

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 M8220-1

規格名称 鉄鉱石-アルミニウム定量方法-第1部：鉄分離エチレンジアミン四酢酸二水素ナトリウム・亜鉛逆滴定法

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】

JIS M 8220:1995は、鉄鉱石中のアルミニウム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 6830は改訂されていないが、ISO 4688-1は2017年に改訂されている。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、試薬名称、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：鉄分離エチレンジアミン四酢酸二水素ナトリウム・亜鉛逆滴定法”として制定し、併せてM 8220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 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 欠点があるとすると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 試料の分解	3
9.2 妨害元素の除去	4
9.3 滴定	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 8220:1995** 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 8220 規格群（鉄鉱石－アルミニウム定量方法）は、次に示す部で構成する。

JIS M 8220-1 第 1 部：鉄分離エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム・亜鉛逆滴定法

JIS M 8220-2 第 2 部：原子吸光分析法

鉄鉱石—アルミニウム定量方法—

第1部：鉄分離エチレンジアミン四酢酸二水素 二ナトリウム・亜鉛逆滴定法

Iron ores—Determination of aluminium— Part 1: Disodium dihydrogen ethylenediamine tetraacetic acid back titration by zinc after iron separation

序文

この規格は、1986年に第1版として発行されたISO 6830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、鉄鉱石中のアルミニウム定量方法のうち、鉄分離エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム・亜鉛逆滴定法について規定する。

この方法は、アルミニウム含有率（質量分率）0.25%以上5.0%以下の定量に適用する。

注記1 JIS M 8220 規格群の定量範囲を表1に示す。

表1—JIS M 8220 規格群の定量範囲

規格番号	定量範囲 [質量分率 (%)]
JIS M 8220-1	0.25 以上 5.0 以下
JIS M 8220-2	0.1 以上 5 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 6830:1986, Iron ores—Determination of aluminium content—EDTA 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 8001 試薬試験方法通則

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** による。

5 要旨

試料を炭酸ナトリウムと過酸化ナトリウムとの混合融剤を用いて融解して分解し、融成物を塩酸で溶解する。アンモニア水で金属成分を水酸化物として沈殿分離し、再度塩酸で溶解する。クペロン及びクロロホルムで処理して、鉄、チタンなどを分離除去する。

エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム（以下、EDTA2Naという。）を加えてアルミニウムとの錯体を生成させ、過剰のEDTA2Naを亜鉛溶液と反応させる。アルミニウム錯体をふっ化アンモニウムで分解し、遊離したエチレンジアミン四酢酸（以下、EDTAという。）を亜鉛溶液で定量する。

6 試薬

試薬は、次による。

6.1 塩酸

6.2 塩酸（1+1, 1+5）

6.3 硝酸

6.4 過塩素酸

6.5 アンモニア水（1+1）

6.6 水酸化ナトリウム溶液（100 g/L, 10 g/L）

6.7 炭酸ナトリウム

6.8 過酸化ナトリウム

6.9 ふっ化アンモニウム溶液 ふっ化アンモニウム（ NH_4F ）10 gをはかりとってポリエチレンなどの樹脂製ビーカーに移し入れ、水に溶解し、100 mLにうすめる。この溶液は、使用の都度、調製する。

6.10 塩化アンモニウム溶液 塩化アンモニウム溶液 5 g をはかりとって、水に溶解し、水で 500 mL にうすめる。アンモニア水 0.5 mL を加える。

6.11 酢酸緩衝液 酢酸ナトリウム三水和物 136 g をはかりとって、水に溶解し、水で約 600 mL にうすめる。酢酸 7 mL を加えて、水で 1 L にうすめる。この溶液は、ポリエチレンなどの樹脂製瓶で保存する。

6.12 クロロホルム

6.13 クペロン溶液 クペロン 6 g をはかりとって、水に溶解し、水で 100 mL にうすめる。この溶液は、使用の都度、調製する。

6.14 0.01 mol/L EDTA2Na 溶液 (3.722 g/L) 調製は、JIS K 8001 の JA.6.4 c) 4) [0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム溶液 (0.01 mol/L EDTA2Na 溶液)] による。

6.15 0.01 mol/L 亜鉛溶液 (0.653 8 g/L) 調製及びファクターの計算は、JIS K 8001 の JA.6.4 a) 4) [0.01 mol/L 亜鉛溶液 (Zn : 0.653 8 g/L)] による。

6.16 キシレノールオレンジ溶液 調製は、JIS K 8001 の表 JA.7 [指示薬 (沈殿滴定用、酸化還元滴定用、錯滴定用など) の調製] による。

7 装置及び器具

装置及び器具は、次による。

7.1 るつぼ ジルコニウムるつぼ又はガラス質カーボンるつぼで、容量 30 mL のもの。

7.2 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。

7.3 pH 計

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

アルミニウム定量範囲 [質量分率 (%)]	はかりとり量 g
0.25 以上 1 未満	0.3
1 以上 2.5 未満	0.2
2.5 以上 5 以下	0.1

9 操作

9.1 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、あらかじめ炭酸ナトリウム (6.7) 0.50 g を入れたるつぼ (7.1) に移し入れ、過

酸化ナトリウム (6.8) 2 g を加えて、スパチュラなどでよく混合する。

- b) るつぼを揺り動かしながらバーナーで加熱し、融成物が桜桃色 (cherry red) を呈して透明になるまで融解する。るつぼを熱源から降ろし、揺り動かしながるつぼの内壁に融成物の膜を作る。

注記 対応国際規格では、メッセルバーナーの弱火で加熱すると規定している。

- c) るつぼを乾燥したビーカー (250 mL) に入れ、冷却する。時計皿で覆って、るつぼに水約 10 mL を加える。反応が止まった後、溶液をビーカーに受け、水約 10 mL でるつぼを洗う。洗液もビーカーに受ける。るつぼを塩酸 (1+1) (6.2) 20 mL で洗い、最後に水で洗ってビーカーから取り出す。洗液は、ビーカーに受ける。ビーカーの溶液を、水で約 70 mL にうすめる。

9.2 妨害元素の除去

妨害元素の除去操作は、次による。

- a) 9.1 c) のビーカーを加熱して沸騰させる。水酸化物が完全に沈殿するまでアンモニア水 (1+1) (6.5) を滴加する (pH 6.5 とする)。

- b) 加熱して 1 分間沸騰させ、直ちにろ紙 (5 種 A) を用いてろ過し、ろ紙及び沈殿を熱塩化アンモニウム溶液 (6.10) で 5 回、次に熱水で 5 回洗浄する。このときのろ液及び洗液は、捨てる。

水酸化物の沈殿を含むろ紙を元のビーカーの内壁に広げて載せ、熱水を射水して沈殿を洗い落とす。熱塩酸 (1+1) 25 mL でろ紙を洗浄し、最後に熱水を射水して洗浄し、ろ紙は、捨てる。

- c) 時計皿で覆って、加熱して沸騰させる。時計皿の下面及びビーカーの内壁を水で洗って、時計皿を取り除く。20 °C 以下に冷却し、水で液量を 50 mL とする。

- d) 以降、水も含めて全ての試薬を 20 °C 以下に冷却して e) までの抽出操作を行う。

c) の溶液を 250 mL の分液漏斗へ移す。水 25 mL でビーカーを洗浄し、洗液を分液漏斗に移す。クペロン溶液 (6.13) 20 mL を加えて、軽く混合した後、クロロホルム (6.12) 20 mL を加える。1 分間激しく振り混ぜる。静置して二層に分離した後、下層の有機相を捨てる。

水相の表面にクペロン塩を認めた場合は、クロロホルム 5 mL を加えて沈降させる。試料のはかりとり量によって、表 3 に従ってクペロン溶液及びクロロホルムを用いた 2 回目以降の抽出操作を追加する。

表 3—追加の抽出及び抽出液量

試料のはかりとり量 g	第 2 回目の抽出		第 3 回目の抽出	
	クペロン溶液 mL	クロロホルム mL	クペロン溶液 mL	クロロホルム mL
0.3	20	20	15	20
0.2	15	20	—	—
0.1	10	20	—	—

- e) 追加の抽出操作後の水相に、クロロホルム 20 mL を 2 回続けて加え、1 分間激しく振り混ぜる。静置して二層に分離した後、下層の有機相を捨てる。分液漏斗の脚部をろ紙で拭いて、有機相を除去する。

水相をビーカー (250 mL) に移し、塩酸 (1+5) (6.2) 約 5 mL で分液漏斗を洗って、洗液を水相と合わせる。

- f) e) の溶液を加熱して数分間沸騰させる。時計皿で覆って、少し冷却した後、硝酸 (6.3) 5 mL 及び過塩素酸 (6.4) 10 mL を加える。加熱して、乾固に近い状態まで蒸発させる。冷却した後、塩酸 (1+1) を 10 mL 加える。加熱して塩類を溶解した後、水 50 mL を加え、加熱して沸騰させる。

直ちにろ紙（5種A）を用いてろ過し、沈殿及びろ紙を熱水で2、3回洗浄する。このときのろ液及び洗液は、ビーカー（500 mL）に受け、冷却する。

9.3 滴定

滴定操作は、次による。

- a) 9.2 で得た溶液に、アルミニウム含有量に対して過剰（25 mL で十分である。）の 0.01 mol/L EDTA2Na 溶液（6.14）をピペットで加える。水酸化ナトリウム溶液（100 g/L）（6.6）を滴加して、pH 計（7.3）を用いて溶液の pH を 2.5 に調節した後、水酸化ナトリウム溶液（10 g/L）（6.6）を滴加して pH を 4 に調節する。
- b) a) の溶液を水で 100 mL にうすめ、加熱して 10 分間静かに沸騰し続ける。
冷却した後、酢酸緩衝液（6.11）15 mL 及びキシレノールオレンジ溶液（6.16）約 0.3 mL を加え、マグネチックスターラー（7.2）を用いて、溶液をかき混ぜる。引き続き、溶液をかき混ぜながら 0.01 mol/L 亜鉛溶液（6.15）を滴加する。溶液の色が桃色を呈して 30 秒間消えない点を終点とする。
- c) ふっ化アンモニウム溶液（6.9）10 mL を加え、加熱して 10 分間静かに沸騰し続ける。冷却した後、キシレノールオレンジ溶液約 0.1 mL を加え、マグネチックスターラーを用いて、溶液をかき混ぜながら 0.01 mol/L 亜鉛溶液を滴加して、遊離した EDTA と反応させる。溶液の色が桃色を呈して 30 秒間消えない点を終点として、c) で使用した 0.01 mol/L 亜鉛溶液の量（ V_1 ）を求める。

10 空試験

試料を用いなくて、9.1～9.3 の手順に従って、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) **アルミニウム含有率の計算** 9.3 及び簡条 10 で得た、0.01 mol/L 亜鉛溶液（6.15）の使用量（mL）から、試料中のアルミニウム含有率を、次の式によって算出する。

$$Al = \frac{(V_1 - V_2) \times 0.02698 \times f}{m} \times 100$$

ここで、

Al : 試料中のアルミニウム含有率 [質量分率 (%)]
 V_1 : 9.3 で得た、0.01 mol/L 亜鉛溶液の使用量 (mL)
 V_2 : 簡条 10 で得た、0.01 mol/L 亜鉛溶液の使用量 (mL)
 f : 0.01 mol/L 亜鉛溶液のファクター
 m : 簡条 8 ではかりとった試料の量 (g)

- b) **酸化アルミニウム含有率の計算** 試料中の酸化アルミニウム含有率の計算は、アルミニウム含有率から次の式によって算出する。

$$Al_2O_3 = 1.8895 \times Al$$

ここで、

Al_2O_3 : 試料中の酸化アルミニウム含有率 [質量分率 (%)]
 Al : 試料中のアルミニウム含有率 [質量分率 (%)]

12 許容差

許容差は、表 4 による。

表 4—許容差

アルミニウム含有率	単位 質量分率 (%)	
	併行許容差 (<i>r</i>)	室間許容差 ^{a)} (<i>P</i>)
0.3 以上 3.5 以下	$f(n) \times [0.0104 \times (Al) + 0.0060]$	$f(n) \times [0.0134 \times (Al) + 0.0102]$
<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、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、(<i>Al</i>) は、許容差を求めるアルミニウム定量値の平均値 [質量分率 (%)] である。</p> <p>注記 この表の許容差計算式は、アルミニウム含有率 (質量分率) 0.36% 以上 3.50% 以下の試料を用いた国際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 8220-1		ISO 6830 : 1986, (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。	—
6.14 6.15 6.16	4.18 4.17 4.16	変更	JIS は、滴定液及び指示薬の調製に JIS K 8001 を引用しているが、技術的な差異はない。	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。	—
—	7.2	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。	—
—	7.3	削除	ISO 規格は、はかり通りの最小読取値を 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。
9.1	7.4.1	変更	ISO 規格は、融解操作を“メッセルバーナーの弱火で”行うと規定し、JIS は、これを、“バーナーで”行うと規定している。技術的な差異はない。	—
11	8.1	追加	JIS は、亜鉛溶液のファクターの項を計算式に記載している。ISO 規格は、これを明記していない。	ISO 規格の改訂時に、追記することを提案する。
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。	—

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
—	8.2.3	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、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。 				