取量 mL	マトリックス溶液添加量 mL	呈色液中のりん量 µg
0	0	20	0
1	5	15	25
2	10	10	50
3	20	—	100

A.8 計算

計算は、次による。

- a) **りん含有率の計算** A.5.3 及び**箇条 A.6** で得た吸光度と**箇条 A.7** で作成した検量線とから相当するりん検出量 (µg) を求め、試料中のりん含有率を、次の式によって算出する。

$$P = \frac{(A_1 - A_2) \times f}{m \times B \times 1\,000\,000} \times 100$$

$$= \frac{(A_1 - A_2) \times f}{m \times B \times 10\,000}$$

ここで、

- P : 試料中のりん含有率 [質量分率 (%)]
 A_1 : 溶液の呈色液中のりん検出量 (µg)
 A_2 : 空試験 (**箇条 A.6**) の呈色液中のりん検出量 (µg)
 m : **箇条 A.4** ではかりとった試料の質量 (g)
 f : 希釈係数
 試料溶液 A の場合は 1
 試料溶液 B の場合は 10
 B : 試料溶液及び空試験液の分取比
 分取量 (**表 A.1**) / 100 で求める。

- b) **酸化りん含有率の計算** **箇条 12** の b) による。

A.9 許容差

許容差は、**表 A.3** による。

表 A.3—許容差

単位 質量分率 (%)

りん含有率	併行許容差	室間許容差 ^{a)}
0.003 5 以上 1.5 以下	$f(n) \times [0.007 4 \times (P) + 0.000 3]$	$f(n) \times [0.024 0 \times (P) - 0.000 5]$ ^{b)}

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、併行許容差の場合は併行分析回数、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、 (P) は、許容差を求めるりん定量値の平均値 [質量分率 (%)] である。

注記 1 この表の許容差計算式は、りん含有率 (質量分率) 0.003 5 % 以上 1.47 % 以下の試料を用いた国際共同実験の結果から得た。

注記 2 対応国際規格は、併行許容差を r で、室間許容差を P で表している。

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) によって求めた分析値を用いて判定する。

注^{b)} $[0.024 0 \times (P) - 0.000 5]$ の値が 0.000 4 未満となる場合は、0.000 4 とする。

附属書 JA
(参考)
JIS と対応国際規格との対比表

JIS M 8216		ISO 4687-1:1992, (MOD)		
a) JIS の簡条番号	b) 対応国際規格の対応する簡条番号	c) 簡条ごとの評価	d) JIS と対応国際規格との技術的差異の内容及び理由	e) JIS と対応国際規格との技術的差異に対する今後の対策
1	1	変更	ISO 規格は、国際共同実験の結果を基に、りん含有率（質量分率）適用範囲を 0.003 % 以上 2 % 以下と規定している。JIS は、日本独自の操作による国内共同実験の結果を解析して、0.002 % 以上 1 % 以下と規定している。	現状のままとする。
3	—	追加	JIS は、用語及び定義を規定し、JIS M 8202 を引用している。	—
4	—	追加	JIS は、定量方法に共通な一般事項を規定した。鉄鉱石の定量における共通事項を規定している JIS M 8202 を引用している。	—
5	3	選択	ISO 規格は、原理を記載しているが、JIS は、これを要旨として記載している。日本独自の操作又は ISO 規格の操作のいずれかによるとしている。	ISO 改訂時に、操作追加の提案を検討する。
—	6	削除	ISO 規格は、試料調製方法及び乾燥方法を規定している。JIS は、これを一般事項として規定している JIS M 8202 を引用しており、技術的な差異はない。	—
—	7.1	削除	ISO 規格は、分析回数を規定している。JIS は、これを規定している JIS M 8202 を引用しており、技術的な差異はない。	—
—	7.3	変更	ISO 規格は、認証標準物質を併行して分析するチェック分析 (check test) を規定している。JIS は、これを規定している JIS M 8202 を引用している。技術的な差異はない。	—
6~13	4 5 7.2~7.4 8.1 8.2.1	変更	JIS は、対応国際規格の定量方法のうち、試薬、装置及び器具、試料のはかりとり、操作、空試験、検量線の作成、計算及び許容差の具体的な手順を附属書 A に規定している。	—
A.1	—	追加	JIS は、附属書 A が対応国際規格の操作方法の規定であることを記載している。	—
A.5.2	7.4.3	変更	ISO 規格は、試料溶液の分取量及びマトリックス溶液の添加量を、りん定量範囲を重複させて規定している。JIS は、これを重複させていないが、技術的に差異はない。	—

a) JIS の箇条番号	b) 対応国際規格の対応する箇条番号	c) 箇条ごとの評価	d) JIS と対応国際規格との技術的差異の内容及び理由	e) JIS と対応国際規格との技術的差異に対する今後の対策
A.9	8.2.1	変更	JIS 規格は、ISO 規格の許容差の式を鉄鉱石分析規格で共通の記載形式である JIS Z 8402-6 の表 1 [許容範囲の係数 $f(n)$] を用いた式に変更しているが、差異はない。	—
—	8.2.2	削除	ISO 規格は、真度のチェック方法を規定している。JIS は、これを規定した JIS M 8202 を引用しており、技術的な差異はない。	—
—	8.2.3	削除	ISO 規格は、最終結果（報告値）の計算方法を規定している。JIS は、これを規定した JIS M 8202 を引用しており、技術的な差異はない。	—
—	9	削除	ISO 規格は、試験報告の記載事項を規定している。JIS は、これを規定した JIS M 8202 を引用しており、技術的な差異はない。	—
—	Annex A	削除	ISO 規格は、分析結果の採用手順を規定している。JIS は、これを国内の実態を反映した手順として規定している JIS M 8202 を引用している。	現状のままとする。
—	Annex B Annex C	削除	ISO 規格は、許容差を求めるための国際共同実験の情報を記載している。JIS は、これを解説に記載している。	—
<p>注記 1 箇条ごとの評価欄の用語の意味を、次に示す。</p> <ul style="list-style-type: none"> — 削除：対応国際規格の規定項目又は規定内容を削除している。 — 追加：対応国際規格にない規定項目又は規定内容を追加している。 — 変更：対応国際規格の規定内容又は構成を変更している。 — 選択：対応国際規格の規定内容とは異なる規定内容を追加し、それらのいずれかを選択するとしている。 <p>注記 2 JIS と対応国際規格との対応の程度の全体評価の記号の意味を、次に示す。</p> <ul style="list-style-type: none"> — MOD：対応国際規格を修正している。 				