

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 M8214-1

規格名称 鉄鉱石-けい素定量方法-第1部：二酸化けい素重量法

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 8214:1995は、鉄鉱石中のけい素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、1995年に改正を行ってから約28年経過した。その間、対応国際規格であるISO 2598-1及びISO 2598-2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、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：二酸化けい素重量法”として制定し、併せてM 8214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 器具
- 8 試料のはかりとり
- 9 操作
- 10 空試験
- 11 計算
- 12 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

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 器具	2
8 試料のはかりとり	2
9 操作	3
9.1 試料の分解及びけい酸の脱水処理	3
9.2 ろ過	3
9.3 二酸化けい素の回収	4
9.4 不溶解残さの処理	4
9.5 灰化及びひょう量	4
9.6 ふっ化水素酸処理及びひょう量	5
10 空試験	5
11 計算	5
12 許容差	6
附属書 JA (参考) JIS と対応国際規格との対比表	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 8214:1995** 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 8214 規格群（鉄鉱石-けい素定量方法）は、次に示す部で構成する。

JIS M 8214-1 第 1 部：二酸化けい素重量法

JIS M 8214-2 第 2 部：モリブドけい酸青吸光光度法

鉄鉱石—けい素定量方法—

第1部：二酸化けい素重量法

Iron ores—Determination of silicon—
Part 1: Gravimetric method as silicon dioxide

序文

この規格は、1992年に第1版として発行されたISO 2598-1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、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、鉄鉱石中のけい素定量方法のうち、二酸化けい素重量法について規定する。

この方法は、けい素含有率（質量分率）0.2%以上15%以下の定量に適用する。

注記1 JIS M 8214規格群の定量範囲を表1に示す。

表1—JIS M 8214規格群の定量範囲

規格番号	定量範囲 [質量分率 (%)]
JIS M 8214-1	0.2 以上 15 以下
JIS M 8214-2	0.1 以上 5.0 以下

注記2 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 2598-1:1992, Iron ores—Determination of silicon content—Part 1: Gravimetric 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 の簡条 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

試料を適切な酸で分解し、過塩素酸及び硫酸を加えて加熱蒸発し、けい素を不溶性けい酸とする。沈殿をろ過分離した後、強熱して二酸化けい素とし、その質量をはかる。さらに、硫酸とふっ化水素酸を加え、加熱して二酸化けい素を揮散させた後、その質量をはかる。

6 試薬

試薬は、次による。

6.1 塩酸

6.2 塩酸（1+4，1+10）

6.3 硝酸

6.4 過塩素酸

6.5 ふっ化水素酸

6.6 硫酸（1+1，1+9）

6.7 チオシアン酸アンモニウム飽和溶液 チオシアン酸アンモニウムを水に溶解して、飽和溶液とする。

6.8 炭酸ナトリウム

6.9 ほう酸

7 器具

7.1 白金るつぼ 容量 30 mL のもの。以下、るつぼという。

7.2 マッフル炉 1 100 °C まで昇温可能なもの。

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

けい素定量範囲 [質量分率 (%)]				はかりとり量 g
0.2	以上	1	未満	2.0
1	以上	5	未満	1.0
5	以上	15	以下	0.50

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 試料の分解及びけい酸の脱水処理

試料の分解及びけい酸の脱水処理の操作は、次のいずれかによる。

a) ふっ素を含有しない試料の場合

- 1) 試料をはかりとって、ビーカー (300 mL) に移し入れる。
- 2) 時計皿で覆って、試料のはかりとり量 1 g につき塩酸 (6.1) 30 mL を加える。ビーカーを熱板周辺の低温部 (60 °C ~ 100 °C) に置き、約 1 時間保持した後、更に高温部に移して約 10 分間沸騰直前まで加熱して分解する。
- 3) 硝酸 (6.3) 5 mL、過塩素酸 (6.4) 30 mL 及び硫酸 (1+9) (6.6) 1 mL を加える。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、過塩素酸がほとんど蒸発するまで加熱を続ける。このとき、乾固するまで蒸発させてはならない。

b) ふっ素を含有する試料の場合

- 1) 試料をはかりとって、テトラフルオロエチレンなどの樹脂製ビーカー (300 mL) に移し入れる。
- 2) 時計皿で覆って、試料のはかりとり量 1 g につきほう酸 (6.9) 0.8 g 及び塩酸 10 mL を加える。更に過塩素酸 30 mL 及び硫酸 (1+9) 1 mL を加え、ビーカーを熱板周辺の低温部 (60 °C ~ 100 °C) に置き、約 1 時間保持した後、更に高温部に移して約 10 分間沸騰直前まで加熱して分解する。
- 3) 引き続き加熱蒸発して、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、過塩素酸がほとんど蒸発するまで加熱を続ける。このとき、乾固するまで蒸発させてはならない。

9.2 ろ過

ろ過の操作は、次による。

- a) 9.1 で得た塩類を室温近くまで放冷する。
- b) 時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、塩酸 (1+4) (6.2) 50 mL を加え、ときどき振り混ぜながら沸騰しない程度に加熱して、可溶性塩類を溶解する。

注 沸騰させると、二酸化けい素の一部が再び可溶性となる場合がある。

- c) 直ちに、ろ紙 (5 種 C) を用いてろ過し、ビーカーの内壁に付着した沈殿を、ポリスマンを用いてこすり落として全量をろ紙上に移す。ろ液及び洗液は、ビーカー (300 mL) に受ける。
- d) ろ紙及び沈殿を、温塩酸 (1+10) (6.2) で 2, 3 回、次に温水で洗液に酸が認められなくなるまで十分

に²⁾洗浄する。沈殿を不溶解残さとして、ろ紙とともに保存し、洗液は、c)のビーカーに合わせる。また、b)で試料の分解に用いたビーカーも保存する。

注²⁾ 洗浄が不十分であると、9.4 a)において灰化した際に小爆発の危険があり、沈殿の損失を招くおそれもある。

9.3 二酸化けい素の回収

二酸化けい素の回収の操作は、次による。なお、酸分解によって二酸化けい素が可溶性二酸化けい素になるおそれのない試料（天然鉱石など）では、9.3の操作を省略してもよい。焼結鉱などの試料は、9.3の操作を行う。

- a) 9.2でろ液及び洗液を合わせたビーカーを時計皿で覆って、過塩素酸(6.4) 10 mL及び硫酸(1+9)(6.6) 1 mLを加え、加熱蒸発し、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、過塩素酸がほとんど蒸発するまで加熱を続ける。このとき、乾固するまで蒸発させてはならない。
- b) 室温近くまで放冷し、以降9.2のb)~d)の操作を行い、二酸化けい素を沈殿として回収し、保存する。ろ液及び洗液は、捨てる。

9.4 不溶解残さの処理

不溶解残さの処理の操作は、次による。

- a) 9.2で保存した不溶解残さを、ろ紙とともにろつぼ(7.1)に移し入れ、マッフル炉(7.2)で徐々に加熱して乾燥する。引き続き加熱してろ紙を炭化し、強熱して灰化する。
放冷した後、炭酸ナトリウム(6.8) 2 g~3 gを加えて混合し、900 °C~1 000 °Cで融解する。
- b) 放冷した後、ろつぼをそのまま9.2 d)で保存した、試料の分解に用いたビーカーに移し入れる。温水約60 mLを加え、直ちに塩酸(6.1) 10 mLを少量ずつ加えて融成物を溶解する。ろつぼの内壁に付着した融成物をポリスマンでこすり落とし、温水で十分洗浄した後、ろつぼを取り出す。
- c) ビーカーを時計皿で覆って、過塩素酸(6.4) 30 mL及び硫酸(1+9)(6.6) 1 mLを加える。熱板で加熱し、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、過塩素酸がほとんど蒸発するまで加熱を続ける。このとき、乾固するまで蒸発させてはならない。
- d) 塩類を室温近くまで放冷する。時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、塩酸(1+4)(6.2) 50 mLを加え、ときどき振り混ぜながら沸騰しない程度に加熱して、可溶性塩類を溶解する。
- e) 直ちに、ろ紙(5種C)を用いてろ過し、ビーカーの内壁に付着した二酸化けい素を、ポリスマンを用いてこすり落としてろ紙上に移す。ろ液は、ビーカー(500 mL)に受ける。
- f) ろ紙及び沈殿を、温塩酸(1+10)で洗液に鉄(III)イオンがなくなる³⁾まで十分に洗浄し、次に温水で洗液に酸が認められなくなるまで洗浄する。二酸化けい素の沈殿は、ろ紙とともに保存し、洗液は、e)のろ液と合わせる。

注³⁾ 洗液を少量取り、チオシアン酸アンモニウム飽和溶液(6.7)を加えたとき、とう(橙)赤色を示さなくなる。

- g) f)で得たろ液及び洗液に、過塩素酸 10 mL及び硫酸(1+9) 1 mLを加える。熱板で加熱蒸発し、再び白煙が発生させ、過塩素酸がほとんど蒸発するまで加熱を続ける。このとき、乾固するまで蒸発させてはならない。
- h) 以降、d)~f)の操作を行う。二酸化けい素の沈殿は、ろ紙とともに保存するが、ろ液及び洗液は、捨てる。

9.5 灰化及びひょう量

灰化及びひょう量の操作は、次による。

- a) 9.3, 9.4 f)及び9.4 h)で保存した3個⁴⁾の二酸化けい素の沈殿を、ろ紙とともにるつぼに移し入れ、マッフル炉で徐々に加熱して乾燥する。引き続き加熱してろ紙を炭化し、強熱して灰化する。

注⁴⁾ 9.3の操作を省略した場合は、2個である。

- b) さらに、1 100 °Cで強熱し、デシケータ中で常温まで放冷した後、二酸化けい素を含むるつぼの質量をはかる。恒量となるまでこの操作を繰り返す〔この質量を m_1 とする。空試験(簡条10)の場合は m_3 とする。〕

9.6 ふっ化水素酸処理及びひょう量

ふっ化水素酸処理及びひょう量の操作は、次による。

- a) 9.5で得たるつぼ中の二酸化けい素を硫酸(1+1)(6.6)で湿し、ふっ化水素酸(6.5)約5 mLを加え、穏やかに加熱して二酸化けい素を四ふっ化けい素として揮散させる。
- b) 三酸化硫黄の白煙が発生しなくなるまで加熱を続ける。
- c) さらに、1 100 °Cで強熱し、デシケータ中で常温まで放冷した後、るつぼの質量をはかる。恒量となるまでこの操作を繰り返す〔この質量を m_2 とする。空試験(簡条10)の場合は m_4 とする。〕。

10 空試験

試料を用いなくて、試料と同じ操作を試料と併行して行う。

11 計算

計算は、次による。

- a) **けい素含有率の計算** 試料中のけい素含有率は、次の式によって算出する。

$$Si = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \times 0.467}{m} \times 100$$

ここで、

Si : 試料中のけい素含有率 [質量分率 (%)]

m_1 : 9.5で得たるつぼの質量 (g)

m_2 : 9.6で得たるつぼの質量 (g)

m_3 : 空試験(簡条10)の9.5で得たるつぼの質量 (g)

m_4 : 空試験の9.6で得たるつぼの質量 (g)

m : 簡条8ではかりとった試料の量 (g)

- b) **二酸化けい素含有率の計算** 試料中の二酸化けい素含有率の計算は、けい素含有率から次の式によって算出する。

$$SiO_2 = 2.139 \times Si$$

ここで、

SiO_2 : 試料中の二酸化けい素含有率 [質量分率 (%)]

Si : 試料中のけい素含有率 [質量分率 (%)]

12 許容差

許容差は、表 3 による。

表 3—許容差

けい素含有率	単位 質量分率 (%)	
	室内再現許容差 (R_d)	室間許容差 ^{a)} (P)
0.2 以上 15 以下	$f(n) \times [0.0011 \times (Si) + 0.0160]$	$f(n) \times [0.0047 \times (Si) + 0.0205]$
<p>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、(Si) は、許容差を求めるけい素定量値の平均値 [質量分率 (%)] である。</p> <p>注記 この表の許容差計算式は、けい素含有率 (質量分率) 0.65% 以上 11.0% 以下の試料を用いた共同実験の結果から求めた。</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 JA
(参考)

JIS と対応国際規格との対比表

JIS M 8214-1		ISO 2598-1 : 1992, (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
1	1	変更	けい素含有率（試料分率）適用範囲の下限を、JIS は 0.2 %、ISO 規格は 1 % と規定している。JIS は、分析技術の実態を反映した国内共同実験結果の解析結果から、適用範囲を拡大している。	現状のままとする。
3	—	追加	JIS は、主な用語及び定義を、JIS M 8202 に規定している。	—
4	—	追加	JIS は、定量方法に共通な一般事項を規定した。鉄鉱石定量方法に関する共通事項は、JIS M 8202 に規定しており、対応する ISO 規格の該当事項と同等である。	—
5	4	変更	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。	—
		削除	JIS は、国内では富鉄だけを取扱うため、アルカリシタター法（ISO 規格の Method 1）を規定していない。	現状のままとする。
7	5.1 5.2	削除	JIS は、アルカリシタター法（ISO 規格の Method 1）だけで使用する器具を削除している。	現状のままとする。
—	6	削除	ISO 規格は、試料調製方法を規定し、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。	—
—	7.1	削除	ISO 規格は、分析回数を規定し、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。	—
8	7.2	追加	JIS は、拡大した適用範囲におけるはかりとり量を 2.0 g と規定している。	現状のままとする。
—	7.2	削除	ISO 規格は、はかりとりの最小読取値を 0.000 2 g と規定している。JIS は、これを、JIS M 8202 に 0.1 mg と規定している。	現状のままとする。
—	7.3	削除	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。	—
9.1	7.4	削除	JIS は、国内では富鉄だけを取扱うため、アルカリシタター法（ISO 規格の Method 1）を規定していない。	現状のままとする。
9.4	—	追加	JIS は、不溶解残さの処理後のろ液からけい素を回収する操作を追加している。	ISO 規格の改訂時に、操作の追加を提案する。

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
12	8.2.1	変更	JIS は、許容差を国内共同実験の解析結果から独自に求めている。国内の分析技術の実態を反映しており、ISO 規格とは差がある。	現状のままとする。
—	8.2.2	削除	ISO 規格は、真度のチェック方法を規定し、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。	—
—	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、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。	—
—	9	削除	ISO 規格は、試験報告の記載事項を規定し、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。	—
—	Annex A	削除	ISO 規格は、分析結果の採用手順を規定し、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。	—
—	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及び得られた精度及び許容差の計算式をグラフで記載している。JIS は、独自に許容差を求めている。	—
<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。 <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。 				