

規格番号	JIS M 8202
規格名称	鉄鉱石—分析方法通則
担当主査名	井田 巖

1. 改正の背景・目的

今回の改正では、2015 年の改正後の個別規格制改正を通じて確認された、見直すべき点及び通則に記載すべき事項を反映させた。この間、**JIS Z 8101-1**（統計—用語及び記号—第 1 部：一般統計用語及び確率で用いられる用語）、**JIS K 0116**（赤外分光分析通則）、**JIS K 0050**、及び **JIS K 0115**（吸光光度分析通則）が改正された。この規格は、次のような点を修正し、**JIS Z 8301:2019**（規格票の様式及び作成方法）の様式に従って作成した。

2. 改正ポイント

主な改正点は以下の通り。

該当箇条・箇条題名など		主な改正内容
全体構成		- 次の箇条を、新たに記載した。 7 定量値の計量計測トレーサビリティ 8 試験結果の報告 9 鉄鉱石分析法規格の様式。 - 個別規格の作成における参考情報を、附属書として新たに記載した。
2	引用規格	・ JIS K 0067 , JIS K 0970 を引用した。
3	用語及び定義	- 次の用語の定義を、新たに記載した [冷（接頭語）、赤外線吸収法及び認証標準物質]。 - 次の用語の定義の記載を変更した [空試験、審判分析、熱（接頭語）、温（接頭語）、分析用試料、分析試料、吸湿性の強い鉄鉱石、吸湿性の弱い鉄鉱石、事前乾燥試料及び大気平衡試料]。
4.1	共通一般事項	- 次の事項を、新たに記載した [ピストン式ピペット、酸化鉄（Ⅲ）、原液及び標準液、時計皿の使用、恒量、含有率の算出基準、許容差式の計算、及び数値の丸め方]。 - 次の共通一般事項の記載を変更した（はかり）。
5	試料の採取、調製及び取扱い	- 試験室試料の調製粒度の記載を、“粒度 XX μm 以下” から“最大粒度 XX μm”に変更した。 - 分析試料のはかりとり方法の記載を、分析試料の調製と分析試料のはかりとりとに分けた。
6.4	分析値の精確さの検討	・ 真度の検討に使用した認証標準物質の認証書に、不確かさの値だけが記載されている場合の、対標準物質許容差を求める式を追加した。

日本産業標準調査会：「産業標準案等審議・審査ガイドライン」に適合しているか否かの評価

「国家標準とすることの妥当性の判断基準」

- 産業標準化の利点があると認める場合の項目（裏面参照）：ア，イ，ウ，エ
- 産業標準化の欠点があると認める場合の項目（裏面参照）に該当しないことの確認：☒ 確認 未確認

「国が主体的に取り組む分野の判断基準」及び「市場適合性に関する判断基準」

- ☒ 国が主体的に取り組む分野に該当している 又は 市場適合性を有している
- 国が主体的に取り組む分野に該当する場合の項目（裏面参照）：1
- 市場適合性を有している場合の項目（裏面参照）：

1. 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
2. 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。
4. 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
5. 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
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	4
4.1 共通一般事項	4
4.2 個別一般事項	6
5 試料の採取、調製及び取扱い	6
5.1 試験室試料の採取及び調製	6
5.2 分析用試料の調製	6
5.3 分析試料の調製	6
5.4 分析試料のはかりとり	7
6 分析値のまとめ方	8
6.1 分析回数	8
6.2 空試験	8
6.3 分析値の表示	8
6.4 分析値の精確さの検討	8
6.5 分析値の採択	10
7 定量値の計量計測トレーサビリティ	11
8 試験結果の報告	11
9 鉄鉱石分析法規格の様式	12
附属書 A（参考）鉄鉱石分析法規格の規格作成における参考情報	13
附属書 B（規定）国際一致規格で引用された ISO 規格による規定の取扱い	19

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 8202:2015** 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。

鉄鉱石—分析方法通則

Iron Ores — General rules for chemical analysis

1 適用範囲

この規格は、日本産業規格（JIS）の鉄鉱石の各成分定量方法及び分析方法を規定した規格（以下、鉄鉱石分析法規格という。）における鉄鉱石の分析方法に関する一般事項について規定する。

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 0050 化学分析方法通則

JIS K 0067 化学製品の減量及び残分試験方法

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 0115 吸光光度分析通則

JIS K 0116 発光分光分析通則

JIS K 0117 赤外分光分析通則

JIS K 0119 蛍光X線分析通則

JIS K 0121 原子吸光分析通則

JIS K 0557 用水・排水の試験に用いる水

JIS K 0970 ピストン式ピペット

JIS M 8250 鉄鉱石—分析用試料の吸湿水定量方法—重量法、カールフィッシャー滴定法及び乾燥減量法

JIS M 8700 鉄鉱石及び還元鉄—用語

JIS M 8702 鉄鉱石—サンプリング及び試料調製方法

JIS R 3503 化学分析用ガラス器具

JIS R 3505 ガラス製体積計

JIS Z 2616 金属材料の硫黄定量方法通則

JIS Z 8101-1 統計—用語及び記号—第1部：一般統計用語及び確率で用いられる用語

JIS Z 8401 数値の丸め方

JIS Z 8402-1 測定方法及び測定結果の精確さ（真度及び精度）—第1部：一般的な原理及び定義

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

ISO 7764, Iron ores — Preparation of predried test samples for chemical analysis

3 用語及び定義

この規格及び鉄鉱石分析法規格の各規格（以下、個別規格という。）で用いる主な用語及び定義は、次によるほか、JIS K 0050, JIS M 8700, JIS Z 8101-1 及び JIS Z 8402-1 による。

注記 1 JIS K 0050 の箇条 3（用語及び定義）には、JIS K 0211, JIS K 0212, JIS K 0213, JIS K 0214, JIS K 0215 及び JIS K 0216 の分析化学用語の各規格が引用されているので、この規格でもこれら分析化学用語の各規格の定義が適用される。

注記 2 個別規格における操作の記載は、附属書 A の A.5 に記載されている。

3.1

空試験

一般に試料を用いないで、試料を用いたときと同様の操作を、試料と併行してする試験

注釈 1 JIS K 0211 では、“一般に試料を用いないで、試料を用いたときと同様の操作をする試験”と定義している。

注釈 2 個別規格の、吸光光度分析法、原子吸光分析法などの検量線を作成する方法においては、試料の代わりに純度の高い酸化鉄（III）[4.1 g] を用いて、試料を用いたときと同様の操作を、試料と併行してする試験をいう。

注釈 3 空試験によって調製した試験用溶液を、空試験液という。

3.2

ゼロメンバー

検量線用溶液において、分析対象成分の標準液を添加していない溶液

3.3

熱（接頭語）

水、酸などの溶液試薬を、60 °C 以上の温度とした状態（に用いる接頭語）

注釈 1 “熱硝酸”などのように用いる。

3.4

温（接頭語）

水、酸などの溶液試薬を、40 °C～60 °C の温度とした状態（に用いる接頭語）

注釈 1 “温硝酸（2+100）”などのように用いる。

3.5

冷（接頭語）

水、酸などの溶液試薬を、15 °C 以下の温度とした状態（に用いる接頭語）

注釈 1 “冷塩酸（2+100）”などのように用いる。

3.6

赤外線吸収法

試料中の分析対象成分を、ガス状化合物に変換して分析セルに送り、そのガス状化合物による赤外線吸収量を測定して、分析対象成分の定量を行う方法

例 鉄鉱石中の硫黄定量法では、試料を助燃剤とともに高周波加熱炉中の酸素気流中で加熱して、硫

黄を二酸化硫黄に変換する。これを、酸素気流で赤外線吸収検出器に導き、赤外線吸収量の変化を測定する。

3.7

分析用試料

試験室試料から、化学分析の規定条件に合致するように調製した試料

注釈 1 調製方法は、5.2 による。

3.8

分析試料

特定の分析に供するように調製した、分析用試料 (3.7) の一部又は全部

注釈 1 調製方法は、5.3 による。

注釈 2 個別規格では“試料”と記載される。

3.9

吸湿性の強い鉄鉱石

化合水含有率（質量分率）2.5 %以上、硫黄含有率（質量分率）0.2 %以上、又は金属鉄を含む鉄鉱石

注釈 1 “化合水又は酸化しやすい化合物の含有率が著しく高い鉱石”と記載している規格もある。

注釈 2 含有率のガイドラインは、ISO 7764 による。

3.10

吸湿性の弱い鉄鉱石

吸湿性の強い鉄鉱石 (3.9) 以外の鉄鉱石

3.11

事前乾燥試料

分析用試料 (3.7) を、 (105 ± 2) °Cの空气中で約 2 時間乾燥した試料

注釈 1 調製方法は、5.3.1 による。

3.12

大気平衡試料

分析用試料 (3.7) を、実験室の大気雰囲気と平衡とさせた試料

注釈 1 調製方法は、5.3.2 による。

3.13

審判分析

鉄鉱石の売主と買主との間で、分析値に契約に定められた値以上の差が生じたときに、双方が合意して選択した第三者機関が実施する分析

3.14

室内再現条件

同一とみなせる分析試料 (3.8) について、同一方法、同一試験室、同一分析者かつ同一装置によって、異なる 2 日で独立した分析結果を得る測定の条件

注釈 1 検量線を作成する場合は、日ごとに検量線用溶液の調製から行う。

注釈 2 鉄鉱石分析法規格における“室内再現条件”とは、JIS Z 8402-3 に規定された“中間条件”に相当する。

注釈 3 室内再現条件で得られた二つの分析結果の差（絶対値）が、その値以下になることが、95 %の確率で期待される値を、室内再現許容差と呼び、 R_d で表す。室内再現許容差を、室内許容差と記載している個別規格がある。

3.15

室間許容差

室内再現条件（3.14）で得た二つの分析結果の平均値の2試験室間の差（絶対値）が、その値以下になることが95 %の確率で期待される値

注釈 1 室間許容差は、 P で表し、審判分析（3.13）で用いられる。

注釈 2 この室間許容差 P は、鉄鉱石の分析に特有な用語で、JIS の鉄及び鋼の各成分定量方法及び分析方法を規定した規格（以下、鉄鉱石分析法規格という。）で使用される室間再現許容差とは異なる。鉄鋼分析法規格の室間再現許容差は、各試験室での1回の分析値が判定対象となるが、鉄鉱石の室間許容差 P は、各試験室における室内再現条件下での2回の分析値の平均値が判定対象となる。

3.16

認証標準物質、CRM（certified reference material）

国家又は団体の標準化機関による裁定のもとに化学成分値が認証された標準物質

4 一般事項

4.1 共通一般事項

鉄鉱石分析法規格に共通な一般事項は、次によるほか、JIS K 0050 による。

- a) **引用された ISO 規格による規定の取扱い** 鉄鉱石分析法規格の中で、国際一致規格として作成された規格において、引用された ISO 規格による規定の取扱いは、附属書 B による。
- b) **全量ピペット及びビュレット** 鉄鉱石分析法規格で用いる全量ピペット及びビュレットは、特に指定がない場合は、JIS R 3505 のクラス A のものを用いる。ただし、JIS K 0050 の附属書 I（体積計の校正方法）によって校正した場合は、クラス B のものを用いてもよい。

なお、自動ビュレットは、自動ビュレットによる指定滴加量の繰り返し測定（体積換算値）の標準偏差の2倍の値が、JIS R 3505 で規定している、その指定滴加量（体積）でのクラス A の許容誤差内であれば、全量ピペット及び／又はビュレットの代わりに使用してもよい。
- c) **ピストン式ピペット** 鉄鉱石分析法規格で用いるピストン式ピペットは、特に指定がない場合は、JIS K 0970 の空気置換式（type A）を用いる。
- d) **全量フラスコ** 鉄鉱石分析法規格で用いる全量フラスコは、特に指定がない場合は、JIS R 3505 のクラス A の受用を用いる。ただし、JIS K 0050 の附属書 I（体積計の校正方法）によって校正した場合は、クラス B のものを用いてもよい。
- e) **はかり** 分析試料などのはかりとりにはかりは、特に指定がない場合は、最小読取値が 0.1 mg 以下で、国家標準とトレーサビリティが得られている分銅によって校正された、化学はかり又は電子はかりとする。なお、赤外線吸収法に用いるのはかりは、1 mg の桁までの読取値でよい。
- f) **水** 鉄鉱石分析法規格で定量操作に用いる水は、特に指定がない場合は、JIS K 0557 に規定する種別 A3 又は A4 の水を用いる。
- g) **酸化鉄（Ⅲ）** 検量線用溶液の調製、又は空試験に用いる酸化鉄は、定量成分の含有率（質量分率）が定量範囲下限値の 1/10 未満¹⁾であることが保証されているか、又は定量範囲下限以下で値が特定さ

れている²⁾ものを用いる。保証された値としては、認証値（不等号で示された値を含む）が望ましい。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³⁾。

妥当性の確認は、対象元素の定量下限に近い含有率（質量分率）の認証値が得られている認証標準物質を定量し、認証値と差がない定量値が得られていれば、併行して定量した酸化鉄の定量値は妥当であるとする。定量下限の 1/10 未満であることも、同様に妥当性が示されることで保証されているとする。

注¹⁾ 具体的な含有率（質量分率）を記載している個別規格がある。

注²⁾ “含有率ができるだけ低く、かつ既知であるもの”と記載している個別規格がある。

注³⁾ 認証標準物質の参考値、妥当性が確認された、酸化鉄の試薬の製造業者による表示値などがある。

- h) **原液及び標準液** 鉄鉱石分析法規格で用いる各元素の原液及び／又は標準液の調製方法は、基本的には高純度金属、高純度金属酸化物又は高純度化合物を、適切な酸、アルカリ、融剤又は水で分解して調製した液を用いることが、個別規格で規定されている。

市販されている金属標準液は、次を満たす場合は、これを個別規格で規定している原液及び／又は標準液の代わりに用いてもよい。

- 濃度が、個別規格で規定されている原液又は標準液と同レベル。
- トレーサビリティがとれている。
- 分解及び調製に用いた試薬以外の混入がなく、かつ、用いた試薬が定量に影響を及ぼさない。

個別規格で規定している濃度は、市販標準液に記載されている濃度又はファクターで補正して用いる。

標準液は、原液又は他の標準液をうすめて調製する。原液又は他の標準液の採取量は、少なくとも 2 mL 以上とし、5 mL 以上採取することが望ましい。

- i) **時計皿の使用** 時計皿は、使用するビーカーと同じ材質とし、次の手順で使用することを推奨する。時計皿は、この手順によって使用されるものとして、個別規格には手順の詳細を記載しなくてもよい。この手順は、各成分の原液、標準液及び検量線用溶液の調製にも適用される。

- 1) 時計皿で蓋をしたビーカーを、試料の個数分（標準試料及び空試験用も含む。）準備する。
- 2) はかりとった試料は、時計皿を外してビーカーに移し入れ、再び時計皿で覆い蓋とする。
- 3) ビーカーに分解酸を入れるときは、時計皿をずらして、その隙間から分解酸を注ぐ。分解による発泡が始まる前に、時計皿を元の位置に戻す。
- 4) 初期操作として、試料を酸で分解する間は、時計皿は蓋として用いる。
- 5) 分解後に、次の操作を行わない場合は、時計皿の下面を水又は温水で洗って時計皿を取り除く。洗液は、溶液に合わせる。

- 5.1) 溶液を、濃縮する場合は、濃縮前の溶液量と濃縮後の溶液量とを考慮して、時計皿をずらしてビーカー上部に適正な開放部を作り、溶液を加熱し蒸発させる。上部を完全に開放して蒸発速度を上げる場合は、あらかじめ取り除く。この際、時計皿の下面を水又は温水で洗い、洗液は溶液に合わせる。

濃縮処理が終了し、放冷又は冷却する間は、時計皿を蓋として用いる。放冷又は冷却した後、時計皿の下面を水又は温水で洗って時計皿を取り除く。洗液は、溶液に合わせる。

- 5.2) 溶液を、乾固又は乾固寸前の状態まで加熱する場合は、時計皿をあらかじめ取り除く。この際、時計皿の下面を水又は温水で洗い、洗液は溶液に合わせる。

乾固処理が終了し、加熱を止めた後、時計皿を蓋として用い、放冷又は冷却する。放冷又は冷却した後、時計皿の下面を水又は温水で洗って時計皿を取り除く。洗液は、溶液に合わせる。

- 5.3) 過塩素酸の白煙処理をする場合は、あらかじめ時計皿を取り除くか、又は時計皿をずらしてピーカー上部に適正な開放部を作り、過塩素酸を入れて加熱する。時計皿で覆ったまま加熱してもよい。あらかじめ時計皿を取り除く場合は、時計皿の下面を水又は温水で洗い、洗液は溶液に合わせる。

塩酸、硝酸などが蒸発して過塩素酸の白煙の発生が始まったら、再び時計皿で覆って加熱を続けて白煙処理を行う。規定時間の白煙処理が終了し、放冷した後、時計皿を取り除く。この際、時計皿の下面を水又は温水で洗い、洗液は溶液に合わせる。

- 5.4) 硫酸又はりん酸の白煙処理をする場合は、5.3)の過塩素酸の代わりに硫酸又はりん酸を用い、5.3)と同様に操作する。硫酸白煙の場合、析出した塩類で突沸するおそれがあるので、その操作については、個別規格の規定に従う。

- j) **恒量** 化学分析操作において、同一条件の下で、物質を加熱・放冷・ひょう量などの操作を繰り返したとき、前後の質量の計量差が規定の値以下となった状態。操作条件、及び計量差の値は、個別規格による。個別規格に規定がない場合は、JIS K 0067 の 2.2.4 (恒量) を適用する。
- k) **含有率の算出基準** 鉄鉱石の各成分の含有率は、105 °Cで乾燥した試料の質量を基準として求める。そのため、105 °Cで乾燥するか、又は105 °Cで乾燥したときに揮散する水分量を補正して、分析試料のはかりとり量を決定する。
- l) **許容差式の計算** 鉄鉱石分析法規格には、許容差式に $D(n)$ の符号を用いている個別規格がある。許容差の計算における $D(n)$ の値には、JIS Z 8402-6 の表 1 [許容範囲の係数 $f(n)$] に示されている $f(n)$ の値を代入する。 n 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とする。また許容差式の成分含有率の項には、計算対象となる分析値の平均値を代入する。
- m) **数値の丸め方** 鉄鉱石分析法規格における数値の丸め方は、JIS Z 8401 の規則 A による。

4.2 個別一般事項

各分析方法における一般事項は、JIS K 0113, JIS K 0115, JIS K 0116, JIS K 0117, JIS K 0119, JIS K 0121 又は JIS Z 2616 による。

5 試料の採取、調製及び取扱い

5.1 試験室試料の採取及び調製

試験室試料は、ロットの鉄鉱石を JIS M 8702 によって採取及び縮分し、最終的に次のいずれかに調製し、適切な容器に入れる。

- a) **吸湿性の強い鉄鉱石** 最大粒度 160 μm のものを 100 g 以上。
b) **吸湿性の弱い鉄鉱石** 最大粒度 100 μm のものを 50 g 以上。

5.2 分析用試料の調製

分析用試料は、試験室試料を十分に混合し、分析回数及び個別規格に規定している試料はかりとり量などを考慮して、必要な量を試験室試料からインクリメント縮分を行って分け取る。

5.3 分析試料の調製

5.3.1 事前乾燥試料の調製

- a) **吸湿性の弱い鉄鉱石、又は吸湿性の強い鉄鉱石で成分含有率（質量分率）が 10 %未満の場合** 分析用試料（5.2）を、磁器製の平底蒸発皿などに薄く広げて、 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ の空气中で約 2 時間乾燥し、デシケーター中で常温まで放冷する。
- b) **吸湿性の強い鉄鉱石で成分含有率（質量分率）が 10 %以上の場合** 分析用試料（5.2）から、個別規格に規定している試料はかりとり量をはかりとる。このはかりとりには、上皿はかりなどを用いてもよい。これを、蓋が外すり合わせで内容積が 30 mL 以下の適切なはかり瓶に入れ、蓋をせずに $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ の空气中で約 2 時間乾燥する。乾燥した後、直ちに蓋をして、デシケーター中で常温まで放冷する。放冷時間は 30 分間程度を目安とする。

なお、試料が酸化するおそれがある場合は、窒素又はアルゴン雰囲気中で乾燥する。

5.3.2 大気平衡試料の調製

分析用試料（5.2）を、不活性なトレイに 0.1 g/cm^2 を超えないように薄く広げ、2 時間以上放置して、実験室の大気雰囲気と平衡とさせた後、十分に混合する。

5.4 分析試料のはかりとり

分析試料は、5.3 で得た事前乾燥試料又は大気平衡試料から、個別規格に規定している試料はかりとり量をはかりとり、その質量を 0.1 mg の桁まで読み取る。ただし、赤外線吸収法においては、 1 mg の桁までの読み取りでよい。

分析試料のはかりとり方法は、次のいずれかによる。

- a) **吸湿性の弱い鉄鉱石、又は吸湿性の強い鉄鉱石で成分含有率（質量分率）が 10 %未満の分析試料**

この区分に属する分析試料は、事前乾燥試料 [5.3.1 a)] から、個別規格に規定している試料はかりとり量を、はかりを用い 0.1 mg の桁まで正確にはかりとって、分析試料のはかりとり量とするか、又は b) に規定する方法ではかりとる。

- b) **吸湿性の強い鉄鉱石で成分含有率（質量分率）が 10 %以上の分析試料**

この区分に属する分析試料は、次のいずれかの方法ではかりとる。

1) 乾燥方法によるはかりとり

- 1.1) 事前乾燥試料 [5.3.1 b)] を入れたはかり瓶の蓋を開け、再び閉じた後、はかりを用い 0.1 mg の桁まで正確に質量をはかる。
- 1.2) はかり瓶内の試料を個別規格に指定した容器（ビーカー、るつぼなど）に移し、直ちに再度はかり瓶の蓋を閉じて質量をはかり、その減量を分析試料のはかりとり量とする。

2) 吸湿水補正方法によるはかりとり

- 2.1) 大気平衡試料（5.3.2）から、個別規格に規定している試料はかりとり量を、はかりを用い 0.1 mg の桁まで正確にはかりとる。吸湿水含有率（質量分率）が 1 %以上と予想される試料については、予想吸湿水含有率を補正した量をはかりとるのが望ましい。
- 2.2) この大気平衡試料の吸湿水含有率（HM）を、JIS M 8250 によって求め、次の式によって、はかりとった分析試料の質量を乾燥質量（MCM）に補正して、分析試料のはかりとり量とする。

$$MCM = m - \left(m \times \frac{HM}{100} \right)$$

ここで、

m : 補正前の試料のはかりとり量 (g)
 HM : 大気平衡試料の吸湿水含有率 [質量分率 (%)]
 MCM : 分析試料の乾燥質量 (g)

6 分析値のまとめ方

6.1 分析回数

分析は、同一分析試料について室内再現条件 (3.14) で 2 回実施する。

6.2 空試験

分析においては、個別規格に空試験の規定がなくとも、全操作を通じて空試験 (3.1) を行い、分析値を補正する。

6.3 分析値の表示

分析値は、分析試料の質量に対する質量分率 (%) で表し、分析対象成分によって、次に規定する表示の桁に丸める。なお、個別規格に規定がある場合は、それに従う。

なお、1 ロットの鉄鉱石の成分品位を、複数の分析所の分析値から決定する場合は、各分析所の分析値を、a)～c) に規定する表示桁数を一つ下に増やして丸める、又は、個別規格に規定する方法で一つ下の桁まで求める。

成分品位は、質量分率 (%) で表し、対象成分及びその含有率によって、次に規定する表示の桁に丸める。

- a) 小数点以下 2 桁まで表示する成分 全鉄、酸可溶性鉄(II)、化合水、けい素、マンガン、チタン、アルミニウム、カルシウム、及びマグネシウム。
- b) 小数点以下 3 桁まで表示する成分 コバルト、鉛及びビスマス。
- c) 質量分率 (%) によって異なる成分 表 1 による。

表 1—分析値の表示桁数の成分含有率による区分

成分名	単位 質量分率 (%)		
	小数点以下の表示桁数		
	4 桁	3 桁	2 桁
りん	—	1 未満	1 以上
硫黄			
銅			
ニッケル		0.1 未満	0.1 以上
クロム			
バナジウム			
すず			
亜鉛			
ナトリウム	0.01 未満	0.01 以上	—
カリウム			
ひ素			

試料中の成分含有率を、酸化物含有率で表す場合は、元素含有率に個別規格に規定された換算係数を乗じて求める。酸化物含有率を報告値とする場合は、丸めを行っていない元素含有率から酸化物含有率を求めた後、6.5 によって最終報告値を求める。

6.4 分析値の精確さの検討

6.4.1 真度の検討

真度の検討は、次による。

- a) 分析試料と、分析操作の変更を必要としない程度に性質が近似し、認証値が分析試料の予想含有率に近い認証標準物質を一つ選ぶ。
- b) 選んだ認証標準物質を、試料はかりとり量及び定量操作を分析試料と同一とし、分析試料と並行して分析する⁴⁾。

注⁴⁾ この操作を、チェック分析 (check test) と記載している、鉄鉱石分析方法の ISO 規格がある。

- c) 得た認証標準物質の分析結果とその認証値との差の絶対値を、採用した分析方法の対標準物質許容差と比較する。

差の絶対値が、対標準物質許容差の判定値以下であれば、同時に分析して得た分析試料の分析値の真度は、満足できるものと判断する。

- d) 対標準物質許容差は、個別規格に規定されている場合はそれに従う。規定されていない場合は、次のいずれかの方法によって求める。

- 1) 使用した認証標準物質の認証書に個々のデータが記載され、認証値決定時の分析値の標準偏差が求められる場合は、式(1)によって求める。

$$C=2\sqrt{\frac{s_{Lc}^2 + \frac{s_{wc}^2}{n_{wc}}}{N_c} + \sigma_L^2 + \frac{\sigma_d^2}{n}} \dots\dots\dots (1)$$

ここで、

- C : 対標準物質許容差 [質量分率 (%)]
 真度検討に用いた認証標準物質の認証値を決定した、各分析室の分析値の標準偏差 [質量分率 (%)]
 s_{Lc} : 認証値を決定した、各分析室の室内標準偏差 [質量分率 (%)]
 s_{wc} : 認証値を決定した、各分析室の室内標準偏差 [質量分率 (%)]
 n_{wc} : 認証値を決定した、各分析室の平均分析回数
 N_c : 認証値の決定に参加した、分析室数
 n : 認証標準物質の真度検討のための分析回数
 σ_d : 対象個別規格で規定している室内標準偏差
 室内許容差又は室内再現許容差しか規定していない個別規格においては、許容差計算式に認証値を代入し、 $D(n)$ 又は $f(n)$ の値を1として求めた値
 σ_L : 対象個別規格で規定している室間標準偏差
 室間許容差しか規定していない個別規格においては、次の式による
 $\sigma_L = \sqrt{\sigma_x^2 - \sigma_d^2/2}$
 σ_x : 室間許容差しか規定していない個別規格において、許容差計算式に認証値を代入し、 $D(n)$ 又は $f(n)$ の値を1として求めた値
 σ_d : 上による

- 2) 使用した認証標準物質の認証書に個々のデータの記載がなく、不確かさの値だけが記載されている場合は、式(2)によって求める。

$$C=2\sqrt{\left(\frac{U_{CRM}}{k}\right)^2 + \sigma_L^2 + \frac{\sigma_d^2}{n}} \dots\dots\dots (2)$$

ここで、

- U_{CRM} : 使用した認証標準物質の認証値の不確かさ

k : 包含係数

注記 包含係数は、JIS K 0211 に定義され、拡張不確かさを得るために合成標準不確かさに乗ずる係数。通常は 2～3 の値。

6.4.2 室内分析精度の検討

同一分析室において、同一分析試料を室内再現条件で 2 回分析して得た、2 個の分析結果の差の絶対値が、個別規格に規定している室内許容差又は室内再現許容差 (R_d) 以下であれば、この 2 個の分析結果の間に異常な差はないものと判断する。

6.4.3 室間分析精度の検討

二つの異なる分析室において、同一分析試料をそれぞれ室内再現条件で 2 回分析し、6.5 によって得た各分析室の分析値の差の絶対値が、個別規格に規定している室間許容差 (P) 以下であれば、この二つの分析室の分析結果の間に異常な差はないものと判断する。

6.4.4 許容差の判定方法

対標準物質許容差の判定は、分析結果の報告桁数を、用いた認証標準物質の認証値の表示桁数に合わせてから、認証値との差を求めて比較する。ただし、分析結果の報告桁数が少なく、認証値の表示桁数に合わせるできない場合は、認証値及び許容差の判定値を分析結果の報告桁に丸めて比較する。

室内再現許容差及び室間許容差の判定は、各々の分析結果の報告桁数を、報告桁数が一番少ない結果に合わせてからその差を求め、許容差の判定値もこれに桁数を合わせて丸めて比較する。

許容差を分析結果の報告桁に丸めるとゼロとなる場合は、その報告桁の値が 1 となる値を許容差とする。

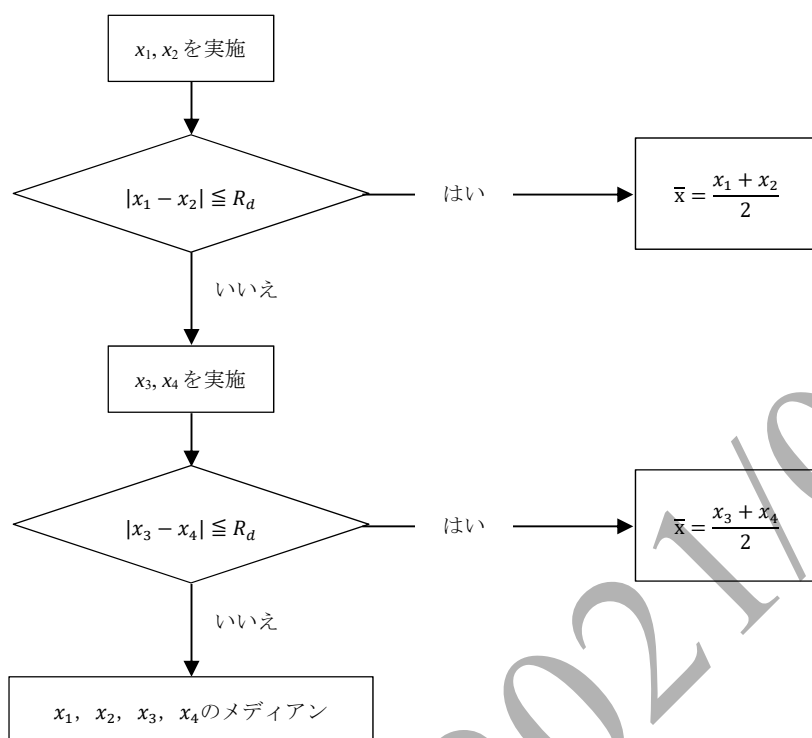
6.5 分析値の採択

6.5.1 真度による採択

分析結果が、真度の検討 (6.4.1) を満足した場合は、そのとき実施された分析試料の分析結果を採用する。6.4.1 を満足しなかった場合は、分析結果を採用せず、改めて分析をやり直す。分析結果が再度 6.4.1 を満足しなかった場合は、認証標準物質及び／又は分析者を変えるなどの対策をとり、分析結果が採用されるまで分析を繰り返す。

6.5.2 精度による採択

6.5.1 で採用された分析結果の室内再現条件での、2 個の分析結果を求め、図 1 に規定した手順で分析結果の算術平均値又はメディアン (中央値) を分析値として採択し、6.3 によって表示する。なお、個別規格に規定がある場合は、それに従う。



記号説明

x_1, x_2, x_3, x_4 : 分析結果
 $\bar{x}$: 算術平均
 R_d : 室内再現許容差

図 1 - 分析値の採択手順フローシート

7 定量値の計量計測トレーサビリティ

鉄鉱石分析法規格の分析方法によって得た定量値（質量分率）が、真度の検討（6.4.1）を真度を満足していれば、適用した分析法の国際単位系（SI）への計量計測トレーサビリティが得られている。

なお、蛍光 X 線分析法で得た定量値（質量分率）の計量計測トレーサビリティは、認証標準物質、及び／又は次の標準物質群で作成した検量線を使って分析することで得られる。

- 蛍光 X 線分析法を除く鉄鉱石分析法規格の分析方法で分析して得た標準値をもつ。
- 標準値は、併行して分析した認証標準物質の分析値によって精確さが確認されている。

8 試験結果の報告

試験結果の報告書には、例えば次に示す事項を記載することが望ましい。

- 分析所の名称及び所在地
- 分析実施日
- 試料名
- 試料採取場所及びサンプリング方法

- 前処理方法
- 分析方法（試料採取量，分析の対応する規格又は分析手順，分析条件など）
- 分析結果
- 分析実施者
- 分析環境（温度，湿度，気圧など）
- 定量時に気がついた特記事項及び対応する規格に規定がない操作で，分析試料又は認証標準物質の分析結果に影響を与えているおそれがある操作

9 鉄鉱石分析法規格の様式

鉄鉱石分析法規格は，その細部について**付属書 A**を参照して作成することが望ましい。

附属書 A

(参考)

鉄鉱石分析法規格の規格作成における参考情報

A.1 規格名称

規格名称は、JIS Z 8301 で“前置き要素”－“主要素”－“補完要素”で構成することを推奨している。鉄鉱石分析法規格においては、各要素を次の事項とする。一つの分析対象成分に対して、定量方法を複数規定する場合は、部編成とする。

- － 前置き要素：規格が属する分野（鉄鉱石）
- － 主要素：分析対象成分（○○定量方法）
- － 補完要素：定量方法名称

ただし、同じ分析方法で複数元素を分析する場合は、各要素を次の事項とする。

- － 前置き要素：規格が属する分野（鉄鉱石）
- － 主要素：分析方法（○○分析方法）
- － 補完要素：分析対象成分（○○定量方法）－定量方法名称

定量方法名称は、a)から f)に示す化学分析方法の名称とするが、分離操作が含まれる場合は、次のいずれかを先に付ける。

- － 分析対象成分を分離させる場合：分離させる試薬又は分離される化合物又は単体（以下、化合物という。）、及び方法（操作）の原理を表す語句の後に“分離”を付ける。
- － 定量の妨害成分を分離させる場合：妨害成分名の後に“分離”を付ける。

注記 方法（操作）の原理を表す語句とは、電解、沈殿、共沈、気化、蒸留、抽出、イオン交換、クロマトグラフィーなどをいう。

例 1 分析対象成分を分離させる場合の例 りんバナドタングステン酸抽出分離原子吸光分析法
妨害成分を分離させる場合の例 鉄分離原子吸光分析法

化学分析方法の名称は次によることが望ましい。ただし、対応国際規格がある場合は、その規格の題名と整合させることが望ましい。

a) 重量分析法 重量分析法の名称は、質量をはかる化合物の名称の後に“重量法”を付ける。

b) 滴定法 滴定法の名称は、次のいずれかとする。

- － 容量滴定法：滴定試薬の名称の後に“滴定法”を付ける。なお、電量滴定法と区別する必要がある場合は“容量滴定法”としてもよい。分析対象成分をあらかじめ酸化剤（又は還元剤）で酸化（又は還元）した後、滴定する場合（ただし、逆滴定を除く。）の名称は、上記滴定法の名称の前に、酸化剤（又は還元剤）の名称、及び“酸化”（又は“還元”）を付ける。

逆滴定の場合の名称は、滴定において過剰に加える試薬の名称、及び滴定試薬の名称を中点“・”で結び、その後に“逆滴定法”を付ける。

- － 電量滴定法：滴定試薬の名称の後に“電量滴定法”を付ける。

c) 吸光光度分析法 吸光光度分析法の名称は、次のいずれかとする。

- － 水溶液の呈色を測定する場合：呈色化合物の名称の後に“吸光光度法”を付ける。
- － 呈色化合物を有機溶媒に抽出した後、その有機相の呈色を測定する場合：呈色化合物の名称の後に

抽出吸光光度法”を付ける（抽出に用いる有機溶媒の名称は記載しない。）。

ただし、いずれも呈色化合物が錯体の場合には、錯体を生成させるために加えた錯形成剤の名称とする。複数の錯形成剤を用いて呈色させる場合の名称は、複数の錯形成剤の名称を中点“・”で結び、その後に吸光光度法又は抽出吸光光度法を付ける。

d) 原子吸光分析法 原子吸光分析法の名称は、次のいずれかとする。

- － フレーム原子吸光分析法：“原子吸光分析法”とする。
- － 電気加熱原子吸光分析法：“電気加熱方式原子吸光分析法”とする。

e) ICP 発光分光分析法 ICP 発光分光分析法の名称は、分析対象成分が 3 成分以上ある場合は、分析対象成分を列記せずに、“多元素定量”としてもよい。規格に同一の分析対象成分が複数ある場合は、続く補完要素には、各部の特徴的な内容を示す語句を入れて区別する。

f) その他の分析方法 その他の分析方法の名称は、単元素定量法については、吸光光度分析法、多元素定量法については、ICP 発光分光分析法に準じて付ける。

A.2 適用範囲

適用範囲は、共同実験によって決定することが望ましい。適用範囲の上限値は、共同実験結果で得た許容差が 6.4.4 の各許容差を満たす共同実験試料の最大含有率を適切に丸めた値とし、下限値は、共同実験で得た室間精度式から、相対標準偏差 20 %以下となる最小含有率を適切に丸めた値とするのが望ましい。

共同実験時に、共存元素の影響及び影響除去対策を調査し、影響が除去できない共存元素含有率範囲は、適用範囲から外す。

A.3 要旨

要旨は、次の事項を考慮して、分析方法の概要がわかるよう簡潔に記載する。

注記 JIS Z 8301 では、試験方法には原理・原則を記載してもよいとしており、ISO 規格も原理 (Principle) の箇条がある。鉄鉱石分析法規格では、分析法の原理ではなく要旨を記載し、原理は、可能な限り解説に記載することとしている。

- a) 操作は、主として行う内容を記載し、非定常の操作は省く。“溶液を全量フラスコに移し入れて標線までうすめる。”などの標準操作の記載も省く。反応式、分離、滴定などにおいて特定元素が反応する原理、理論的背景などは解説に記載する。
- b) 要旨中の試薬名は、溶液を使う場合でも“〇〇溶液”とはしない。ただし、滴定液（JIS K 0211 による。）は、“〇〇溶液”とする。
- c) 要旨中の試薬名、化合物及び元素は、分子式及び元素記号で記載しない。
- d) 要旨の末尾は、“その質量をはかる。”、“その減量をはかる。”、“〇〇溶液で滴定する。”、“吸光度を測定する。”などの文とし、その後の定量値の算出、検量線の作成などの手順は省き、“定量する。”の文言も入れない。ただし、標準添加法など特別な方法を採用した場合は、“〇〇法によって定量する。”と入れる。

A.4 試薬

A.4.1 一般事項

試薬は、次の事項を考慮して規定する。

- a) 操作で使用する試薬は全て規定する。ただし、試薬調製、例えば、標準液の原液調製だけに用いる試薬は規定しない。

- b) すぐカプセルなど形状を規定するものは、器具とし、試薬とはしない。
- c) 分析操作ごとに取り換える必要のない試薬は、装置・器具の箇条に記載する。
- d) 試薬の名称は、当該試薬の規格が JIS に規定されているものは、その名称を用い、使用する個々の試薬に JIS 規格名称、規格番号、及び化学式は記載しない。JIS に規定されていない試薬は、IUPAC（国際純正・応用化学連合）の有機化合物命名法及び無機化合物命名法を基にして、日本化学会化合物命名法小委員会が定めた化合物命名法に従った名称、及び化学式を記載する。
- e) 記載の順序は、A.4.2 による。なお、国際一致規格では、ISO 規格通りの順に記載する。
- f) 同一試薬の記載は、濃度の高い順とする。ただし、JIS K 0050 の表 1（水との混合比で表すことのできる試薬）に規定された試薬は、規定濃度でそのまま用いるものを一つの細分箇条とし、水との混合比で表すものは別の細分箇条として混合比の全てを同じ細分箇条に記載する。

例 1 5.1 塩酸

5.2 塩酸 (1+1, 1+4, 2+100)

- g) JIS K 0050 の表 1 に規定された試薬以外の溶液の濃度の表示は、溶質（溶質が水和物の場合は、無水物）の質量を溶媒の体積で除した値を基本とする。

例 2 塩化バリウム溶液 (100 g/L) は、無水物 (BaCl₂) として 100 g/L の濃度である。

- i) 混合試薬は、単純混合の場合は、中点“・”を用いて併記する。混酸は、各酸（及び水）について名称と体積割合を示す。融解合剤は、質量割合を示す。

例 3 混酸（塩酸 1, 硝酸 1, 水 2）、混合融剤（炭酸ナトリウム 1, 過酸化ナトリウム 1）

- j) 同じ試薬について 2 種以上の濃度のものを規定し、使用目的を変えて使う場合は、名称を変えることが望ましい。

例 4 ヘキサメチレン溶液、ヘキサメチレン洗浄溶液

- k) 滴定法で用いる滴定用溶液の名称は、JIS K 8001 に倣って“○mol/L △△溶液”とする。

例 5 0.017 mol/L カルシウム溶液

- l) 検量線作成に用いる標準液の名称は、“○○原液”又は“○○標準液”とする。濃度の異なる標準液は、濃度の濃い順に“○○標準液 A”、“○○標準液 B”と識別する。また、調製方法が異なる同じ濃度の標準液も識別する。なお、標準液を使用の都度調製することが必要な場合は、個別規格で規定する。

例 4 りん原液 (P:1 000 µg/mL)、りん標準液 A (P:100 µg/mL) りん標準液 B (P:10 µg/mL)

A.4.2 試薬の記載順序

試薬は、次の順で記載する。

- a) 水 特殊な水。
- b) 無機酸 一価の酸、二価の酸、三価の酸、混酸の順とする。一価の酸は、塩酸、硝酸、過塩素酸、ハロゲン化水素酸の順とし、ハロゲン化水素酸は塩酸を除き原子番号順とする。
- c) 無機塩基 アンモニア水、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化バリウムの順とする。
- d) 過酸化水素
- e) 金属 単体金属、合金の順とし、単体金属は原子番号順とする。
- f) ハロゲン 原子番号順とする。
- g) 気体 貴ガス、単体、化合物、混合ガスの順とし、単体は、原子番号順とする。化合物は分子式の原子番号順とし、同じ原子番号の並びなら原子数の少ない順とする。

例 アルゴン、窒素、硫化水素、メタン、プロパン、一酸化炭素、二酸化炭素

- h) **無機塩類** b)の順による。酸が同じ場合は c)の順による。多価の酸の塩は、塩基の数の多い順とする。
- i) **無機化合物** 分子式の原子番号順とし、同じ原子番号の並びの場合は、原子数の少ない順とする。
- j) **有機酸, 有機塩基, 有機塩類** 無機酸などと同様の順とする。
- k) **呈色試薬**
- l) **有機溶媒**
- m) **滴定溶液又は標準液**
- n) **指示薬**
- o) **その他** 鉄鋼認証標準物質など。

A.5 操作

操作についての記載は、個別規格に規定がない場合は、次のことを意味する。

a) 加熱・冷却

- 1) **温める又は加温する。** 溶液温度を室温から 60 °C 以下に加熱する操作。
- 2) **穏やかに加熱する。** 溶液温度を 80 °C 以下に保ち、沸騰が生じないように加熱する操作。
- 3) **沸騰直前まで加熱する。** 溶液温度を 90 °C 以上とし、突沸が生じないように注意して加熱する操作。
- 4) **加熱して液量を〇〇にする。** 溶液温度を 90 °C 以上とし、突沸が生じないように注意して加熱して、液量を〇〇に減らす操作。
- 5) **加熱して窒素酸化物などを追い出す。** 溶液を沸騰状態とし、窒素酸化物などが揮散しなくなるまで加熱する操作。
- 6) **乾固直前まで加熱する。** 溶液がほとんど残らない状態まで加熱する操作。その後、余熱によって液はほとんど見えなくなるが、残留物中には液が残り、表面に色がついている状態となる。
- 7) **乾固する。** 液状のものが残らず、残留物の表面が白くなる状態まで加熱する操作。
- 8) **過塩素酸の白煙処理** 過塩素酸の白煙処理は、次のいずれかを意味する。
 - 8.1) 過塩素酸の白煙がビーカー内に充満している状態に加熱する操作。
 - 8.2) 8.1)から引き続き加熱し、ビーカー内が透明になり、過塩素酸の蒸気がビーカーの内壁を伝わって還流している状態に加熱する操作。
- 9) **三酸化硫黄の白煙処理** 三酸化硫黄の白煙が発生する状態に加熱する操作。硫酸の白煙処理を意味する。このとき、液温は 300 °C 以上となっている。
- 10) **りん酸の白煙処理** メタりん酸などの白煙が発生する状態に加熱する操作。
- 11) **放冷** 溶液などの温度が室温に下がるまで実験台などに静置しておく操作。室温以外の温度を指定する場合がある。
- 12) **冷却** 温度の高い溶液、蒸気などに対して、水、氷水又は冷えた空気などの熱媒体で強制的に温度を下げる操作。
- 13) **強熱** 650 °C 以上で加熱する操作。
- 14) **ろ紙を灰化する。** るつぼ中のろ紙及び残さ（渣）を、低温で炭化して、個別規格で特に指定がなければ、500 °C ~ 800 °C で、灰化する操作。
- 15) **揮散** 揮発性成分を大気中に気化放出させる操作、又は大気中に気化する現象。

b) その他の操作

- 1) **融解** 不溶性物質と融剤とを共に強熱して、可溶性物質に変える操作。
- 2) **振り混ぜ** 2種類以上の物質をなるべく均一にするために、容器ごと振って混ぜる操作。
- 3) **対照液** 試料液の色調又は吸収の度合いを比較するために用いる、標準的な色調又は吸収を示す溶液。
- 4) **分取** 全体の試料に対して、指定された割合又は分量を、正確に分けてとる操作。
- 5) **(溶液を) 移し入れる。** 試料溶液を別の容器に移す操作。溶液のほとんどを指定された容器に移した後、基の容器に残る試料溶液を、指定された溶媒を用いてうすめて、先の指定された容器に移す。この操作を2, 3回繰り返して元の容器に残る試料溶液の量を無視できるレベルとする。
- 6) **標線までうすめる。** 指定された溶媒を用いて、溶液全体の容量を規定の量とする操作。標線近くまで溶媒を入れた後、液温を常温とし、液が均一になるよう混合した後、標線まで溶媒を加え、再び液が均一になるように混合する。

注記 ガラス体積計の、標線を含む目盛線とメニスカスとの視定方法は、JIS R 3505:1994の図1に示されている。

- 7) **洗液** 操作に用いた時計皿、ろ紙などへの試料の付着物、又はるつぼなど容器内の試料の残留物を洗い流した液。
- 8) **正確に** 質量においては、指定した量を検定されたはかりによってはかることをいう。液体の容量においては、全量フラスコ、全量ピペット、ビュレット、ピストン式ピペット (JIS K 0970 による。) によってそれらの体積計の公差内ではかることをいう。“正しく”は、同じ意味ではあるが、用いないのが望ましい。

c) 用語の区別

- 1) **溶解と分解** 溶解は、化学反応による化学種の変化を生じずに均一な相になる現象であり、化学種の変化が生じる場合は、分解と呼ぶ。

注記 溶解と分解については用語の厳密な使い分けをせず、化学種の変化が生じてでも溶解と呼ぶ場合もある。

- 2) **常温と室温** 化学分析においては、常温は $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ を、室温は $(20 \pm 15)^\circ\text{C}$ を指す。また、標準温度とは 20°C を指す。

注記 上記の温度は、JIS K 0050 による。

A.6 空試験

空試験の操作は、具体的に記載する。空試験の操作の規定が長く、操作の一部を他の細分箇条から引用する場合などにおいては、定量操作と同様に、手順ごとに区切って記載してもよい。検量線用溶液を試料と併行して調製する場合は、ゼロメンバーを空試験液としてもよい。

A.7 検量線の作成

検量線用溶液は、通常は、酸化鉄などの純物質に分析対象元素を段階的に添加し、分析試料と同じ手順で調製する。検量線用溶液の測定信号強度と分析対象元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平行移動して検量線とする。ただし、ICP 発光分光分析法においては、平行移動せずに、得た関係線をそのまま検量線とする。

関係線の回帰係数は、市販の計算ソフトウェアを用いて求めてもよい。

検量線用溶液の調製の操作は、具体的に記載する。

A.8 計算

試料中の分析目的元素含有率を計算する式は，具体的に記載する。計算式の各項は，次のとおりとすることが望ましい。

- － 試料中の分析目的元素含有率は，%（質量分率）とする。
- － 試料はかりとり量の単位は，g とする。
- － 試料溶液及び空試験溶液中の分析目的元素の量は，個別規格の手順で得られる測定値（検量線から求めた量，滴定液使用量，又は沈殿の質量など）をそのまま代入し，その単位は，測定値の単位とする。
- － 単位の換算係数は，計算式の係数項に含める。

注記 熱的分析方法では，検量線を用いて質量に変換した後，計算式によって含有率を算出する規定とされている個別規格もある。

分析装置に付属したコンピュータ内に，検量線作成及び成分含有率計算機能が組み込まれている場合は，得られる含有率の値が，個別規格の手順で計算した値と同等となることを確認の上，使用してもよい。

A.9 許容差

化学分析方法の許容差は，共同実験によって求める。共同実験試料は，認証標準物質を用い，含有率が目標適用範囲を含むように選ぶ。共同実験結果は，JIS Z 8402-2 又は JIS Z 8402-3 によって解析する。各所の実験が併行 2 回分析でなく，日を変えて 2 回分析した場合は，JIS Z 8402-2 によって解析を行い，併行分析を日間分析と読み替える。

附属書 B (規定)

国際一致規格で引用された ISO 規格による規定の取扱い

B.1 引用された ISO 規格による規定の取扱い

鉄鉱石分析法規格の中で、国際一致規格として作成された規格において、引用された ISO 規格による規定は、次のように取り扱う。

- a) 個別規格の規定が、ISO 3082, 又はこれに統合され、廃止された ISO 3081:1986 若しくは ISO 3083:1986 を引用している場合は、引用規格を JIS M 8702 と読み替える。

注記 1 ISO 3081 及び ISO 3083 は、いずれも試料の採取及び調製についての規格で、ISO 3082 に統合されている。JIS M 8702 は、ISO 3082 の対応規格である。

- b) 個別規格の規定が、ISO 7764:1985 を引用している場合は、5.4 a) の規定を適用する。

注記 2 ISO 7764:2006 の規定と同等ではない。

- c) ISO 385-1:1984 に規定されたビュレットの代わりに、4.1 b) に規定するビュレットを用いてもよい。

- d) ISO 648:1977 に規定された全量ピペットの代わりに、4.1 b) に規定する全量ピペットを用いてもよい。

注記 3 ISO 648 と JIS R 3505 とでは、全量ピペットの規定内容が完全には一致していない。ISO 648 では、容量決定時のピペット内の液の滴加について、ピペットの先端とガラス製受け器の内側とを接触させるだけで、その他の動きを禁じている。これに対して、JIS には明確な規定はなく、慣例として、旧計量法（1992 年改正前の計量法）に示されていた“ピペット内に液が残らないように処置すること”を前提として標線を付けている。そのため、JIS 規格品と ISO 規格品とでは、標線からピペット先端までの容積の絶対値が異なっている。使用の際には、いずれの規格品かを確認して、各規格の規定通りの操作を行うことが求められている。

- e) ISO 1042 に規定された全量フラスコの代わりに、4.1 d) に規定する全量フラスコを用いてもよい。

- f) 国際一致規格に規定された呼び容量のビーカーの代わりに、JIS R 3503 に規定する、同じ呼び容量のビーカー R, 又は呼び容量と同量以下で最も近い呼び容量のビーカーを用いてもよい。

- g) ISO 3696 に規定された等級 2 の水の代わりに、4.1 f) に規定する水を用いてもよい。

参考文献

- [1] **JIS G 1201** 鉄及び鋼—分析方法通則
- [2] **JIS K 0211** 分析化学用語（基礎部門）
- [3] **JIS K 0212** 分析化学用語（光学部門）
- [4] **JIS K 0213** 分析化学用語（電気化学部門）
- [5] **JIS K 0214** 分析化学用語（クロマトグラフィー部門）
- [6] **JIS K 0215** 分析化学用語（分析機器部門）
- [7] **JIS K 0216** 分析化学用語（環境部門）
- [8] **JIS K 8001** 試薬試験方法通則
- [9] **JIS Z 8301** 規格票の様式及び作成方法
- [10] **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方法
- [11] **JIS Z 8402-3** 測定方法及び測定結果の精確さ（真度及び精度）—第3部：標準測定方法の中間精度
- [12] **ISO 385-1:1984**, Laboratory glassware—Burettes—Part 1: General requirements
- [13] **ISO 648:1977**, Laboratory glassware—One-mark pipettes
- [14] **ISO 1042**, Laboratory glassware—One-mark volumetric flasks
- [15] **ISO 3081:1986**, Iron ores—Increment sampling—Manual method
- [16] **ISO 3082**, Iron ores—Sampling and sample preparation procedures
- [17] **ISO 3083:1986**, Iron ores—Preparation of samples—Manual method
- [18] **ISO 3696**, Water for analytical laboratory use—Specification and test methods