

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 M8214-2

規格名称 鉄鉱石-けい素定量方法-第2部：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】

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2部：モリブドけい酸青吸光光度法”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 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

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	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	3
9.1 試料溶液の調製	3
9.2 呈色	3
9.3 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 JA (参考) JIS と対応国際規格との対比表	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 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2部：モリブドけい酸青吸光光度法

Iron ores—Determination of silicon— Part 2: Molybdosilicate 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 2598-2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、モリブドけい酸青吸光光度法について規定する。

この方法は、けい素含有率（質量分率）0.1%以上5.0%以下の定量に適用する。

注記1 この方法は、試料にふっ素を含有していても適用可能である。

注記2 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3 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 2598-2:1992, Iron ores—Determination of silicon content—Part 2: Reduced molybdosilicate 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**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

試料を四ほう酸ナトリウム、又は炭酸塩及び四ほう酸塩の混合融剤を用いて融解して分解し、融成物を希硝酸で溶解する。モリブデン(VI)酸アンモニウムを加えてモリブドけい酸を生成させ、しゅう酸を加えて、りん、ひ素及びバナジウムの影響を除いた後、L(+)-アスコルビン酸でモリブドけい酸青とする。分光光度計を用いて、600 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 硝酸 (1+9)**6.2 硫酸 (1+3)****6.3 過酸化水素 (1+9)****6.4 四ほう酸ナトリウム (無水) ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$)****6.5 硝酸カリウム**

6.6 混合融剤 混合炭酸塩（炭酸ナトリウム 1 及び炭酸カリウム 1 の割合で混ぜ合わせたもの。）100 g に、四ほう酸ナトリウム（無水）(6.4) 30 g 及び硝酸カリウム (6.5) 0.5 g を加えて混ぜ合わせたもの。

6.7 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 120 g を温水 500 mL に溶解し、水で 1 000 mL にうすめたもの。

6.8 L(+)-アスコルビン酸溶液 (20 g/L) 使用の直前に調製する。

6.9 しゅう酸溶液 (50 g/L) しゅう酸二水和物を用いて、調製する。

6.10 けい素標準液 (Si:50 µg/mL) 二酸化けい素（質量分率 99.9 %以上）を、使用直前に 1 050 °C で 1 時間強熱した後、直ちにデシケーター中で常温まで放冷する。この二酸化けい素 0.053 5 g をはかりとって、白金るつぼ (30 mL) に移し入れる。酸化鉄(III) [けい素含有率（質量分率）0.005 %以下のもの。] 0.4 g 及び四ほう酸ナトリウム（無水）(6.4) 又は混合融剤 (6.6) 4 g を加えて混ぜ合わせる。徐々に 1 100 °C ま

で加熱して融解する。放冷した後、融成物を硝酸(1+9)(6.1) 200 mL に溶解し、500 mL の全量フラスコに移し入れ、水で標線までうすめてけい素標準液とする。

6.11 バックグラウンド溶液 二酸化けい素を用いなくて、6.10 の調製の操作に従って、けい素標準液と併行して調製したもの。

7 装置及び器具

7.1 白金るつぼ 容量 30 mL (以下、るつぼという。) で蓋付のもの。

7.2 マッフル炉 1100 °C まで昇温が可能なもの。

7.3 分光光度計 600 nm の波長における吸光度の測定に適したもの。

8 試料のはかりとり

試料のはかりとり量は、0.50 g とする。

9 操作

9.1 試料溶液の調製

試料溶液の調製の操作は、次による。

a) るつぼ(7.1)の浸食を最小限に抑えるために、あらかじめ四ほう酸ナトリウム(無水)(6.4)又は混合融剤(6.6) 2 g をるつぼで融解し、放冷の過程でるつぼを揺り動かして、るつぼの下部内壁を内張りする。

b) 試料をはかりとって、るつぼに移し入れる。

c) 四ほう酸ナトリウム(無水)又は混合融剤 2 g を加えて十分に混合する。

なお、試料が還元物質又は硫化物を含む場合で、四ほう酸ナトリウム(無水)で融解するときは、硝酸カリウム(6.5) 0.1 g も加える。

注記 1 硝酸カリウムは、融解の際に試料の分解を促進し、るつぼへの影響を防止する。

d) るつぼに蓋をして、マッフル炉(7.2)で徐々に1100 °C まで加熱する。この温度を試料が完全に分解するまで保持する。試料の融解を促進するために、加熱中に融成物を揺り動かすとよい。

注記 2 加熱時間は、一般に15分間で十分とされている。

e) 放冷した後、るつぼ及び蓋を、硝酸(1+9)(6.1) 200 mL を入れたビーカー(500 mL)に入れ、穏やかに加熱して融成物を90 °C 以下で溶解する。溶液に濁りが生じた場合には、過酸化水素(1+9)(6.3)を数滴加えて濁りを消した後、短時間沸騰させて過剰の過酸化水素を分解する。

注 試料のマンガン含有率が高い場合に濁りを生じることがある。

なお、融成物を溶解し易くするために、るつぼの放冷中に融成物を静かに揺り動かして、るつぼの内壁に薄い均一な膜を作っておくとよい。揺り動かす際に、わずかに加熱してもよい。

f) るつぼ及び蓋は、水で洗って取り出す。溶液を室温まで冷却した後、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試料溶液とする。

9.2 呈色

呈色の操作は、次による。

- 9.1 で得た試料溶液を 5 mL 分取して 100 mL の全量フラスコに移し入れる。
- 硝酸 (1+9) (6.1) 2 mL 及びモリブデン (VI) 酸アンモニウム溶液 (6.7) 5 mL を加え、溶液を十分に混合して、5 分間放置する。
- しゅう酸溶液 (6.9) 10 mL、硫酸 (1+3) (6.2) 5 mL 及び L(+)-アスコルビン酸溶液 (6.8) 5 mL を順次手早く加える。なお、試薬を加えるごとに、よく振とうして混合し、全ての試薬を 3 分以内に加え終える。
- 1 分間放置した後、水で標線までうすめて、呈色液とする。

9.3 吸光度の測定

9.2 で得た呈色液を 5 分間放置した後、その一部を分光光度計 (7.3) の吸収セル (光路長 10 mm) に取り、水を対照液として 600 nm の波長における吸光度を測定する。

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 検量線の作成

検量線の作成は、次による。

- 7 個の 100 mL の全量フラスコを準備し、それぞれにけい素標準液 (6.10) 及びバックグラウンド溶液 (6.11) を表 2 に従って正確に加える。なお、けい素標準液、バックグラウンド溶液及び試料溶液には、同じ融解試薬を用いる。
- 以降、9.2 b)~d) 及び 9.3 の操作をして、得た吸光度と呈色液中のけい素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 2—けい素標準液及びバックグラウンド溶液の添加量

けい素標準液 (6.10) 添加量 mL	バックグラウンド溶液 (6.11) 添加量 mL	呈色液中のけい素量 µg
0	5.0	0
0.1	4.9	5
0.2	4.8	10
0.5	4.5	25
1.0	4.0	50
3.0	2.0	150
5.0	0	250

注記 呈色液中のけい素量は、検量線用溶液中のけい素量である。

12 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。

$$Si = \frac{m_1 - m_2}{m \times 1\,000\,000 \times B} \times 100$$

$$= \frac{m_1 - m_2}{m \times 10\,000 \times B}$$

ここで、

- Si : 試料中のけい素含有率 [質量分率 (%)]
- m_1 : 試料の呈色液中のけい素検出量 (μg)
- m_2 : 空試験 (箇条 10) の呈色液中のけい素検出量 (μg)
- m : 箇条 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 5/500 とする。

- 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 (%)]

13 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 (%)	
	併行許容差 (r)	室間許容差 ^{a)} (P)
0.2 以上、15 以下	$f(n) \times [0.0074 \times (Si) + 0.0052]$	$f(n) \times [0.0078 \times (Si) + 0.0417]$
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。		
注記 この表の許容差計算式は、けい素含有率 (質量分率) 0.20 % 以上 12.95 % 以下の試料を用いた国際共同実験の結果から求めた。		
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。		

附属書 JA
(参考)

JIS と対応国際規格との対比表

JIS M 8214-2		ISO 2598-2 : 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
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	3	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。	—
—	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。	—
—	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。	—
13	8.2.1	変更	JIS 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、精度の式に許容範囲の係数 $f(n)$ を乗じた式に変更して規定している。規定内容は一致している。	—
—	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。	—

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
—	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、同じ内容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。 <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。 				