

セメント認証標準物質（塩素用）

JCA-CRM-CI-2



Japan Cement Association

高炉セメント B 種

認 証 書

本認証標準物質はセメントの蛍光 X 線分析方法（JIS R 5204：2024）による塩素の測定における検量線の検定に用いることを目的として作製された物質である。

1. 認証値

認証値は未強熱試料の塩素の含有率および見掛けの強熱減量である。

| | (%) |
|----------|-----------------|
| Cl | 0.0301 ± 0.0002 |
| 見掛けの強熱減量 | 1.11 ± 0.03 |

2. 構成物質および内容量

標準物質の構成物質を下表に示す。

内容量は約 50g である。

| 試料 | 構成物質 |
|--------------|----------------------|
| JCA-CRM-CI-2 | 高炉セメント B 種、試薬 (NaCl) |

3. 使用方法

JIS R 5204（セメントの蛍光 X 線分析方法）の 9（見掛けの強熱減量の定量）により測定した見掛けの強熱減量と 1. の見掛けの強熱減量を用いて、以下の式により塩素の認証値を補正する。

なお、開封して直ぐに使用する場合は、1. の塩素の認証値を用いてもよい。

$$W = W' \times \frac{1}{\left(1 - \frac{Ls}{100}\right)} \times \frac{\left(1 - \frac{L}{100}\right)}{1}$$

ここに、
W：補正した塩素の認証値（%）
W'：1. の塩素の認証値（%）
Ls：1. の見掛けの強熱減量の認証値（%）
L：見掛けの強熱減量（%）

4. 均質性

以下の手順により、F 検定を用い試料の均質性を確認した。

- ①調製した約 27kg の試料を 5 個の小口試料とした。
- ②各小口試料から分析用試料をそれぞれ採取し、JIS R 5202 : 2015（セメントの化学分析方法）の 18.1（電位差滴定法）により試料中の塩素の含有率を求め、JIS R 5204 : 2019（セメントの蛍光 X 線分析方法）の 9（見掛けの強熱減量の定量）により試料中の見掛けの強熱減量を求めた。これらの試験を 3 回行った。
- ③②の試験結果を用いて分散分析（小口試料 5 個×試験 3 回）を行い、F 検定を行った。信頼度 95%において小口試料間に有意な差は認められなかったため、試料は均質であると判断した。

5. 認証値および不確かさの決定方法

(1) 認証値

塩素は 7 試験所、見掛けの強熱減量は 6 試験所で共同試験を行い、以下の手順により認証値を決定した。

(1.1) 塩素

- ①各試験所において JIS R 5202 : 2015（セメントの化学分析方法）の 18.1（電位差滴定法）により、試料中の塩素の含有率を求めた。その際、2 回の繰り返し試験を行い、2 回の試験結果を平均して分析結果とした。
- ②7 試験所の分析結果から平均値を求め、認証値とした。なお、平均値の算出にあたり、異常値検定（Grubbs の方法）を行い、有意水準 5%で異常と判断されたデータがないことを確認した。

(1.2) 見掛けの強熱減量

- ①各試験所において JIS R 5204 : 2024（セメントの蛍光 X 線分析方法）の 9（見掛けの強熱減量の定量）により見掛けの強熱減量を求めた。その際、2 回の繰り返し試験を行い、2 回の試験結果を平均して分析結果とした。
- ②6 試験所の分析結果から平均値を求め、認証値とした。なお、平均値の算出にあたり、異常値検定（Grubbs の方法）を行い、有意水準 5%で異常と判断されたデータがないことを確認した。

(2) 不確かさ

不確かさの算出は JIS Q 0031（標準物質—認証書，ラベル及び附属文書の内容）で示されている「Guide to the expression of Uncertainty in Measurement」の方法により行い、以下の式より、包含係数(k)を 2 として求めた。

$$U_{\text{char}} = \sqrt{(S_{\text{char}})^2/p}$$
$$U_{\text{CRM}} = k \times \sqrt{(U_{\text{char}})^2}$$

ここに、
 U_{CRM} : 認証値の不確かさ
 U_{char} : 試験所間の標準不確かさ
 S_{char} : 共同試験から求めた試験所間の標準偏差
 p : 共同試験の試験所数

(3) 試験所（試験実施時の名称）

(3.1) 塩素

宇部興産株式会社 建設資材カンパニー 技術開発研究所
一般社団法人セメント協会 研究所

株式会社太平洋コンサルタント 品質試験部
株式会社トクヤマ セメント製造部 セメント技術課
住友大阪セメント株式会社 セメント・コンクリート研究所
デンカ株式会社 青海工場 セメント部 セメント技術課
三菱マテリアル株式会社 セメント事業カンパニー 生産部 セメント研究所

(3.2) 見掛けの強熱減量

一般社団法人セメント協会 研究所
株式会社太平洋コンサルタント 材料分析技術部
株式会社トクヤマ セメント製造部 セメント技術課
住友大阪セメント株式会社 セメント・コンクリート研究所
デンカ株式会社 青海工場 セメント部 技術課
UBE 三菱セメント株式会社 研究所 品質調査室 宇部グループ

6. 参考規格、他

- 1) JIS R 5202 : 2015 「セメントの化学分析方法」
- 2) JIS R 5204 : 2019 「セメントの蛍光X線分析方法」
- 3) JIS R 5204 : 2024 「セメントの蛍光X線分析方法」
- 4) JIS Z 8402-2 : 1999 「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」
- 5) JIS Q 0031 : 2018 「標準物質－認証書，ラベル及び附属文書の内容」
- 6) 今井秀孝編，「計測における不確かさの表現ガイド[GUM]ガイドブック」日本規格協会(2018)，
 (「Guide to the expression of Uncertainty in Measurement」の全訳を含む)

7. 認証書の経緯

2019年に認証値の決定のための共同試験を実施し、認証値を決定した。

2024年にJIS R 5204が改正され、9(見掛けの強熱減量の定量)の操作が変更されたことから、改正後の方法により見掛けの強熱減量の共同試験を実施し、認証値を決定した。

8. その他

本標準物質に関する情報は必要に応じて、セメント協会のホームページにて公開する。

【本標準物質に関する問合せ先】

一般社団法人セメント協会

〈 研究所 〉

〒114-0003 東京都北区豊島 4-17-33

購入等に関する問合せ：庶務グループ

TEL：03-3914-2691

内容に関する問合せ：セメント基礎・環境グループ

TEL：03-3914-2694

FAX：03-3914-2690(共通)

(※)セメント協会ホームページ：<http://www.jcassoc.or.jp>からもお問合せが可能です。お問合せはメニューの「お問合せ」をクリックし、「お問合せフォーム」をご利用下さい。

2024年5月
一般社団法人セメント協会

【 参考 】 共同試験結果

(%)

| 試験所 | 塩素 (未強熱試料) |
|------|---------------|
| A | 0.0306 |
| B | 0.0299 |
| C | 0.0300 |
| D | 0.0300 |
| E | 0.0302 |
| F | 0.0303 |
| G | 0.0298 |
| 平均値 | 0.0301 |
| 最大 | 0.0306 |
| 最小 | 0.0298 |
| 範囲 | 0.0008 |
| 標準偏差 | 0.00027 |

(%)

| 試験所 | 見掛けの強熱減量 (未強熱試料) |
|------|---------------------|
| 1 | 1.17 |
| 2 | 1.14 |
| 3 | 1.08 |
| 4 | 1.08 |
| 5 | 1.08 |
| 6 | 1.11 |
| 平均値 | 1.11 |
| 最大 | 1.17 |
| 最小 | 1.08 |
| 範囲 | 0.09 |
| 標準偏差 | 0.038 |