

まえがき

この規格は、工業標準化法に基づいて、日本工業標準調査会の審議を経て、通商産業大臣が改正した日本工業規格である。これによって **JIS G 1312** は改正され、この規格によって置き換えられる。

今回の改正では、国際規格と整合させる目的で、**ISO** 規格を翻訳し、**附属書 12** として採用するとともに、各成分の定量方法を附属書方式で表現した。

JIS G 1312 には、次に示す附属書がある。

附属書 1 (規定) けい素定量方法—二酸化けい素重量法

附属書 2 (規定) けい素定量方法—ヘキサフルオロけい酸カリウム沈殿分離水酸化ナトリウム滴定法

附属書 3 (規定) 炭素定量方法—燃焼—ガス容量法

附属書 4 (規定) 炭素定量方法—燃焼—赤外線吸収法

附属書 5 (規定) りん定量方法—モリブドリン酸青吸光光度法

附属書 6 (規定) りん定量方法—ICP 発光分光法

附属書 7 (規定) 硫黄定量方法—燃焼—水酸化ナトリウム滴定法

附属書 8 (規定) 硫黄定量方法—燃焼—赤外線吸収法

附属書 9 (規定) 硫黄定量方法—硫化水素気化分離メチレンブルー吸光光度法

附属書 10 (規定) アルミニウム定量方法—エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム・銅逆滴定法

附属書 11 (規定) アルミニウム定量方法—原子吸光法 (1)

附属書 12 (規定) アルミニウム定量方法—原子吸光法 (2) (**ISO 4139**)

フェロシリコン分析方法

Method for chemical analysis of ferrosilicon

序文 規格を適用するに当たっては、その規格が引用している規格も同時に参照しなければならない。フェロシリコンは、鉄鋼製造の副原料として使用される場合が多いので、主成分であるけい素の定量方法のほか、鉄鋼製造上問題となる炭素など4成分の定量方法についても規定し、JIS G 1312 が 1953 年に制定された。附属書 12 は、1980 年に第 1 版として発行された ISO 4139 (Ferrosilicon—Determination of aluminium content—Flame atomic absorption spectrometric method) を翻訳し、技術的内容及び規格票の様式を変更することなく作成した日本工業規格である。

なお、この附属書 12 で点線の下線を施してある“参考”は、原国際規格にはない事項である。

1. 適用範囲 この規格は、フェロシリコン中のけい素、炭素、りん、硫黄及びアルミニウムの定量方法について規定する。

2. 引用規格 次に掲げる規格は、この規格に引用されることによって、この規格の規定の一部を構成する。これらの引用規格は、その最新版を適用する。

JIS G 1301 フェロアロイ分析方法の通則

JIS K 0116 発光分光分析通則

JIS K 0121 原子吸光分析通則

JIS K 8001 試薬試験方法通則

JIS Z 2615 金属材料の炭素定量方法通則

JIS Z 2616 金属材料の硫黄定量方法通則

3. 一般事項 定量方法に共通な一般事項は、JIS G 1301、JIS K 0116 及び JIS K 0121 による。ただし、附属書 12 には適用しない。

4. 定量方法の区分 フェロシリコン中の各種成分の定量方法は、表 1 による。

表 1 フェロシリコン中の各種成分の定量方法

成分	定量方法	適用含有率範囲 %(m/m)	附属書(規定) 番号
けい素	二酸化けい素重量法	8.0 以上 95 以下	1
	ヘキサフルオロけい酸カリウム沈殿分離水酸化ナトリウム滴定法	14 以上 95 以下	2
炭素	燃焼－ガス容量法	0.05 以上 2.0 以下	3
	燃焼－赤外線吸収法（管状炉使用）	0.005 以上 2.0 以下	4
	燃焼－赤外線吸収法（高周波炉使用）	0.01 以上 2.0 以下	
りん	モリブドリン酸青吸光光度法	0.005 以上 0.08 以下	5
	ICP 発光分光法	0.005 以上 0.08 以下	6
硫黄	燃焼－水酸化ナトリウム滴定法	0.005 以上 0.10 以下	7
	燃焼－赤外線吸収法	0.003 以上 0.10 以下	8
	硫化水素気化分離メチレンブルー吸光光度法	0.001 以上 0.050 以下	9
アルミニウム	鉄分離エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム・銅逆滴定法	0.05 以上 3.0 以下	10
	原子吸光法(1)	0.02 以上 3.0 以下	11
	原子吸光法(2) (ISO 4139)	0.05 以上 5 以下	12

附属書 1 (規定) けい素定量方法—二酸化けい素重量法

1. **要旨** 試料を過酸化ナトリウムと炭酸ナトリウムとで又は水酸化ナトリウムで融解し、塩酸及び過塩素酸を加え、加熱蒸発してけい素を不溶性けい酸とし、こし分けた後、強熱して恒量とし、その質量をはかる。ふっ化水素酸を加え、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、強熱して恒量とした後、その質量をはかる。

2. **試薬** 試薬は、次による。

- a) 塩酸 (1+1, 1+2, 1+10)
- b) 過塩素酸
- c) ふっ化水素酸
- d) 硫酸 (1+1, 1+3)
- e) 水酸化ナトリウム
- f) 融解合剤 [過酸化ナトリウム 2, 炭酸ナトリウム 1]
- g) チオシアン酸カリウム溶液 (100g/l)

3. **試料はかり採り量** 試料はかり採り量は、0.20g とし、0.1mg のけたまで読み取る。

4. 操作

安全上の警告 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。蒸気は、過塩素酸を使用しても安全な排気設備を備えた場所で処理しなければならない。

4.1 **試料の分解** 試料の分解は、次のいずれかの手順によって行う。

a) 融解合剤を用いて融解する場合

- 1) 試料をはかり採ってニッケルるつぼ (30ml) 又はジルコニウムるつぼ (30ml) に移し入れる。
- 2) 融解合剤 [2.f] 5g を加えてよくかき混ぜ、その上を融解合剤 [2.f] 1g で覆う。
- 3) ふたをして初めは低温でるつぼを回転させながら内容物が融解するまで加熱する。
- 4) 穏やかに温度を上げ、約 700℃ (暗赤熱状態) で約 5 分間るつぼを揺り動かしながら加熱して完全に融解した後、放冷する。
- 5) るつぼをふたとともに塩酸 (1+2) 60ml を入れてあるビーカー (500ml) 中に入れて融成物を溶解し、るつぼとふたを水で洗って取り出す。

b) 水酸化ナトリウムを用いて融解する場合

- 1) 試料をはかり採ってニッケルるつぼ (30ml) 又はジルコニウムるつぼ (30ml) に移し入れる。
- 2) 水酸化ナトリウム 5g を加え、よくかき混ぜ、熱板上で加熱して十分に脱水した後、ふたをして注意しながら穏やかに温度を上げて融解する。
- 3) 放冷した後、るつぼとふたを温水約 100ml を入れてあるポリエチレンビーカー (300ml) に入れて融成物を溶解し、るつぼとふたを水で洗って取り出す。
- 4) 溶液を室温まで冷却した後、塩酸 20ml を入れてあるビーカー (500ml) 中に水で洗い移す。

4.2 **二酸化けい素の脱水処理及びろ過洗浄** 二酸化けい素の脱水処理及びろ過洗浄は、次の手順によって行う。

- a) 4.1 の a)5)又は b)4)で得た溶液に過塩素酸 40ml を加える。
- b) 砂浴上で加熱蒸発して過塩素酸の濃厚な白煙を発生させた後、時計皿でふたをする。
- c) 過塩素酸の蒸気がピーカーの内壁を伝わって逆流する状態で約 15 分間加熱を続けた後、放冷する。
- d) 塩酸 (1+1) 20ml 及び温水約 100ml を加えて可溶性塩類を溶解し、時計皿の下面を水で洗って取り除く。
- e) 直ちに溶液をろ紙 (5 種 A) を用いてろ過し、ろ液は別のピーカー (500ml) に受ける。
- f) ピーカー内壁及び時計皿に付着した沈殿は、ゴム付きガラス棒でこすって 40～60℃に加熱した塩酸 (1+10) を用いてろ紙上に洗い移し、40～60℃に加熱した塩酸 (1+10) で 5 回、次に温水でろ液に鉄 (III) イオンが認められなくなるまで(1)洗浄し、洗液をろ液に合わせる。沈殿及びろ紙は、保存する。

注(1) 洗液の一部を取り、チオシアン酸カリウム溶液を滴加し、洗液がとう（橙）赤色に呈色しなくなるまで洗浄する。

4.3 けい素の回収 けい素の回収は、次の手順によって行う。

- a) 4.2f)で得たろ液及び洗液に過塩素酸 10ml を加える。
- b) 4.2 の b)～d)の手順に従って操作する。
- c) 直ちに、沈殿をろ紙 (5 種 B) を用いてこし分け、ピーカー内壁及び時計皿に付着した沈殿は、ゴム付きガラス棒でこすって温塩酸 (1+10) を用いてろ紙上に洗い移し、約 40～60℃に加熱した塩酸 (1+10) で 5 回、次に温水でろ液に鉄 (III) イオンが認められなくなるまで(1)洗浄する。ろ液及び洗液は捨てる。

4.4 灰化及びひょう量 灰化及びひょう量は、次の手順によって行う。

- a) 4.2f)で保存しておいた沈殿及びろ紙と 4.3c)で得た沈殿及びろ紙とを合わせて白金るつぼ (30 番) に移し入れる。
- b) 低温で加熱してろ紙を乾燥し、灰化する。
- c) 約 1 100℃で約 30 分間強熱し、デシケーター中で室温まで放冷した後、白金るつぼの質量をはかる。
- d) c)の操作を恒量となるまで繰り返す。

4.5 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は、次の手順によって行う。

- a) 4.4d)で得た白金るつぼ中の残さを硫酸 (1+3) 2, 3 滴で湿し、ふっ化水素酸 3～5ml を加え、注意して加熱して二酸化けい素及び硫酸を揮散させる。
- b) 1 100℃で約 30 分間強熱し、デシケーター中で室温まで放冷した後、白金るつぼの質量をはかる。
- c) b)の操作を恒量となるまで繰り返す。

5. 空試験 空試験は、試料を用いないで、試料と同じ操作を、試料と併行して行う。

6. 計算 計算は、試料中のけい素含有率を、次の式によって算出する。

$$S_i = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)] \times 0.4674}{m_0} \times 100$$

ここに、

- S_i : 試料中のけい素含有率 [% (m/m)]
- m_1 : 試料について 4.4d)で得た白金るつぼの質量 (g)
- m_2 : 試料について 4.5c)で得た白金るつぼの質量 (g)
- m_3 : 空試験において 4.4d)で得た白金るつぼの質量 (g)
- m_4 : 空試験において 4.5c)で得た白金るつぼの質量 (g)
- m_0 : 試料はかり採り量 (g)

附属書 2 (規定) けい素定量方法—ヘキサフルオロけい酸カリウム 沈殿分離水酸化ナトリウム滴定法

1. **要旨** 試料を硝酸とふっ化カリウムとふっ化水素酸とで分解し、ヘキサフルオロけい酸カリウムを沈殿させる。酸に溶けにくい試料は、過酸化ナトリウムと炭酸ナトリウムとで水酸化ナトリウムで又は水酸化カリウムで融解した後、硝酸に溶解し、ふっ化水素酸及び硝酸カリウムを加えてヘキサフルオロけい酸カリウムを沈殿させる。沈殿をこし分け、温水に溶解し、水酸化ナトリウム標準溶液で滴定する。

2. **試薬** 試薬は、次による。

- a) 塩酸
- b) 硝酸 (1+1)
- c) ふっ化水素酸
- d) 水酸化ナトリウム
- e) 水酸化カリウム
- f) 融解合剤 [過酸化ナトリウム 1, 炭酸カリウム 5]
- g) 硝酸カリウム
- h) **硝酸カリウム溶液 (50g/l)** この溶液は、アルカリ性を呈するものがあるので、そのような場合には、硝酸で中和する。
- i) **ふっ化カリウム溶液** ふっ化カリウム 200g をふっ化水素酸に溶解して液量を 1 000ml とする。この溶液は、ポリエチレン製容器に保存する。
- j) **0.5mol/l 水酸化ナトリウム標準溶液** 調製及び標定方法は、JIS K 8001 の 4.5 (滴定用溶液) (19.2) による。
- k) **フェノールフタレイン溶液** フェノールフタレイン 0.5g をエタノール (95) 100ml に溶解する。

3. **試料はかり採り量** 試料はかり採り量は、附属書 2 表 1 によって、0.1mg のけたまで読み取る。

附属書 2 表 1 試料はかり採り量

けい素含有率 %(m/m)	試料はかり採り量 g
14 以上 40 未満	0.20
40 以上 95 以下	0.10

4. 操作

4.1 **試料の分解及びヘキサフルオロけい酸カリウム沈殿の生成** 試料の分解及びヘキサフルオロけい酸カリウム沈殿の生成は、次のいずれかの手順によって行う。

a) 酸で分解容易な試料

- 1) 試料をはかり採ってポリエチレンビーカー (300ml) に移し入れる。
- 2) 硝酸 (1+1) 30ml を加え、ポリエチレン製のふたをし、ビーカーを振り動かしながら、ふっ化カリウム溶液 [2.i)] 10ml を少量ずつ加えて分解する。
- 3) 塩酸 5ml を加え、水を加えて液量を約 80ml とし、水浴上で約 15 分間加熱する。

- 4) 少量のろ紙パルプを加え、15℃以下に冷却しながら約 30 分間静置し、ヘキサフルオロけい酸カリウムを沈殿させる。

b) 酸で分解困難な試料で融解剤を用いて融解する場合

- 1) 試料をはかり採ってニッケルるつぼ (30ml) 又はジルコニウムるつぼ (30ml) に移し入れる。
- 2) 融解剤 [2.f] 3g を加えてよくかき混ぜ、ふたをする。
- 3) 初めは低温でるつぼを回転させながら内容物が融解するまで加熱した後、次第に温度を上げ、約 700℃ (暗赤熱状態) で約 5 分間るつぼを揺り動かしながら加熱して融解する。
- 4) 放冷した後、るつぼに少量の温水を加えて穏やかに加熱して融成物を溶解する。
- 5) 溶液を、硝酸 (1+1) 50ml を入れてあるポリエチレンビーカー (300ml) に温水で洗い移す。
- 6) るつぼに塩酸 3ml を加え、るつぼの内壁に付着している融成物を溶解し、るつぼをふたとともに水でよく洗浄し、溶液及び洗液を 5) の溶液に合わせる。
- 7) 水浴上で加熱して融成物を完全に溶解し、水を加えて液量を約 80ml とする。
- 8) ふっ化水素酸 10ml 及び硝酸カリウム 3g を加えてかき混ぜ、水浴上で約 15 分間加熱する。
- 9) 少量のろ紙パルプを加え、15℃以下に冷却しながら約 30 分間静置してヘキサフルオロけい酸カリウムを沈殿させる。

c) 酸で分解困難な試料で水酸化アルカリを用いて融解する場合

- 1) 試料をはかり採ってニッケルるつぼ (30ml) 又はジルコニウムるつぼ (30ml) に移し入れる。
- 2) 水酸化ナトリウム又は水酸化カリウム 3g を加えてよくかき混ぜる。
- 3) 熱板上で加熱して十分に脱水した後、ふたをして注意しながら徐々に温度を上げて融解する。
- 4) 以下、b) の 4)～9) の手順に従って操作する。

4.2 沈殿のこし分け 沈殿のこし分けは、次の手順によって行う。

- a) 4.1 の a)4), b)9) 又は c)4) で得たヘキサフルオロけい酸カリウムの沈殿を 15℃以下に冷却しながら、ポリエチレン漏斗とろ紙 (5 種 A) を用いて、こし分ける。
- b) 沈殿及びろ紙を 15℃以下に冷却した硝酸カリウム溶液 [2.h] で約 15 回、十分に洗浄する⁽¹⁾。ろ液及び洗液を捨てる。

注⁽¹⁾ 洗液を青色リトマス試験紙上に滴下させたとき、試験紙が赤く呈色しなくなるまで洗浄する。

4.3 滴定 滴定は、次の手順によって行う。

- a) 4.2b) で得た沈殿をろ紙とともに三角フラスコ (200ml) に移し入れる。
- b) 温水約 50ml を加え、よく振り混ぜてろ紙を破碎する。
- c) 溶液を加熱して沸騰させた後、フェノールフタレイン溶液 [2.k] を指示薬として数滴加え、0.5mol/l 水酸化ナトリウム標準溶液 [2.j] を終点近くまで一度に滴加する。
- d) フェノールフタレイン溶液 [2.k] を数滴追加した後、再び 0.5mol/l 水酸化ナトリウム標準溶液 [2.j] で滴定し、溶液が微紅色となったところで一時滴定を止める。
- e) 三角フラスコに栓をして溶液を激しく振り混ぜ、微紅色が消えても滴定を続け、再び微紅色に変わる点を終点とし、0.5mol/l 水酸化ナトリウム標準溶液の使用量を求める。

5. 空試験 空試験は、試料を用いないで、試料と同じ操作を、試料と併行して行う。

6. 計算 計算は、試料中のけい素含有率を、次の式によって算出する。

$$S_i = \frac{(V_1 - V_2) \times F \times 0.003511}{m} \times 100$$

ここに、
 S_i : 試料中のけい素含有率 [% (m/m)]
 V_1 : 試料における 0.5mol/l 水酸化ナトリウム標準溶液の使用量 (ml)
 V_2 : 空試験における 0.5mol/l 水酸化ナトリウム標準溶液の使用量 (ml)
 F : 0.5mol/l 水酸化ナトリウム標準溶液のファクター
 m : 試料はかり採り量 (g)

附属書 3（規定） 炭素定量方法－燃焼－ガス容量法

1. **要旨** 試料を酸素気流中で高温に加熱し、炭素を酸化して二酸化炭素とする。これを酸素とともにビュレットに捕集してガスの体積を測定し、次に二酸化炭素をアルカリ溶液に吸収させて除き、残りのガスの体積を測定する。

2. **装置** 装置は、JIS Z 2615 の 6.3（ガス容量法）6.3.2（装置）による。

3. **器具及び材料** 器具及び材料は、JIS Z 2615 の 5.（器具及び材料）による。

4. **試料はかり採り量** 試料はかり採り量は、附属書 3 表 1 によって、1mg のけたまで読み取る。

附属書 3 表 1 試料はかり採り量⁽¹⁾

炭素含有率 %(m/m)		試料はかり採り量 g
0.05 以上	0.3 未満	2.0
0.3 以上	1.0 未満	1.0
1.0 以上	2.0 以下	0.50

5. 操作

安全上の警告 燃焼操作においては、高温に加熱された磁器燃焼ポート又は磁器燃焼るつぼの取扱いは必ずるつぼ挟みなどを使用してやけどをしないように注意しなければならない。また、過剰の酸素排気の取扱いに留意して火災発生の防止に努めなければならない。

5.1 **準備操作** 準備操作は、JIS Z 2615 の 6.3 の 6.3.3（予備操作）による。ただし、管状電気抵抗加熱炉を用いる場合には、燃焼管内温度を 1 300～1 450℃とする。

5.2 **定量操作** 定量操作は、次のいずれかの手順によって行う⁽¹⁾。いずれの場合にも、JIS Z 2615 の付図 2（その 1）を参照。

注⁽¹⁾ 日常作業にあつては、作業時間の初期、中期及び終期に、必ず炭素含有率既知の試料を用いて分析試料と同じ操作を行い、装置及びそのほかが正常に作動しているかどうかを試験しなければならない。

a) 管状電気抵抗加熱炉を使用する場合

- 1) 試料をはかり採って磁器燃焼ポートに移し入れる⁽²⁾。
- 2) 管状電気抵抗炉の燃焼管の入口部を開いて試料が入っている磁器燃焼ポートを燃焼管内に入れ、燃焼管の中央部に挿入して、直ちに、気密に栓をする。
- 3) 三方コック (f) を炉側に開いて酸素の送入量を調節しながら約 2 分間放置する。
- 4) 以下、JIS Z 2615 の 6.3 の 6.3.4（定量操作）2)～6)の手順に従って操作する。

注⁽²⁾ 助燃剤を添加する。添加した助燃剤は、試料とよく混合する。助燃剤は、JIS Z 2615 の 5.(13)（助燃剤）に示したものから最も適したものを選び、使用する装置に最も適した量を、例えば、附属書 3 表 2 のように添加する。

附属書 3 表 2 助燃剤の種類、添加量及び添加方法

燃焼装置	助燃剤		
	種類	添加量 g	添加方法
管状電気抵抗加熱炉	酸化鉄(III)	2.0	酸化鉄 (III)・試料・酸化鉄 (III) の順で層状に置き、その上を鉛で覆う。
	鉛	2.0	
	鉄 すず	1.0 1.5	試料と助燃剤とを混合する。
高周波誘導加熱炉	鉄	1.0	試料と鉄を混合し、その上をタングステンで覆う。
	タングステン	1.5	
	鉄 タングステン すず	1.0 1.5 0.5	試料と鉄を混合し、その上をタングステン・すずの混合物で覆う。

b) 高周波誘導加熱炉を使用する場合

- 1) 試料をはかり採って磁器燃焼るつぼに移し入れる(7)。
- 2) 装置を連結して気密を確認した後、三方コック (m) を閉じ、三方コック (l) を外気側に開く。
- 3) 1)で得た試料が入っている磁器燃焼るつぼを高周波誘導加熱炉の受台上に置き、操作ハンドルを操作して加熱コイルの中心部に挿入し、燃焼管を閉じる。
- 4) 酸素を送入して燃焼管内の空気を置換する。
- 5) 三方コック (l) を閉じて高周波誘導加熱炉を作動させる。
- 6) 10～20 秒間経過してから三方コック (m) を炉側に開き、次に三方コック (l) をわずかに炉側に開いて燃焼ガスを脱硫管 (j) 及び冷却管 (k) を通して徐々にビュレット (n) に導く。
- 7) 1 分間程度経過して試料の燃焼がほぼ完了した後、混合ガスを急速にビュレット (n) の目盛の下部近くまで捕集する。
- 8) 三方コック (l) 及び三方コック (m) を閉じ、高周波誘導加熱を止めて約 1 分間放置する。
- 9) 以下、JIS Z 2615 の 6.3 の 6.3.4 (定量操作) (4)～(6)の手順によって操作する。

6. 空試験 空試験は、JIS Z 2615 の 6.3 の 6.3.5 (空試験) による。ただし、高周波誘導加熱炉を使用する場合には、空の磁器燃焼るつぼだけでは高周波が誘導されないので、炭素含有率が低く、かつ、その含有率が既知の鉄鋼試料を試料と同量用いて空試験を行い、空試験で得た炭素量から空試験に用いた炭素含有率既知の鉄鋼試料中の炭素量を差し引いて得られる炭素量を空試験値とする。

7. 計算 計算は、JIS Z 2615 の 6.3 の 6.3.6 (計算) による。

附属書 4（規定） 炭素定量方法－燃焼－赤外線吸収法

1. **要旨** 試料を酸素気流中で高温に加熱し、炭素を酸化して二酸化炭素及び一酸化炭素とする。これを酸素とともに赤外線吸収セルに送り、二酸化炭素及び一酸化炭素による赤外線吸収量を測定する。

2. **装置** 装置は、JIS Z 2615 の 6.9 [赤外線吸収法（積分法）] 又は 6.10 [赤外線吸収法（循環法）] の装置による。ただし、積分法における試料燃焼部には、管状電気抵抗加熱炉も使用できる。

3. **器具及び材料** 器具及び材料は、JIS Z 2615 の 5.（器具及び材料）による。

4. **試料はかり採り量** 試料はかり採り量は、使用する装置に最も適した量とし、0.1mg のけたまで読み取る。

参考 試料はかり採り量は、一般的には 0.50g 又は 1.0g である。

5. 操作

安全上の警告 燃焼操作においては、高温に加熱された磁器燃焼ポート又は磁器燃焼るつぼの取扱いは必ずるつぼ挟みなどを使用してやけどをしないように注意しなければならない。また、過剰の酸素排気の取扱いに留意して火災発生防止に努めなければならない。

5.1 **準備操作** 準備操作は、JIS Z 2615 の 6.9 又は 6.10 の予備操作による。ただし、管状電気抵抗加熱炉を用いる場合は、燃焼管内温度を 1 350℃とする。

5.2 **定量操作** 定量操作は、次のいずれかの手順によって行う⁽¹⁾。

注⁽¹⁾ 日常作業にあつては、作業時間の初期、中期及び終期に、必ず炭素含有率既知の試料を用いて分析試料と同じ操作を行い、装置及びその他が正常に作動しているかどうかを試験しなければならない。

a) 管状電気抵抗加熱炉を使用する積分法の場合

- 1) 試料をはかり採って磁器燃焼ポートに移し入れる。
- 2) 助燃剤⁽²⁾を正確に 1～2g はかり採って 1)の磁器燃焼ポート中の試料の上に載せる。
- 3) 燃焼管の入口部を開いて試料及び助燃剤の入った磁器燃焼ポートを燃焼管内の適切な部位に挿入し、直ちに気密に栓をする。
- 4) 適切な量の酸素を流し、生成した燃焼生成ガスを酸素とともに赤外線検出器に送り込む。
- 5) 燃焼生成ガス中の二酸化炭素及び一酸化炭素含有量に相当する赤外線吸収量の積分値を指示値として読み取る。

b) 高周波誘導加熱炉を使用する積分法の場合

- 1) 試料をはかり採って磁器燃焼るつぼに移し入れる。
- 2) 助燃剤⁽³⁾を正確に 1～2g はかり採って 1)の磁器燃焼るつぼ中の試料の上に載せる。
- 3) 試料及び助燃剤の入った磁器燃焼るつぼを高周波誘導加熱炉の受台上に載せ、操作ハンドルを操作して加熱コイルの中心部に挿入し、燃焼管を閉じる。
- 4) 以下、JIS Z 2615 の 6.9 [赤外線吸収法（積分法）] 6.9.5（定量操作）の(2)及び(3)の手順に従って操作する。

- c) **高周波誘導加熱炉を使用する循環法の場合** 循環法による定量操作は, JIS Z 2615 の 6.10 の 6.10.4 (定量操作) の手順に従って操作する。

注⁽²⁾ 助燃剤は, 銅又はすすを使用するのがよく, その使用量は, 使用する装置に最適な量をあらかじめ調査しておく。

(³) 助燃剤は, タングステンとすすとの当量混合物又は銅を使用するのがよい。その使用量は, 使用する装置に最適な量をあらかじめ調査しておく。

6. **空試験** 空試験は, 試料に添加するのと同量の助燃剤だけを用いて, 試料と同じ操作を, 試料と併行して行う。

7. **計算** 計算は, JIS Z 2615 の 6.9 の 6.9.7 (計算) 又は 6.10 の 6.10.6 (計算) による。

附属書 5 (規定) りん定量方法—モリブドリן酸青吸光光度法

1. **要旨** 試料を硝酸とふっ化水素酸とで分解し、過塩素酸を加え、加熱して過塩素酸の白煙を発生させてりんを酸化し、亜硫酸水素ナトリウムを加えて鉄などを還元した後、七モリブデン酸六アンモニウムと硫酸ヒドラジニウムを加え、加熱してモリブドリן酸青を生成させ、光度計を用いてその吸光度を測定する。

2. **試薬** 試薬は、次による。

a) **硝酸**

b) **過塩素酸**

c) **ふっ化水素酸**

d) **亜硫酸水素ナトリウム (100g/l)**

e) **呈色試薬溶液** あらかじめ次の二つの溶液を調製しておき、使用の都度、A 液 25ml に B 液 10ml 及び水 65ml の割合で混ぜ合わせる。

A 液 (七モリブデン酸六アンモニウム溶液) : 七モリブデン酸六アンモニウム四水和物 20g を水 300ml に溶解し、硫酸 (1+1) 650ml を加え、常温まで冷却した後、水を加えて液量を 1 000ml とする。

B 液 (硫酸ヒドラジニウム溶液) : 硫酸ヒドラジニウム 1.5g を水に溶解し、水を加えて液量を 1 000ml とする。

f) **硫酸ヒドラジニウム硫酸溶液** e) の **B 液** (硫酸ヒドラジニウム溶液) 10ml に硫酸 (13+27) 25ml 及び水 65ml を加えて混合する。

g) **標準りん溶液 (100 μ g P/ml)** あらかじめ 110℃ で乾燥して恒量とした後、デシケーター中で室温まで放冷したりん酸二水素カリウム 0.439 4g をはかり採って、ビーカー (200ml) に移し入れ、水約 100ml を加えて溶解し、水を用いて 1 000ml の全量フラスコに移し入れ、水で標線まで薄める。

3. **試料はかり採り量** 試料はかり採り量は、1.0g とし、0.1mg のけたまで読み取る。

4. **操作**

安全上の警告 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。蒸気は、過塩素酸を使用しても安全な排気設備を備えた場所で処理しなければならない。

4.1 **試料溶液の調製** 試料溶液の調製は、次の手順によって行う。

a) 試料をはかり採って白金皿 (100 番) 又はポリテトラフルオロエチレン製のビーカー (200ml) に移し入れ、ふたで覆う。

b) 硝酸 20ml を加え、ふっ化水素酸約 5ml を滴加して分解する。このとき反応が激しくなったら、容器の外側を水で冷却する。

c) 過塩素酸 10ml を加えて加熱蒸発し、過塩素酸の白煙を約 5 分間発生させた後、放冷する。

d) 溶液を温水を用いてビーカー (200ml) に洗い移す。ふたの下面を水で洗ってふたを取り除き、洗液を同じビーカーに入れる。ビーカーを時計皿で覆い、加熱して再び過塩素酸の白煙を発生させ、ビーカー内部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逆流する状態で約 10 分間加熱を継

続する。

- e) 放冷した後、温水約 30ml を加えて可溶性塩類を溶解し、時計皿の下面を水で洗って取り除く。
- f) 溶液をろ紙（5 種 A）を用いて 100ml の全量フラスコにろ過し、温水で 4, 5 回洗浄し、ろ液と洗液を合わせる。常温まで冷却した後、水で標線まで薄める。

4.2 呈色 呈色は、次の手順によって行う。

- a) 4.1f) で得た溶液を正確に 10ml 分取して 100ml の全量フラスコ(1)に移し入れる。
- b) 亜硫酸水素ナトリウム溶液 10ml を加えて振り混ぜ、沸騰水浴中で溶液が無色になるまで加熱する。
- c) 呈色試薬溶液 [2.e)] 25ml を加えて振り混ぜ、再び沸騰水浴中で 20 分間加熱する。
- d) 全量フラスコの外側を流水で冷却し、溶液を常温まで冷却した後、水で標線まで薄める。

注(1) 新しい全量フラスコを使用するときは、水を標線まで加えて沸騰水浴中に浸して約 10 分間加熱した後、流水で冷却する。この操作を数回繰り返してから使用する。

4.3 吸光度の測定 吸光度の測定は、4.2d) で得た呈色溶液の一部を光度計の吸収セル (10mm) に移し入れ、水を対照液として波長 825nm 付近における吸光度を測定する。

4.4 バックグラウンドの測定 バックグラウンドの測定は、次の手順によって行う。

- a) 4.2 の a) 及び b) の手順に従って操作する。
- b) 硫酸ヒドラジニウム硫酸溶液 [2.f)] 25ml を加えて振り混ぜ、再び沸騰水浴中で 20 分間加熱した後、4.2d) 及び 4.3 の手順に従って、試料と同じ操作を、試料と併行して行う。

5. 空試験 空試験は、試料を用いないで、4.1～4.4 の手順に従って、試料と同じ操作を、試料と併行して行う。

6. 検量線の作成 検量線の作成は、試料と併行して、次の手順によって行う。

- a) 数個のビーカー (200ml) に標準りん溶液 0～8.0ml (りんとして 0～800μg) を段階的に正確に取り、過塩素酸 5ml を加え、時計皿で覆い、加熱蒸発して過塩素酸の白煙を発生させ、ビーカーの内壁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逆流する状態で約 10 分間加熱を継続する。
- b) 放冷した後、時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、温水約 50ml を加え、溶液を 100ml の全量フラスコに水を用いて移し入れ、常温まで冷却した後、水で標線まで薄める。
- c) この溶液を正確に 10ml 分取して 100ml の全量フラスコ(1)に移し入れる。以下、4.2b)～4.3 の手順に従って試料と同じ操作を行い、得た吸光度と標準りん溶液として添加したりん量との関係線を作成し、その関係線を原点を通るように平行移動して検量線とする。

7. 計算 計算は、4.3 で得た吸光度から 4.4 で得た吸光度を差し引いて得られる吸光度と 6. で作成した検量線とからりん量を求め、試料中のりん含有率を、次の式によって算出する。

$$P = \frac{A - B}{m \times \frac{1}{10}} \times 100$$

ここに、

- P : 試料中のりん含有率 [% (m/m)]
- A : 分取した試料溶液中のりん検出量 (g)
- B : 分取した空試験液中のりん検出量 (g)
- m : 試料はかり採り量 (g)

附属書 6 (規定) りん定量方法—ICP 発光分光法

1. **要旨** 試料を硝酸とふっ化水素酸とで分解し、過塩素酸を加え、加熱して過塩素酸の白煙を発生させた後、溶液を ICP 発光分光分析装置のアルゴンプラズマ中に噴霧し、その発光強度を測定する。

2. **試薬** 試薬は、次による。

a) **硝酸 (1+1)**

b) **過塩素酸**

c) **ふっ化水素酸**

d) **鉄** できるだけ純度の高い鉄で、りんを含まないか又はりん含有率ができるだけ低く、既知であるもの。

e) **イットリウム溶液 (1mg Y/ml)** 酸化イットリウム (III) [純度 99.9% (m/m) 以上] 1.269 g に塩酸 (1+1) 50ml を加え、加熱して分解し、常温まで放冷した後、溶液に水を用いて 1 000ml の全量フラスコに移し入れ、水で標線まで薄める。

f) **標準りん溶液 (0.1mg P/ml)** あらかじめ 110℃で乾燥して恒量とした後、デシケーター中で室温まで放冷したりん酸二水素カリウム 0.219 7g をはかり採ってビーカー (200ml) に移し入れ、水を加えて溶解し、溶液を水を用いて 500ml の全量フラスコに移し入れ、水で標線まで薄める。

3. **試料はかり採り量** 試料はかり採り量は、1.0g とし、0.1mg のけたまで読み取る。

4. 操作

4.1 **試料の分解** 試料の分解は、次の手順によって行う。

a) 試料をはかり採ってポリテトラフルオロエチレン (以下、PTFE という。) ビーカー (200ml) 又は白金皿 (100ml) に移し入れ、ふたをする。

b) 硝酸 (1+1) 20ml を加え、ふっ化水素酸約 5ml を滴加して分解する。このとき反応が激しい場合は、容器の外側を水冷する。

c) ふたの下面及び容器内壁を水で洗ってふたを取り除く。

d) 過塩素酸 5ml を加え、加熱して過塩素酸の白煙を発生させ、液量が約 2ml になるまで濃縮する。

e) 常温まで冷却した後、溶液を水を用いて 100ml の全量フラスコに移し入れる。

4.2 **発光強度測定用溶液の調製** 発光強度測定用溶液の調製は、次のいずれかによる。

a) **発光強度法を適用する場合** 4.1d)で得た溶液に水を加えて標線まで薄める。

b) **強度比法を適用する場合** 4.1d)で得た溶液にイットリウム溶液 [2.e)] を正確に 10ml 加えた後、水で標線まで薄める。

4.3 **発光強度の測定** 発光強度の測定は、次のいずれかによる⁽¹⁾。

a) **発光強度法を適用する場合** 4.2a)で得た溶液の一部を ICP 発光分光分析装置のアルゴンプラズマ中に噴霧し、波長 178.29nm におけるりんの発光強度を測定する。

b) **強度比法を適用する場合** 4.2b)で得た溶液の一部を ICP 発光分光分析装置のアルゴンプラズマ中に噴霧し、波長 178.29nm におけるりんの発光強度と波長 371.03nm におけるイットリウムの発光強度を測定し、イットリウムの発光強度に対するりんの発光強度の比を求める。

注(1) 基本的な測定操作は、JIS K 0116の5. (ICP 発光分光分析) による。

5. **空試験** 空試験は、6.の検量線作成操作において得られる標準りん溶液を添加しない溶液の発光強度又は発光強度比を空試験の発光強度又は発光強度比とする。

6. **検量線の作成** 検量線の作成は、次の手順に従って試料と併行して行う。

a) **鉄 [2.d]** を 3.ではかり採った試料中に含まれる鉄の量と同量ずつ数個はかり採って、数個の PTFE ビーカー (300ml) 又は白金皿 (100ml) に移し入れ、ふたをする。

参考 けい素含有率 95～15% (m/m) であれば鉄量は 0.05～0.85g である。

b) 4.1 の b) 及び c) の手順に従って操作した後、標準りん溶液を 0～8.0ml (りんとして 0～0.8mg) 段階的に正確に加える。以下、4.1 の d)～4.3 の手順に従って試料と同じ操作を行い、得た発光強度又は強度比と標準りん溶液として添加したりん量との関係線を作成し、その関係線を検量線とする。

7. **計算** 計算は、4.3 及び 5.で得た発光強度又は発光強度比と 6.で作成した検量線とからりん量を求め、試料中のりん含有率を、次の式によって算出する。

$$P = \frac{A-B}{m} \times 100$$

ここに、

P : 試料中のりん含有率 [% (m/m)]

A : 試料溶液中のりん検出量 (g)

B : 空試験液中のりん検出量 (g)

m : 試料はかり採り量 (g)

附属書 7 (規定) 硫黄定量方法—燃烧—水酸化ナトリウム滴定法

1. **要旨** 試料を酸素気流中で高温に加熱して、硫黄を二酸化硫黄などに酸化し、これを過酸化水素に吸収させて硫酸を生成させ、水酸化ナトリウム標準溶液で滴定する。
2. **試薬** 試薬は、JIS Z 2616 の 7.2 (中和滴定法) (2) (試薬) による。
3. **装置** 装置は、JIS Z 2616 の 7.2(3) (装置) による。
4. **器具及び材料** 器具及び材料は、JIS Z 2616 の 6. (器具及び材料) による。
5. **試料はかり採り量** 試料はかり採り量は、使用する装置に最も適した量とし、0.1mg のけたまで読み取る。
参考 試料はかり採り量は、一般的には 0.5～1.0g である。

6. 操作

安全上の警告 燃烧操作においては、高温に加熱された磁器燃烧ボート又は磁器燃烧るつぼの取扱いは必ずるつぼ挟みなどを使用してやけどをしないように注意しなければならない。また、過剰の酸素排気の取扱いに留意して火災発生の防止に努めなければならない。

6.1 準備操作 JIS Z 2616 の 7.2 の(4) (予備操作) による。ただし、管状電気抵抗加熱炉を用いる場合の燃烧管内温度は、1 350℃(1)に保つ。また、高周波誘導加熱炉を用いる場合は、高周波誘導加熱に関する条件(2)を設定する。

注(1) 高温計の温度指示と燃烧管内温度との差に注意して補正する。

(2) 例えば、高周波発振機の陽極電流及び格子電流など、使用する装置の仕様に応じて決められた条件のことである。

6.2 定量操作 定量操作は、次のいずれかによる(3)。

a) **管状電気抵抗加熱炉を用いる場合** JIS Z 2616 の 7.2 の(5) (定量操作) による。

b) **高周波誘導加熱炉を用いる場合** JIS Z 2616 の 7.2 の備考による。

注(3) 助燃剤を添加する。助燃剤は、JIS Z 2616の6.12 (助燃剤) に示してあるものから最も適したもの〔例えば、硫黄含有率の低い鉄 (粉状) 1.0g とすず (粉状) 1.5g を混合したもの〕を選び、使用する装置に最も適した量を添加する。

7. **空試験** 空試験は、次のいずれかによる。

a) **管状電気抵抗加熱炉を用いる場合** JIS Z 2616 の 7.2 の(6) (空試験) による。

b) **高周波誘導加熱炉を用いる場合** JIS Z 2616 の 7.2 の備考による。ただし、試料を入れないで、試料に添加した量と同じ量の助燃剤を入れたるつぼを用いて行う。

なお、高周波を誘導しない助燃剤を用いる場合には、硫黄含有率ができるだけ低く、かつ、その含有率が既知の鉄などを 0.5～1.0g 追加して行い、追加した鉄などに含まれている硫黄量を差し引いて補正する。

8. **計算** 計算は、JIS Z 2616 の 7.2 の(7) (計算) による。

附属書 8 (規定) 硫黄定量方法—燃焼—赤外線吸収法

1. **要旨** 試料を酸素気流中で高温に加熱して、硫黄を二酸化硫黄に酸化する。これを酸素とともに赤外線吸収検出器に送って、赤外線吸収量を測定する。

2. **装置** 装置は、JIS Z 2616 の 7.7 [赤外線吸収法 (積分法)] (2) (装置) 又は 7.8 [赤外線吸収法 (循環法)] (2) (装置) による。

3. **器具及び材料** 器具及び材料は、JIS Z 2616 の 6. (器具及び材料) による。

4. **試料はかり採り量** 試料はかり採り量は、使用する装置に最も適した量とし、0.1mg のけたまで読み取る。

参考 試料はかり採り量は、一般的には 0.5～1.0g である。

5. 操作

安全上の警告 燃焼操作においては、高温に加熱された磁器燃焼ポート又は磁器燃焼るつぼの取扱いは必ずるつぼ挟みなどを使用してやけどをしないように注意しなければならない。また、過剰の酸素排気の取扱いに留意して火災発生の防止に努めなければならない。

5.1 **準備操作** 準備操作は、JIS Z 2616 の 7.7 の(3) (予備操作) 又は 7.8 の(3) (予備操作) による。

5.2 **定量操作** 定量操作は、JIS Z 2616 の 7.7 の(4) (定量操作) 又は 7.8 の(4) (定量操作) による⁽¹⁾。

注⁽¹⁾ 助燃剤を添加する。助燃剤は、JIS Z 2616 の 6.12 (助燃剤) に示してあるものから最も適したもの [例えば、鉄 (粉状) 1.0g を試料と混合し、その上をタングステン (粉状) 1.0g とすず (粉状) 0.5g の混合物で覆う。] を選び、使用する装置に最も適した量を添加する。

6. **空試験** 空試験は、JIS Z 2616 の 7.7 の(5) (空試験) 又は 7.8 の(5) (空試験) による。

7. **計算** 計算は、JIS Z 2616 の 7.7 の(6) (計算) 又は 7.8 の(6) (計算) による。

附属書 9 (規定) 硫黄定量方法—硫化水素気化分離 メチレンブルー吸光光度法

1. **要旨** 試料を硝酸とふっ化水素酸とで分解して硫黄を酸化して硫酸塩とする。過塩素酸を加え、加熱して過塩素酸の白煙を発生させ、硝酸を除去し、更に、乾固して過塩素酸を除去した後、塩酸溶液とする。よう化水素酸・ホスフィン酸を加えて鉄を還元し、不活性ガス気流中で加熱して硫酸塩を還元し、硫化水素を発生させ、酢酸亜鉛に吸収させた後、*N,N*-ジメチル-*p*-フェニレンジアミンと硫酸アンモニウム鉄 (III) を加えてメチレンブルーを生成させ、光度計を用いてその吸光度を測定する。

2. **試薬** 試薬は、次による⁽¹⁾。

a) 塩酸

b) 硝酸

c) 過塩素酸

d) ふっ化水素酸

e) **還元混液** よう化水素酸 (55~58%) とホスフィン酸 (別名：次亜りん酸) (45~55%) とを体積比で 4 : 1 の割合に三角フラスコで混合し、三角フラスコの中に不活性ガスを流しながら、溶液が軽く沸騰する程度に約 30 分間加熱した後、室温まで冷却する。この溶液は褐色瓶に入れて保存する。

f) **洗浄液** 塩酸 (1+60) と塩化ヒドラジニウム溶液 (5g/l) とを体積比で 3 : 1 の割合に使用の都度混合する。

g) **吸収液** 酢酸亜鉛二水和物 55g と酢酸ナトリウム三水和物 14g を水に溶解し、酢酸 2ml を加え、水で液量を 1 000ml として原液とする。この原液を、使用の都度、必要量だけ水で 5 倍に薄めて吸収液とする。

h) **不活性ガス** 純度の高い窒素又はアルゴンを使用する。

i) **鉄溶液 (10mg Fe/ml)** できるだけ硫黄含有率の低い金属鉄 1.000g をはかり採り、ビーカー (300ml) に移し入れ、時計皿で覆い、塩酸 (1+1) 20ml を加えて溶解し、穏やかに加熱して約 10 分間沸騰させる。これに硝酸 5ml を少量ずつ加えて鉄を酸化し、煮沸して窒素酸化物を追い出す。常温まで冷却した後、時計皿の下面を水で洗って取り除き、溶液を 100ml の全量フラスコに水を用いて移し入れ、水で標線まで薄める。

j) **硫酸アンモニウム鉄 (III) 溶液** 硫酸アンモニウム鉄 (III) 12 水和物 30g を水に溶解し、水を加えて液量を 250ml とする。

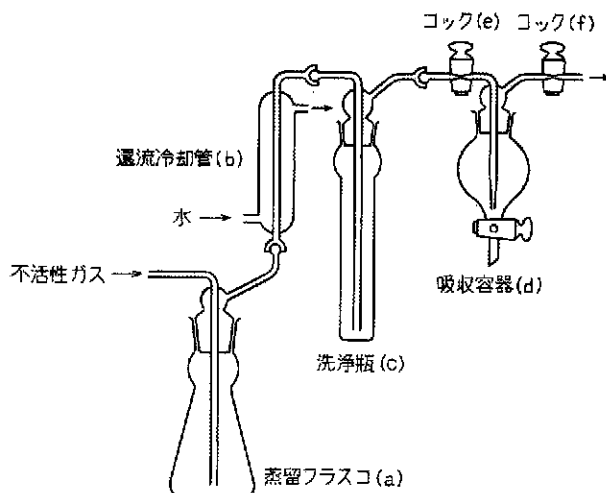
k) ***N,N*-ジメチル-*p*-フェニレンジアミン溶液** 硫酸 180ml を水約 500ml 中に少量ずつかき混ぜながら加え、室温まで冷却した後、*N,N*-ジメチル-*p*-フェニレンジアミン硫酸塩 1.0g を加えて溶解し、水を加えて液量を 1 000ml とする。

l) **標準硫黄溶液 (10μg S/ml)** あらかじめ 110℃で 2 時間乾燥し、デシケーター中で放冷した硫酸カリウム 5.435 2g を水に溶解し、溶液を 1 000ml の全量フラスコに水を用いて移し入れ、水で標線まで薄めて原液とする。この原液を、使用の都度、必要量だけ水で正しく 100 倍に薄めて標準硫黄溶液とする。

注⁽¹⁾ 硫酸塩以外の試薬は、すべて硫黄含有率の低いものを使用する。

3. 装置 装置は、次のものを**附属書 9 図 1**のように連結して用いる(7)。それぞれ各部の連結部分は、すべてすり合わせとする。

- a) 蒸留フラスコ(a) 約 300ml の蒸留フラスコ
- b) 還流冷却管(b) 長さ約 150mm の還流冷却管
- c) 洗浄瓶(c) 約 150ml の洗浄瓶
- d) 吸収容器(d) 約 150ml の吸収容器



附属書 9 図 1 気化分離装置連結図

注(7) 装置は、新しく使用するとき又は長時間使用しなかった後に使用するとき、空試験操作を繰り返して空試験値が安定してから本試験を行う。

4. 試料はかり採り量 試料はかり採り量は、**附属書 9 表 1**によって、0.1mg のけたまで読み取る。

附属書 9 表 1 試料はかり採り量

硫黄含有率 %(m/m)	試料はかり採り量 g
0.001 以上 0.010 未満	0.50
0.010 以上 0.025 未満	0.20
0.025 以上 0.050 以下	0.10

5. 操作

安全上の警告 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。蒸気は、過塩素酸を使用しても安全な排気設備を備えた場所で処理しなければならない。

5.1 試料溶液の調製 試料溶液の調製は、次の手順によって行う。

- a) 試料をはかり採って白金皿 (100 番) に移し入れる。
- b) 硝酸 5ml を加え、白金のふたをし、ふたを少しずらしながらふっ化水素酸 5ml を少量ずつ加える。
- c) 室温に 5~20 分間放置して大部分の試料を分解した後、加熱して完全に分解する。
- d) ふたの下面を水で洗って取り除く。
- e) 過塩素酸 3ml を加え、更に、鉄溶液 [2.i] を正確に 1.0ml 加え、加熱濃縮して過塩素酸の白煙を発生させた後、放冷する。
- f) 塩酸 5ml を加え、溶液を蒸留フラスコ (a) へ少量の水で洗い移す。

- g) 加熱して過塩素酸の濃厚な白煙を発生させ、引き続き 250～300℃の熱板上に移して加熱し、過塩素酸の白煙が出なくなるまで蒸発する。
- h) 熱板から降ろし、放冷した後、塩酸 10ml を加え、加熱して塩類を溶解し、室温まで冷却する。

5.2 気化分離 気化分離は、次の手順によって行う。

- a) 5.1h)で得た試料溶液に還元混液 [2.e)] 15ml を加え、10 分間放置して鉄 (III) などを還元した後、更に、還元混液 [2.e)] 5ml を蒸留フラスコ (a) の内壁を洗浄するようにして加える。
- b) 洗浄瓶 (c) に洗浄液 [2.f)] 30～80ml⁽³⁾、吸収容器 (d) に吸収液 [2.g)] 50ml を入れ、還流冷却管 (b) に水道水を流す。
- c) 3.a)の蒸留フラスコ (a) を**附属書 9 図 1**のように連結して不活性ガス [2.h)] を毎分 100ml⁽⁴⁾の割合で送入する。
- d) あらかじめ約 250℃に加熱してある熱板上に蒸留フラスコ (a) を置いてフラスコ内の溶液を約 30 分間⁽⁴⁾加熱し、気化したガスを不活性ガスとともに洗浄瓶を経由して吸収液中に導いて吸収させる。

注⁽³⁾ 洗浄液の量は、洗浄瓶 (c) の内径によって異なるので液層の高さが30～50mm 程度になるように入れる。この洗浄液は、その都度交換する。

(4) 不活性ガスの流速と試料溶液の加熱時間は相互に関係があり、装置内の全体積によって若干異なるので、使用する装置によって適切な条件をあらかじめ求めておく必要がある。

5.3 呈色 呈色は、次の手順によって行う⁽⁵⁾。

- a) 5.2d)で得た吸収液を 100ml の全量フラスコに移し入れる。
- b) 液温が 20℃以下になるように冷却し、*N, N*-ジメチル-*p*-フェニレンジアミン溶液 [2.k)] 10ml を加えて穏やかに振り混ぜた後、直ちに、硫酸アンモニウム鉄 (III) 溶液 [2.j)] を正確に 2.0ml 加え、1 分間激しく振り混ぜ、水で標線まで薄める。

注⁽⁵⁾ この呈色は、使用する装置及び試薬によって若干異なる場合があるので、再現性の良い値が得られる条件をあらかじめ求めておいて、その条件を厳守する必要がある。特に呈色時の液温及び振り混ぜ条件は、できるだけ一定になるように注意しなければならない。

5.4 吸光度の測定 5.3b)で得た呈色溶液を 15 分間放置した後、その一部を光度計の吸収セル (10mm) に移し入れ、6.で得る空試験液を対照液として 665nm 付近における吸光度を測定する。

6. 空試験 空試験は、試料を用いないで、試料と同じ操作を、試料と併行して行う。

7. 検量線の作成 検量線の作成は、試料と併行して⁽⁶⁾次の手順によって行う。

- a) 数個の白金皿 (100 番) を準備する。
- b) それぞれに標準硫黄溶液を 0～5.0ml (硫黄として 0～50μg) を段階的に正確に加える。
- c) 以下、5.1b)～5.4 の手順に従って試料と同じ操作を行い、得た吸光度と標準硫黄溶液として添加した硫黄量との関係線を作成し、その関係線を原点を通るように平行移動して検量線とする。

注⁽⁶⁾ 呈色条件を分析試料の場合と同一にする必要があるので、検量線は、試料と併行してその都度作成しなければならない。

8. 計算 計算は、5.4 で得た吸光度と、7.で作成した検量線とから硫黄量を求め、試料中の硫黄含有率を、次の式によって算出する。

$$S = \frac{A}{m} \times 100$$

ここに,

S : 試料中の硫黄含有率 [% (m/m)]

A : 試料溶液中の硫黄検出量 (g)

m : 試料はかり採り量 (g)

附属書 10 (規定) アルミニウム定量方法—鉄分離エチレンジアミン 四酢酸二水素二ナトリウム・銅逆滴定法

1. **要旨** 試料を硝酸とふつ化水素酸で分解し、硫酸を加え、加熱して硫酸の白煙を発生させて硝酸及びふつ化水素酸を除去する。塩酸を加えて塩類を溶解した後、4-メチル-2-ペンタノンで大部分の鉄を抽出除去する。pH を調節し、スルホサリチル酸を指示薬として残った鉄と当量の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。) 標準溶液を加えて残った鉄をマスキングする。pH を調節し、一定量の EDTA2Na 標準溶液を加えてアルミニウムの EDTA 錯体を生成させた後、過剰の EDTA2Na を 1-ピリジルアゾ-2-ナフトール銅 (以下、Cu-PAN という。) を指示薬として銅標準溶液で滴定する。

2. **試薬** 試薬は、次による。

- a) 塩酸 (7+5)
- b) 硝酸
- c) 硝酸 (1+1)
- d) 過塩素酸
- e) ふつ化水素酸
- f) 硫酸 (1+1)
- g) スルホサリチル酸溶液 (10g/l)
- h) 酢酸アンモニウム溶液 (50g/l)
- i) 4-メチル-2-ペンタノン塩酸混合溶液 4-メチル-2-ペンタノン 940ml と塩酸 60ml を混合する。
- j) 0.01mol/l EDTA2Na 標準溶液 調製方法は、JIS K 8001 の 4.5 (滴定用溶液) (3.3) による。ただし、この溶液の標定は、次の手順によって行う。

0.01mol/l アルミニウム標準溶液 [k] 20.0ml をビーカー (300ml) に取り、水約 100ml を加え、酢酸アンモニウム溶液 (50g/l) を滴加して pH を 2.9~3.1 に調節する。溶液を 90℃ 以上に加熱し、直ちに、Cu-PAN 溶液 [m] 2, 3 滴を指示薬として加え、0.01 mol/l EDTA2Na 標準溶液で滴定し、溶液が赤紫色から黄色に変わったら滴定を止め、溶液を加熱沸騰させる。再び赤紫色に変わったならば、引き続き 0.01 mol/l EDTA2Na 標準溶液で滴定する。この操作を繰り返す。滴定した後に沸騰させても溶液が赤紫色に変わらないで黄色を保つ点を終点として 0.01mol/l EDTA2Na 標準溶液の使用量を求め、次の式によって 0.01mol/l EDTA2Na 標準溶液のファクターを求める。

$$F_1 = \frac{20}{V_1}$$

ここに、
 F_1 : 0.01mol/l EDTA2Na 標準溶液のファクター
 V_1 : 0.01mol/l EDTA2Na 標準溶液使用量 (ml)

- k) 0.01mol/l アルミニウム標準溶液 アルミニウム [99.9% (m/m) 以上] 0.269 8g をはかり採って三角フラスコ (300ml) に移し入れ、口に漏斗をはめて塩酸 (1+1) 30ml を加え、加熱分解する。常温まで冷却した後、溶液を 1 000ml の全量フラスコに水を用いて移し入れ、水で標線まで薄める。
- l) 0.01mol/l 銅標準溶液 硫酸銅 (II) 五水和物 2.50g を水に溶解し、水で液量を 1 000ml とする。この溶液の標定は、次の手順によって行う。

0.01mol/l EDTA2Na 標準溶液 [j] 20.0ml をビーカー (300ml) に取り、水約 100ml を加え、酢酸アン

モニウム溶液 (50g/l) を滴加して pH を 2.9～3.1 に調節する。溶液を 90℃ 以上に加熱し、直ちに、Cu-PAN 溶液 [m] 2.3 滴を指示薬として加え、0.01mol/l 銅標準溶液で滴定し、溶液の黄色が微紅色となった点を終点として 0.01mol/l 銅標準溶液の使用量を求め、次の式によって 0.01mol/l 銅標準溶液のファクターを求める。

$$F_2 = \frac{20 \times F_1}{V_2}$$

ここに、
 F_1 : 0.01mol/l EDTA2Na 標準溶液のファクター
 F_2 : 0.01mol/l 銅標準溶液のファクター
 V_2 : 0.01mol/l 銅標準溶液使用量 (ml)

- m) **Cu-PAN 溶液** 1-ピリジルアゾ-2-ナフトール (PAN) 0.1g と Cu-EDTA1.3g を 1, 4-ジオキサン (50v/v%) 100ml に溶解するか、又は市販の混合製剤 1g を 1, 4-ジオキサン (50v/v%) 100ml に溶解する。

3. **試料はかり採り量** 試料はかり採り量は、**附属書 10 表 1** によって、0.1mg のけたまで読み取る。

附属書 10 表 1 試料はかり採り量

アルミニウム含有率 %(m/m)	試料はかり採り量 g
0.05 以上 0.5 未満	1.0
0.5 以上 3.0 以下	0.50

4. 操作

- 4.1 **試料の分解** 試料の分解は、次の手順によって行う。

- 試料をはかり採って白金皿 (100 番) に移し入れる。
- 硫酸 (1+1) 10ml を加え、ポリエチレン又は白金製のふたで覆い、ふつ化水素酸 10ml を滴加して分解する。
- ふたの下面を水で洗ってふたを取り除き、硫酸 (1+1) 5ml を加える。
- 白金皿を砂浴上に移して硫酸の白煙の発生が少なくなるまで加熱蒸発した後、放冷する。
- 塩酸 (7+5) 10ml を加えて塩類を溶解する。

- 4.2 **鉄の除去** 鉄の除去は、次の手順によって行う。

- 4.1e) で得た溶液を、塩酸 (7+5) 約 10ml を用いて分液漏斗 (100ml) に移し入れる。
- 4-メチル-2-ペンタノン塩酸混合溶液 [2.i] 20ml を加えて 1 分間激しく振り混ぜる。
- しばらく静置して二層に分離した後、水相 (下層) をビーカー (300ml) に移し入れる。
- 分液漏斗に塩酸 (7+5) 5ml を加え、再び 1 分間振り混ぜ、しばらく静置して二層に分離した後、水相 (下層) を c) の水相が入っているビーカーに移し入れ、時計皿で覆う。有機相 (上層) は捨てる。

- 4.3 **鉄のマスキング** 鉄のマスキングは、次の手順によって行う。

- 4.2d) で得た溶液を煮沸し、溶存している 4-メチル-2-ペンタノンを追い出した後、時計皿の下面を少量の水で洗って時計皿を取り除く。
- 硝酸 5ml 及び過塩素酸 10ml を加え、液量が 2, 3ml になるまで加熱濃縮した後、放冷する。
- 水約 50ml を加えて塩類を溶解し、酢酸アンモニウム溶液を滴加して pH を 1.9～2.1 に調節する。
- スルホサリチル酸溶液 1ml を指示薬として加えて振り混ぜ、0.01mol/l EDTA2Na 標準溶液を、溶液が紫紅色から淡黄色又は無色になるまで滴加し、鉄をマスキングする。

- 4.4 **滴定** 滴定は、次の手順によって行う。

- a) 4.3d)で得た溶液に酢酸アンモニウム溶液を滴加して pH を 2.9～3.1 に調節する。
- b) 溶液を 90℃以上に加熱し、直ちに、Cu-PAN 溶液 [2.m)] 2, 3 滴を指示薬として加え、溶液が黄色になるまで 0.01mol/l EDTA2Na 標準溶液で滴定し、更にその約 1ml を過剰に加え、0.01mol/l EDTA2Na 標準溶液の使用量を求める。
- c) 再び 90℃以上に加熱し、直ちに 0.01mol/l 銅標準溶液で滴定し、溶液の黄色が微紅色となった点を終点とし、0.01mol/l 銅標準溶液の使用量を求める。

5. **空試験** 空試験は、試料を用いないで、4.1～4.4 の手順に従って試料と同じ操作を、試料と併行して行う。

6. **計算** 計算は、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。

$$Al = \frac{(V_1F_1 - V_2F_2) - (V_3F_1 - V_4F_2)}{m} \times 0.0002698 \times 100$$

- ここに、
- Al : 試料中のアルミニウム含有率 [% (m/m)]
 - V_1 : 試料について 4.4b)で得た 0.01mol/l EDTA2Na 標準溶液の使用量 (ml)
 - F_1 : 0.01mol/l EDTA2Na 標準溶液のファクター
 - V_2 : 試料について 4.4c)で得た 0.01mol/l 銅標準溶液の使用量 (ml)
 - F_2 : 0.01mol/l 銅標準溶液のファクター
 - V_3 : 空試験において 4.4b)で得た 0.01mol/l EDTA2Na 標準溶液の使用量 (ml)
 - V_4 : 空試験において 4.4c)で得た 0.01mol/l 銅標準溶液の使用量 (ml)
 - m : 試料はかり採り量 (g)

附属書 11 (規定) アルミニウム定量方法—原子吸光法(1)

1. **要旨** 試料を硝酸とふっ化水素酸とで分解し、過塩素酸を加え、加熱して過塩素酸の白煙を発生させてけい素を四ふっ化けい素として揮散させた後、溶液を原子吸光光度計の一酸化二窒素・アセチレンフレイム中に噴霧し、その吸光度を測定する。

2. **試薬** 試薬は、次による。

a) **硝酸 (1+1)**

b) **過塩素酸**

c) **ふっ化水素酸**

d) **鉄溶液 (25mg Fe/ml)** アルミニウムを含まないか又はアルミニウム含有率が低く、既知の鉄 2.5g をはかり採ってビーカー (300ml) に移し入れ、過塩素酸 20ml を加え、加熱して鉄を分解した後、引き続き加熱して過塩素酸の白煙を発生させる。放冷した後、温水約 50ml を加え、加熱して塩類を溶解する。常温まで冷却した後、溶液を 100ml の全量フラスコに水を用いて移し入れ、水で標線まで薄める。

e) **標準アルミニウム溶液 (1mg Al/ml)** アルミニウム [99.9% (m/m) 以上] 1.000g をはかり採ってビーカー (200ml) に移し入れ、時計皿で覆い、塩酸 15ml 及び硝酸 5ml を加え、加熱して分解した後、過塩素酸 10ml を加え、加熱して過塩素酸の白煙を発生させる。放冷した後、温水約 5ml を加え、加熱して塩類を溶解する。常温まで冷却した後、時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、溶液を 1 000ml の全量フラスコに水を用いて移し入れ、水で標線まで薄める。

3. **試料はかり採り量** 試料はかり採り量は、1.0g とし、0.1mg のけたまで読み取る。

4. **操作**

安全上の警告 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。蒸気は、過塩素酸を使用しても安全な排気設備を備えた場所で処理しなければならない。

4.1 **試料溶液の調製** 試料溶液の調製は、次の手順によって行う。

a) 試料をはかり採って白金皿 (100 番) に移し入れる。

b) 硝酸 (1+1) 10ml を加え、ポリエチレン又は白金製のふたで覆い、ふたを少しずらしてふっ化水素酸約 10ml を滴加し、更に、過塩素酸 10ml を加える。

c) 砂浴上で加熱蒸発して過塩素酸の白煙を発生させ、液量が約 3ml になるまで濃縮する。

d) 放冷した後、温水約 30ml を加え、加熱して可溶性塩類を溶解する。常温まで冷却した後、ふたの下面を水で洗ってふたを取り除く。

4.2 **測定溶液の調製** 測定溶液の調製は、次のいずれかによる。

a) **試料中のアルミニウム含有率が 1% (m/m) 未満の場合** 4.1d) で得た溶液を 100ml の全量フラスコに水を用いて移し入れ、水で標線まで薄める。

b) **試料中のアルミニウム含有率が 1% (m/m) 以上の場合** a) で得た溶液を 20.0ml 分取して 100ml の全量フラスコに移し入れ、水で標線まで薄める。

4.3 吸光度の測定 吸光度の測定は、4.2 の a) 又は b) で得た溶液の一部を、水を用いてゼロ点を調整した原子吸光光度計の一酸化二窒素・アセチレンフレイム中に噴霧し、波長 309.2nm 又は 396.2nm における吸光度を測定する⁽¹⁾。

注⁽¹⁾ 吸光度測定条件の例を、附属書11表1に示す。

附属書 11 表 1 吸光度の測定条件の例

波長 nm	ランプ電流 mA	使用ガス		
			圧力	流速
309.2 又は 396.2	10～15	アセチレン	0.049MPa	4l/min
		一酸化二窒素	0.177MPa	6l/min

5. 空試験 空試験は、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。

6. 検量線の作成 検量線の作成は、試料と併行して、次の手順によって行う。

- 数個の白金皿（100 番）に標準アルミニウム溶液を 0～10.0ml（アルミニウムとして 0～10mg）を段階的に取る。
- 鉄溶液 [2.d)] を、鉄の量がはかり取った試料中の鉄の量とほぼ同量になるように加える。
- 硝酸 (1+1) 10ml, ふっ化水素酸 10ml 及び過塩素酸 10ml を加え、ポリエチレン又は白金製のふたで覆う。以下、4.1 の c)～4.3 の手順に従って試料と同じ操作を行い、得た吸光度と標準アルミニウム溶液として添加したアルミニウム量との関係線を作成し、その関係線を原点を通るように平行移動して検量線とする。

7. 計算 計算は、次のいずれかによる。

- 測定溶液の調製を 4.2a) で行った場合** 4.3 及び 5. で得た吸光度と、6. で作成した検量線とからアルミニウム量を求め、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。

$$Al = \frac{A_1 - A_2}{m} \times 100$$

ここに、
 Al : 試料中のアルミニウム含有率 [% (m/m)]
 A_1 : 試料溶液中のアルミニウム検出量 (g)
 A_2 : 空試験液中のアルミニウム検出量 (g)
 m : 試料はかり採り量 (g)

- 測定溶液の調製を 4.2b) で行った場合** 4.3 及び 5. で得た吸光度と、6. で作成した検量線とからアルミニウム量を求め、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。

$$Al = \frac{A_1 - A_2}{m \times \frac{20}{100}} \times 100$$

ここに、
 Al : 試料中のアルミニウム含有率 [% (m/m)]
 A_1 : 分取した試料溶液中のアルミニウム検出量 (g)
 A_2 : 分取した空試験液中のアルミニウム検出量 (g)
 m : 試料はかり採り量 (g)

附属書 12 (規定) アルミニウム定量方法—原子吸光法(2) (ISO 4139)

1. 適用範囲

この附属書 12 は、フェロシリコン中のアルミニウムを原子吸光法で定量する方法について規定する。
この方法は、アルミニウム含有率 0.05% (m/m) 以上 5% (m/m) 以下のフェロシリコンに適用する。

2. 原理

試料を硝酸、ふっ化水素酸と過塩素酸とで分解する。過塩素酸の白煙が発生するまで溶液を蒸発する。
溶液をろ過し、残さは炭酸ナトリウムとほう酸の混合物で融解する。融成物を主液で溶解する。試料溶液を一酸化二窒素・アセチレンフレイム中に噴霧し、波長 309.3nm における吸光度を測定する。

3. 試薬

分析に際しては、認証された分析級の試薬及び蒸留水又はそれに相当する純度の水だけを使用する。

3.1 炭酸ナトリウム, 無水

3.2 硝酸 ρ 1.40g/ml, 約 68% (m/m) の溶液

3.3 ふっ化水素酸 ρ 1.16g/ml, 約 48% (m/m) の溶液

3.4 過塩素酸 ρ 1.68g/ml, 約 70% (m/m) の溶液

3.5 塩酸 ρ 1.19g/ml, 約 38% (m/m) の溶液

3.6 塩酸 (1+9) 水 9 容に塩酸 (3.5) 1 容を加え、かき混ぜる。

3.7 ほう酸 結晶

3.8 鉄溶液 No.1 10g Fe/l

純粋でアルミニウムを含まない鉄 10g を 0.001g のけたまで読み取ってはかり採り、ビーカー (600ml) に移し入れ、塩酸 (3.5) 50ml を加えて分解する。穏やかに加熱して完全に分解する。溶液を、1 000ml の全量フラスコへ水を用いて移し入れ、水で標線まで薄める。

3.9 鉄溶液 No.2 10g Fe/l

純粋でアルミニウムを含まない鉄 5g を 0.001g のけたまで読み取ってはかり採り、ビーカー (600ml) に移し入れ、塩酸 (3.5) 25ml を加えて分解する。穏やかに加熱して完全に分解する。過塩素酸 (3.4) 25ml を加え、過塩素酸の白煙が発生するまで加熱する。放冷して塩酸 (3.5) 50ml を加え、溶液が透明になってから水 50ml を加える。

この溶液に 1 000℃に調節されたマッフル炉を用いて、あらかじめ炭酸ナトリウム (3.1) 5g 及びほう酸 (3.7) 2.5g の混合物を融解しておいた白金るつぼを入れる。融成物が完全に溶解するまで穏やかに加熱する。るつぼをビーカーから取り出し、るつぼを注意深く洗浄し、洗液をビーカーに移す。冷却して、ビーカーの内容物を 500ml の全量フラスコへ水を用いて移し入れ、水で標線まで薄める。

3.10 検量線溶液 (分析条件を再現させるためのもの)

ビーカー (250ml) に塩酸 (3.5) 30ml, 過塩素酸 (3.4) 15ml 及び水 50ml を入れる。この溶液に 1 000℃に調節されたマッフル炉を用いて、あらかじめ炭酸ナトリウム (3.1) 5g 及びほう酸 (3.7) 2.5g の混合物を融解しておいた白金るつぼを入れる。融成物が完全に溶解するまで穏やかに加熱する。るつぼをビーカーか

ら取り出し、るつぼを注意深く洗浄し、洗液をビーカーに移す。冷却して、ビーカーの内容物を 200ml の全量フラスコへ移し入れ、水で標線まで薄める。

3.11 標準アルミニウム溶液 1g Al/l

純度 99.99% (m/m) のアルミニウム 1g を 0.001g のけたまで読み取ってはかり採り、ビーカー (600ml) に移し入れ、塩酸 (3.5) 30ml を加えて分解する。溶液を、1000ml の全量フラスコへ水を用いて移し入れ、水で標線まで薄める。

4. 装置及び器具

通常、分析室で使用する装置及び器具のほか次のものを使用する。

4.1 白金るつぼ 約 40ml

4.2 ポリテトラフルオロエチレン (PTFE) ビーカー又は白金皿 適当な容積のもの

4.3 原子吸光度計 一酸化二窒素とアセチレンが供給できるバーナーを備えているもの

4.4 アルミニウムの中空陰極ランプ

5. サンプルング

フェロアロイのサンプルング及び試料調製は、国際規格による。(参考：1987 年に ISO 3713 を制定)

6. 操作

安全上の警告 一般的に過塩素酸の蒸気は、アンモニア又は有機物が存在すると爆発する危険がある。

6.1 試料はかり採り

試料は、 $1 \pm 0.001\text{g}$ をはかり採る。

6.2 空試験

空試験は、同一操作に従い、すべての試薬の同じ量を使用して、分析操作と併行して行う。ただし、鉄溶液 No.1 (3.8) 50ml を加える。

6.3 定量

6.3.1 試料溶液の調製

はかり採った試料 (6.1) 1g を PTFE ビーカー (150ml) 又は白金皿 (4.2) (100ml) に移し入れ、硝酸 (3.2) 10ml を加える。次に、ふっ化水素酸 (3.3) 10ml を、反応がゆっくり進行するように酸を添加するたびに振り混ぜながら、注意してゆっくり加える。

反応が終わるまで、室温で放置する。試料中のけい素含有率が 65% (m/m) 以上の場合は、溶液に鉄溶液 No.1 (3.8) 30ml を加える。

過塩素酸 (3.4) 5ml を加え、ビーカーを 350℃を超えない温度の熱板上に置き、過塩素酸の白煙が盛んに発生するまで加熱する。

放冷する。

塩酸 (3.6) 30ml を加え、可溶性塩類が溶解するまで加熱する。ち(緻)密なる紙〔例えば、ろ紙 (5 種 B)〕を用いて残さをこし分け、ろ液はビーカー (250ml) に集める。残さとろ紙を約 100ml の温水で洗浄して過塩素酸を完全に除去する。

残さとろ紙を白金るつぼ (4.1) に移し入れ、最初は低い温度で灰化し、次に 1 000℃で約 15 分間強熱する。

デシケーター中で放冷する。

るつばに炭酸ナトリウム (3.1) 1g とほう酸 (3.7) 0.500g を加える。

250℃の熱板上で 15 分間加熱する。マッフル炉に移し、1 000℃で 15 分間強熱する。

るつばを放冷し、次に酸分解した残さをこし分けたろ液の入ったビーカーに入れる。塩酸 (3.5) 15ml を加え、融解した残さが完全に溶解するまで穏やかに加熱する。

ビーカーからるつばを取り出し、注意してすすぎ、溶液量が約 60ml になるまで穏やかに加熱して濃縮する。

冷却する。

ビーカーの内容物を 100ml の全量フラスコへ水を用いて移し入れる。水で標線まで薄める。これを**溶液 A** とする。

6.3.1.1 アルミニウム含有率が 0.50% (m/m) 以下の場合

溶液 A を用い、6.3.2 で規定されている操作を行う。

6.3.1.2 アルミニウム含有率が 0.50 を超え 1.25% (m/m) 以下の場合

溶液 A 20ml を分取し、50ml の全量フラスコへ移し入れ、ビュレットを用いて、鉄溶液 No.2 (3.9) 24ml を加え、水で標線まで薄める。これを**溶液 B** とする。

溶液 B を用い、6.3.2 で規定されている操作を行う。

6.3.1.3 アルミニウム含有率が 1.25 を超え 5% (m/m) 以下の場合

溶液 A 5ml を分取し、50ml の全量フラスコへ移し入れる。ビュレットを用いて、鉄溶液 No.2 (3.9) 36ml を加え、水で標線まで薄める。これを**溶液 C** とする。

溶液 C を用い、6.3.2 で規定されている操作を行う。

注 使用する装置の感度によっては、更に希釈してもよい。

6.3.2 吸光度の測定

原子吸光光度計 (4.3) の電源を入れ、安定性を確保するのに十分な時間だけアルミニウムの中空陰極ランプ (4.4) のスイッチを入れておく。

波長を 309.3nm に調整する。バーナーの特性に従い、一酸化二窒素とアセチレンの圧力を調整する。濃度は装置によって異なるが、濃度が既知のアルミニウム溶液を用い、最高感度と安定性が得られるように調整し、適切な信号を得る。

検量線 (6.4) に対して試薬ブランク溶液の読み値がゼロになるように装置を調整した後、試料溶液 (6.3.1.1 又は 6.3.1.2 若しくは 6.3.1.3) の吸光度を測定する。

検量線 (6.4) を測定の各シリーズに対して作成する。

注 アルミニウムは、一酸化二窒素・アセチレンフレイム中では部分的にしかイオン化しない。鉄はイオン干渉として作用するので、アルミニウムからの信号を強くする。実験結果から、用いた条件下では 1l 当たり鉄が 3～10g の範囲では増感作用は一定である。

6.4 検量線の作成

各シリーズに対して 8 個の全量フラスコ (参考) を準備し、それぞれに鉄溶液 No.2 (3.9) 50ml 及び検量線溶液 (3.10) 20ml を分取して移し入れる。次に、次の表に示してある量の標準アルミニウム溶液をそれぞれ加え、水で標線まで薄める。

標準アルミニウム溶液 (3.11) 添加量	対応するアルミニウムの質量	分析試料中のアルミニウム含有率 [% (m/m)]		
		溶液 A 1g/100ml	溶液 B 1g/250ml	溶液 C 1g/1 000ml
0*	0	0	0	0
0.50	0.5	0.05	0.125	0.50
1.00	1.0	0.10	0.25	1.00
2.00	2.0	0.20	0.50	2.00
2.50	2.5	0.25	0.625	2.50
3.00	3.0	0.30	0.75	3.00
4.00	4.0	0.40	1.00	4.00
5.00	5.0	0.50	1.25	5.00

* 検量線作成に用いる試薬の空試験

参考 溶液 A を使用する場合(6.3.1.1)は 100ml, 溶液 B を使用する場合(6.3.1.2)は 250ml, 溶液 C を使用する場合(6.3.1.3)は 1 000ml の全量フラスコを準備する。

6.3.2 で規定されている条件で検量線溶液の吸光度を測定する。

横軸をフェロシリコン中のアルミニウム含有率 [% (m/m)] に、縦軸を対応する吸光度値にして検量線をプロットする。

7. 結果の表示

検量線を用いて、測定した吸光度に対応するフェロシリコン中のアルミニウム含有率 [% (m/m)] を計算する。

8. 試験結果の報告

試験結果の報告書には、次の情報を記載する。

- 試料の識別に関する事項
- この**附属書**に準拠した事項
- 分析結果
- 定量時に注目された非定常的な事項
- この**附属書**に規定されていない操作又は任意的な操作の詳細な事項

フェロシリコン分析方法 JIS 改正原案作成委員会 構成表

	氏名	所属
(主査)	* 鈴木 邦 輝	日本重化学工業株式会社
(委員)	* 稲本 勇	新日本製鐵株式会社
	* 大槻 孝	元社団法人日本鉄鋼連盟
	* 金 宏 治	株式会社神戸製鋼所
	* 唐 英 夫	日本電工株式会社
	* 見持 洋 司	日本重化学工業株式会社
	佐藤 正 文	昭和電工株式会社
	杉山 鉄 男	大平洋金属株式会社
	* 戸 館 一	社団法人日本海事検定協会
	* 紅 谷 紀 生	日本鋼管株式会社
	松本 誠	中央電気工業株式会社
	林 明 夫	通商産業省基礎産業局
	大嶋 清 治	通商産業省工業技術院
(関係者)	橋本 繁 晴	財団法人日本規格協会
(事務局)	増田 正 純	通商産業省工業技術院
	* 奥 山 満 之	日本フェロアロイ協会

*印は、小委員会委員を兼ねる。