

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 M8227-1

規格名称 鉄鉱石—銅定量方法—すず定量方法—第1部：よう化物抽出分離フェニルフルオロン吸光光度法

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**

【制定・改正する理由（必要性）】

JIS M 8227:1997は、鉄鉱石中のすず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29年経過した。その間、対応国際規格であるISO 11534が改訂されている。また、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：よう化物抽出分離フェニルフルオロン吸光光度法”として制定し、併せてJIS M 8227を廃止する。

なお、ISO 11534は、“第2部：よう化物抽出分離原子吸光分析法”の対応国際規格であり、この規格には対応国際規格がない。

【期待効果】

この規格の制定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 よう化すずの抽出分離	3
9.3 呈色	4
9.4 吸光度の測定	4
10 空試験	4
11 検量線の作成	4
12 計算	5
13 許容差	5

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 8227:1997** 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 8227 規格群（鉄鉱石—すず定量方法）は、次に示す部で構成する。

JIS M 8227-1 第 1 部：よう化物抽出分離フェニルフルオロン吸光光度法

JIS M 8227-2 第 2 部：よう化物抽出分離原子吸光分析法

鉄鉱石—すず定量方法—

第1部：よう化物抽出分離

フェニルフルオロン吸光光度法

Iron ores—Determination of tin—

Part 1: Phenylfluorone spectrophotometric method after iodide extraction

1 適用範囲

この規格は、鉄鉱石中のすずの定量方法のうち、よう化物抽出分離フェニルフルオロン吸光光度法について規定する。

この方法は、すず含有率（質量分率）0.01%以上0.10%以下の定量に適用する。

注記 JIS M 8227 規格群の定量範囲を表1に示す。

表1—JIS M 8227 規格群の定量範囲

規格番号	定量範囲 [質量分率 (%)]
JIS M 8227-1	0.01 以上 0.10 以下
JIS M 8227-2	0.001 以上 0.015 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 R 1301 化学分析用磁器るつぼ

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

試料を過酸化ナトリウムで融解し、温水で溶解した後、硫酸酸性として、よう化カリウムを加える。生成したよう化すずをベンゼンに抽出し、希硫酸に逆抽出する。フェニルフルオロンを加えてすずとの錯体を生成させ、分光光度計を用いて、510 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 硫酸 (3+1, 1+1, 1+3, 1+70)

6.2 過酸化水素 (1+9)

6.3 過酸化ナトリウム

6.4 よう化カリウム溶液 (780 g/L) この溶液は、使用の都度、調製する。

6.5 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。

6.6 緩衝液 フタル酸水素カリウム 5.0 g を水に溶解した後、塩酸 (1 mol/L) を正確に 17.5 mL 加え、水で液量を 1 000 mL とする。

6.7 ポリビニルアルコール溶液 (10 g/L) 重合度 1 400~1 700 のポリビニルアルコールで調製する。なお、これ以外の重合度のものを使用してもよい。

6.8 アラビアゴム溶液 アラビアゴム粉末 1 g をはかりとり、水 100 mL を加えて溶かした後、残さ(渣)を脱脂綿を用いてろ過分離したもの。この溶液は、使用の都度、調製する。

6.9 フェニルフルオロン溶液 フェニルフルオロン 0.01 g を、塩酸 (1+1) 1 mL とエタノール (99.5) 100 mL との混合溶液に溶解する。この溶液は、使用の都度、調製する。

6.10 ベンゼン

6.11 鉄 純度の高い鉄で、すず含有率(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。

6.12 酸化鉄(III) 純度の高い酸化鉄(III)で、すず含有率(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。

6.13 すず原液 (Sn : 500 µg/mL) 金属すず(質量分率 99.9%以上) 0.250 g をはかりとって、白金皿(100 mL)に移し入れる。時計皿で覆い、硫酸(1+1) 10 mL を加え、加熱して分解する。常温まで冷却した後、時計皿の下面を硫酸(1+6)で洗って時計皿を取り除き、溶液を 500 mL の全量フラスコに硫酸(1+6)を用いて移し入れ、硫酸(1+6)で標線までうすめてすず原液とする。

6.14 すず標準液 (Sn : 10 µg/mL) すず原液(6.13)を使用の都度、硫酸(1+50)で正確に 50 倍にうすめてすず標準液とする。

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 510 nm の波長における吸光度の測定に適したもの。

7.2 るつぼ ニッケル製で容量 30 mL のもの。9.1 b) で蓋を使用する場合は、蓋付きのもの。アルミナるつぼ (JIS R 1301 の C 形, 30 mL) 又はジルコニウムるつぼ (30 mL) を用いてもよい。

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

すず定量範囲 [質量分率 (%)]	試料のはかりとり量 g
0.01 以上 0.03 未満	1.0
0.03 以上 0.1 以下	0.5

9 操作

9.1 試料溶液の調製

試料溶液の調製は、次による。

- 試料をはかりとって、るつぼ (7.2) に移し入れる。
- 過酸化ナトリウム (6.3) 4 g を加えてよく混合し、更に過酸化ナトリウム 1 g で表面を覆う。るつぼは、必要に応じて蓋をする。初めは、低温でときどき振り混ぜながら約 25 分間バーナーなどで加熱し、内容物が溶けた後、温度を高めて約 5 分間赤熱状で融解して、放冷する。るつぼをビーカー (300 mL) に移し入れ、温水約 80 mL で融成物を溶解する。るつぼを少量の水で洗って取り出す。
- b) のビーカーを熱板で加熱して、硫酸 (1+1) (6.1) 20 mL をかき混ぜながら徐々に加える。過酸化水素 (1+9) (6.2) 数滴を加えて沈殿を溶解し、約 5 分間沸騰させる。常温まで冷却した後、200 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とする。

9.2 よう化すずの抽出分離

よう化すずの抽出分離は、次による。

- 試料溶液 20 mL を分取し、分液漏斗 (100 mL) に移し入れる。硫酸 (3+1) (6.1) 10 mL を加え、液温を 20 °C ~ 30 °C に保って、よう化カリウム溶液 (6.4) 5 mL 及びベンゼン (6.10) 5 mL を加え、約 2 分間激しく振り混ぜる。静置して二層に分離した後、下層の水相を捨てる。
- 有機相に硫酸 (1+3) 6 mL 及びよう化カリウム溶液 2 mL を加え、約 30 秒間振り混ぜる。静置して二層に分離した後、下層の水相を捨てる。
- 有機相に硫酸 (1+70) (6.1) 5 mL を加え、約 1 分間激しく振り混ぜる。静置して二層に分離した後、下層の水相を 100 mL の全量フラスコに移し入れる。元の分液漏斗に水 2 mL ~ 3 mL を加えて、約 5 秒間振り混ぜ、静置して二層に分離した後、下層の水相を同じ全量フラスコに移し入れる。有機相は、捨てる。

- d) c)の全量フラスコに、亜硫酸ナトリウム溶液 (6.5) を1滴加えるごとに振り混ぜ、よう素による着色を消失させる。

注記 d)で得た溶液中に、バナジウム 0.6 mg、ビスマス 0.1 mg 又はタングステン 0.1 mg がそれぞれ単独で存在しても、定量結果に影響しない。

9.3 呈色

9.2 d)で得た溶液に、緩衝液 (6.6) 30 mL とポリビニルアルコール溶液 (6.7) 又はアラビアゴム溶液 (6.8) 1 mL とを加えて振り混ぜる。さらに、フェニルフルオロン溶液 (6.9) を正確に 10 mL 加えて振り混ぜる。20 分間以上静置した後、硫酸 (1+70) で標線までうすめ、呈色液とする。

9.4 吸光度の測定

9.3 で得た呈色液の一部を分光光度計の吸収セル (10 mm) にとり、水を対照液として 510 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) (6.12) 又は試料はかりとり量の 60 %量の鉄 (6.11) を、1 mg の桁まではかりとって、るつぼ (7.2) に移し入れる。以降、9.1 b)～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) 分液漏斗 (100 mL) を 7 個準備し、それぞれにすず標準液 (6.14) を表 3 に従って正確に加え、水を加えて液量を 20 mL とする。

表 3—すず標準液添加量

すず標準液 (6.14) 添加量 mL	呈色液中のすず量 μg
0	0
0.5	5
1	10
2	20
3	30
4	40
5	50

- b) 硫酸 (3+1) (6.1) 10 mL を加え、液温を 20 °C～30 °C に保って、よう化カリウム溶液 (6.4) 5 mL 及びベンゼン 5 mL を加え、約 2 分間激しく振り混ぜる。静置して二層に分離した後、下層の水相を捨てる。
- c) 有機相が残っている分液漏斗に、硫酸 (1+3) (6.1) 6 mL 及びよう化カリウム溶液 2 mL を加え、約 30 秒間振り混ぜる。静置して二層に分離した後、下層の水相を捨てる。
- d) 以降、9.2 c)～9.4 の手順に従って、試料と同じ操作を試料と併行して操作する。得た吸光度と呈色液中のすず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) **すず含有率の計算** 9.4 及び**簡条 10** で得た吸光度と**簡条 11** で作成した検量線とから相当するすず検出量 (μg) を求め、試料中のすず含有率を、次の式によって算出する。

$$Sn = \frac{(m_1 - m_2 + m_3 \times B)}{m \times B \times 10\,000}$$

ここで、

- Sn : 試料中のすず含有率 [質量分率 (%)]
 m_1 : 試料の呈色液中のすず検出量 (μg)
 m_2 : 空試験の呈色液中のすず検出量 (μg)
 m_3 : **簡条 10** ではかりとった酸化鉄 (III) (**6.12**) 又は鉄 (**6.11**) 中に含まれるすずの量 (μg)
 酸化鉄 (III) 又は鉄のすず含有率 (質量分率) が 0.001 %未満であることが保証されている場合は、0 とする。
 m : **簡条 8** ではかりとった試料の量 (g)
 B : 試料溶液及び空試験液の分取比
 20/200

- b) **酸化すず (IV) 含有率の計算** 試料中の酸化すず (IV) 含有率は、すず含有率から、次の式によって算出する。

$$SnO_2 = 1.270 \times Sn$$

ここで、

- SnO_2 : 試料中の酸化すず (IV) 含有率 [質量分率 (%)]
 Sn : 試料中のすず含有率 [質量分率 (%)]

13 許容差

許容差は、**表 4**による。

表 4—許容差

すず含有率	単位 質量分率 (%)	
	室内再現許容差 (R_d)	室間許容差 ^{a)} (P)
0.01 以上 0.10 以下	$f(n) \times [0.0123 \times (Sn) + 0.0003]$	$f(n) \times [0.0420 \times (Sn) + 0.0003]$
<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参与した分析室数である。また、(Sn) は、許容差を求めるすず定量値の平均値 [質量分率 (%)] である。</p> <p>注記 この表の許容差計算式は、すず含有率 (質量分率) 0.011 %以上 0.09 %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>		