

## 1. 制定/改正の別

制定 改正(委員会席上にて修正)

## 2. 産業標準案の番号及び名称

規格番号 JIS M8211

規格名称 鉄鉱石-化合物定量方法-カールフィッシャー滴定法

## 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、鉄鉱石の化合物含有率の定量法方法を規定しており、1995年に改正を行ってから約27年経過した。その間、対応国際規格であるISO 7335は改訂されていない。しかしながら、関係するJIS K 0113（電位差・電流・電量・カールフィッシャー滴定方法通則）、JIS M 8202（鉄鉱石-分析方法通則）及びJIS Z 8402 [測定方法及び測定結果の精確さ（真度及び精度）] 規格群が改正され、試薬名称、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。

#### 【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。

- 1) 鉄鉱石分析方法の個別規格名称を“鉄鉱石-①定量方法-②”（①：分析成分名、②：分析方法の名称）に統一するため、規格の名称を“鉄鉱石-化合物定量方法”から“鉄鉱石-化合物定量方法-カールフィッシャー滴定法”に変更する。
- 2) カールフィッシャー試薬溶液、エチレングリコール・メタノール脱水液などについて、市販のものを使用しても良いことを規定する。
- 3) JIS K 1107（窒素）を引用して、窒素ガスの規定を明確にする。
- 4) 終点の判定方法として、電流制御電圧検出方式と電圧制御電流制御方式とを規定し、装置の実態を反映させる。
- 5) 電量滴定装置の調整方法を規定する。陽極液及び対極液は、装置製造業者が推奨するものを使用すると規定し、組成の記載は削除する。
- 6) 水分量が直接表示される装置を使用する場合の計算方法を規定する。
- 7) 現行規格の許容差の規定は、1982年の共同実験の結果を解析して室内許容差及び室間許容差を規定していたが、今回、JIS Z 8402-2 [測定方法及び測定結果の精確さ（真度及び精度）-第2部：標準測定方法の併行精度及び再現精度を求めるための基本的な方法] によって再解析を行い、室内再現許容差及び室間許容差の許容差式に変更する。

### (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化するなどの場合

#### 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)

対応国際規格ISO 7335が存在する。

## 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
序文	1
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	2
5 要旨	2
6 試薬	2
7 装置	2
8 試料のはかりとり	6
9 操作	6
9.1 装置の準備	6
9.2 滴定	7
10 空試験	8
11 計算	8
11.1 容量滴定法の場合	8
11.2 電量滴定法の場合	9
12 許容差	10
附属書 JA (参考) JIS と対応国際規格との対比表	11

## 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 8211:1995** 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 2023/02/22

## 鉄鉱石－化合水定量方法－

## カールフィッシャー滴定法

Iron ores－Determination of combined water  
－Karl Fischer titrimetric method

## 序文

この規格は、1987年に第1版として発行されたISO 7335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、この規格で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、鉄鉱石中の化合水定量方法である、カールフィッシャー滴定法について規定する。

この方法は、化合水含有率（質量分率）0.05%以上10%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 7335:1987, Iron ores－Determination of combined water content－Karl Fischer titrimetric 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 K 0113 電位差・電流・電量・カールフィッシャー滴定方法通則

JIS K 1107 窒素

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、次によるほか、**JIS M 8202**の**箇条 3**（用語及び定義）による。

### 3.1

#### 吸湿水

鉄鉱石の分析用試料を  $(105 \pm 2)$  °C の乾燥室素気流中で加熱する間に発生する水分

### 3.2

#### 化合水

鉄鉱石の分析用試料から吸湿水 (3.1) を除去した後、乾燥室素気流中で  $105$  °C から  $950$  °C まで加熱する間に発生する水分

## 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 0113** による。

## 5 要旨

試料を乾燥室素気流中で  $105$  °C に加熱して吸湿水を除去した後、引き続き  $950$  °C に加熱し、遊離した化合水を溶媒に吸収させ、カールフィッシャー試薬溶液で電氣的に滴定する。

## 6 試薬

試薬は、次による。

**6.1 窒素** **JIS K 1107** の 1 級相当品を用いる。

**6.2 エチレングリコール・メタノール脱水液** メタノール (**JIS K 0113** に規定したメタノール) とエチレングリコール (無水又は脱水したもの) とを 1+1 で混合したもの。この溶液は、吸湿しないように密栓して保存し、使用の都度、水分含有量を測定して、溶液  $1$  mL 中に  $0.3$  mg 以上の水分を含んでいないことを確かめる。なお、市販の脱水液を使用してもよい。

**6.3 カールフィッシャー試薬溶液** カールフィッシャー試薬溶液の調製及び標定は、**JIS K 0113** の **8.1.2 k)** (カールフィッシャー試薬溶液) による。カールフィッシャー試薬溶液  $1$  mL 当たりの水分量 [11.1 の式(1)及び式(2)の  $F_1$ ] は、この標定で算出される。なお、市販の試薬溶液を使用してもよい。

**6.4 水・メタノール溶液** 水・メタノール溶液の調製及び標定は、**JIS K 0113** の **8.1.2 l)** (水・メタノール溶液) による。水・メタノール溶液  $1$  mL 当たりの水分量 [11.1 の式(2)の  $F_2$ ] は、この標定で算出される。なお、市販の溶液を使用してもよい。

**6.5 陽極液 (発生液)** 装置製造業者が推奨するもの。

**6.6 陰極液 (対極液)** 装置製造業者が推奨するもの。

## 7 装置

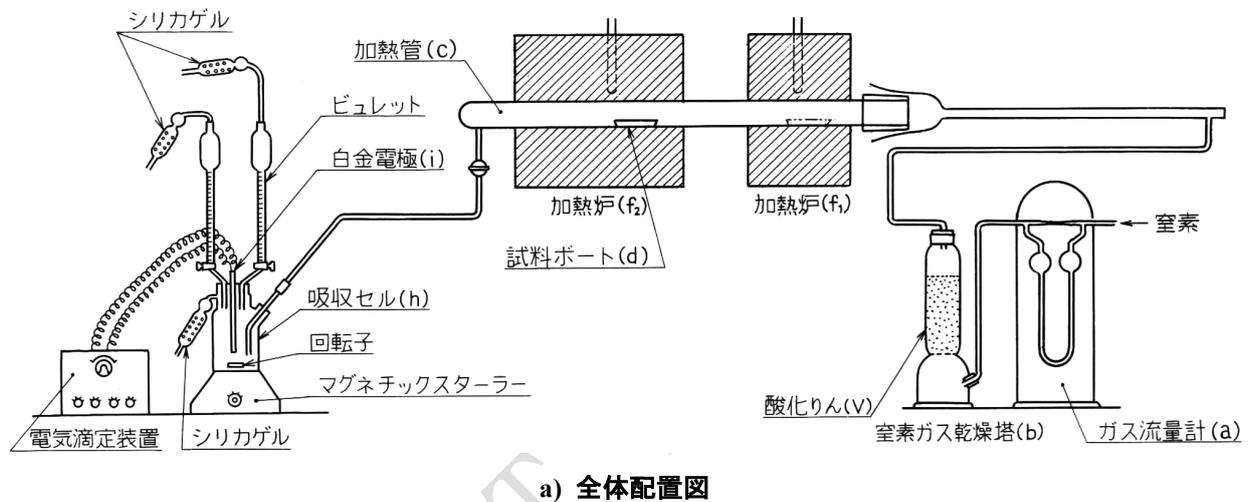
装置は、化合水を遊離させる加熱部 (加熱部の例は、**図 1** 及び **図 2** 参照) 及び遊離した化合水を回収及

び定量する滴定部（滴定部の例は、**図 3** 及び**図 4** 参照）で構成される。

なお、この方法で使用するカールフィッシャー試薬溶液は、吸湿性が強いので、大気からの吸湿を防ぐ目的で、装置内部と大気との境界部には、過塩素酸マグネシウムなどの乾燥剤、乾燥用合成ゼオライト、又はシリカゲル乾燥剤を入れた乾燥管を取り付ける。

**警告** 過塩素酸マグネシウムは、強力な酸化剤であり有機物との接触を避けなければならない。廃棄するときは、そのまま廃棄箱に捨てず、水に溶解して処理する。

また、ガラス器具の接続部は、すべてすり合わせとし、ふっ素樹脂系又はシリコン樹脂系のグリースで保護する。



単位 mm

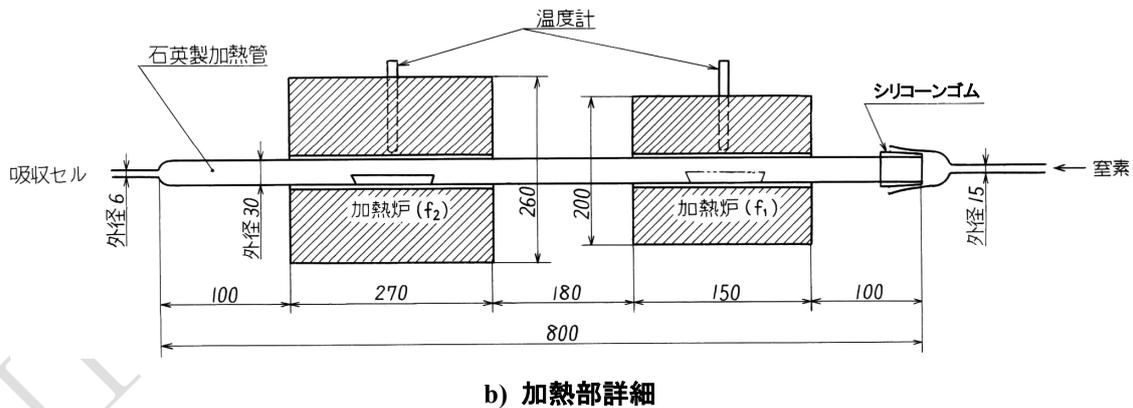


図 1—化合物定量装置の一例（直列固定型炉）

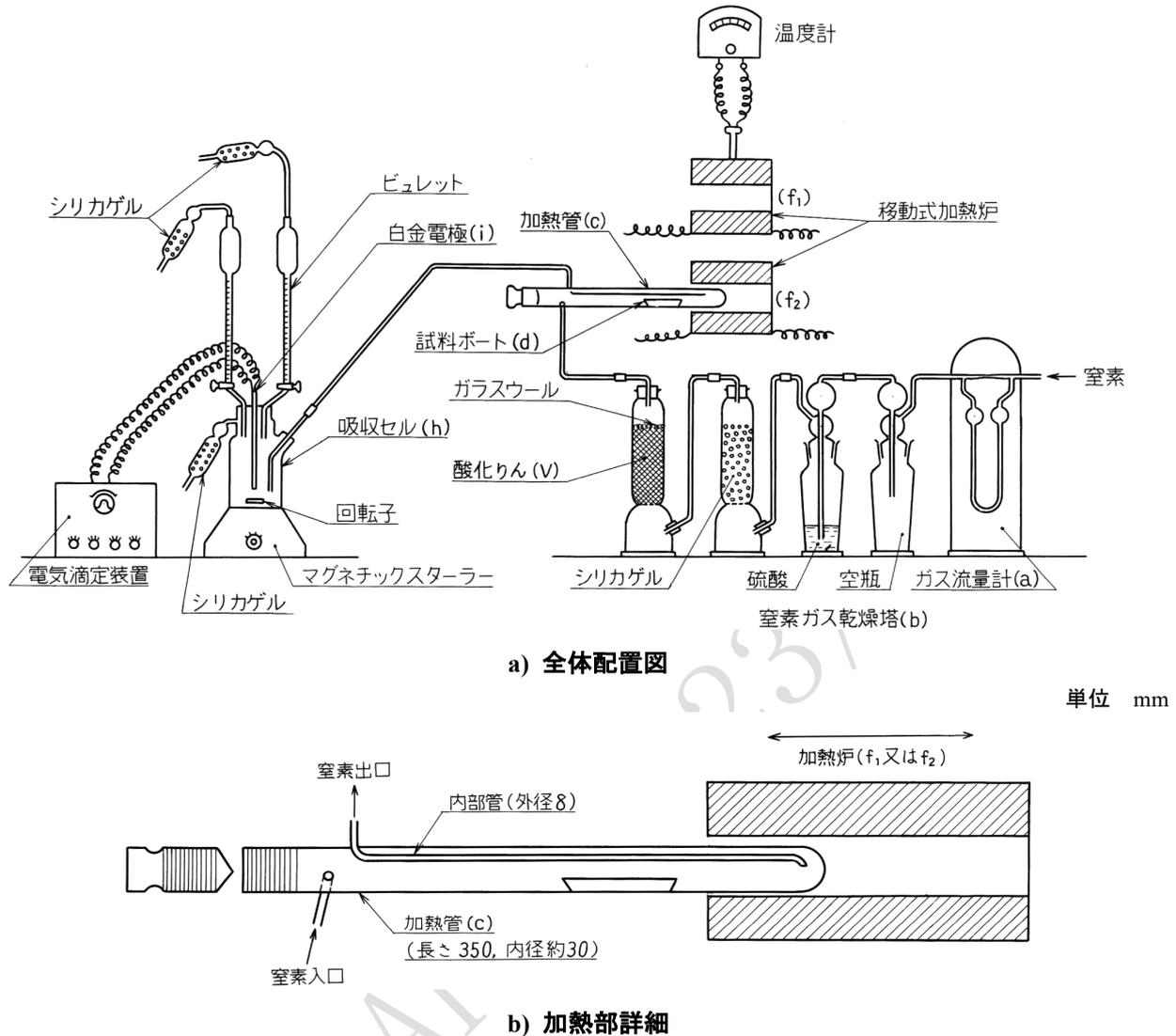


図 2— 化合水定量装置の一例（並列固定型炉）

**7.1 ガス流量計** 100 mL/分～200 mL/分の流量が測定可能なもの〔図 1 及び図 2 のガス流量計 (a) 参照〕。流量測定に U 字管形の差圧流量計を使用する場合、マンメータの液体は、不揮発性のオイルを用いる。

**7.2 窒素ガス乾燥塔** 加熱管 (7.4) に導入する窒素を乾燥するもの〔図 1 及び図 2 の窒素ガス乾燥塔 (b) 参照〕で、乾燥剤を充てんする容積が 250 mL 以上であるもの。乾燥剤には、過塩素酸マグネシウム、酸化りん (V) 又はこれと同等の乾燥能力のものを使用する。

**7.3 加熱炉** 加熱炉は、二つ一組であり、加熱管を挿入できる形状とする。炉の一つを  $(105 \pm 2)$  °C に、他の一つを  $(950 \pm 20)$  °C に維持し、少なくとも試料ポート全域を炉内温度の均一帯に置くことが可能な構造とする。炉内の温度は、適切な温度計で測定する。

**7.4 加熱管** 加熱管は、石英ガラス製の直管で、加熱炉の配置によって、両端が開放〔図 1 の加熱管 (c) 参照〕又はガスの流れを外部に導き出すための細管を内部に取り付け、一端を閉じたもの〔図 2 の加熱管 (c) 参照〕とする。石英ガラス製などの長い押し棒又は磁石によって、試料ポート (7.5) を加熱管の内部に挿入する。

**7.5 試料ポート** 試料ポート〔図 1 及び図 2 の試料ポート (d)〕は、白金、石英又は不活性な磁器製で、

はかりとった試料を  $1 \text{ g/cm}^2$  以下で広げることが可能な大きさとする。使用前に  $950 \text{ }^\circ\text{C}$  で加熱して水分を除いた後、デシケータ中で常温まで放冷してから使用する。

7.6 滴定部 滴定部は、次のいずれかによる。

a) 吸収セル 吸収セルは、褐色ガラス容器が望ましい。白金電極、ビュレット及び加熱管からのガス導入管の取付部にすり合わせガラスなどを用いて、吸湿しない構造とする(吸収セルの例は、**図 3** 参照)。

単位 mm

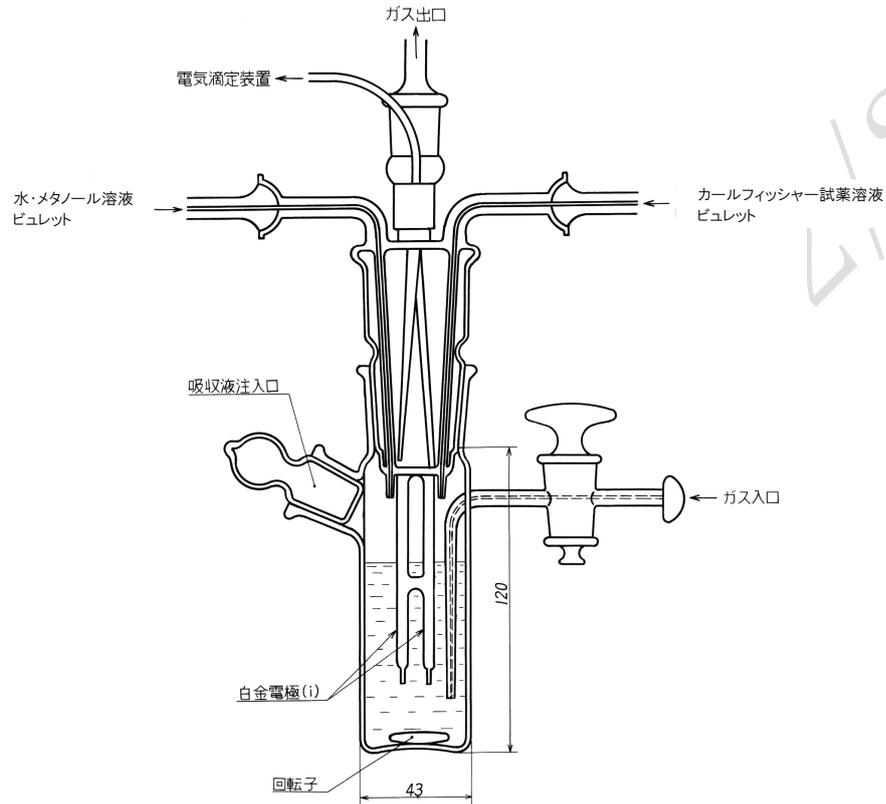


図 3—吸収セルの一例

b) 電量滴定装置 装置は、滴定槽、検出器及び滴定剤添加装置で構成された測定部、制御部及び表示記録部で構成される(電量滴定装置の例は、**図 4** 参照)。

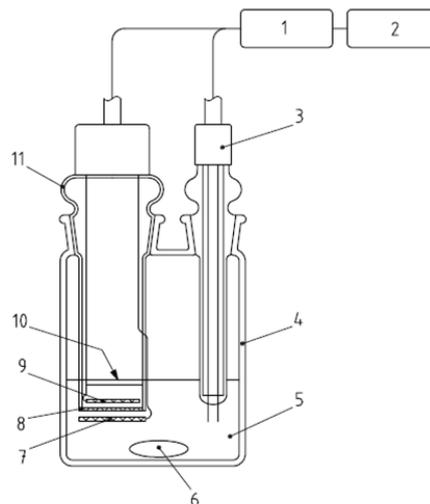


図 4—電量滴定装置の一例

## 記号説明

1 : 制御部	7 : 陽極
2 : 表示記録部	8 : 隔膜
3 : 白金電極	9 : 陰極
4 : 滴定槽	10 : 陰極液
5 : 陽極液	11 : 滴定剤添加装置
6 : 回転子	

図 4—電量滴定装置の一例（続き）

7.7 白金電極 一対又は複合の白金電極。

7.8 マグネチックスターラー及び回転子 回転速度が可変であり、回転子は、化学的に不活性なもの。

7.9 ビュレット 適切な容量（25 mL 又は 50 mL）で、JIS M 8202 の 4.1 b)による。試薬溶液の変質を防止するため、着色ガラス製又は遮光カバーを用いるとよい。

## 8 試料のはかりとり

試料のはかりとり量は、表 1 による。

なお、化合水含有率（質量分率）が 2 %以上の試料は、JIS M 8202 の 5.4 b)の 1)（乾燥方法によるはかりとり）又は 2)（吸湿水補正方法によるはかりとり）による。

表 1—試料のはかりとり量

				単位 g
化合水定量範囲 [質量分率 (%)]				はかりとり量
0.05	以上	2	未満	1.0
2	以上	5	未満	0.5
5	以上	10	以下	0.2

## 9 操作

## 9.1 装置の準備

装置の準備は、次による。

- 加熱炉 (f<sub>1</sub>) 中の加熱管 (c) を (105±2) °C に、加熱炉 (f<sub>2</sub>) 中の加熱管 (c) を (950±20) °C に加熱し、装置全体を気密に連結した後、窒素 (6.1) を 200 mL/分の流量で流す。
- 9.2 で用いる滴定法によって、次のいずれかの操作を行う。

## 1) 容量滴定法の場合

- 加熱管 (c) の出口を吸収セル (h) の入口に接続した後、必要があれば窒素を 200 mL/分に再調節する。この状態で窒素を 10 分間流す。
- 吸収セル (h) の栓を外し、エチレングリコール・メタノール脱水液 (6.2) 40 mL を加える。
- 回転子 (7.8) を入れ、再び栓を確実に閉じ、マグネチックスターラー及び電気滴定装置を作動させる。
- 吸収セル (h) に窒素ガスが十分に供給され、エチレングリコール・メタノール脱水液中に気泡が十

分発生していることを確認する<sup>1)</sup>。

**注<sup>1)</sup>** 気泡の発生量が少ない場合、管の接続、試料導入部のすり合わせなどのゆるみのため、装置の気密性が不十分である可能性があり、終点の判定 [9.2.2 a) 又は 9.2.3 b)] ができないことがある。

## 2) 電量滴定法の場合

- 2.1) 加熱管 (c) の出口を滴定槽のガス流入口に接続した後、必要があれば窒素を 200 mL/分に再調節する。この状態で窒素を 10 分間流す。
  - 2.2) 陽極室である滴定槽に陽極液 (6.5)、陰極室となる滴定剤添加装置に陰極液 (6.6) を、それぞれ、装置製造業者の推奨量加える。なお、陰極液の陽極液への拡散を防ぐため、陰極液の液面の高さを陽極液の液面の高さより低くする。
  - 2.3) 陽極液中に回転子を入れ、マグネチックスターラー及び電量滴定装置を作動させる。
  - 2.4) 滴定槽に窒素ガスが十分に供給され、陽極液中に気泡が十分に発生していることを確認する<sup>1)</sup>。
- c) 回転子のスピードが一定となるように調節して溶液を十分に混合する。窒素は、200 mL/分の流量で滴定が終了するまで流し続ける。

## 9.2 滴定

### 9.2.1 一般事項

滴定は、次のいずれかによる。ただし、吸収液の温度は、カールフィッシャー試薬溶液の温度と同じ温度とする。市販装置及び市販試薬を用いる場合は、装置製造業者の推奨手順による。

### 9.2.2 容量滴定法

a) **終点の判定** 終点の判定は、次のいずれかによる。

- 1) **電流制御電圧検出方式の場合** 一对の白金電極に  $1\ \mu\text{A}\sim 30\ \mu\text{A}$  の一定の電流を流し、両極間に生じる電圧を測定して、終点を決定する方法。水分を比較的多く含む場合は、 $300\ \text{mV}\sim 500\ \text{mV}$  の電圧を示すが、終点付近ではある電圧値 (例えば、 $10\ \text{mV}\sim 100\ \text{mV}$ ) に急減する。この電圧が 30 秒間以上の一定時間 (30 秒 $\sim$ 60 秒間) 持続した時点を終点とする。
- 2) **電圧制御電流検出方式の場合** 一对の白金電極に  $10\ \text{mV}\sim 100\ \text{mV}$  の一定の電圧を引加し、両極間に生じる電流を測定して、終点を決定する方法。あらかじめ終点の電流値 (例えば、 $30\ \mu\text{A}\sim 40\ \mu\text{A}$ ) を選定する。この電流が 30 秒間以上の一定時間 (30 秒 $\sim$ 60 秒間) 持続した時点を終点とする。

b) **吸収液の脱水**

- 1) カールフィッシャー試薬溶液 (6.3) を吸収セル (h) 中に終点までゆっくりと滴加する。
- 2) 10 分間この状態を保持した後、再びカールフィッシャー試薬溶液を終点まで滴加する。なお、電流又は電圧の持続時間は 30 秒間とする。
- 3) 2) の操作を、その間の滴定量が水分の増加量に換算して 0.15 mg 未満となるまで繰り返す。

c) **吸湿水の除去**

- 1) 試料を表 1 によってはかりとって試料ボート (d) に移し入れ、平らに広げる。
- 2) 加熱管 (c) の入り口側の栓を外して加熱管 (c) 内の入り口に 1) の試料ボートを置き、直ちに気密に栓をする。
- 3) 試料ボートを加熱炉 (f) の均一加熱帯の中央に移して、試料中の吸湿水分、及び加熱管内の雰囲気中の水分を窒素気流で吸収セル (h) に導く。

4) 30分後、b)の操作を行う。

#### d) 化合水の抽出

- 1) 試料ボートを加熱炉 (f<sub>2</sub>) の均一加熱帯の中央に移して、試料を (950±20) °Cで15分間加熱して発生した水分を窒素気流で吸収セル (h) に導く。
- 2) 引き続き加熱管冷却部を適切な加熱器を用いて約100 °Cに加熱し、凝縮した水分を完全に吸収セル (h) に導く。

e) 滴定 滴定は、次のいずれかによる。

1) 直接滴定法 b)の操作によって、カールフィッシャー試薬溶液で滴定する。

2) 逆滴定法 次による。

2.1) 吸収セル (h) に、カールフィッシャー試薬溶液を必要量より数 mL 過剰に加え、加えた量を正しく読み取る。

2.2) 過剰のカールフィッシャー試薬溶液を、b)の操作によって、水・メタノール溶液 (6.4) で逆滴定する。

### 9.2.3 電量滴定法

#### a) 電量滴定装置の調整

1) 陽極室である滴定槽に陽極液 (6.5) を、滴定剤添加装置の陰極室に陰極液 (6.6) を入れる。なお、陰極液の陽極液への拡散を防ぐために、陰極液の液面の高さを陽極液の液面より低くしておく。

2) 分析中に陽極液中のメタノールが蒸発するので、陽極液の液面が陰極液の液面より低くなった場合は、陽極室にメタノールを加える。

b) 終点の判定 終点の判定は、9.2.2 b)による。

#### c) 吸収液の脱水

1) 所定の電解電流を終点まで流す。

2) 電解電流を切って10分間この状態を保持した後、再び所定の電解電流を終点まで流す。

3) 2)の操作を、その間の電解に要した電気量を水分の増加量に換算して0.15 mg 未満となるまで繰り返す。

#### d) 吸湿水の除去

1) 9.2.2 c)の1)~3)の操作を行う。

2) 30分後、c)の操作を行う。

e) 化合水の抽出 化合水の抽出は、9.2.2 d)による。

f) 滴定 電解電流を終点まで流して、電解に要した電気量を読み取る。

## 10 空試験

試料を用いなくて、箇条 9 の手順に従って、試料と同じ操作を試料と併行して行う。この空試験値は、水分の量に換算して1.0 mg/時間以下でなければならない。

## 11 計算

### 11.1 容量滴定法の場合

9.2.2 及び 箇条 10 で得た滴定量から、試料中の化合水含有率を次のいずれかによって算出する。

a) 直接滴定法 [9.2.2 e)の 1)] の場合

$$CW = \frac{(V_1 - V_2) \times F_1}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

ここで、  
 CW : 試料中の化合水含有率 [質量分率 (%)]  
 V<sub>1</sub> : 9.2.2 e)の 1)における、カールフィッシャー試薬溶液の使用量 (mL)  
 V<sub>2</sub> : 箇条 10 における、カールフィッシャー試薬溶液の使用量 (mL)  
 F<sub>1</sub> : カールフィッシャー試薬溶液 1 mL 当たりの水分量 (mg)  
 m : 箇条 8 ではかりとった試料の量 (g)

b) 逆滴定法 [9.2.2 e)の 2)] の場合

$$CW = \frac{(V_3 - V_4) \times F_1 - (V_5 - V_6) \times F_2}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

ここで、  
 CW : 試料中の化合水含有率 [質量分率 (%)]  
 V<sub>3</sub> : 9.2.2 e)の 2.1)で添加した、カールフィッシャー試薬溶液の量 (mL)  
 V<sub>4</sub> : 箇条 10 で添加した、カールフィッシャー試薬溶液の量 (mL)  
 V<sub>5</sub> : 9.2.2 e)の 2.2)における、水・メタノール溶液の使用量 (mL)  
 V<sub>6</sub> : 箇条 10 における、水・メタノール溶液の使用量 (mL)  
 F<sub>1</sub> : カールフィッシャー試薬溶液 1 mL 当たりの水分量 (mg)  
 F<sub>2</sub> : 水・メタノール溶液 1 mL 当たりの水分量 (mg)  
 m : 箇条 8 ではかりとった試料の量 (g)

11.2 電量滴定法の場合

9.2.3 及び 箇条 10 で得た電気量から、試料中の化合水含有率を次の式によって算出する。

$$CW = \frac{(Q_1 - Q_2) \times k}{10.72 \times m \times 1\,000} \times 100$$

ここで、  
 CW : 試料中の化合水含有率 [質量分率 (%)]  
 Q<sub>1</sub> : 9.2.3 f)の滴定に要した、電気量 (C)  
 Q<sub>2</sub> : 箇条 10 の滴定に要した、電気量 (C)  
 k : 装置の特性による補正係数 (電解液、電解方式、電解隔膜などによって電解効率が 100 %とならないときに用いる。)  
 m : 箇条 8 ではかりとった試料の量 (g)

なお、水分量が直接表示される装置の場合は、次による。

$$CW = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100$$

ここで、  
 CW : 試料中の化合水含有率 [質量分率 (%)]  
 m<sub>1</sub> : 9.2.3 f)で得た、水分量 (g)  
 m<sub>2</sub> : 箇条 10 で得た、水分量 (g)  
 m : 箇条 8 ではかりとった試料の量 (g)

## 12 許容差

許容差は、表2による。

表2—許容差

単位 質量分率 (%)	
室内再現許容差 ( $R_d$ )	室間許容差 <sup>a)</sup> ( $P$ )
$f(n) \times 0.0151 \times (CW)^{0.5891}$	$f(n) \times 0.0418 \times (CW)^{0.4544}$
<p>許容差式中の <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關与した分析室数である。また <math>(CW)</math> は、許容差を求める化合物定量値の平均値 [質量分率 (%) ] である。</p> <p><b>注記</b> この表の許容差計算式は、化合物含有率 (質量分率) 0.06 %以上 7.6 %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>	

## 附属書 JA

### (参考)

### JIS と対応国際規格との対比表

JIS M 8211		ISO 7335 : 1987, (MOD)		
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
3	—	追加	JIS は、JIS M 8202 の箇条 3, “結合水”及び“化合水”を定義した。	現状のままとする。
	1	変更	JIS は、“105 °Cから 950 °Cまで加熱する間に発生する水分”と規定している。ISO 規格は、“化合水”を“100 °C～110 °Cより大幅に高い温度で除去される水分量”と規定しているが、分析時の試料加熱温度が JIS と同じで、技術的な差異はない。	現状のままとする。
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、JIS M 8202 に規定している。	—
6.1	4.3	変更	ISO 規格は、“窒素 1 L 中の酸素含有量が 10 µL 未満”と規定している。JIS は、同等品である“JIS K 1107 の 1 級相当品”と規定している。	現状のままとする。
6.2	4.4	変更 追加	ISO 規格は、“水分含有率(質量分率)0.05 % 以下”と規定している。JIS は、“溶液 1 mL 中に 0.3 mg”未満であることを確認して使用すること、及び国内の事情を考慮して、市販品を使用して良いことを規定している。	現状のままとする。
6.3	4.5	追加	JIS は、国内の事情を考慮して、市販品を使用して良いことを規定している。	現状のままとする。
6.4	—	追加	JIS は、9.2.2 e) 2)に逆滴定法を追加して規定しているため、これに使用する“水・メタノール溶液”を追加している。	現状のままとする。
6.5 6.6	—	追加	JIS は、9.2.3 に電量滴定法を追加して規定しているため、これに使用する“陽極液”及び“陰極液”を追加している。	現状のままとする。
7.6 b)	—	追加	JIS は、9.2.3 に電量滴定法を追加して規定しているため、これに使用する“電量滴定装置”を追加している。	現状のままとする。
8	6.1 6.2	変更	鉄鉱石の分析においては、ISO 規格と JIS とで分析用試料の調製及びはかりとり方法が異なる。	現状のままとする。
—	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 を引用している。	—

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
8	7.2	変更	試料のはかりとり量を, ISO 規格は, 化合水定量範囲(質量分率)0.05%以上 0.5%未満の場合 3 g, 0.5%以上 2%未満の場合 1 g と規定し, JIS は, 0.05%以上 2%未満の場合 1 g と規定している。	現状のままとする。
9.2.2 a)	7.4.2	追加	終点の判定について, ISO 規格は, 電圧制御電流検出方式だけを規定し, JIS は, 電流制御電圧検出方式を追加して規定している。	ISO 規格の改訂時に, 規定追加の提案を検討する。
9.2.2 e) 9.2.3	—	選択	JIS は, 国内の実態を考慮して, 逆滴定法及び電量滴定法を追加し, 選択できる規定としている。	ISO 規格の改訂時に, 規定追加の提案を検討する。
11	8.1	追加	JIS は, 逆滴定法及び電量滴定法の場合を追加して規定している。	ISO 規格の改訂時に, 規定追加の提案を検討する。
12	8.2.1	変更	JIS は, 国内共同実験結果を解析して独自に求め許容差を規定しており, 国内の分析技術の実態を反映している。ISO 規格は, 国際共同実験結果を解析して, 規定している。	現状のままとする。
—	8.2.2 8.2.3	削除	ISO 規格は, 分析値の表示, 真度の検討などを規定している。JIS は, これを規定している JIS M 8202 を引用している。	—
—	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, 製品規格で規定している。	—
—	Annex A	削除	ISO 規格は, 分析値の採択手順を規定している。JIS は, これを規定している JIS M 8202 を引用している。	—
—	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, 独自に解析して得た許容差を規定している。	現状のままとする。
<p><b>注記 1</b> 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"> <li>— 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。</li> <li>— 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。</li> <li>— 変更: 対応国際規格の規定内容又は構成を変更している。</li> <li>— 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。</li> </ul> <p><b>注記 2</b> 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"> <li>— MOD: 対応国際規格を修正している。</li> </ul>				