

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 1318** 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 2** 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 1318 には、次に示す附属書がある。

- 附属書 1 (規定)** バナジウム定量方法—過マンガン酸カリウム酸化硫酸アンモニウム鉄 (II) 目視滴定法
- 附属書 2 (規定)** バナジウム定量方法—過マンガン酸カリウム酸化硫酸アンモニウム鉄 (II) 電位差滴定法 (**ISO 6467**)
- 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—鉄・バナジウム分離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
- 附属書 9 (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滴定法
- 附属書 10 (規定)** アルミニウム定量方法—原子吸光法

フェロバナジウム分析方法

Method for chemical analysis of ferrovanadium

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。フェロバナジウムは、鉄鋼製造の副原料として使用される場合が多いので、主成分であるバナジウムの定量方法のほか、鉄鋼製造上問題となる炭素など 5 成分の定量方法についても規定し、JIS G 1316 が 1953 年に制定された。また、**附属書 2** は、1980 年に第 1 版として発行された ISO 6467, Ferrovanadium—Determination of vanadium content—Potentiometric 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 2** 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、フェロバナジウム中のバナジウム、炭素、けい素、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 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 及び JIS K 0121 による。ただし、**附属書 2** には適用しない。

4. 定量方法の区分 フェロバナジウム中の各種成分の定量方法は、**表 1** による。

表 1 フェロバナジウム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
バナジウム	過マンガン酸カリウム酸化硫酸アンモニウム鉄 (II) 目視滴定法	30 以上 90 以下	1
	過マンガン酸カリウム酸化硫酸アンモニウム鉄 (II) 電位差滴定法 (ISO 6467)	85 以下	2
炭素	燃焼－ガス容量法	0.05 以上 0.30 以下	3
	燃焼－赤外線吸収法	0.001 以上 0.30 以下	4
けい素	二酸化けい素重量法	0.1 以上 3.0 以下	5
りん	鉄・バナジウム分離モリブドリン酸青吸光光度法	0.01 以上 0.10 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	0.001 以上 0.10 以下	8
アルミニウム	エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム滴定法	0.1 以上 5.0 以下	9
	原子吸光法	0.005 以上 1.0 以下	10

附属書 1 (規定) バナジウム定量方法— 過マンガン酸カリウム酸化硫酸 アンモニウム鉄 (II) 目視滴定法

1. **要旨** 試料を硝酸と塩酸とで分解し、硫酸とりん酸とを加え、加熱して白煙を発生させて塩酸と硝酸を除去した後、過マンガン酸カリウムでバナジウムを酸化し、亜硝酸ナトリウムで過剰の過マンガン酸を分解し、尿素で亜硝酸の過剰を分解する。さらに亜ひ酸で生成した二クロム酸の妨害を抑制した後、指示薬としてジフェニルアミンを用いて、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

b) 硝酸

c) 混酸 (硫酸 3, りん酸 13, 水 14)

d) 亜硝酸ナトリウム溶液 (30g/l)

e) 過マンガン酸カリウム溶液 (3g/l) この溶液は、褐色瓶に入れて保存する。

f) 亜ひ酸溶液 炭酸ナトリウム 3g を水約 150ml に溶解し、これに三酸化二ひ素 0.85g を溶解して水を加えて液量を約 950ml とし、二酸化炭素を約 3 分間通して飽和させた後、水を加えて液量を 1 000ml とする。

安全上の警告 亜ひ酸溶液は、猛毒であるので、その溶液及びそれを添加した溶液の取扱いについては注意しなければならない。

g) 尿素

h) 0.1mol/l 硫酸アンモニウム鉄 (II) 標準溶液 調製及び標定方法は、JIS K 8001 の 4.5 (滴定用溶液) (27) による。

i) ジフェニルアミン溶液 ジフェニルアミン 1.0g をりん酸 100ml に溶解する。

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

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三角フラスコ (500ml) に移し入れ、フラスコの口に漏斗を挿入する。

b) 硝酸 5ml 及び塩酸 15ml を加え、穏やかに約 60℃ に加熱して試料を分解する。

c) 漏斗の脚部内面及び外側を水で洗って取り外す。

d) 混酸[2.c)]30ml を加え、白煙が発生し始めるまで加熱して放冷する。

e) 水約 150ml を加え、加熱して可溶性塩類を溶解して冷却する。

4.2 **バナジウムの酸化** バナジウムの酸化は、次の手順によって行う。

a) 4.1 e) で得た溶液をかき混ぜながら、過マンガン酸カリウム溶液[2.e)]を滴加して微紅色を呈させ、更にその過剰 0.5ml を加え、かき混ぜて、約 10 分間放置する。

- b) 尿素 5g を加えて溶解し、溶液をかき混ぜながら、亜硝酸ナトリウム溶液を 1 滴ずつ加えて紅色を完全に消失させる。
- c) 亜硝酸の分解による細かい泡立ちがなくなるまでかき混ぜた後、亜硝酸溶液[2.f)]5ml⁽¹⁾を加えて約 1 分間かき混ぜる。

注⁽¹⁾ クロムが共存しない場合は、添加しなくてもよい。

4.3 滴定 滴定は、次の手順によって行う。

- a) 4.2 c)で得た溶液に水を加えて液量を約 200ml とする。
- b) ジフェニルアミン溶液[2.i)]0.05ml を指示薬として加えて振り混ぜた後、2～3 分間放置して、紫を呈させる。
- c) 直ちに 0.1mol/l 硫酸アンモニウム鉄 (II) 標準溶液[2.h)]で滴定し、紫が消失した点を終点とし、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。

5. 空試験 空試験は、行わない。

6. 計算 計算は、試料中のバナジウム含有率を、次の式によって算出する。

$$V = \frac{A \times F \times 0.005\,094}{m} \times 100$$

- ここに、
- V : 試料中のバナジウム含有率 [% (m/m)]
 - A : 4.3 c)で使用した 0.1mol/l 硫酸アンモニウム鉄 (II) 標準溶液の使用量 (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 : 試料はかり採り量 (g)

附属書 2 (規定) バナジウム定量方法—過マンガン酸カリウム酸化硫酸アンモニウム鉄 (II) 電位差滴定法 (ISO 6467)

1. 適用範囲

この附属書 2 は、フェロバナジウム中のバナジウムを電位差滴定法で定量する方法について規定する。
この方法は、バナジウム含有率 85% (m/m) 以下のフェロバナジウムに適用する。

2. 引用規格

ISO 3713, Ferroalloys—Sampling and preparation of samples—General rules. [脚注 1)]

参考 原文には、脚注 1)として“現在規格案文作成中”と記載してあるが、この規格は 1987 年に発行されている。

3. 原理

試料を硝酸及び硫酸で分解する。冷溶液で、少過剰の過マンガン酸カリウムを用いてバナジウム (IV) をバナジウム (V) に酸化する。過剰の過マンガン酸カリウムを亜硝酸カリウムで分解し、過剰の亜硝酸カリウムを尿素で分解する。鉄 (II) でバナジウム (V) をバナジウム (IV) に還元し、電位差滴定法で求める。

4. 試薬

分析に際しては、特に規定しない限り、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を使用する。

4.1 尿素

4.2 硝酸 ρ 1.38~1.42g/ml

4.3 リン酸

4.4 硫酸 50% (V/V) 溶液

過マンガン酸カリウムの少過剰を加えて過マンガン酸カリウムを消費しないようにする。

水 400ml に、硫酸 (ρ 約 1.84g/ml) 500ml を注意深くかき混ぜながら加え、冷却して液量を 1000ml とする。

4.5 亜硝酸カリウム溶液 (10g/l)

亜硝酸カリウム 10g を水に溶解し、液量を 1 000ml とする。

4.6 過マンガン酸カリウム溶液 (6.3g/l)

過マンガン酸カリウム 6.3g を水に溶解し、液量を 1 000ml とする。

参考 この溶液は、褐色瓶に入れて保存する。

4.7 ニクロム酸カリウム標準溶液 $c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0.2\text{mol/l}$

あらかじめ 105℃で乾燥してあるニクロム酸カリウム 9.806 4g を 0.000 5g のけたまで読み取ってはかり採り、水に溶解し、1 000ml の全量フラスコに移し入れて水で標線まで薄める。

4.8 硫酸アンモニウム鉄 (II) 標準溶液 $c[\text{FeSO}_4(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4] = 0.2\text{mol/l}$

4.8.1 調製

硫酸アンモニウム鉄 (II) $[\text{FeSO}_4 (\text{NH}_4)_2 \text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 78.4g を、温水 500ml に溶解し、1 000ml の全量フラスコの中に移し入れる。完全に溶解してから、硫酸 (4.4) 100ml を加え、冷却した後、水で標線まで薄める。

4.8.2 標定

ビーカー (600ml) に、水 280ml を入れ、硫酸 (4.4) 10ml 及びりん酸 (4.3) 10ml を加え、更に二クロム酸カリウム溶液 (4.7) 40ml を分取して添加する。硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液で電位差滴定する。反応の終点は、電位の最大下降が 100mV 程度あった点とする。

補正係数 C は、次の式で算出する。

$$C = 40/V_1$$

ここに、 V_1 : 硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液の使用量 (ml)

硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液の濃度は変化するので、使用の都度、確認しなければならない。

5. 装置及び器具

通常の実験室で使用する装置及び器具のほか、次の器具を使用する。

5.1 ビーカー (400ml)

5.2 精密電位差計

5.2.1 電極

指示電極：白金

参照電極： $\text{Hg}/\text{Hg}_2\text{SO}_4/\text{K}_2\text{SO}_4$ (飽和)

5.2.2 測定系の確認

装置を使用しないときは、参照電極は、飽和硫酸カリウム溶液に浸しておかなければならない。

白金電極は、安定な酸化還元緩衝液でチェックしておかなければならない。

例えば、 $\text{Ce}(\text{III})$ 及び $\text{Ce}(\text{IV})$ の塩溶液を用いる。

$$\text{Ce}(\text{SO}_4)_2/\text{Ce}_2(\text{SO}_4)_3 \text{ 又は } (\text{Ce}^{4+})/(\text{Ce}^{3+}) = 1$$

この緩衝液は、 $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$ 0.330g 及び $\text{Ce}_2(\text{SO}_4)_3$ 0.280g を水に溶解して調製する。この溶液を 1 000ml の全量フラスコに移し入れ、実際操作の硫酸のモル濃度に相当するように硫酸を添加する。白金電極の感度が十分であるものであるならば、参照電極と対にしたときミリボルト計の指示が 710～740mV の読みを示す。

5.3 マグネチックスター

6. 試料

ISO 3713 に従って調製した 250 μm のふるい目を通過した粉末を使用する。

7. 操作

7.1 試料はかり採り量

試料はかり採り量は、 $0.5 \pm 0.0002\text{g}$ とする。

7.2 空試験

空試験は、試料だけを用いないで、試料と同じ操作を同じ試薬の同量を用いて試料の分析と併行して行う。

7.3 確認試験

バナジウム含有率既知の同じ種類の 1 個又は数個の試料を用い、バナジウムの定量を試料の分析と併行して同じ操作を行うことによって適用する定量操作の確認試験を実施する。

7.4 定量

7.4.1 試料をはかり採ってビーカー (400ml) に移し入れ、水 10ml、硝酸 (4.2) 10ml 及び硫酸 (4.4) 50ml を加えて溶解し、硫酸の白煙が発生するまで蒸発する。放冷する。

参考 原文には、記載されていないが安全のために追加した。

7.4.2 水 100ml をビーカーの内壁を伝わらせながら徐々に流し込み、加熱して塩類を溶解する。冷却した後、液量を約 200ml とする。

7.4.3 ビーカーをマグネチックスタラーの上に置き、電極を浸し、かくはんする。50ml のビュレットを用い、過マンガン酸カリウム溶液 (4.6) を最高電位に達するまで滴下する。15 分間放置する。(電位は、約 $700 \pm 50\text{mV}$ で安定化する。)

7.4.4 電位をチェックしながら亜硝酸カリウム溶液 (4.5) を 30 秒ごとに滴加して過剰の過マンガン酸カリウムを分解する。電位が約 200mV に達したならば滴加を止める。

尿素 (4.1) 約 0.2g をすばやく加え、次にりん酸 (4.3) 10ml を加える。電位が安定になるまで約 5 分間放置する。

7.4.5 50ml ビュレットを用いて、電位の最大下降 (約 100mV) が観測されるまで硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液 (4.8) で滴定する。

8. 結果の表示

バナジウム含有率は、質量百分率で表示し、次の式で算出する。

$$\frac{T(V_0 - V_2) \times C \times 100}{m}$$

ここに、
 T : 定数 0.010 19, 正確な 0.2mol/l の硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液 1ml に対するバナジウムの当量 (g)
 V_0 : 滴定 (7.4.5) に要した硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液 (4.8) の量 (ml)
 V_2 : 空試験 (7.2) に要した硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液 (4.8) の量 (ml)
 C : 硫酸アンモニウム鉄 (II) 溶液の補正係数 (4.8.2)
 m : 試料はかり採り量 (7.1) (g)

9. 再現精度

熟練者による実験結果は、95%信頼限界で $\pm 0.20\%$ である。

10. 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。

- a) この**附属書 2**に準拠した事項
- b) 分析結果
- c) 定量中に注目された非定常的な事項
- d) この**附属書 2**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

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てガスの体積を測定し、次に二酸化炭素をアルカリに吸収させて除き、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

炭素含有率 % (m/m)	試料はかり採り量 g
0.05 以上 0.10 未満	2.0
0.10 以上 0.30 以下	1.0

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、過剰の酸素排気の手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は、燃焼管内温度を 1 300～1 400℃(f) 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(g)を設定する。

注(f) 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。

(g) 例えば、高周波発信機の陽極電流及び格子電流などを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、使用する加熱炉に応じて次のいずれかの手順によって行う(g)。いずれの場合も JIS Z 2615 の付図 2 (その 1) を参照。

注(g) 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用いる場合

- 1) 試料をはかり採って磁器燃焼ポートに移し入れる(f)。
- 2) 管状電気抵抗加熱炉の燃焼管の入口部を開いて 1) の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(*) 助燃剤を添加する。助燃剤は、JIS Z 2615の5.の(13) (助燃剤) に示されたものの中から最も適したもの (例えば、すす、銅、鉄、タングステンなど) を選び、使用する装置に最も適した量を添加してよく混合するか又は試料の上を覆うようにする。

b) 高周波誘導加熱炉を用いる場合

- 1) 試料をはかり採って磁器燃焼るつぼに移し入れる(*)。
- 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) **管状電気抵抗加熱炉を用いる場合** JIS Z 2615 の 6.3 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** 試料を除き、試料に添加した量と同量の助燃剤を入れたるつぼを用いて 5.2 b)2)以降の操作を行う。

なお、高周波を誘導しない助燃剤を用いる場合は、炭素含有率既知で、かつ、その含有率ができるだけ低い鉄 0.5～1.0g を追加して行い、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、炭素を十分に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検出器に送り、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)] 6.9.3 (装置) 又は 6.10 [赤外線吸収法 (循環法)] 6.10.2 (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) 及び 6.9 [赤外線吸収法 (積分法)] 6.9.2 (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 2615 の 6.9 の 6.9.4 (予備操作) 又は 6.10 の 6.10.3 (予備操作) による。

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⁾。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 1 200～1 300℃とする。

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⁾ 1～2g を正確にはかり採って 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が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。

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。

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⁾1~2gをはかり採って1)の磁器燃焼るつぼ中の試料の上に載せる。
- 3) 試料及び助燃剤が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 の 6.9.5 (定量操作) (2)及び(3)の手順に従って操作する。

注⁽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。

- 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 6.10.5 (定量操作) の手順による。

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） けい素定量方法—二酸化けい素重量法

1. **要旨** 試料を硝酸と塩酸とで分解し、硫酸を加え、加熱して硫酸の白煙を発生させ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。硫酸とふっ化水素酸とを加え、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、その質量をはかる。

2. **試薬** 試薬は、次による。

- a) 塩酸
- b) 塩酸 (1+4, 1+10)
- c) 硝酸 (1+1)
- d) ふっ化水素酸
- e) 硫酸 (1+1)

3. **試料はかり採り量** 試料はかり採り量は、附属書 5 表 1 によって、1mg のけたまで読み取る。

附属書 5 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
0.1 以上 1.0 未満	2.0
1.0 以上 3.0 以下	1.0

4. **操作**

4.1 **試料の分解及び脱水処理** 試料の分解及び脱水処理は、次の手順によって行う。

- a) 試料をはかり採ってビーカー (300ml) に移し入れて時計皿で覆う。
- b) 硝酸 (1+1) 30ml 及び塩酸 10ml を加え、穏やかに加熱して分解する。
- 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く。
- d) 硫酸 (1+1) 25ml を加え、加熱して硫酸の濃厚な白煙を約 15 分間発生させた後、放冷する。

4.2 **ろ過及び洗浄** ろ過及び洗浄は、次の手順によって行う。

- a) 4.1 d) で得た塩類に塩酸 (1+4) 50ml を加え、穏やかに加熱して可溶性塩類を溶解する。
- b) 直ちにろ紙 (5 種 B) を用いてこし分け、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す。
- c) 40～60℃に加熱した塩酸 (1+10) で鉄 (III) イオンが認められなくなるまで、次いで温水で酸が消失するまで洗浄する。

4.3 **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) 4.2 c) 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。
- b) 乾燥した後、低温で加熱してろ紙を灰化する。
- c) 約 1 100℃以上で約 30 分間強熱し、デン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) 恒量となるまで c) の操作を繰り返す。

4.4 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) 4.3 d)で得た白金るつぼ中の残さを硫酸 (1+1) 2, 3 滴で湿し、ふっ化水素酸約 5ml を加え、飛まつが飛ばないように注意しながら硫酸の白煙が発生しなくなるまで加熱して二酸化けい素及び硫酸を揮散させる。
- b) 1 100℃以上で約 15 分間強熱し、デシケーター中で常温まで放冷した後、白金るつぼの質量をはかる。
- c) 恒量となるまで b)の操作を繰り返す。

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。

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

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 4.3 d)で得た白金るつぼの質量 (g)

m_2 : 試料について 4.4 c)で得た白金るつぼの質量 (g)

m_3 : 空試験において 4.3 d)で得た白金るつぼの質量 (g)

m_4 : 空試験において 4.4 c)で得た白金るつぼの質量 (g)

m : 試料はかり採り量 (g)

附属書 6 (規定) リン定量方法一 鉄・バナジウム分離モリブドリン酸青吸光光度法

1. 要旨

試料を硝酸と塩酸とで分解し、加熱して硫酸の白煙を発生させ、水に溶解して残さをろ別し、過酸化水素とアンモニア水を加えてバナジウムを酸化するとともにりんをりん酸鉄として沈殿させてこし分ける。沈殿を硝酸に溶解し、過塩素酸で白煙処理をした後、亜硫酸水素ナトリウムで鉄を還元し、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、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) 塩酸
- b) 硝酸
- c) 硝酸 (1+2, 1+50)
- d) 過塩素酸
- e) 硫酸 (1+1)
- f) アンモニア水
- g) 過酸化水素
- h) 亜硫酸水素ナトリウム溶液 (100g/l)
- i) 塩化鉄 (III) 溶液 塩化鉄 (III) 六水和物 10g に塩酸 (1+1) 10ml を加え、水を加えて液量を 100ml とする。
- j) 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, 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 を温水約 100ml に溶解し、硫酸 (1+1) 700ml を加えた後、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。
- k) 硫酸ヒドラジニウム硫酸溶液 B 液 (硫酸ヒドラジニウム溶液) [j)] 10ml に硫酸 (7+5) 15ml 及び水 75ml を加えて振り混ぜる。
- l) 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、0.50g 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ビーカー (200ml) に移し入れ、時計皿で覆う。
- b) 硝酸 10ml 及び塩酸 5ml を加え、加熱して分解し、時計皿の下面を水で洗って取り除く。
- c) 硫酸 (1+1) 5ml を加え、加熱を続け、硫酸の白煙を約 2 分間発生させた後、放冷する。
- d) 水約 40ml 及び塩化鉄 (III) 溶液[2.i)]5ml を加え、加熱して可溶性塩類を溶解する。
- e) 溶液をろ紙 (5 種 A) を用いてろ過し、ろ紙及び残さを温水で十分洗浄し、ろ液及び洗液は、ビーカー (300ml) に集める。
- f) 水を加えて液量を約 200ml とする。

4.2 パナジウムの分離 パナジウムの分離は、次の手順によって行う。

- a) 4.1 f) で得た溶液に、過酸化水素 2ml を加え、かき混ぜながらアンモニア水を加えて中和し、更にその過剰 5ml を加える。
- b) かき混ぜながら過酸化水素 2ml を加え、直ちにろ紙 (5 種 A) を用いて沈澱をこし分け、温水で十分洗浄する。
- c) ろ紙上の沈澱へ、40～60℃に加熱した硝酸 (1+2) 50ml を少量ずつ加えて沈澱を溶解し、ろ紙を 40～60℃に加熱した硝酸 (1+50) で鉄 (III) イオンが認められなくなるまで洗浄し、この溶液を b) で得た溶液に合わせる。
- d) 過塩素酸 10ml を加え、加熱して蒸発し、過塩素酸の白煙を約 10 分間発生させた後、放冷する。
- e) 温水約 30ml を加えて可溶性塩類を溶解し、ろ紙 (5 種 A) を用いて 100ml の全量フラスコ中にろ過し、ろ紙を温水で十分に洗浄する。
- f) 常温まで冷却し、水で標線まで薄める。

4.3 呈色 呈色は、次の手順によって行う。

- a) 4.2 f) で得た溶液から 10ml を分取して 100ml の全量フラスコに移し入れる。
- b) 亜硫酸水素ナトリウム溶液 10ml を加えて振り混ぜる。
- c) 沸騰水浴中に浸して溶液がほとんど無色になり変化しなくなるまで加熱する。
- d) 呈色試薬溶液[2.j)]25ml を加えて振り混ぜ、沸騰水浴中に浸して約 15 分間加熱して呈色させる。
- e) 呈色溶液の入った全量フラスコを流水中で常温まで冷却し、水で標線まで薄める。

4.4 対照溶液の調製 対照溶液の調製は、次の手順によって行う。

- a) 4.2 f) で得た溶液から 10ml を分取して 100ml の全量フラスコに移し入れる。
- b) 4.3) の b) 及び c) の手順に従って試料と同じ操作を行う。
- c) 硫酸ヒドラジニウム硫酸溶液[2.k)]25ml を加えて振り混ぜ、沸騰水浴中に浸して約 15 分間加熱する。
- d) 溶液が入った全量フラスコを流水に浸して常温まで冷却し、水で標線まで薄める。

4.5 吸光度の測定 吸光度の測定は、次の手順によって行う。

- a) 4.3 e) で得た呈色溶液及び 4.4 d) で得た対照溶液の一部を、それぞれ光度計の吸収セル (10mm) に移し入れる。
- b) 対照溶液を対照にして、呈色溶液の吸光度を、波長 825nm 付近において測定する。

5. 検量線の作成 検量線の作成は、次の手順によって作成する。

- a) 標準りん溶液[2.l)]0～5ml (りんとして 0～500μg) を段階的に正確に数個のビーカー (100ml) に取る。

- b) それぞれに過塩素酸 5ml 及び塩化鉄 (III) 溶液[2.i)]2ml を加える。
- c) 加熱して過塩素酸の白煙を発生させ、放冷する。
- d) 温水約 30ml を加えて塩類を溶解し、常温まで冷却した後、別々の 100ml の全量フラスコに移し入れて水で標線まで薄める。
- e) それぞれの溶液から 10ml を分取して別々の 100ml の全量フラスコに移し入れる。
- f) 以下、4.3 b)の 4.5 の手順に従って試料と同じ操作を行って、吸光度を測定する。ただし、対照溶液には標準りん溶液を添加しない溶液を用いる。
- g) 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。

6. 計算 計算は、4.5 で得た吸光度と 5. 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。

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

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)
 m : 試料はかり採り量 (g)

附属書 7 (規定) 硫黄定量方法一 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 の(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。助燃剤を添加する。

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。

6.1 **準備操作** 準備操作は、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焼管内温度は、1 400～1 450℃⁽¹⁾に保つ。

また、高周波誘導加熱炉を用いる場合には、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焼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、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。

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 を追加して行い, 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、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。

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) 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滴定法

1. **要旨** 試料を塩酸と硝酸とで分解して未溶解残さをこし分け、ろ液は主液として保存する。残さは灰化した後、炭酸ナトリウムで融解して主液に合わせる。塩化バリウムを共存させて、水酸化ナトリウムで鉄、バナジウムなどをバリウムとともに沈殿させてろ過する。ろ液を塩酸で酸性にした後、酢酸アンモニウムとアンモニア水又は塩酸で pH を調節し、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。) 標準溶液でアルミニウムの錯塩を生成させ、Cu-PAN を指示薬として硫酸銅標準溶液で過剰の EDTA2Na を滴定する。

2. **試薬** 試薬は、次による。

a) 塩酸 (1+1, 1+4, 1+50)

b) 硝酸 (1+1)

c) アンモニア水 (1+1)

d) 炭酸ナトリウム

e) 水酸化ナトリウム溶液 (500g/l)

f) 塩化バリウム溶液 塩化バリウム二水和物 250g を水に溶解し、液量を 1 000ml とする。

g) 酢酸アンモニウム溶液 (50g/l)

h) 0.01mol/l EDTA2Na 標準溶液 調製及び標定方法は、JIS K 8001 の 4.5 (滴定用溶液) (3.3) による。

i) 0.01mol/l 硫酸銅標準溶液 硫酸銅五水和物 2.50g を水に溶解して 1 000ml の全量フラスコに移し入れ、水で標線まで薄める。この溶液の標定は、次のように行う。

0.01mol/l EDTA2Na 標準溶液 10ml を分取してビーカー (300ml) に移し入れ、水を加えて液量を約 100ml とする。塩酸 (1+1) 5ml を加え、pH メーターを用いてアンモニア水 (1+1) で pH を約 1 にし、さらに酢酸アンモニウム溶液 (50g/l) を加えて pH を 3.0 ± 0.2 に調節した後、沸騰し始めるまで加熱する。Cu-PAN 溶液[j]4, 5 滴を指示薬として加え、溶液を沸騰させながら調製した 0.01mol/l 硫酸銅標準溶液で滴定し、溶液が微紅色に変わる点を終点とする。

次の式によって 0.01mol/l に対するファクターを算出する。

$$F_2 = \frac{10.00}{V} \times F_1$$

ここに、 F_2 : 0.01mol/l 硫酸銅標準溶液のファクター
 V : 滴定に要した 0.01mol/l 硫酸銅溶液の量 (ml)
 F_1 : 0.01mol/l EDTA2Na 標準溶液のファクター

j) **Cu-PAN 溶液** Cu-PAN (Cu-EDTA と 1-ピリジルアゾ-2-ナフトールとの混合物) 1g をイソプロピルアルコール (50vol%) 100ml に溶解する。Cu-PAN 溶液は空試験値が負になるものがあるから注意しなければならない。

3. **試料はかり採り量** 試料はかり採り量は、0.50g 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、次の手順によって行う。

- 試料をはかり採ってビーカー (300ml) に移し入れ、時計皿で覆う。
- 水 20ml を加えた後、塩酸 (1+1) 5ml 及び硝酸 (1+1) 10ml を加え、穏やかに加熱して分解する。
- 時計皿の下面を水で洗って取り除き、ビーカー内壁を少量の 40～60℃に加熱した塩酸 (1+50) で洗い、ろ紙 (6 種) を用いてろ過し、残さをゴム付きガラス棒でこすってろ紙上に移す。
- ろ紙上を 40～60℃に加熱した塩酸 (1+50) で、洗液に鉄 (III) イオンが認められなくなるまで洗浄し、次に温水で酸が消失するまで洗浄する。

4.2 未溶解残さの処理 未溶解残さの処理は、次の手順によって行う。

- 4.1 d) で得た未溶解残さをろ紙とともに白金るつぼ (30 番) に移し入れる。
- 低温で加熱してろ紙を灰化して、放冷する。
- 白金るつぼに炭酸ナトリウム 2g を加えて混合し、約 1 000℃に強熱して残さを融解し、放冷する。
- 白金るつぼを塩酸 (1+1) 20ml の入っているビーカー (200ml) に入れ、穏やかに加熱して融成物を溶解し、白金るつぼを水で洗って取り出す。
- 溶液を 4.1 d) で得た溶液中に合わせ、水を加えて液量を約 150ml とし、加熱して 3～5 分間沸騰させる。

4.3 妨害元素の分離 妨害元素の分離は、次の手順によって行う。

- 4.2 e) で得た溶液に塩化バリウム溶液[2.f)]15ml を加える。
- 溶液をかき混ぜながら水酸化ナトリウム溶液を滴加し、沈殿が生成し始めたならさらにその過剰 5ml を加える。
- 穏やかに加熱して 3～5 分間沸騰させる。
- 常温まで冷却した後、水を用いて 250ml の全量フラスコに移し入れ、水で標線まで薄める。
- 上澄み液を乾いたろ紙 (6 種) を用いてろ過し、初めのろ液は捨て、次のろ液から 100ml を分取してビーカー (300ml) に移し入れ、塩酸 (1+1) を滴加して微酸性にする。

4.4 滴定 滴定は、次の手順によって行う。

- 4.3 e) で得た溶液に酢酸アンモニウム溶液 10ml を加える。
- pH メーターを用い、アンモニア水 (1+1) 又は塩酸 (1+1) を滴加して pH を 3.0±0.2 に調節し、水を加えて液量を約 250ml とする。
- 溶液を加熱して沸騰し始めたとき、Cu-PAN 溶液 4, 5 滴を指示薬として加え、引き続き沸騰させながら 0.01mol/l EDTA2Na 標準溶液で滴定し、溶液の赤紫色が黄色に変わってからさらにその過剰 2～3ml を正確に加え、約 10 分間沸騰させる⁽¹⁾。
- 引き続き沸騰させながら 0.01mol/l 硫酸銅標準溶液で滴定し⁽¹⁾、溶液が黄色から赤紫に変わる点を終点とする。

注⁽¹⁾ 過剰のバリウムによって溶液が白濁することがあるが、終点が判別できれば支障はない。

5. 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。

$$Al = \frac{(V_1 \times F_1 - V_2 \times F_2) \times 0.000\,269}{m \times \frac{1.00}{250}} \times 100$$

ここに、 Al: 試料中のアルミニウム含有率 [% (m/m)]

V₁: 4.4 c) における 0.01mol/l EDTA2Na 標準溶液の滴定量 (ml)

- F_1 : 0.01mol/l EDTA2Na 標準溶液のファクター
 V_2 : 4.4 d)における 0.01mol/l 硫酸銅標準溶液の滴定量 (ml)
 F_2 : 0.01mol/l 硫酸銅標準溶液のファクター
 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—原子吸光法

1. **要旨** 試料を塩酸と硝酸とで分解して蒸発乾固し、塩酸に溶解してろ過し、ろ液は主液として保存する。残さを灰化した後、硫酸とふっ化水素酸とで処理し、二硫酸カリウムで融解して主液に合わせる。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) 塩酸 (1+1, 1+50)

b) 硝酸 (1+1)

c) ふっ化水素酸

d) 硫酸 (1+1)

e) 二硫酸カリウム

f) **バックグラウンド溶液** アルミニウム含有率が 0.001%未満の鉄 3.50g 及びアルミニウム含有率 0.001%未満のバナジウム 6.50g をはかり採ってビーカー (500ml) に移し入れ、時計皿で覆い、塩酸 (1+1) 100ml 及び硝酸 (1+1) 20ml を加え、穏やかに加熱して分解する。常温まで冷却した後、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。

g) **標準アルミニウム溶液 (1.00mg Al/ml)** アルミニウム [99.9% (m/m) 以上] 1.000g をはかり採って三角フラスコ (300ml) に移し入れ、三角フラスコの口に足の短い漏斗をはめ、塩酸 (1+1) 50ml を加え、加熱して分解する。常温まで冷却した後、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、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、次の手順によって行う。

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

b) 塩酸 (1+1) 20ml 及び硝酸 (1+1) 10ml を加え、加熱して分解する。

c) 時計皿の下面を水で洗って取り除き、引き続き、突沸に注意しながら加熱して乾固した後、放冷する。

d) 塩酸 (1+1) 20ml を加え、加熱して可溶性塩類を溶解する。

e) 温水約 30ml を加え、溶液をろ紙 (6 種) を用いてろ過する。

f) ビーカーに付着した残さは、ゴム付きガラス棒でこすってろ紙上に移し、ろ紙上を 40~60℃に加熱した塩酸 (1+50) で鉄 (III) イオンが認められなくなるまで、次に温水で酸が消失するまで洗浄し、ろ液及び洗液をビーカー (300ml) に集める。

g) 溶液を約 50ml になるまで蒸発する。

4.2 **未溶解残さの処理** 未溶解残さの処理は、次の手順によって行う。

a) 4.1 f) で得た未溶解残さをろ紙とともに白金るつぼ (30 番) に移し入れ、低温で加熱して灰化した後、放冷する。

b) 白金るつぼ中の残さを硫酸 (1+1) 2, 3 滴で湿し、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、二酸化けい素と硫酸を揮散させた後、放冷する。

- c) 残さに二硫酸カリウム 1.0g を加え、次第に温度を上げ、約 700℃に加熱して残さを融解した後、放冷する。
- d) 白金るつぼを 4.1 g) で得た溶液中に入れ、穏やかに加熱して融成物を溶解し、白金るつぼを水で洗って取り除く。
- e) 溶液を常温まで冷却した後、水を用いて 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 e) で得た溶液の一部を、水を噴霧してゼロ点を調節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て波長 309.3nm 又は 396.2nm における吸光度を測定する。

5. 空試験 空試験は、6.検量線の作成操作において得られる標準アルミニウム溶液を添加しない溶液の吸光度を、空試験の吸光度とする。

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) バックグラウンド溶液[2.f)]50ml を数個のビーカー (300ml) のそれぞれに分取して加える。
- b) これらに標準アルミニウム溶液[2.g)]0～10ml (アルミニウムとして 0～10mg) を段階的に正確に加える。
- c) それぞれに硫酸 (1+1) 約 10ml を加え、注意しながら加熱して乾固した後、放冷する。
- d) 塩酸 (1+1) 20ml を加え、加熱して塩類を溶解する。
- e) 溶液にあらかじめ二硫酸カリウム 1.0g を白金るつぼで融解して冷却したものを加えて溶解する。
- f) 常温まで冷却した後、水を用いて 100ml の全量フラスコに移し入れ、水で標線まで薄める。
- g) 4.3 の手順に従って試料と同じ操作を行う。
- h) 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、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。

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

ここに、
 Al : 試料中のアルミニウム含有率 [% (m/m)]
 A : 試料溶液中のアルミニウム検出量 (g)
 B : 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)

フェロバナジウム分析方法 JIS 改正原案作成委員会

		氏名			所属
(主査) (委員)	*	鈴 木 邦 輝			日本重化学工業株式会社
		青 木 純 一			昭和電工株式会社
	*	稲 本 勇			新日本製鐵株式会社
		岩 田 英 夫			日本鋼管株式会社
		上 埜 秀 明			中央電気工業株式会社
	*	大 槻 孝 孝			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
		佐 藤 正 文			昭和電工株式会社 (1996～)
	*	見 持 洋 司			日本重化学工業株式会社
		杉 山 鉄 男			大平洋金属株式会社
	*	戸 館 一 生			社団法人日本海事検定協会
	*	紅 谷 紀 誠			日本鋼管株式会社
		松 本 誠			中央電気工業株式会社 (1996～)
		小 島 彰			通商産業省基礎産業局
		林 明 夫			通商産業省基礎産業局 (1996～)
		天 野 徹			通商産業省工業技術院
		大 嶋 清 治			通商産業省工業技術院 (1996～)
		橋 本 繁 晴			財団法人日本規格協会 (1996～)
(関係者) (事務局)		増 田 正 純			通商産業省工業技術院 (1996～)
	*	今 野 尚 雄			日本フェロアロイ協会
	*	奥 山 満 之			日本フェロアロイ協会 (1996～)
		*印は、小委員会委員			