

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 M8230-2

規格名称 鉄鉱石-ピスマス定量方法-第2部：鉄抽出分離原子吸光分析法

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 8230:1994は、鉄鉱石中のピスマス定量方法を規定したもので、2種類の方法を規定している。現行規格は、1994年に改正されて以降約28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2部：鉄抽出分離原子吸光分析法”として制定し、併せてM 8230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 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

附属書JA（原子吸光分析装置の装置性能基準）

(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 装置	2
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 吸光度の測定	4
10 空試験	4
11 検量線の作成	4
12 計算	4
13 許容差	5
附属書 A (規定) 原子吸光分析装置の装置性能基準	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 8230:1994** 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 8230 規格群（鉄鉱石－ピスマス定量方法）は、次に示す部で構成する。

JIS M 8230-1 第 1 部：鉄抽出分離よう化物吸光光度法

JIS M 8230-2 第 2 部：鉄抽出分離原子吸光分析法

鉄鉱石—ビスマス定量方法—

第2部：鉄抽出分離原子吸光分析法

Iron ores—Determination of bismuth—

Part 2: Flame atomic absorption spectrometric method after separation of
iron

1 適用範囲

この規格は、鉄鉱石中のビスマス定量方法のうち、鉄抽出分離原子吸光分析法について規定する。

この方法は、ビスマス含有率（質量分率）0.001%以上0.1%以下の定量に適用する。

注記 JIS M 8230 規格群の定量範囲を表1に示す。

表1—JIS M 8230 規格群の定量範囲

規格番号	定量範囲 [質量分率 (%)]
JIS M 8230-1	0.002 以上 0.1 以下
JIS M 8230-2	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 K 0121 原子吸光分析通則

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 及び JIS K 0121 による。

5 要旨

試料を塩酸、硝酸及び過塩素酸で分解し、過塩素酸白煙処理をした後、塩酸と水とで可溶性塩類を溶解し、ろ過する。残さ(渣)のふっ化水素酸処理を行い、ろ液に合わせる。4-メチル-2-ペンタノンで鉄を抽出して除去し、過塩素酸白煙処理をする。溶液の一部を原子吸光分析装置のアセチレン・空気フレーム中に噴霧する。ビスマス中空陰極ランプ又はビスマス高輝度ランプから放射される、波長 223.1 nm の光の吸光度を測定する。

6 試薬

試薬は、次による。

6.1 塩酸

6.2 塩酸 (10+6, 1+1, 2+100) 塩酸 (10+6) は、溶媒抽出に用いるので、正確に調製する。

6.3 硝酸

6.4 過塩素酸

6.5 ふっ化水素酸

6.6 酸化鉄 (III) 純度の高い酸化鉄 (III) で、ビスマス含有率 (質量分率) が 0.000 1 %未満であることが保証されているか、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。

6.7 4-メチル-2-ペンタノン

6.8 ビスマス原液 (Bi : 500 µg/mL) ビスマス (質量分率 99.99 %以上) 0.250 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、硫酸 (1+1) 20 mL を加え、加熱して溶解する。引き続き加熱して、三酸化硫黄の白煙が発生するまで加熱蒸発する。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、常温まで冷却し、溶液を 500 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ビスマス原液とする。

6.9 ビスマス標準液 A (Bi : 100 µg/mL) ビスマス原液 (6.8) を、使用の都度、水で正確に 5 倍にうすめてビスマス標準液 A とする。

6.10 ビスマス標準液 B (Bi : 10 µg/mL) ビスマス原液 (6.8) を、使用の都度、水で正確に 50 倍にうすめてビスマス標準液 B とする。

7 装置

装置は、次による。

7.1 原子吸光分析装置 アセチレン・空気フレーム及びビスマス中空陰極ランプ又はビスマス高輝度ランプを備えたもの。

警告 JIS K 0121 の 10. (安全) の項目を遵守する。

原子吸光分析装置の調整は、次によるほか、JIS K 0121 及び装置の製造業者の指示書に従う。

- 附属書 A に規定する性能基準を満たすように調整する。
- 検量線用溶液の最高濃度溶液とゼロメンバーの吸光度との差が、最大となるようにバーナーの位置（水平、垂直及び回転方向）及び各ガス流量を調節する。
- 分光光度計が、測定する波長（223.1 nm）に正確に調整されていることを確認する。

8 試料のはかりとり

試料のはかりとり量は、1.0 g とする。

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。

- a) 試料をはかりとって、ビーカー（300 mL）に移し入れる。
- b) 時計皿で覆い、塩酸（6.1）30 mL を加えて、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。
- c) 時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、硝酸（6.3）5 mL を加えて鉄などを酸化し、引き続き過塩素酸（6.4）15 mL を加えて、加熱蒸発して白煙を発生させる。塩類が析出し始めたら加熱を止め熱板から降ろす。
- d) 放冷後、塩酸（1+1）（6.2）5 mL と温水約 20 mL とを加え加熱して可溶性塩類を溶解し、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。ビーカーの内壁に付着した残さを、ポリスマンを用いてこすり落とし、ろ紙上に移す。ろ紙及び紙パルプは、温塩酸（2+100）（6.2）で、ろ紙に塩化鉄（Ⅲ）の黄色が認められなくなるまで洗浄し、次に温水で 6 回～8 回洗浄する。ろ液及び洗液をビーカー（300 mL）に受け、加熱して約 70 mL まで濃縮して、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。

- a) 不溶解残さは、ろ紙とともに白金るつぼ（30 mL）に移し入れ、加熱して乾燥した後、ろ紙をできるだけ低温（700 °C 以下が望ましい。）で灰化する。放冷した後、残さを過塩素酸 2 mL で湿し、硝酸 3 mL 及びふっ化水素酸（6.5）約 5 mL を加えて穏やかに加熱する。過塩素酸の白煙を発生させ、硝酸及び二酸化けい素とふっ化水素酸とをふっ化けい素として揮散して、更にほとんど乾固近くまで加熱する。
- b) 放冷した後、塩酸（1+1）5 mL を加えて加熱し、塩類を溶解する。
- c) b) の溶液を 9.1.1 の主液に合わせ、白金るつぼ内を水で洗い、洗液も主液に合わせる。

9.1.3 鉄の抽出分離

鉄の抽出分離操作は、次による。

- a) 9.1.2 で得た主液を加熱して白煙を発生させ、塩類が析出し始めるまで濃縮した後、冷却する。
- b) a) の溶液を、塩酸（10+6）（6.2）15 mL で溶解した後、塩酸（10+6）25 mL で分液漏斗（200 mL）に移し入れ、ビーカーは、保存する。分液漏斗に 4-メチル-2-ペンタノン（6.7）50 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、下層の水相を別の分液漏斗 (200 mL) に移し保存する。

- c) 上層の有機相に塩酸 (10+6) 10 mL 加え約 1 分間振り混ぜ、静置して二層に分離した後、下層の水相を b) で水相を保存した分液漏斗に移す。上層の有機相は、捨てる。

水相を移した分液漏斗に 4-メチル-2-ペンタノン 50 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 b) で保存したビーカーに移す。上層の有機相は、捨てる。

- d) c) のビーカーを穏やかに加熱して、大部分の 4-メチル-2-ペンタノンを揮散させた後、硝酸 5 mL を加え、引き続き加熱して過塩素酸の白煙を発生させ、ほとんど乾固近くまで濃縮する。放冷した後、塩酸 (1+1) 5 mL を加え穏やかに加熱して塩類を溶解し、常温まで冷却する。
- e) 50 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 吸光度の測定

吸光度の測定操作は、次による。

- a) 原子吸光分析装置 (7.1) のアセチレン・空気フレームに水を噴霧して、波長 223.1 nm のゼロ点調整をする。
- b) 9.1 で得た溶液の一部をアセチレン・空気フレームに噴霧して、波長 223.1 nm の吸光度を測定する。

10 空試験

試料の代わりに、酸化鉄 (III) (6.6) 0.85 g をはかりとって、ビーカー (300 mL) に移し入れる。以降、9.1.1 b)~9.2 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) 7 個のビーカー (300 mL) を準備し、それぞれに酸化鉄 (III) (6.6) 0.85 g をはかりとって、移し入れる。
- b) ビスマス標準液 A 又はビスマス標準液 B を表 2 に従って正確に加える。以降、9.1.1 b)~9.2 の手順に従って操作する。9.1 で得た溶液を検量線用溶液とする。

表 2—ビスマス標準液添加量

ビスマス定量範囲 [質量分率 (%)]	使用する ビスマス標準液	ビスマス標準液添加量 mL	検量線用溶液中のビスマス量 mg
0.001 以上 0.01 未満	標準液 B (6.10)	0, 1, 2, 4, 6, 8, 10	0, 0.01, 0.02, 0.04, 0.06, 0.08, 0.1
0.01 以上 0.1 以下	標準液 A (6.9)	0, 1, 2, 4, 6, 8, 10	0, 0.1, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0

- c) 吸光度と検量線用溶液中のビスマス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に移動して検量線とする。なお、ビスマス含有率が低い試料だけを定量する場合は、高含有率領域の検量線用溶液を含めなくてもよい。

12 計算

計算は、次による。

- a) ビスマス含有率の計算 9.2 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ビ

スマス検出量 (mg) を求め、試料中のビスマス含有率を、次の式によって算出する。

$$Bi = \frac{m_1 - (m_2 - m_3)}{m \times 1000} \times 100$$

ここで、
 Bi : 試料中のビスマス含有率 [質量分率 (%)]
 m_1 : 試料溶液中のビスマス検出量 (mg)
 m_2 : 空試験液中のビスマス検出量 (mg)
 m_3 : 空試験 (箇条 10) ではかりとった酸化鉄 (III) (6.6) に含まれるビスマスの量 (mg)
 酸化鉄 (III) 中のビスマス含有率 [質量分率 (%)] 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) 酸化ビスマス含有率の計算 試料中の酸化ビスマス含有率は、ビスマス含有率から次の式によって算出する。

$$Bi_2O_3 = 1.115 \times Bi$$

ここで、
 Bi_2O_3 : 試料中の酸化ビスマス含有率 [質量分率 (%)]
 Bi : 試料中のビスマス含有率 [質量分率 (%)]

13 許容差

許容差は、表 3 による。

表 3—許容差

単位 質量分率 (%)	
室内再現許容差 (R_d)	室間許容差 ^{a)} (P)
$f(n) \times 0.0032 \times (Bi)^{0.5464}$	$f(n) \times 0.0030 \times (Bi)^{0.3962}$
<p>許容差式中の $f(n)$ 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 (Bi) は、許容差を求めるビスマス定量値の平均値 [質量分率 (%)] である。</p> <p>注記 この表の許容差計算式は、ビスマス含有率 (質量分率) 0.000 3 %以上 0.04 %以下の試料を用い、共同実験した結果から求めた。</p> <p>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。</p>	

附属書 A (規定)

原子吸光分析装置の装置性能基準

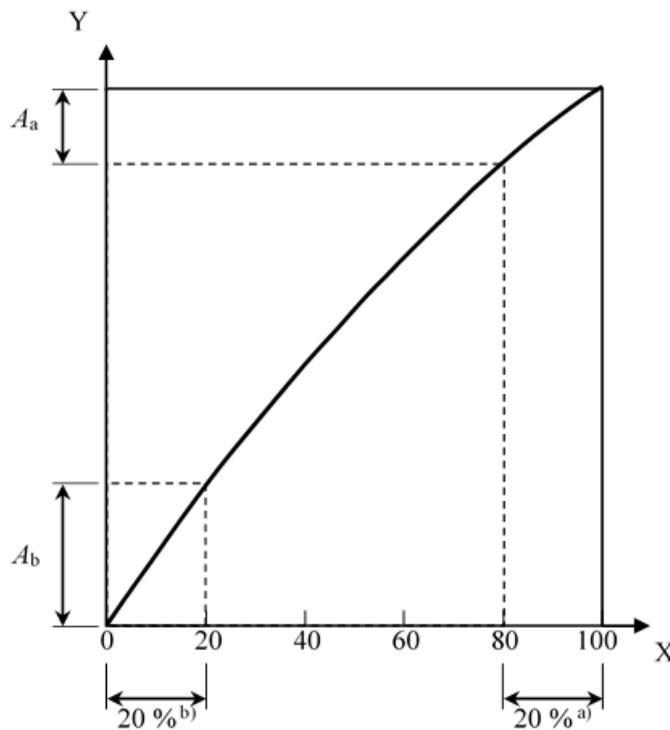
A.1 最小感度

検量線用溶液の最高濃度の溶液で、吸光度が少なくとも 0.3 以上とする。

A.2 検量線の直線性

A.2.1 検量線の直線性の求め方

濃度範囲の上部 20 % 域の検量線の傾斜（吸光度の差；図 A.1 の A_a ）と濃度範囲の下部 20 % 域の検量線の傾斜（吸光度の差；図 A.1 の A_b ）との比 (A_a/A_b) を直線性として算出する。



記号説明

X : 濃度スケール

Y : 正味の吸光度

A_a : 濃度範囲の上部 20 % 域における吸光度の差

A_b : 濃度範囲の下部 20 % 域における吸光度の差

注 a) 濃度範囲の上部 20 % 域

注 b) 濃度範囲の下部 20 % 域

図 A.1— 検量線の直線性の基準計算用模式図

A.2.2 検量線の直線性の装置性能基準

検量線の直線性は、0.7 以上とする。

A.3 短時間安定性

A.3.1 短時間安定性の求め方

短時間安定性の求め方は、次による。なお、吸光度の測定は、各々の測定を個別試料の測定として 9.2 に従って行う。

- a) **最高濃度溶液の測定の短時間安定性** 簡条 11 の検量線用溶液のうち、最高濃度溶液について吸光度の測定を 10 回繰り返し、その平均値 (\bar{A}_A) 及び標準偏差 (σ_A) を計算する。

最高濃度溶液の測定の短時間安定性 (%) は、 $\sigma_A / \bar{A}_A \times 100$ の式で算出する。

注記 標準偏差の計算式を参考として次に示す。

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum(x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

ここで、

σ : 標準偏差
 x_i : i 番目のデータ
 \bar{x} : 平均値
 n : データ数

- b) **最低濃度溶液の測定の短時間安定性** 簡条 11 の検量線用溶液のうち、ゼロメンバーを除いた最低濃度溶液について吸光度の測定を 10 回繰り返し、その標準偏差 (σ_B) を計算する。

最低濃度溶液の測定の短時間安定性 (%) は、 $\sigma_B / \bar{A}_A \times 100$ の式で算出する。

注記 最低濃度溶液の測定の短時間安定性を求める式の分母は、最高濃度溶液の測定の平均値 \bar{A}_A である。

A.3.2 短時間安定性の装置性能基準

検量線用溶液の最高濃度溶液における測定の短時間安定性 (%) は 1.5 を、検量線用溶液の最低濃度溶液における測定の短時間安定性 (%) は 0.5 を、それぞれ超えてはならない。