

目 次

	ページ
序文.....	1
1 適用範囲.....	1
2 引用規格.....	1
3 一般事項.....	1
4 定量方法.....	1
5 水酸化鉄沈殿分離塩化すず・塩化チタン還元ニクロム酸カリウム滴定法.....	1
5.1 要旨.....	1
5.2 試薬.....	2
5.3 試料はかり取り量.....	2
5.4 操作.....	2
5.5 空試験.....	3
5.6 計算.....	3
5.7 許容差.....	4
附属書 JA (参考) JIS と対応する国際規格との対比表.....	5

まえがき

この規格は、工業標準化法第 14 条によって準用する第 12 条第 1 項の規定に基づき、日本フェロアロイ協会(JFA)及び財団法人日本規格協会(JSA)から、工業標準原案を具して日本工業規格を改正すべきとの申出があり、日本工業標準調査会の審議を経て、経済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 M 8263:1994** 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、実用新案権又は出願公開後の実用新案登録出願に抵触する可能性があることに注意を喚起する。経済産業大臣及び日本工業標準調査会は、このような特許権、出願公開後の特許出願、実用新案権又は出願公開後の実用新案登録出願に係る確認について、責任はもたない。

クロム鉱石—鉄定量方法

Chromium ores—Method for determination of iron content

序文

この規格は、1985 年に第 1 版として発行された ISO 6130 を基に作成した日本工業規格であるが、技術的内容を変更して作成した日本工業規格である。

なお、この規格で側線及び／又は点線の下線を施してある箇所は、対応国際規格にはない事項である。変更の一覧表にその説明を付けて、**附属書 JA** に示す。

1 適用範囲

この規格は、クロム鉱石に含まれる鉄を滴定によって定量する方法について規定する。

注記 この規格の対応国際規格及びその対応の程度を表す記号を、次に示す。

ISO 6130:1985, Chromium ores—Determination of total iron content—Titrimetric method after reduction (MOD)

なお、対応の程度を表す記号(MOD)は、ISO/IEC Guide 21 に基づき、修正していることを示す。

2 引用規格

次に掲げる規格は、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（追補を含む。）を適用する。

JIS K 8001 試薬試験方法通則

JIS M 8261 クロム鉱石—化学分析方法—通則

3 一般事項

分析方法に共通な一般事項は、JIS M 8261 による。

4 定量方法

鉄定量方法は、水酸化鉄沈殿分離塩化不溶・塩化チタン還元二クロム酸カリウム滴定法による。この方法は、鉄含有率 0.5 %（質量分率）以上 32 %（質量分率）以下の試料に適用する。

なお、クロム鉱石中の鉄含有率は、酸化鉄（Ⅱ）含有率として表示してもよい。

5 水酸化鉄沈殿分離塩化不溶・塩化チタン還元二クロム酸カリウム滴定法

5.1 要旨

試料に過酸化ナトリウムを添加して加熱融解し、水で融成物を溶解する。沈殿をこし分け、塩酸に溶解

した後、溶液中の鉄（Ⅲ）の大部分を塩化すず（Ⅱ）で鉄（Ⅱ）に還元し、更に残りの鉄（Ⅲ）を塩化チタン（Ⅲ）で完全に鉄（Ⅱ）に還元した後、過剰の塩化チタン（Ⅲ）を二クロム酸カリウム又は過塩素酸で酸化する。硫酸及びりん酸を加え、ジフェニルアミンスルホン酸ナトリウムを指示薬として鉄（Ⅱ）を二クロム酸カリウム標準溶液で滴定する。

5.2 試薬

試薬は、次による。

5.2.1 塩酸（1+1, 1+2, 1+10, 1+50）

5.2.2 過塩素酸（1+1）

5.2.3 混酸（硫酸 3, リン酸 3, 水 14）

5.2.4 水酸化ナトリウム溶液（20 g/L）

5.2.5 過酸化ナトリウム

5.2.6 過酸化水素（1+9）

5.2.7 ニクロム酸カリウム溶液（0.5 g/L）

5.2.8 塩化すず（Ⅱ）溶液 塩酸 200 mL をビーカー（1 L）に取り、加熱しながら塩化すず（Ⅱ）二水和物 100 g を少量ずつ加えて溶解し、室温まで冷却した後、水で液量を 1 000 mL とする。この溶液に、少量の粒状又は花卉状金属すずを加え、褐色瓶に入れて保存する。

5.2.9 塩化チタン（Ⅲ）溶液（約 20 g/L） 塩化チタン（Ⅲ）溶液（ TiCl_3 約 200 g/L）を塩酸（1+1）で 10 倍に薄める。

5.2.10 標準鉄溶液（ Fe : 5.585 g/L） 鉄 [99.9 %（質量分率）以上] 5.585 g をはかり取ってビーカー（500 mL）に移し入れ、塩酸（1+2）100 mL を少量ずつ加え、加熱して鉄を分解する。室温まで冷却した後、過酸化水素 5 mL を少量ずつ加えて鉄を酸化する。沸騰するまで加熱して過剰の過酸化水素を分解した後、塩素が揮散するまで加熱する。常温まで冷却した後、溶液を 1 000 mL 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。

この標準鉄溶液 1.00 mL は、 $\frac{1}{60}$ mol/L ニクロム酸カリウム標準溶液の 1.00 mL に相当する。

5.2.11 $\frac{1}{60}$ mol/L ニクロム酸カリウム標準溶液 調製及びファクターの算出は、JIS K 8001 の 4.5（滴定用溶液）(23) ($\frac{1}{60}$ mol/L ニクロム酸カリウム溶液）による。

5.2.12 インジゴカルミン溶液（1 g/L） インジゴカルミン 0.1 g を硫酸（1+4）100 mL に溶解する。

5.2.13 ジフェニルアミン-4-スルホン酸ナトリウム溶液（2 g/L） ジフェニルアミン-4-スルホン酸ナトリウム 0.2 g を水 100 mL に溶解し、褐色瓶に入れて保管する。

5.3 試料はかり取り量

試料はかり取り量は、0.50 g とし、0.1 mg のけたまではかる。

なお、試料は、JIS M 8261 の 4.3（試料）に規定する大気平衡試料又は乾燥試料を用いる。

5.4 操作

5.4.1 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) はかり取った試料をアルミナるつぼ（30 mL）に移し入れ、過酸化ナトリウム 5 g を加えて混合し、その上を 1～2 g の過酸化ナトリウムで覆う。内容物が溶け落ちるまで加熱し、更に温度を上げ、約 700 °C

で約 5 分間るつぽを揺り動かしながら加熱して完全に融解する。

- b) 放冷した後、るつぽをビーカー（500 mL）に移し入れて時計皿で覆い、温水 100 mL を加えて融成物を溶解し、るつぽを温水で洗って取り出して保存する。
- c) 溶液を加熱して約 5 分間煮沸した後、室温まで冷却し、沈殿を十分に沈降させる。時計皿の下面を少量の水で洗って時計皿を取り除き、沈殿をろ紙（5 種 B）を用いてこし分け、水酸化ナトリウム溶液（20 g/L）でビーカー内壁を 1 回、ろ紙上を 1 回洗浄する。沈殿を元のビーカーに洗い落とし、このビーカーを漏斗下に置き、ろ紙に付着した沈殿をろ紙上から温塩酸（1+1）20 mL を加えて溶解する。さらに、温塩酸（1+2）で 3 回、次に温塩酸（1+50）で数回洗浄し、最後に温水で洗液に酸が認められなくなるまで洗浄し、溶液に洗液を合わせる。この溶液に b) で保存しておいたるつぽを入れてるつぽの付着物を溶解し、るつぽを水で洗って取り出す。
- d) 時計皿で覆い、溶液を 2～3 分間沸騰させた後、時計皿の下面を少量の水で洗って時計皿を取り除く。

5.4.2 塩化チタン（Ⅲ）還元

5.4.1 d) で得た溶液を、加熱濃縮し、液量を約 100 mL とした後、時計皿で覆い、沸騰し始めるまで加熱する。時計皿の下面を少量の水で洗って時計皿を取り除き、ビーカー内壁の付着物を少量の塩酸（1+10）で洗い落とし、直ちに溶液をゆっくり振り混ぜながら塩化すず（Ⅱ）溶液（5.2.8）を塩化鉄（Ⅲ）の黄色がわずかに残る程度¹⁾まで滴加した後、次の a) 又は b) の操作を行う。

なお、塩化すず（Ⅱ）溶液（5.2.8）の滴加によって黄色が消失した場合には、過酸化水素（1+9）を滴加して溶液の色を黄に戻す。

- a) 溶液にインジゴカルミン溶液（5.2.12）4 滴を指示薬として加え、塩化チタン（Ⅲ）溶液（5.2.9）を溶液の青色が消えるまで滴加した後、更にその 2, 3 滴を加える。二クロム酸カリウム溶液（0.5 g/L）を、溶液の薄い青色が、液温が 70 °C 以上の場合は 5 秒間、70 °C 未満の場合は約 15 秒間持続するまでビュレットなどを用いて滴加した後、直ちに冷水で 20 °C 以下に冷却し、冷水で液量を約 300 mL とする。
- b) 溶液に塩化チタン（Ⅲ）溶液（5.2.9）を溶液の黄色が消えるまで滴加した後、更にその 3～5 滴を加える。少量の水でビーカーの内壁を洗い、時計皿で覆い、直ちに、沸騰し始めるまで加熱した後、時計皿の下面を少量の水で洗って取り除き、過塩素酸（1+1）5 mL を加え、5 秒間よく振り混ぜた後、直ちに 10 °C 以下の冷水を加えて液量を約 300 mL とし、冷却槽で 15 °C 以下に冷却する。

注¹⁾ 黄色の目安として $\frac{1}{60}$ mol/L 二クロム酸カリウム標準溶液（5.2.11）を 20 倍に薄めた参照溶液を用いるとよい。

5.4.3 滴定

5.4.2 の a) 又は b) で得た溶液に混酸 30 mL 及び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（5.2.13）0.2 mL を加え、 $\frac{1}{60}$ mol/L 二クロム酸カリウム標準溶液（5.2.11）で滴定し、溶液の色が緑紫から紫に変わる点を終点とし、 $\frac{1}{60}$ mol/L 二クロム酸カリウム標準溶液（5.2.11）の使用量を求める。

5.5 空試験

試薬だけを用いて 5.4.1 の a)～c) の手順に従って試料と併行して行い、得た溶液に標準鉄溶液（5.2.10）1.00 mL を加えた後、5.4.1 d)～5.4.3 の手順に従って試料と同じ操作を試料と併行して行う。

5.6 計算

5.6.1 試料中の鉄含有率の算出

試料中の鉄含有率の算出は、次のいずれかによる。

- a) **5.3 で乾燥試料を用いた場合** 試料中の鉄含有率を、次の式によって算出する。

$$Fe = \frac{[V_1 - (V_2 - 1.00)] \times F \times 0.005\,585}{m} \times 100 \%$$

ここに、 Fe : 試料中の鉄含有率（質量分率）

V_1 : 5.4.3 で得た $\frac{1}{60}$ mol/L ニクロム酸カリウム標準溶液の使用量 (mL)

V_2 : 5.5 で得た $\frac{1}{60}$ mol/L ニクロム酸カリウム標準溶液の使用量 (mL)

F : $\frac{1}{60}$ mol/L ニクロム酸カリウム標準溶液のファクター

m : 試料はかり取り量 (g)

- b) **5.3 で大気平衡試料を用いた場合** 試料中の鉄含有率を、次の式によって算出する。

$$Fe = \frac{[V_1 - (V_2 - 1.00)] \times F \times 0.005\,585}{m} \times K \times 100 \%$$

ここに、 Fe : 試料中の鉄含有率（質量分率）

V_1 : 5.4.3 で得た $\frac{1}{60}$ mol/L ニクロム酸カリウム標準溶液の使用量 (mL)

V_2 : 5.5 で得た $\frac{1}{60}$ mol/L ニクロム酸カリウム標準溶液の使用量 (mL)

F : $\frac{1}{60}$ mol/L ニクロム酸カリウム標準溶液のファクター

K : JIS M 8261 の 4.4.4 に規定する乾燥試料への変換係数

m : 試料はかり取り量 (g)

5.6.2 試料中の酸化鉄（Ⅱ）含有率の算出

試料中の酸化鉄（Ⅱ）含有率を、鉄含有率から次の式によって算出する。

$$FeO = Fe \times 1.2865 \%$$

ここに、 FeO : 試料中の酸化鉄（Ⅱ）含有率（質量分率）

Fe : 5.6.1 で算出した試料中の鉄含有率（質量分率）

5.7 許容差

許容差は、表 1 による。

なお、この鉄含有範囲以外は、許容差を適用しない。

注記 一般的に使用されるクロム鉱石中の鉄含有率は、表 1 で許容差を適用した範囲内であり、許容差を求めるための共同実験に使用した試料中の鉄含有率範囲である。

表 1— 許容差

単位 % (質量分率)		
試料中の鉄含有率	室内再現許容差	室間再現許容差
8.62 以上 20.40 以下	0.132	$0.009\,7 \times (Fe) + 0.086$
注記 1 (Fe) は、試料中の鉄含有率（質量分率）である。		
注記 2 許容差の使い方は、JIS M 8261 の 4.8（分析値の採択）参照。		

(Ⅰ)JIS の規定		(Ⅱ) 国際規格 番号	(Ⅲ)国際規格の規定		(Ⅳ)JIS と国際規格との技術的差異の 箇条ごとの評価及びその内容		(Ⅴ)JIS と国際規格との技術的差異 の理由及び今後の対策
箇条番号及び名称	内容		箇条 番号	内容	箇条ごとの 評価	技術的差異の内容	
5.2 試薬	$\frac{1}{60}$ mol/L ニクロム酸カリウム標準溶液		4	0.01 mol/L ニクロム酸カリウム標準溶液	変更	ニクロム酸カリウム標準溶液の濃度を変更。	JIS のニクロム酸カリウム標準溶液の 1 mL は、標準鉄溶液 1 mL に相当するので、計算上容易である。 ISO 規格改正時に提案を検討する。
5.3 試料はかり取り量	0.50 g 大気平衡試料又は乾燥試料を用いる。		7.1	鉄含有量 5 %以上（質量分率）の場合 0.2 g 鉄含有量 5 %未満（質量分率）の場合 0.5 g —	変更 追加	ISO 規格は鉄含有量によってははかり取り量を変えている。 乾燥試料を追加	JIS では、 $\frac{1}{60}$ mol/L ニクロム酸カリウム標準溶液を採用しており、試料はかり取り量 0.5 g で適用範囲すべてに適用できるので変更した。ISO 規格改正時に提案を検討する。 従来の JIS で用いられる乾燥試料も使用できるようにした。ISO 規格改正時に、提案を検討する。
5.4.1 試料溶液の調製	アルカリ融解法による試料分解で、試料をアルミナるつばに Na_2O_2 で融解し、塩酸で融成物を溶解する。		7.3	1) 酸による試料分解で硝酸、硫酸、過塩素酸で分解し、残存物を強熱し灰化し、塩酸で溶融物を溶解する。 2) アルカリ融解法による試料分解で JIS と同じ。	削除	JIS は、酸による試料分解法を削除。	酸による試料分解は、溶けにくく、未溶解残さ処理を行うため、操作が煩雑で時間を要するため削除した。 ISO 規格改正時に、提案を検討する。
5.4.2 塩化チタン(Ⅲ)還元	塩化チタン(Ⅲ)で還元。		7.4	塩化すず(Ⅱ)で還元	変更	塩化すず(Ⅱ)を塩化チタン(Ⅲ)に変更。	塩化すず(Ⅱ)で還元は塩化水銀(Ⅱ)を使用するので環境汚染の問題があるので変更した。 塩化チタン(Ⅲ)の還元の採用を ISO 規格改正時に提案を検討する。
5.4.3 滴定	$\frac{1}{60}$ mol/L ニクロム酸カリウム標準溶液で滴定。		7.4	0.01 mol/L ニクロム酸カリウム標準溶液で滴定。	変更	ニクロム酸カリウム標準溶液の濃度を変更。	JIS のニクロム酸カリウム標準溶液の 1 mL は、標準鉄溶液 1 mL に相当するので、計算上容易であるので変更した。 ISO 規格改正時に提案を検討する。
5.5 空試験	空試験操作を規定。		7.2		一致	—	—

(Ⅰ)JIS の規定		(Ⅱ) 国際規格 番号	(Ⅲ)国際規格の規定		(Ⅳ)JIS と国際規格との技術的差異の 箇条ごとの評価及びその内容		(Ⅴ)JIS と国際規格との技術的差異 の理由及び今後の対策
箇条番号及び名称	内容		箇条 番号	内容	箇条ごと の評価	技術的差異の内容	
5.6.1 試料中の鉄含有率の算出	a) 乾燥試料を用いて分析する場合の計算式を規定。 b) 大気平衡試料を用いて分析する場合の計算式を規定。		8.1	— 大気平衡試料を用いて分析する場合の計算式を規定。	追加 変更	乾燥試料を用いて分析する場合の計算式を追加した。 二クロム酸カリウム標準溶液の濃度を変更。	従来の JIS で用いられる乾燥試料も使用できるようにした。ISO 規格改正時に、提案を検討する。 JIS の二クロム酸カリウム標準溶液の 1 mL は、標準鉄溶液 1 mL に相当するので、計算上容易であるので変更した。 ISO 規格改正時に提案を検討する。
5.6.2 試料中の酸化鉄(Ⅱ)含有率の算出	鉄含有率を、酸化鉄(Ⅱ)に変換するための計算式を記載。			—	追加	国内の取引で一般的な酸化物表示への計算を追加した。	クロム鉱石中の鉄の形態は、酸化物であるので、酸化物で表示できるようにした。
5.7 許容差	室内再現許容差 室間再現許容差		8.2	併行許容差	変更	JIS は、室内及び室間許容差を共同実験から求めた。	ISO 規格改正時に提案を検討する。

JIS と国際規格との対応の程度の全体評価：ISO 6130 : 1985, MOD

注記 1 箇条ごとの評価欄の用語の意味は、次による。

- 一致……………技術的差異がない。
- 削除……………国際規格の規定項目又は規定内容を削除している。
- 追加……………国際規格にない規定項目又は規定内容を追加している。
- 変更……………国際規格の規定内容を変更している。

注記 2 JIS と国際規格との対応の程度の全体評価欄の記号の意味は、次による。

- MOD……………国際規格を修正している。