

## 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 1313 : 1989** 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、各成分の定量方法を附属書方式で表現した。

**JIS G 1313** には、次に示す附属書がある。

- 附属書 1 (規定)    クロム定量方法－ペルオキシ二硫酸アンモニウム酸化硫酸アンモニウム鉄 (II) ・過マンガン酸カリウム逆滴定法
- 附属書 2 (規定)    クロム定量方法－ペルオキシ二硫酸アンモニウム酸化硫酸アンモニウム鉄 (II) 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)    けい素定量方法－二酸化けい素重量法
- 附属書 6 (規定)    りん定量方法－モリブドリン酸青吸光光度法
- 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

## フェロクロム分析方法

## Method for chemical analysis of ferrochromium

**序文** この規格は、1979年に第1版として発行された **ISO 4140**, Ferrochromium and ferrosilicochromium—Determination of chromium content—Potentiometric method が対応国際規格としてあるが、危険性の高い試薬による分解法を規定していることから、これを採用せず、対応国際規格にないクロムの定量方法を**附属書 1** 及び**附属書 2** として規定し、さらに、対応国際規格にない炭素、けい素、りん及び硫黄の定量方法を**附属書 3～8** として追加して作成した日本工業規格である。

**1. 適用範囲** この規格は、フェロクロム中の、クロム、炭素、けい素、りん及び硫黄の定量方法について規定する。

**備考** この規格の対応国際規格を、次に示す。

**ISO 4140** : 1979 Ferrochromium and ferrosilicochromium—Determination of chromium content—Potentiometric method

**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 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 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** 及び **JIS K 0113** による。

**4. 定量方法の区分** 定量方法の区分は、**表 1** による。

表 1 定量方法の区分

| 定量成分 | 定量方法                                            | 適用含有率範囲<br>% (m/m) | 附属書(規定)<br>番号 |
|------|-------------------------------------------------|--------------------|---------------|
| クロム  | ペルオキシ二硫酸アンモニウム酸化硫酸アンモニウム鉄 (II) ・ 過マンガン酸カリウム逆滴定法 | 40 以上 95 以下        | 1             |
|      | ペルオキシ二硫酸アンモニウム酸化硫酸アンモニウム鉄 (II) 滴定法              | 40 以上 95 以下        | 2             |
| 炭素   | 燃焼-ガス容量法                                        | 0.05 以上 10 以下      | 3             |
|      | 燃焼-赤外線吸収法                                       | 0.001 以上 10 以下     | 4             |
| けい素  | 二酸化けい素重量法                                       | 0.1 以上 10 以下       | 5             |
| りん   | モリブドリン酸青吸光光度法                                   | 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                                       | 0.005 以上 0.10 以下   | 8             |

**附属書 1 (規定) クロム定量方法一**  
**ペルオキシ二硫酸アンモニウム酸化硫酸アンモニウム鉄 (II) ・**  
**過マンガン酸カリウム逆滴定法**

1. **要旨** 試料をりん酸で分解した後、又はアルカリで融解して融成物を水で溶解した後、硫酸を加えて硫酸溶液とし、硝酸銀を触媒として、ペルオキシ二硫酸アンモニウムでクロムを二クロム酸に酸化し、同時に酸化された過マンガン酸を塩酸と硫酸マンガンをとで還元する。硫酸アンモニウム鉄 (II) 標準溶液の少過剰を加えて二クロム酸を還元した後、過剰の硫酸アンモニウム鉄 (II) を過マンガン酸カ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 (1+3)**
- b) **硝酸**
- c) **硫酸 (1+1, 1+4)**
- d) **りん酸**
- e) **融解合剤 (過酸化ナトリウム 7, 炭酸ナトリウム 3)**
- f) **ペルオキシ二硫酸アンモニウム**
- g) **硝酸銀溶液 (5g/l)** この溶液は、褐色ガラス瓶に入れて保存する。
- h) **硫酸マンガン(II)溶液** 硫酸マンガン (II) 五水和物 100g を水に溶解し、水で液量を 1l とする。
- i) **ペルオキシ二硫酸アンモニウム溶液 (200g/l)** この溶液は、使用の都度調製する。
- j) **過マンガン酸カリウム溶液 (3g/l)** この溶液は、褐色ガラス瓶に入れて保存する。
- k) **0.1mol/l 硫酸アンモニウム鉄 (II) 標準溶液** 調製、標定及び計算は、JIS K 8001 の 4.5 (滴定用溶液) の(27)による。ただし、標定及び計算は、使用の都度行う。
- l) **0.02mol/l 過マンガン酸カリウム標準溶液** 調製、標定及び計算は、JIS K 8001 の 4.5 (滴定用溶液) の(7)による。ただし、標定及び計算は、使用の都度行う。
- m) **1/60mol/l ニクロム酸カリウム標準溶液** 調製及び計算は、JIS K 8001 の 4.5 (滴定用溶液) の(23)による。
- n) **ジフェニルアミン-4-スルホン酸ナトリウム溶液 (2g/l)** この溶液は、褐色ガラス瓶に入れて保存する。
- o) **フェロイン溶液** 硫酸鉄 (II) 七水和物 0.35g を水に溶解し、これに 1, 10-フェナントロリン一水和物 0.75g 又は 1, 10-フェナントロリン塩酸塩一水和物 0.88g を加えて溶解し、水で液量を 100ml とする。

3. **試料はかり取り量** 試料はかり取り量は、0.5g 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、次のいずれかの手順によって行う。

a) **酸分解による場合**

- 1) 試料(1)をはかり取ってビーカー(2) (300ml) に移し入れ、時計皿で覆う。
- 2) りん酸 20ml を加え、加熱してわずかに白煙が発生する程度に保つ。

- 3) 放冷して溶液が流動性を失わない程度の温度のときに、硫酸 (1+4) 20ml 及び硝酸 5ml を加えて 1 分間沸騰させて窒素酸化物を追い出す<sup>(f)</sup>。
- 4) 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 250ml 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。
- 5) 溶液 50ml を分取してビーカー (500ml) に移し入れ、硫酸 (1+1) 20ml を加え、温水で液量を約 200ml とする。

注<sup>(f)</sup> 高炭素フェロクロムの場合には、試料粒度が 74 $\mu$ m 以下でも分解が不十分になるので、更にめのう乳鉢で粉碎するとよい。

<sup>(f)</sup> ガラスビーカーを使用すると器壁が侵されるので、石英ビーカーを使用するとよい。

<sup>(f)</sup> 高炭素フェロクロムの場合には、1 分間沸騰させて窒素酸化物を追い出した後、ペルオキシ二硫酸アンモニウム約 1g を加え、更に 1 分間沸騰させて炭化物を分解する。それでも分解が不完全な場合には、試料の分解は、b) のアルカリ融解法によるのがよい。

#### b) アルカリ融解による場合

- 1) 試料をはかり取ってニッケルるつぼ (30ml) 又はアルミなるつぼ (30ml) に移し入れる。
- 2) 融解合剤 10g を加えてよく混合し、その上に融解合剤 1g を置き、内容物が融解し始めるまで穏やかに加熱する。
- 3) 約 700℃ (暗赤色) に温度を上げて約 5 分間、ときどき揺り動かしながら融解する。
- 4) 放冷した後、るつぼをビーカー (500ml) に移し入れ、時計皿で覆い、熱水約 150ml を加えて融成物を溶解する。
- 5) 室温まで冷却した後、硫酸 (1+1) 60ml を加え、加熱して約 10 分間沸騰させる。
- 6) 時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、るつぼを水で洗って取り出す。
- 7) 常温まで冷却した後、溶液を 250ml 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。
- 8) 溶液 50ml を分取してビーカー (500ml) に移し入れ、りん酸 5ml 及び硫酸 (1+1) 15ml を加え、温水で液量を約 200ml とする。

#### 4.2 クロムの酸化 クロムの酸化は、次の手順によって行う。

- a) 4.1 の a)5) 又は b)8) で得た溶液に過マンガン酸カリウム溶液 [2.j)] 0.5ml、硝酸銀溶液 [2.g)] 10ml 及びペルオキシ二硫酸アンモニウム溶液 [2.i)] 15~25ml を加えて振り混ぜる。
- b) 加熱して沸騰させ、溶液が過マンガン酸の紅色を呈してから、更に 5 分間沸騰を続けて過剰のペルオキシ二硫酸アンモニウムを分解する。
- c) 塩酸 (1+3) 5ml を加え、沸騰を続けて過マンガン酸の紅色を消失させる<sup>(g)</sup>。
- d) 硫酸マンガン溶液 [2.h)] 5ml を加えて引き続き 2~3 分間沸騰させる<sup>(g)</sup>。

注<sup>(g)</sup> ここで過マンガン酸の紅色又は二酸化マンガンの沈殿が残るときは、更に塩酸 (1+3) 2ml を加えて沸騰を続けて完全に紅色又は沈殿を消失させる。

<sup>(g)</sup> 沸騰時間が 3 分間を超えると、二クロム酸の一部が還元されて低値を与えるので、沸騰時間は 2~3 分間を守らなければならない。

#### 4.3 滴定 滴定は、次の手順によって行う。

- a) 4.2 d) で得た溶液を室温まで冷却し、水で液量を約 250ml とする。
- b) 0.1mol/l 硫酸アンモニウム鉄 (II) 標準溶液 [2.k)] で溶液の黄色が消えるまで滴定し、更にその過剰 5~10ml を滴加して 0.1mol/l 硫酸アンモニウム鉄 (II) 標準溶液の使用量を読み取る。
- c) 直ちに 0.02mol/l 過マンガン酸カリウム標準溶液 [2.1)] <sup>(h)</sup> で滴定し、溶液がわずかに赤紫色を呈する点

を終点とし(7), 0.02mol/l 過マンガン酸カリウム標準溶液の使用量を求める。

**注(6)** 0.02mol/l 過マンガン酸カリウム標準溶液の代わりに1/60mol/l ニクロム酸カリウム標準溶液 [2.m] を用いてもよい。この場合には、指示薬としてジフェニルアミン-4-スルホン酸ナトリウム溶液 [2.n] 2, 3滴を加え、溶液が紫色に変わる点を終点とし、1/60mol/l ニクロム酸カリウム標準溶液の使用量を求める。ただし、試料中にバナジウムが0.1% (m/m) 以上共存する場合には使用できない。

(7) 終点があはつきりしない場合には、ジフェニルアミン-4-スルホン酸ナトリウム溶液 [2.n] 2, 3滴加えてもよい。ただし、試料中にバナジウムが 0.1% (m/m) 以上共存する場合には使用できない。また、指示薬としてフェロイン溶液 [2.o] 3, 4滴を使用してもよい。

5. **空試験** 試薬だけを用いて 4.1～4.3 の手順に従って試料と併行して行う。

6. **計算** 試料中のクロム含有率を、次の式によって算出する。

$$Cr = \frac{[(V_1 \times F_1 - V_2 \times F_2) - (V_3 \times F_1 - V_4 \times F_2)] \times 0.001733 \times 100}{m \times 50/250}$$

ここに、  $Cr$  : 試料中のクロム含有率 [% (m/m)]

$V_1$  : 4.3 b)で得た 0.1mol/l 硫酸アンモニウム鉄 (II) 標準溶液の使用量 (ml)

$F_1$  : 0.1mol/l 硫酸アンモニウム鉄 (II) 標準溶液のファクター

$V_2$  : 4.3 c)で得た 0.02mol/l 過マンガン酸カリウム標準溶液(6)の使用量 (ml)

$F_2$  : 0.02mol/l 過マンガン酸カリウム標準溶液(6)のファクター

$V_3$  : 5.で得た 0.1mol/l 硫酸アンモニウム鉄 (II) 標準溶液の使用量 (ml)

$V_4$  : 5.で使用した 0.02mol/l 過マンガン酸カリウム標準溶液の使用量 (ml)

$m$  : 試料はかり取り量 (g)

**注(6)** 注(6)を適用した場合には、1/60mol/l ニクロム酸カリウム標準溶液の使用量。

(6) 注(6)を適用した場合には、1/60mol/l ニクロム酸カリウム標準溶液のファクター。

7. **許容差** 許容差は、附属書1表1による。

附属書1表1 フェロクロム中のクロム定量方法の許容差

| 試料        | クロム含有率 | 単位% (m/m) |         |
|-----------|--------|-----------|---------|
|           |        | 室内再現許容差   | 室間再現許容差 |
| 高炭素フェロクロム | 55.8   | 0.5       | 0.8     |
| 低炭素フェロクロム | 61.4   | 0.5       | 0.8     |

**参考** 附属書1表1に示すクロム含有率は、JIS Z 8402 (分析・試験の許容差通則) に従って行った許容差を求めるための共同実験に用いた試料中のクロム含有率 [% (m/m)] である。

## 附属書 2 (規定) クロム定量方法一 ペルオキシ二硫酸アンモニウム 酸化硫酸アンモニウム鉄 (II) 滴定法

1. **要旨** 試料をりん酸で分解した後、又はアルカリで融解して融成物を水で溶解した後、硫酸を加えて硫酸溶液とする。硝酸銀を触媒としてペルオキシ二硫酸アンモニウムでクロムを二クロム酸に酸化し、同時に酸化された過マンガン酸を塩酸と硫酸マンガンをとで還元した後、電位差計を用いて硫酸アンモニウム鉄 (II) 標準溶液で滴定する。

2. **試薬** 試薬は、次による。

- a) 塩酸 (1+3)
- b) 硝酸
- c) 硫酸 (1+1, 1+4)
- d) りん酸
- e) 融解合剤 (過酸化ナトリウム 7, 炭酸ナトリウム 3)
- f) ペルオキシ二硫酸アンモニウム
- g) 尿素
- h) 硝酸銀溶液 (5g/l) この溶液は、褐色ガラス瓶に入れて保存する。
- i) 亜硝酸カリウム溶液 (10g/l)
- j) 硫酸マンガン (II) 溶液 硫酸マンガン (II) 五水和物 100g を水に溶解し、水で液量を 1l とする。
- k) ペルオキシ二硫酸アンモニウム溶液 (200g/l) この溶液は、使用の都度調製する。
- l) 過マンガン酸カリウム溶液 (3g/l) この溶液は、褐色ガラス瓶に入れて保存する。
- m) 0.1mol/l 硫酸アンモニウム鉄 (II) 標準溶液 調製、標定及び計算は、JIS K 8001 の 4.5 (滴定用溶液) の(27)による。ただし、標定及び計算は、使用の都度行う。

3. **装置及び器具** 装置及び器具は、通常、次のものを使用する。

- a) 電位差計 電位差滴定に用いる装置は、JIS K 0113 の 5.1 による。
- b) 電極 電極は、白金-飽和カロメル、白金-タングステン又は白金-白金のいずれかの組合せを使用する

4. **試料はかり取り量** 試料はかり取り量は、0.5g とし、0.1mg のけたまで読み取る。

5. **操作**

5.1 **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) **酸分解による場合**

- 1) 試料(1)をはかり取ってビーカー(2) (300ml) に移し入れ、時計皿で覆う。
- 2) りん酸 20ml を加え、加熱してわずかに白煙が発生する程度に保つ。
- 3) 放冷して溶液が流動性を失わない程度の温度のときに、硫酸 (1+4) 20ml 及び硝酸 5ml を加え、加熱して 1 分間沸騰させて窒素酸化物を追い出す(3)。

- 4) 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 250ml 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。
- 5) 溶液 50ml を分取してビーカー (500ml) に移し入れ、硫酸 (1+1) 20ml を加え、温水で液量を約 200ml とする。

注(1) 高炭素フェロクロムの場合には、試料粒度が74 $\mu$ m 以下でも分解が不十分になるので、更にめのう乳鉢で粉碎するとよい。

(2) ガラスビーカーを使用すると器壁が侵されるので、石英ビーカーを使用するとよい。

(3) 高炭素フェロクロムの場合には、1 分間沸騰させて窒素酸化物を追い出した後、ペルオキシ二硫酸アンモニウム約 1g を加え、更に 1 分間沸騰させて炭化物を分解する。それでも分解が不完全な場合には、試料の分解は、b) のアルカリ融解法によるのがよい。

#### b) アルカリ融解による場合

- 1) 試料をはかり取ってニッケルるつぼ (30ml) 又はアルミなるつぼ (30ml) に移し入れる。
- 2) 融解合剤 10g を加えてよく混合し、その上に融解合剤 1g を置き、内容物が融解し始めるまで穏やかに加熱する。
- 3) 約 700℃ (暗赤色) に温度を上げて約 5 分間、ときどき揺り動かしながら融解する。
- 4) 放冷した後、るつぼをビーカー (500ml) に移し入れ、時計皿で覆い、熱水約 150ml を加えて融成物を溶解する。
- 5) 室温まで冷却した後、硫酸 (1+1) 60ml を加え、加熱して約 10 分間沸騰させる。
- 6) 時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、るつぼを水で洗って取り出す。
- 7) 常温まで冷却した後、溶液を 250ml 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。
- 8) 溶液 50ml を分取してビーカー (500ml) に移し入れ、りん酸 5ml 及び硫酸 (1+1) 15ml を加え、温水で液量を約 200ml とする。

#### 5.2 クロムの酸化 クロムの酸化は、次の手順によって行う。

- a) 5.1 の a)5) 又は b)8) で得た溶液に過マンガン酸カリウム溶液 [2.l] 0.5ml、硝酸銀溶液 [2.h] 10ml 及びペルオキシ二硫酸アンモニウム溶液 [2.k] 15~25ml を加えて振り混ぜる。
- b) 加熱して沸騰させ、溶液が過マンガン酸の紅色を呈してから、更に 5 分間沸騰を続けて過剰のペルオキシ二硫酸アンモニウムを分解する。
- c) 塩酸 (1+3) 5ml を加え、沸騰を続けて過マンガン酸の紅色を消失させる(4)。
- d) 硫酸マンガン (II) 溶液 [2.j] 5ml を加え、引き続き 2~3 分間沸騰させる(5)。

注(4) ここで過マンガン酸の紅色又は二酸化マンガンの沈殿が残るときは、更に塩酸 (1+3) 2~3ml を加え、沸騰を続けて完全に紅色又は沈殿を消失させる。

(5) 沸騰時間が 3 分間を超えると、二クロム酸の一部が還元されて低値を与えるので、沸騰時間は 2~3 分間を守らなければならない。

#### 5.3 滴定 滴定は、次の手順によって行う。

- a) 5.2 d) で得た溶液を室温まで冷却し、水で液量を約 250ml とする。
- b) 電位差計を用いて 0.1mol/l 硫酸アンモニウム鉄 (II) 標準溶液 [2.m] で滴定し、電位差計の指示が急激に変化する点を終点とし、第 1 回目の 0.1mol/l 硫酸アンモニウム鉄 (II) 標準溶液の使用量を求める(6)。
- c) 過マンガン酸カリウム溶液 [2.l] を、溶液がわずかに紅色を呈するまで滴加し、更に 2 滴過剰に加え、約 2 分間かき混ぜる。

- d) 亜硝酸カリウム溶液を滴加して紅色を消失させ、電位に変化が認められてから更に2滴過剰に加える。
- e) 尿素 0.5g を加えてかき混ぜ、過剰の亜硝酸の分解による細かい気泡を消失させる。
- f) かき混ぜながら、0.1mol/l 硫酸アンモニウム鉄 (II) 標準溶液 [2.m] で滴定し、電位差計の指示が急激に変化する点を終点とし、第2回目の0.1mol/l 硫酸アンモニウム鉄 (II) 標準溶液の使用量を求める<sup>(7)</sup>。

注<sup>(6)</sup> 第1回目の使用量は、クロムとバナジウムの含量に相当する。

<sup>(7)</sup> 第2回目の使用量は、バナジウム量に相当する。

6. 空試験 試薬だけを用いて 5.1～5.3 の手順に従って試料と同じ操作を試料と併行して行う。

7. 計算 試料中のクロム含有率を、次の式によって算出する。

$$Cr = \frac{[(V_1 - V_2) - (V_3 - V_4)] \times F \times 0.001733 \times 100}{m \times 50 / 250}$$

ここに、Cr: 試料中のクロム含有率 [% (m/m)]

$V_1$ : 5.3 b) で得た 0.1mol/l 硫酸アンモニウム鉄 (II) 標準溶液の第1回目の使用量 (ml)

$V_2$ : 5.3 f) で得た 0.1mol/l 硫酸アンモニウム鉄 (II) 標準溶液の第2回目の使用量 (ml)

$V_3$ : 6. で得た 0.1mol/l 硫酸アンモニウム鉄 (II) 標準溶液の第1回目の使用量 (ml)

$V_4$ : 6. で得た 0.1mol/l 硫酸アンモニウム鉄 (II) 標準溶液の第2回目の使用量 (ml)

F: 0.1mol/l 硫酸アンモニウム鉄 (II) 標準溶液のファクター

m: 試料はかり取り量 (g)

8. 許容差 許容差は、附属書2表1による。

附属書2表1 フェロクロム中のクロム定量方法の許容差

| 試料        | クロム含有率 | 単位% (m/m) |         |
|-----------|--------|-----------|---------|
|           |        | 室内再現許容差   | 室間再現許容差 |
| 高炭素フェロクロム | 55.8   | 0.5       | 0.8     |
| 低炭素フェロクロム | 61.4   | 0.5       | 0.8     |

参考 附属書2表1中のクロム含有率は、JIS Z 8402 (分析・試験の許容差通則) に従って行った許容差を求めるための共同実験に用いた試料中のクロム含有率 [% (m/m)] である。

## 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、炭素を十分に酸化して二酸化炭素とし、これを酸素とともにビュレットに捕集した後、ガスの体積を測定する。次に二酸化炭素をアルカリに吸収させて除いた後、残りのガスの体積を測定する。
2. **装置** 装置及び材料は、JIS Z 2615 の 6.3（ガス容量法）の 6.3.2（装置）の付図 2（その 1）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. **試料はかり取り量** 試料はかり取り量は、試料中の炭素含有率に応じて附属書 3 表 1 に規定された量とし、0.1mg のけたまで読み取る。

附属書 3 表 1 試料はかり取り量

| 試料中の炭素含有率<br>% (m/m) | 試料はかり取り量<br>g |
|----------------------|---------------|
| 0.05 以上 0.1 未満       | 2.0           |
| 0.1 以上 1.0 未満        | 1.0           |
| 1.0 以上 3.0 未満        | 0.50          |
| 3.0 以上 6.0 未満        | 0.25          |
| 6.0 以上 10.0 以下       | 0.10          |

### 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高周波磁器燃焼るつぼの取扱いには必ずるつぼ挟みなどを使用し、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 6.3.3（予備操作）による。

なお、管状電気抵抗加熱炉を用いる場合は、燃焼管内温度を 1 300～1 400℃<sup>(1)</sup>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<sup>(2)</sup>を設定する。

注<sup>(1)</sup> 高温計の温度指示と燃焼管内温度との差に注意して補正する。

<sup>(2)</sup> 高周波発振機の陽極電流、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。

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。

#### a) 管状電気抵抗炉を用いる場合

- 1) 試料をはかり取って磁器燃焼ポートに移し入れ、助燃剤を加える<sup>(3)</sup>。
- 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、直ちに気密に栓をする。
- 3) 三方コック (f) を炉側に開き、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 6.3.4（定量操作）の(2)～(6)の手順に従って操作する。

注<sup>(3)</sup> 助燃剤は、JIS Z 2615 の 5.（器具及び材料）の(13)（助燃剤）に示されたものから最も適したもの（通常、鉄、すず、タングステンなど）を選び、試料の 2～4 倍量を添加してよく混合するか

又は試料の上に置く。

**b) 高周波誘導加熱炉を用いる場合**

- 1) 試料をはかり取って高周波磁器燃焼るつぼに移し入れ、助燃剤を加える<sup>(3)</sup>。
- 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) 試料が入っている高周波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 6.3.4 (定量操作) の(4)～(6)の手順に従って操作する。

**6. 空試験** 空試験は、使用する加熱炉に応じて次のいずれかによる。

**a) 管状電気抵抗炉を用いる場合** JIS Z 2615 の 6.3.5 (空試験) による。

**b) 高周波誘導加熱炉を用いる場合** 試料に添加する量と同量の助燃剤だけを入れた高周波磁器燃焼るつぼを用いて 5.2 b) の 1)～9) の手順に従って操作する。

なお、高周波を誘導しない助燃剤を用いる場合には、炭素含有率が既知で、できるだけ低い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** JIS Z 2615 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し、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)] の 6.9.3 (装置) 又は 6.10 [赤外線吸収法 (循環法)] の 6.10.2 (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) 及び 6.9.2 (材料) による。
4. **試料はかり取り量** 試料はかり取り量は、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** 試料はかり取り量は、一般的には、0.5g 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高周波磁器燃焼るつぼの取扱いには必ずるつぼ挟みなどを使用し、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 6.9.4 (予備操作) 又は 6.10.3 (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 1 400~1 450℃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<sup>(1)</sup>。

**注<sup>(1)</sup>** 日常作業にあつては、作業時間の初期、中期及び後期に、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) 試料をはかり取って磁器燃焼ポートに移し入れる。
- 2) 助燃剤<sup>(2)</sup>を正確に 1~2g はかり取って 1) の磁器燃焼ポート中の試料の上に置く。
- 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共に赤外線吸収セルに送り込み、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) 試料をはかり取って高周波磁器燃焼るつぼに移し入れる。
- 2) 助燃剤<sup>(2)</sup>を正確に 1~2g はかり取って 1) の高周波磁器燃焼るつぼの中の試料の上に置く。
- 3) 試料及び助燃剤の入った高周波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) 以下、JIS Z 2615 の 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 JIS Z 2615 の 6.10.4 (定量操作) に従って操作する。

**注<sup>(2)</sup>** 助燃剤は、JIS Z 2615 の 5. (器具及び材料) の(13) (助燃剤) に示されたものから最も適したもの

の（通常，銅又はすすがよい。）を選び，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，JIS Z 2615 の 5.（器具及び材料）の(13)（助燃剤）に示されたものから最も適したもの（通常，タングステンとすすとの当量混合物又は銅がよい。）を選び，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** 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 6.9.7（計算）又は 6.10.6（計算）による。

## 附属書 5（規定） けい素定量方法—二酸化けい素重量法

1. **要旨** 試料を塩酸で分解した後、又はアルカリで融解して塩酸に溶解した後、過塩素酸を加え、加熱して白煙を発生させ、けい素を不溶性のけい酸とする。水で可溶性塩類を溶解した後、沈殿をこし分け、強熱して二酸化けい素とし、その質量をはかる。次に硫酸及び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、強熱した後、その質量をはかる。

2. **試薬** 試薬は、次による。

- a) 塩酸 (1+2, 1+5, 1+10)
- b) 過塩素酸
- c) ふっ化水素酸
- d) 硫酸 (1+3)
- e) 過酸化水素
- f) 融解合剤（過酸化ナトリウム 7, 炭酸ナトリウム 3）
- g) チオシアン酸カリウム溶液 (100g/l)

3. **試料はかり取り量** 試料はかり取り量は、試料中のけい素含有率に応じて**附属書 5 表 1** に規定された量とし、0.1mg のけたまで読み取る。

附属書 5 表 1 試料はかり取り量

| 試料中のけい素含有率<br>% (m/m) | 試料はかり取り量<br>g |
|-----------------------|---------------|
| 0.1 以上 1.5 未満         | 1.0           |
| 1.5 以上 3.5 未満         | 0.5           |
| 3.5 以上 10.0 以下        | 0.2           |

### 4. 操作

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) 塩酸による分解

- 1) 試料をはかり取ってビーカー (300ml) に移し入れ、時計皿で覆う。
- 2) 塩酸 (1+5) 60ml を加え、加熱して分解する。
- 3) 過塩素酸 20ml を加え、加熱濃縮して白煙を発生させ、引き続き、過塩素酸の蒸気がビーカーの内壁を伝って逆流する状態で約 15 分間加熱した後、放冷する。

#### b) 融解合剤による融解

- 1) 試料をはかり取ってニッケルるつぼ (30ml) 又はアルミなるつぼ (30ml) に移し入れる。
- 2) 融解合剤 10g を加え、よくかき混ぜ、その上を融解合剤 1g で覆い、初めは低温で、るつぼを揺り動かしながら内容物が融解し始めるまで加熱する。
- 3) 温度を上げ、約 700℃ 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する。
- 4) 放冷した後、るつぼを塩酸 (1+2) 60ml が入っているビーカー (500ml) 中に入れて融成物を溶解し、るつぼを水で洗って取り除く。

- 5) ビーカーを時計皿で覆い、過塩素酸 60ml を加え、砂浴上で加熱濃縮して白煙を発生させ、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 15 分間加熱を継続した後、放冷する。

#### 4.2 けい酸の分離 けい酸の分離は、次の手順によって行う。

- 4.1 の a)3)又は b)5)で得た塩類に、温水約 200ml を加えて可溶性塩類を溶解する。
- 過酸化水素 10ml を少量ずつ加えて二クロム酸を還元し、加熱して約 1 分間沸騰させる<sup>(1)</sup>。
- 時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、直ちに沈殿をろ紙 (5 種 B) を用いてこし分ける。
- ビーカー内壁に付着した沈殿をゴム付きガラス棒でこすってろ紙上に移し、ろ紙及び沈殿を 40~60℃ に加熱した塩酸 (1+10) で洗液に鉄 (III) イオンが認められなくなる<sup>(2)</sup>まで洗浄する。
- 温水で数回洗浄した後、ろ液及び洗液は捨てる。

注<sup>(1)</sup> 長時間沸騰させると不溶性けい酸は再び可溶性になるので、沸騰時間をなるべく短時間にし、直ちにろ過するように注意する。

<sup>(2)</sup> 洗液の一部を取り、チオシアン酸カリウム溶液を加えたとき、とう (橙) 赤色を示さないことで確認する。

#### 4.3 ひょう量 ひょう量は、次の手順によって行う。

- 4.2 e)で得た沈殿を、ろ紙とともに白金るつぼ (30 番) に移し入れる。
- 乾燥した後、穏やかに加熱してろ紙を灰化する。
- 1 100℃以上で約 30 分間強熱し、デシケーター中で室温まで放冷してその質量をはかる。
- c)の操作を繰り返して残さの入った白金るつぼの質量を恒量とする。
- 白金るつぼ内の残さを硫酸 (1+1) 2, 3 滴を加えて湿し、ふっ化水素酸 3~5ml を加え、飛まつが飛ばないように注意しながら加熱して二酸化けい素及び硫酸を揮散させる。
- 白金るつぼを再び 1 100℃以上で約 30 分間強熱して、デシケーター中で室温まで放冷してその質量をはかる。
- f)の操作を繰り返して残さの入った白金るつぼの質量を恒量とする。

#### 5. 空試験 試薬だけを用いて 4.1~4.3 の手順に従って試料と同じ操作を試料と併行して行う。

#### 6. 計算 試料中のけい素含有率を、次の式によって算出する。

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

ここに、  
*Si* : 試料中のけい素含有率 [% (m/m)]  
*m*<sub>1</sub> : 試料について 4.3 の d)で得た質量 (g)  
*m*<sub>2</sub> : 試料について 4.3 の g)で得た質量 (g)  
*m*<sub>3</sub> : 空試験において 4.3 の d)で得た質量 (g)  
*m*<sub>4</sub> : 空試験において 4.3 の g)で得た質量 (g)  
*m* : 試料はかり取り量 (g)

## 附属書 6 (規定) リン定量方法—モリブドリン酸青吸光光度法

1. **要旨** 試料を過塩素酸で分解した後、又はアルカリで融解して硫酸及び過塩素酸に溶解した後、亜硫酸水素ナトリウムでクロム、鉄などを還元する。セモリブデン酸六アンモニウムを加えて、りん酸をモリブドリン酸とし、硫酸ヒドラジニウムで還元してモリブドリン酸青を生成させ、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) **過塩素酸**

b) **硫酸 (1+1)**

c) **融解合剤 (過酸化ナトリウム 7, 炭酸ナトリウム 3)**

d) **亜硫酸水素ナトリウム溶液 (100g/l)**

e) **発色試薬溶液** あらかじめ次の二つの溶液を調製しておき、使用の都度、セモリブデン酸六アンモニウム溶液 25ml, 硫酸ヒドラジニウム溶液 10ml 及び水 40ml の割合で混ぜ合わせる。

1) **セモリブデン酸六アンモニウム溶液** セ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 を加えた後、常温まで冷却し、水で液量を 1 000ml とする。

2) **硫酸ヒドラジニウム溶液 (1.5g/l)**

f) **硫酸ヒドラジニウム硫酸溶液** 硫酸ヒドラジニウム溶液 (1.5g/l) 10ml, 硫酸 (7+13) 25ml 及び水 40ml の割合で混合する。

g) **標準りん溶液 (100µgP/ml)** あらかじめ 110℃で恒量となるまで乾燥し、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 をはかり取って、ビーカー (300ml) に移し入れ、水約 100ml を加えて溶解し、溶液を水を用いて 1 000ml の全量フラスコに移し入れ、水で標線まで薄める。

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

4. **操作**

4.1 **試料溶液の調製** 試料溶液の調製は、次のいずれかの手順によって行う。

a) **酸分解による場合**

1) 試料をはかり取ってビーカー (300ml) に移し入れ、時計皿で覆う。

2) 過塩素酸 20ml を加え、加熱して分解する。

3) 加熱を続け、過塩素酸の白煙を発生させ、ビーカーの内部が透明になって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 分間維持する。

4) 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 100ml を加えて可溶性塩類を溶解する。

5) 溶液を、ろ紙 (5 種 A) を用いて 250ml の全量フラスコにろ過し、温水で 4, 5 回洗浄し、洗液をろ液に合わせる。

6) 常温まで冷却した後、水で標線まで薄める。

b) **アルカリ融解による場合**

1) 試料をはかり取ってニッケルるつぼ (30ml) 又はアルミナるつぼ (30ml) に移し入れる。

- 2) 融解合剤 10g を加えてよく混合し、その上に融解合剤 1g を置き、内容物が融解し始めるまで穏やかに加熱する。
- 3) 約 700℃ (暗赤色) に温度を上げて約 5 分間、ときどき揺り動かしながら融解する。
- 4) 放冷した後、るつぼをビーカー (500ml) に移し入れ、時計皿で覆い、温水約 100ml を加えて融成物を溶解する。
- 5) 室温まで冷却した後、硫酸 (1+1) 15ml 及び過塩素酸 10ml を加え、加熱して完全に溶解する。
- 6) 亜硫酸水素ナトリウム溶液 15ml を加えて大部分のクロム(VI)を還元する。
- 7) 時計皿の下面を水で洗って時計皿を取り除き、るつぼを水で洗って取り出す。
- 8) 溶液を、ろ紙 (5 種 A) を用いて 250ml の全量フラスコにろ過し、温水で 4, 5 回洗浄し、洗液をろ液に合わせる。
- 9) 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) 4.1 の a)6)又は b)9)で得た溶液を 25ml ずつ分取して 2 個の 100ml の全量フラスコ<sup>(1)</sup>に移し入れる。

注<sup>(1)</sup> 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で約10分間加熱した後、流水中に全量フラスコを浸して常温まで冷却する。この操作を数回繰り返して容量変化がわずかなってから使用する。

- b) それぞれに亜硫酸水素ナトリウム溶液 10ml ずつを加えて振り混ぜ、沸騰水浴中に浸して溶液の色が鮮やかな青緑色になるまで加熱する。
- c) 第 1 の全量フラスコに発色試薬溶液 [2.e] 25ml を加え、第 2 の全量フラスコに硫酸ヒドラジニウム硫酸溶液 [2.f] 25ml を加えて振り混ぜ、沸騰水浴中に浸して 40 分間加熱する。
- d) 流水中に浸して常温まで冷却した後、水で標線まで薄める。

4.3 吸光度の測定 4.2 d)で得た溶液の一部を光度計の吸収セル (10mm) に取り、第 2 の全量フラスコの溶液を対照液として、波長 825nm 付近における第 1 の全量フラスコの溶液の吸光度を測定する。

5. 空試験 試薬だけを用いて、4.1～4.3 の手順に従って試料と同じ操作を試料と併行して行う。

#### 6. 検量線の作成 検量線の作成は、次の手順によって行う。

- a) 標準りん溶液 [2.g] 0～8.0ml (りんとして 0～800μg) を段階的に数個のビーカー (100ml) に取り、時計皿で覆う。
- b) それぞれに過塩素酸 5ml を加えて加熱し、過塩素酸の白煙を発生させ、ビーカーの内部が透明になって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 分間維持する。
- c) 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、溶液を水を用いて 250ml の全量フラスコに移し入れる。以下、4.1 の b)9)～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 4.3 及び 5.で得た吸光度と、6.で作成した検量線とから、試料中のりん含有率を、次の式によって算出する。

$$P = \frac{A_1 - A_2}{m \times \frac{1}{10}} \times 100$$

ここに、  
 $P$  : 試料中のりん含有率 [% (m/m)]  
 $A_1$  : 分取した試料溶液中のりん検出量 (g)  
 $A_2$  : 分取した空試験液中のりん検出量 (g)  
 $m$  : 試料はかり取り量 (g)

## 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

1. **要旨** 試料を酸素気流中で高温に加熱し、硫黄を二酸化硫黄などに酸化し、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** JIS Z 2616 の 7.2 (中和滴定法) の(2) (試薬) による。

3. **装置** JIS Z 2616 の 7.2 (3) (装置) による。

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

5. **試料はかり取り量** 試料はかり取り量は、0.5g とし、0.1mg のけたまで読み取る。

### 6. 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高周波磁器燃焼るつぼの取扱いには必ずるつぼ挟みなどを使用し、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** 準備操作は、JIS Z 2616 の 7.2(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焼管内温度は、1 450°C<sup>(1)</sup>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<sup>(2)</sup>を設定する。

注<sup>(1)</sup> 高温計の温度指示と燃料管内温度との差に注意して補正する。

<sup>(2)</sup> 高周波発振機の陽極電流、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。

a) **管状電気抵抗加熱炉を用いる場合** JIS Z 2616 の 7.2(5) (定量操作) による<sup>(3)</sup>。

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<sup>(3)</sup> 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 (通常、鉄、タングステン、すずなど。) 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(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、試料に添加した量と同じ量の助燃剤だけを入れた高周波磁器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は、硫黄含有率ができるだけ低くて既知の鉄鋼試料を試料と同量用いて空試験を行い、空試験で得た硫黄量から空試験に用いた硫黄含有率既知の鉄鋼試料中の硫黄量を差し引いて得られる硫黄量を空試験の硫黄量とする。

8. **計算** 計算は、JIS Z 2616 の 7.2(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、硫黄を酸化して二酸化硫黄とし、これを酸素とともに赤外線吸収セルに送り、二酸化硫黄による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)] の(2) (装置) 又は 7.8 [赤外線吸収法 (循環法)] の(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. **試料はかり取り量** 試料はかり取り量は、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。

### 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高周波磁器燃焼るつぼの取扱いには必ずるつぼ挟みなどを使用し、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(3) (予備操作) 又は 7.8(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(4) (定量操作) 又は 7.8(4) (定量操作) による<sup>(1)</sup>。

注<sup>(1)</sup> 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 (通常、鉄、タングステン、すすなど。) 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** JIS Z 2616 の 7.7(5) (空試験) 又は 7.8(5) (空試験) による。

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

## フェロクロム分析方法 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  |
|       | * | 金築 宏 治 | 株式会社神戸製鋼所    |
|       | * | 唐島 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 | 太平洋金属株式会社    |
|       | * | 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   |
|       |   | 佐藤 哲 哉 | 通商産業省基礎産業局   |
|       |   | 大嶋 清 治 | 通商産業省工業技術院   |
|       |   | 橋本 繁 晴 | 財団法人日本規格協会   |
| (事務局) | * | 奥山 満 之 | 日本フェロアロイ協会   |
| (関係者) |   | 増田 正 純 | 通商産業省工業技術院   |

\*印は、小委員会委員を兼ねる。