

セメント化学専門委員会報告

REPORT OF THE TECHNICAL COMMITTEE ON CEMENT CHEMISTRY

C-10

セメントの蛍光X線分析共同試験結果

Report on the interlaboratory testing of chemical analysis of
cement by x-ray fluorescence

2006 年 5 月
(May 2006)

社団法人セメント協会

JAPAN CEMENT ASSOCIATION

要旨

2002 年 7 月に制定された JIS R 5204「セメントの蛍光 X 線分析方法」に基づき、アジア諸国と日本を対象としたセメントの蛍光 X 線分析共同試験を実施した。参加試験所数は国外 14、国内 16 の計 30 試験所であった。

試験試料はポルトランドセメント、および高炉セメント B 種相当の試製セメントである。また、検量線用試料には蛍光 X 線分析用セメント標準物質 601A を、検量線検定用試料には認証標準物質 JCA-CRM-1 および JCA-CRM-2 を用いた。

試験結果の解析では、JCA-CRM-1 もしくは JCA-CRM-2 のどちらか一つでも、すべての成分の定量値が併行許容差および対標準物質許容差の規定を満たしている試験所を“合格試験所 (Q-Laboratory)”と定義した。

合格試験所の試験試料の定量結果のばらつきを湿式分析による共同試験のそれと比較した結果、CaO ではやや大きくなったものの、それ以外の成分では同等もしくは小さいものとなり、JIS R 5204 による蛍光 X 線分析は概ね湿式分析と同等程度の精度を有することが本共通試験によっても確認された。

ABSTRACT

Interlaboratory testing was carried out for ISO/TC74 members in Asian countries and laboratories in Japan, in accordance with JIS R 5204 "Chemical Analysis of Cement by X-ray Fluorescence" established in July 2002. A total of 30 laboratories, 16 in Japan and 14 outside Japan, participated in the testing program.

The test samples used were Portland cement and a mixture of Portland cement and blast furnace slag. The mixture corresponded to the Portland blast furnace slag cement Class B specified in JIS R 5211. Cement reference materials for x-ray fluorescence analysis (No. 601A) were used for the calibration standards, and certified reference materials JCA-CRM-1 and JCA-CRM-2 were used for the validation materials.

The laboratories that obtained concentrations of JCA-CRM-1 and/or JCA-CRM-2 satisfying the criteria for both the repeatability limits and accuracy limits for all components were defined as "Q-Laboratories" in analyzing the test results.

A comparison of the dispersion of results for "Q-Laboratories" with that obtained from other interlaboratory testing by wet analysis revealed that the dispersion for "Q-Laboratories" was slightly larger than that of wet analysis for CaO. But, the dispersion of results for all other components was equal to or smaller than that of wet analysis. Therefore, the accuracy of results obtained by JIS R 5204 was considered to be generally the same as for the wet method in this interlaboratory testing.

序/Preface

本報告は、セメント協会のセメント化学専門委員会により企画ならびに運営された、アジア諸国と日本を対象としたセメントの蛍光X線分析共同試験結果を取りまとめたものである。

ここに、その共同試験結果が判明したので報告する。

This report summarizes the interlaboratory testing of chemical analysis of cement by x-ray fluorescence for ISO/TC74 members in Asian countries and laboratories in Japan. This testing program was planned and conducted by the Committee on Cement Chemistry, Japan Cement Association.

2006 年 5 月 / May, 2006

社団法人 セメント協会 セメント化学専門委員会
The Technical Committee on chemistry of cement, JCA
(2006 年 4 月現在, Members of the committee as of Apr. 2006)

委員長 (Chairman)

羽 原 俊 祐	太平洋セメント株式会社	(2005 年 5 月退任)
Shunsuke Hanehara	Taiheiyo Cement Corporation	

井ノ川 尚	住友大阪セメント株式会社	(2005 年 5 月就任)
Hisashi Inokawa	Sumitomo Osaka Cement Co., Ltd	

(Hisashi Inokawa replaced Shunsuke Hanehara as the chairman in May 2005.)

委 員 (Members)

大 崎 雅 史	株式会社宇部三菱セメント研究所 宇部センター
Masashi Osaki	Ube-Mitsubishi Cement Research Institute Corporation Ube Center

平 尾 宙	太平洋セメント株式会社	(2005 年 5 月就任)
Hiroshi Hirao	Taiheiyo Cement Corporation	

荒 野 憲 之	電気化学工業株式会社
Noriyuki Arano	Denki Kagaku Kogyo Kabushiki kaisha

北 山 大 八	株式会社トクヤマ
Daihachi Kitayama	Tokuyama Corporation

下 坂 建 一	株式会社宇部三菱セメント研究所 埼玉センター
Kenichi Shimosaka	Ube-Mitsubishi Cement Research Institute Corporation Saitama Center

事務局 (Secretaries)

高 橋 茂	社団法人セメント協会
Shigeru Takahashi	Japan Cement Association

安 斎 浩 幸	社団法人セメント協会
Hiroyuki Anzai	Japan Cement Association

青 木 尚 樹	社団法人セメント協会
Naoki Aoki	Japan Cement Association

セメント化学専門委員会報告 C-10

REPORT OF THE TECHNICAL COMMITTEE ON CEMENT CHEMISTRY

セメントの蛍光X線分析共同試験結果報告

Report on the interlaboratory testing of chemical analysis of cement by x-ray
fluorescence

目 次(Contents)

1. はじめに/Introduction	1
2. 共同試験の概要/Outline of the interlaboratory testing	2
2.1 試験方法および測定項目/Testing method and components to be determined	2
2.2 試料/Samples	2
2.2.1 試験試料/Test samples	2
2.2.2 検量線用試料/Calibration standards	3
2.2.3 検量線検定用試料/Validation Materials	3
2.3 参加試験所/Participating laboratories	3
2.3.1 国内/Japan	3
2.3.2 国外/Outside Japan	3
3. 試験結果の解析手法/Method for analyzing results	4
3.1 統計量/Statistics	4
3.2 合格試験所の定義/Definition of Q-Laboratories	4
4. 試験結果および考察/Results and considerations	6
4.1 試験所番号について/Laboratory number	6
4.2 全試験所の検定結果/Validation results for all laboratories	6
4.3 合格試験所の試験試料の定量結果/Test results of Q-Laboratories	14
4.3.1 二つの定量値の差 /Differences in concentration for each pair of test sample	14
4.3.2 定量値の分布/Distribution of concentrations for test samples	16
5. まとめ/Conclusion	30

【資料編/Appendix】

・ 参加試験所一覧/List of participating laboratories	33
・ 全試験所の試験結果/Individual results of all laboratories	36
・ アンケート結果/Questionnaire results	44
・ 共同試験における配布文書 /Distributed documents for the interlaboratory testing program	45
・ 国内試験所への送付資料/(For Japanese laboratories)	46
参加募集案内、共同試験要項、共同試験結果報告用紙	
・ Distributed documents (For the laboratories outside Japan)	56
Announcement of invitation for the interlaboratory testing program, Instruction of the testing program、Result sheets	

1. はじめに

セメントの化学分析は古くから湿式分析で行われてきている。しかしながら、湿式分析は多くの時間を要することから、日本では化学分析の迅速化が望まれ、セメントの蛍光X線分析方法の開発が進められた。その結果、2002年7月、日本工業規格 **JIS R 5204**「セメントの蛍光X線分析方法」が制定された。

一方、国際規格としてもセメントの蛍光X線分析方法が制定されていないことから、2004年6月にISO/TC74国内審議委員会はISOに対し「セメントの蛍光X線分析方法の開発」を新規業務項目として、正式に提案し、**JIS R 5204** 英訳版を第一作業原案として添付した。

本共同試験は**JIS R 5204**をアジア諸国に紹介し、共同試験を通して技術交流のネットワークを形成することを目的として実施されたものであり、国外から14試験所、国内から16試験所の計30試験所が参加した。

JIS R 5204は認証標準物質を用いて調製した二枚一組の検定ビードの定量値が併行許容差および対標準物質許容差の規定を満たした上で、試料の分析が可能となっており、これにより分析精度および定量値の精確さが維持されている。

本報告では、検量線の検定においてJCA-CRM-1もしくはJCA-CRM-2のどちらか一つでも、すべての成分の定量値が併行許容差および対標準物質許容差の規定を満たしている試験所を“合格試験所”として取扱い、“合格試験所”の分析結果をばらつきという観点から取りまとめ、セメントの蛍光X線分析に対し**JIS R 5204**を用いた場合の分析精度を評価した。

1. Introduction

The wet method is a longstanding technique used for chemical analysis of cement. However, since this manner of analysis is extremely time-consuming, more rapid methods have been investigated, leading to the development of chemical analysis of cement by x-ray fluorescence (XRF method). As a result, Japanese Industrial Standard (JIS) R 5204 was established in July 2002.

Since an international standard for this analysis method had not yet been established, the Japanese National Committee for ISO/TC74 (J/TC74) proposed the “Development of chemical analysis of cement by x-ray fluorescence” to ISO/TC74 in June 2004. The English version of JIS R 5204 was included as the first working draft at that time.

The purpose of this interlaboratory testing program was to introduce JIS R 5204 to Asian members of ISO/TC74 and to promote technical exchange among them. This interlaboratory testing was carried out with the participation of 16 laboratories in Japan and 14 outside Japan.

JIS R 5204 was established to confirm the validity of calibration equations when the concentrations of a pair of validation beads made from certified reference materials satisfy the criteria for both the repeatability limits and accuracy limits specified in JIS R 5204. The repeatability and accuracy of results obtained by JIS R 5204 can be improved and maintained through the validation.

The laboratories that obtained concentrations of JCA-CRM-1 and/or JCA-CRM-2 satisfying the criteria for both the repeatability limits and accuracy limits for all components are defined as “Q-Laboratories” in the results analysis. This report summarizes the results of the interlaboratory testing in terms of dispersion of results of “Q-Laboratories”. Therefore, repeatability of the results obtained by JIS R 5204 “Chemical Analysis of Cement by X-ray Fluorescence” is evaluated in this report.

2. 共同試験の概要

本共同試験の概要を表-1 に示す。

2. Outline of the interlaboratory testing

The outline of the interlaboratory testing is shown in Table 1.

表-1 共同試験の概要

Table 1 Outline of the interlaboratory testing

試験方法 /Test method	JIS R 5204:2002「セメント蛍光 X 線分析方法」/"Chemical analysis method of cement by x-ray fluorescence"	
試験試料 /Test samples	#1	ポルトランドセメント/Portland Cement
	#2	ポルトランドセメントに高炉スラグを混合した試製セメント (JIS R 5211 に規定する高炉セメント B 種相当) /Cement made by mixing Portland cement with blast furnace slag (corresponding to Portland blast furnace slag cement Class B specified in JIS R 5211)
検量線用試料 /Calibration standards	蛍光 X 線分析用セメント標準物質 601A/Cement reference materials for x-ray fluorescence analysis, No.601A	
検量線検定用試料 /Validation Materials	JCA-CRM-1 「ポルトランドセメント/Ordinary Portland Cement」	
	JCA-CRM-2 「高炉セメント B 種/Portland blast furnace slag Cement」	
測定項目 /Components to be determined	SiO ₂ , Al ₂ O ₃ , Fe ₂ O ₃ , CaO, MgO, SO ₃ , Na ₂ O, K ₂ O, TiO ₂ , P ₂ O ₅ , MnO, SrO, および強熱減量/loss on ignition	

2.1 試験方法および測定項目

本共同試験は JIS R 5204:2002「セメントの蛍光 X 線分析方法」に基づき実施した。国外の試験所に対しては、英訳版を配布した。なお、英訳版は 1. で述べた ISO に対して「セメントの蛍光 X 線分析方法の開発」を提案した時に添付した第一作業原案である。

測定項目はガラスビードを用いた蛍光 X 線分析による SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃, CaO, MgO, SO₃, Na₂O, K₂O, TiO₂, P₂O₅, MnO, SrO の 12 成分と強熱減量とした。なお、高炉セメント中の SO₃ は JIS R 5204 では適用外であるが、本共同試験においては Sample #2 についても SO₃ を定量し、報告することとした。

2.2 試料

2.2.1 試験試料

試験試料は 2 種類とした。一つはポルトランドセメント (以下、Sample #1 と呼ぶ)、もう一つはポルトランドセメントに高炉スラグを混合して調製した試製セメント (以下、Sample #2 と呼ぶ) で、JIS R 5211 に規定する高炉セメント B 種に相当する。各試料約 30g を配布した。

2.1 Testing method and components to be determined

This interlaboratory testing was based on JIS R 5204 "Chemical Analysis of Cement by X-ray Fluorescence". The English version of JIS R 5204, which was distributed to foreign laboratories, corresponds to the first working draft included when J/TC74 proposed the "Development of chemical analysis of cement by x-ray fluorescence" to ISO/TC74.

Twelve components, SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃, CaO, MgO, SO₃, Na₂O, K₂O, TiO₂, P₂O₅, MnO, and SrO, obtained by XRF method using glass beads, and loss on ignition were to be determined. Although SO₃ for Portland blast furnace slag cement was outside the application of JIS R 5204, it was required for Sample #2 in this testing.

2.2 Samples

2.2.1 Test samples

Two test samples were used: Portland cement (Sample #1), and a cement mixture of Portland cement and blast furnace slag (Sample #2). Sample #2 corresponded to the B-type Portland blast furnace slag cement specified in JIS R 5211. Approximately 30 g of samples were distributed respectively.

2.2.2 検量線用試料

検量線用試料にはセメント協会頒布の「蛍光X線分析用セメント標準物質 601A」⁽¹⁾を用いた。国外の試験所に対しては601Aの15試料を約12gずつ配布した。ただし、検量線用試料数はJIS R 5204に基づき、「7種類以上の検量線ビードを用いる」こと以外の規定は設けなかった。

注⁽¹⁾ 15試料の標準試料よりなる蛍光X線分析の検量線作成用標準物質のセット。9つのポルトランドセメントと6つの高炉セメントより構成される。

2.2.3 検量線検定用試料

JIS R 5204では検量線の検定が規定されている。検量線検定用試料として、セメント協会頒布の認証標準物質 JCA-CRM-1 および JCA-CRM-2 を用いた。国外の試験所に対してはそれぞれ30gを提供した。

2.3 参加試験所

2.3.1 国内

セメント協会会員ならびにセメント協会が実施した「2004-OC セメント共同試験」にて蛍光X線分析に参加した試験所に参加募集案内を送付した。その結果、16試験所が共同試験に参加した。各試験所名は資料編に一括掲載した。

2.3.2 国外

ISO/TC74のPならびにOメンバーに登録されているアジア諸国⁽²⁾に対して、共同試験の参加募集を送付した。その結果、16試験所より参加の表明があり、最終的に14試験所が共同試験に参加した。各試験所名は資料編に一括掲載した。

注⁽²⁾ 参加募集はISO/TC74に登録されている加盟機関、および各国のセメント協会（出典：World Cement Directory 2002、Cembureau）に送付した。

2.2.2 Calibration standards

No. 601A cement reference materials for x-ray fluorescence analysis (see NOTE ⁽¹⁾), provided by the Japan Cement Association, were used for the calibration standards. Approximately 12 g of each standard of 601A were distributed to the foreign laboratories. The only requirement was that 7 or more calibration standards must be used for making calibration equations in accordance with JIS R 5204.

NOTE ⁽¹⁾: No. 601A is a set of 15 cement reference materials consisting of 9 Portland cements and 6 Portland blast furnace slag cements.

2.2.3 Validation materials

Validation of calibration equations was specified in JIS R 5204. Certified reference materials JCA-CRM-1 and JCA-CRM-2, provided by the Japan Cement Association, were used for the validation materials. Approximately 30 g of each CRM were distributed to the laboratories outside Japan.

2.3 Participating laboratories

2.3.1 Japan

An announcement of the interlaboratory testing was sent out to members of the Japan Cement Association and participants in the XRF analysis of "Interlaboratory testing 2004-OC". In response to the announcement, 16 laboratories registered as participants in this testing program. A list of participating laboratories is shown in the Appendix.

2.3.2 Outside Japan

An announcement of the interlaboratory testing was sent out to Asian members registered as a P-member or O-member in ISO/TC74 (See NOTE ⁽²⁾). Sixteen laboratories responded to the announcement and expressed their desire to participate, and 14 laboratories registered for the program. A list of participating laboratories is shown in the Appendix.

NOTE ⁽²⁾ The announcement was sent out to member bodies registered in ISO/TC74, and to cement associations of the members (Reference: World Cement Directory 2002, Cembureau)

3. 試験結果の解析手法

3.1 統計量

本共同試験結果の解析にあたり、用いた統計量の略号および定義は表-2 に示すとおりである。

3. Method for analyzing results

3.1 Statistics

Symbols and definitions of statistics used in this report are shown in Table 2.

表-2 統計量の定義

Table 2 Definitions of the statistic

統計量/Statistic	略号/Symbols	定義/Definition of the statistic
平均/Average	—	$Average = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$
最大値/Maximum Value	Max.	データ群の中の最大値/Maximum value in the data
最小値/Minimum Value	Min.	データ群の中の最小値/Minimum value in the data
範囲/Range	—	最大値と最小値の差/Range=Max.-Min.
標準偏差/ Standard Deviation	S.D.	$S.D. = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - Average)^2}{n-1}}$
変動係数/ Coefficient of Variation	C.V.	$C.V.(%) = \frac{S.D. \times 100}{ Average }$

備考/NOTE n: 試験所数/Number of laboratories

x: 各試験所の 2 つのデータの平均/ Mean value of a pair of results from each laboratory

3.2 合格試験所の定義

本共同試験は JIS R 5204 に基づいて行ったため、検量線の検定において、検定ビードの定量値は併行許容差および対標準物質許容差の規定を満たしていることが前提となる。

以下に検定手順を示す。

- ① 少なくとも一つの認証標準物質を用いて調製した二枚一組の検定用ビードについて、各分析項目の定量を行う。
- ② 二枚一組の検定用ビードのそれぞれの定量値を小数点以下 3 けたに丸め、全ての分析項目において、2 つの定量値の差は規定する併行許容差以内でなければならない。その際の併行許容差は次式より求める。

$$\log(y) = 0.48 \log(x) - 1.499$$
ここに、y: 併行許容差(%)
x: 二つの定量値の平均値(%)
ただし、x が 0.5% 未満の場合は y を一律に 0.020 とする。
- ③ すべての分析項目において、二枚一組の検定用ビードの定量値の平均を小数点以下 2 けたで丸め、その平均値と用いた

3.2 Definition of Q-Laboratories

Since the interlaboratory testing was based on JIS R 5204, the concentration of a pair of validation beads made from certified reference materials must satisfy the criteria for both the repeatability limits and accuracy limits.

The validation procedure is as follows:

- (1) Determine the concentration of a pair of validation beads made from at least one certified reference material for all analysis components.
- (2) The difference in the concentration, rounded off to three decimal places, of a pair of validation beads shall be within the repeatability limits obtained from the following formula:

$$\log(y) = 0.48 \log(x) - 1.499$$

where

y is the repeatability limit, in percentage;

x is the mean value of the concentration of a pair of validation beads, in percentage;

When x is less than 0.5%, 0.020% is uniformly applied to y.

認証標準物質の認証値との差が表-3 に示す対標準物質許容差以内でなければならない。

本共同試験では JCA-CRM-1 および JCA-CRM-2 を検定ビードとして用いたが、JIS R 5204 では、検定ビードの数は1種類以上でよいこととなっている。つまり、JCA-CRM-1 もしくは JCA-CRM-2 のどちらかの検定結果が検定基準を満たせば、その検量線は有効となる。

そこで、本共同試験では、JCA-CRM-1 もしくは JCA-CRM-2 のどちらか一つでも、すべての成分の定量値が併行許容差および対標準物質許容差の規定を満たしている試験所を“合格試験所(Q-Laboratory)”と定義することとした。

- (3) The difference between the mean values, rounded off to two decimal places, of the concentration of a pair of validation beads and the "certified values" of the certified reference materials shall be within the accuracy limits specified according to the class of concentration in Table 3 for all analysis components.

Both JCA-CRM-1 and JCA-CRM-2 were used for the validation materials in this interlaboratory testing. However, the number of certified reference materials to be used for validation could be only one in JIS R 5204. In other words, the calibration equations were considered to be valid if either the concentration of JCA-CRM-1 or the concentration of JCA-CRM-2 satisfied the validation criteria.

Therefore, the laboratories that obtained concentrations of JCA-CRM-1 and/or JCA-CRM-2 satisfying the criteria for both the repeatability limits and accuracy limits for all components, were defined as "Q-Laboratories" in this interlaboratory testing.

表-3 JIS R 5204 に規定する対標準物質許容差

Table 3 Accuracy limits for analysis validation specified in JIS R 5204

認証値の区分(%) /class of the certified value (% absolute)	対標準物質許容差(%) /Accuracy limits for analysis validation (% absolute)
0~0.49	0.02
0.50~0.99	0.03
1.00~9.99	0.08
10.00~29.99	0.15
30.00~49.99	0.20
50.00~79.99	0.25

備考/NOTE 定量値が 80.00~100% の場合は 0.30 とする。

/Where the certified value is 80.00~100%,
the accuracy limit is 0.30.

4. 試験結果および考察

4.1 試験所番号について

全試験所の検定結果および合格試験所の試験試料の定量結果を表に示す。各表中の試験所番号のうち試験所 No. 1~16 は日本国内の試験所、No. 101~113 は国外の試験所である。なお、14 試験所が参加した国外の試験所のうち、試験所 114 からの報告は粉末ペレット法による結果であるため、資料編のみに記載した。

4.2 全試験所の検定結果

二枚一組の検定用ビードの定量値の差を、JCA-CRM-1 について表-4 に、JCA-CRM-2 について表-5 にそれぞれ示した。また、二枚一組の検定用ビードの定量値の平均と認証値との差を、JCA-CRM-1 について表-6 に、JCA-CRM-2 について表-7 にそれぞれ示す。

表-4 および表-5 中の網掛けされた値は二枚一組の検定用ビードの定量値の差が併行許容差の規定を満たさなかったことを示す。また、表-6 および表-7 中の網掛けされた値は二枚一組の検定用ビードの定量値の平均と認証値との差が対標準物質許容差の規定を満たさなかったことを示している。なお、各表中の“-“は試験所からの報告がなかったことを示す。

表中の網掛けされた値から明らかなように、二枚一組の検定用ビードの定量値の差が併行許容差の規定を満たさなかった試験所や、二枚一組の検定用ビードの定量値の平均と認証値との差が対標準物質許容差の規定を満たさなかった試験所が含まれていた。そのため、3.2 の定義に従い、合格試験所の抽出を行った結果、20 試験所が合格試験所と判断された。

4. Results and considerations

4.1 Laboratory number

Validation results for all laboratories and results of determination for Q-Laboratories are shown in the tables. Lab No. 1 to No. 16 stands for laboratories in Japan; Lab No. 101 to No. 113 stands for laboratories outside Japan. Although there were 14 participating laboratories outside Japan, the report submitted by Lab No. 114 is only shown in the Appendix, because the laboratory carried out XRF analysis by the pellet method.

4.2 Validation results for all laboratories

The difference in concentration for each pair of JCA-CRM-1 is shown in Table 4, and that for JCA-CRM-2 is shown in Table 5. The difference between the mean values of concentration for each pair of JCA-CRM-1 and the certified values is shown in Table 6, and that for JCA-CRM-2 is shown in Table 7.

Data in the shaded cells of Table 4 and Table 5 denotes results that did not satisfy the required criteria for repeatability. And, data in the shaded cells of Table 6 and Table 7 represents results that did not satisfy the required criteria for accuracy limits. "-" in each table indicates that there was no report from the laboratory.

It is clear from the presence of data in the shaded cells that some validation results did not satisfy the required criteria for repeatability or accuracy limits. Therefore, in determining the Q-Laboratories according to the definition described in 3.2, 20 laboratories were judged as Q-Laboratories.

表-4 全試験所の二枚一組の検定用ビードの定量値の差(試料: JCA-CRM-1)

Table 4 The difference in concentrations for each pair of validation beads
(All laboratories, Validation material: JCA-CRM-1)

Laboratory No.	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	P ₂ O ₅	MnO	SrO
1	0.039	0.028	0.009	0.180	0.006	0.010	0.015	0.007	0.000	0.001	0.000	-
2	0.034	0.004	0.001	0.072	0.005	0.032	0.001	0.003	0.007	0.001	0.001	0.000
3	0.012	0.005	0.017	0.018	0.012	0.028	0.013	0.002	0.003	0.001	0.000	-
4	0.080	0.010	0.013	0.020	0.002	0.009	0.002	0.004	0.004	0.002	0.000	0.000
5	0.032	0.012	0.003	0.004	0.003	0.009	0.001	0.003	0.002	0.001	0.000	0.000
6	0.024	0.027	0.002	0.083	0.039	0.012	0.011	0.007	0.008	0.002	0.002	0.000
7	0.014	0.013	0.003	0.046	0.005	0.006	0.002	0.002	0.005	0.000	0.001	0.000
8	0.040	0.006	0.004	0.115	0.010	0.008	0.007	0.001	0.008	0.001	0.000	0.000
9	0.011	0.017	0.004	0.041	0.003	0.006	0.001	0.001	0.002	0.001	0.000	0.000
10	0.028	0.035	0.003	0.012	0.017	0.017	0.007	0.001	0.003	0.000	0.000	-
11	0.012	0.006	0.008	0.061	0.014	0.018	0.012	0.010	0.004	0.005	0.001	-
12	0.011	0.006	0.026	0.073	0.005	0.024	0.007	0.002	0.011	0.000	0.003	0.001
13	0.018	0.004	0.003	0.042	0.009	0.005	0.002	0.000	0.004	0.000	0.001	0.000
14	0.080	0.029	0.006	0.112	0.006	0.001	0.002	0.018	0.013	0.010	0.001	0.000
15	0.090	0.008	0.004	0.038	0.003	0.015	0.002	0.001	0.006	0.000	0.001	0.001
16	0.007	0.011	0.004	0.014	0.003	0.008	0.008	0.001	0.005	0.002	0.000	0.000
101	0.005	0.005	0.007	0.006	0.012	0.130	0.006	0.004	0.003	0.003	-	-
102	0.017	0.058	0.004	0.005	0.007	0.001	-	0.000	-	-	-	-
103	0.020	0.020	0.010	0.060	0.170	0.020	0.010	0.010	-	-	-	-
104	0.016	0.020	0.009	0.193	0.011	0.045	0.010	0.016	0.002	0.004	0.001	0.000
105	0.084	0.052	0.008	0.024	0.001	0.006	0.003	0.001	0.011	0.003	0.000	0.001
106	0.118	0.014	0.002	0.090	0.002	0.014	0.017	0.003	-	-	-	-
107	0.006	0.211	0.008	0.045	0.033	0.032	0.005	0.006	-	0.011	0.001	-
108	0.01	0.01	0.01	0.02	0.01	0.01	0.03	0.00	-	0.00	-	-
109	0.032	0.009	0.014	0.116	0.003	0.015	-	0.002	-	-	-	-
110	0.122	0.099	0.059	0.041	0.261	0.136	0.082	0.161	-	0.022	-	-
111	0.04	0.03	0.01	0.01	0.02	0.00	0.01	0.00	0.01	0.01	0.00	0.00
112	0.11	0.01	0.00	0.02	0.09	0.01	0.00	0.00	-	-	-	-
113	0.030	0.030	0.010	0.150	0.090	0.030	0.010	0.000	0.000	0.010	0.000	0.000
Average	0.039	0.027	0.009	0.059	0.029	0.023	0.010	0.009	0.005	0.004	0.001	0.000
Max.	0.122	0.211	0.059	0.193	0.261	0.136	0.082	0.161	0.013	0.022	0.003	0.001
Min.	0.005	0.004	0.000	0.004	0.001	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
Range	0.117	0.207	0.059	0.189	0.260	0.136	0.082	0.161	0.013	0.022	0.003	0.001

備考/NOTE: 網掛けされた値は JIS R 5204 に規定する併行許容差の規定を満たすことができなかったものである。/ Data in shaded cells represents results that did not satisfy the required criteria for repeatability specified in JIS R 5204.

表-5 全試験所の二枚一組の検定用ビードの定量値の差(試料: JCA-CRM-2)

Table 5 The difference in concentrations for each pair of validation beads
(All laboratories, Validation material: JCA-CRM-2)

Laboratory No.	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃ *	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	P ₂ O ₅	MnO	SrO
1	0.001	0.001	0.003	0.002	0.002	0.001	0.005	0.006	0.001	0.000	0.000	-
2	0.051	0.010	0.001	0.020	0.018	0.033	0.003	0.002	0.014	0.002	0.000	0.001
3	0.032	0.010	0.013	0.013	0.009	-	0.009	0.001	0.000	0.000	0.001	-
4	0.008	0.016	0.006	0.047	0.010	0.021	0.003	0.003	0.000	0.001	0.003	0.000
5	0.038	0.019	0.001	0.012	0.009	0.020	0.001	0.001	0.002	0.000	0.000	0.000
6	0.113	0.044	0.018	0.105	0.025	0.034	0.012	0.007	0.007	0.002	0.000	0.000
7	0.009	0.003	0.001	0.038	0.026	0.001	0.000	0.001	0.002	0.001	0.000	0.000
8	0.005	0.016	0.003	0.040	0.003	0.001	0.000	0.000	0.007	0.001	0.001	0.000
9	0.094	0.016	0.001	0.101	0.012	-	0.002	0.002	0.004	0.000	0.001	0.000
10	0.035	0.091	0.015	0.183	0.040	-	0.011	0.002	0.003	0.000	0.001	-
11	0.020	0.030	0.002	0.100	0.047	0.005	0.016	0.000	0.014	0.001	0.001	-
12	0.006	0.052	0.020	0.022	0.004	-	0.014	0.004	0.006	0.000	0.001	0.001
13	0.010	0.008	0.003	0.058	0.008	0.008	0.002	0.000	0.005	0.000	0.000	0.000
14	0.071	0.052	0.006	0.156	0.009	0.006	0.008	0.004	0.014	0.015	0.003	0.001
15	0.052	0.006	0.005	0.021	0.001	0.009	0.006	0.002	0.003	0.001	0.000	0.000
16	0.054	0.046	0.006	0.019	0.011	0.027	0.005	0.002	0.003	0.000	0.001	0.001
101	0.005	0.039	0.011	0.060	0.013	-	0.017	0.001	0.001	0.000	-	-
102	0.022	0.011	0.004	0.029	0.008	0.003	-	0.001	-	-	-	-
103	0.020	0.070	0.010	0.000	0.140	0.030	0.010	0.000	-	-	-	-
104	0.034	0.039	0.010	0.188	0.009	0.020	0.007	0.017	0.003	0.001	0.003	0.000
105	0.043	0.019	0.002	0.010	0.020	0.003	0.004	0.004	0.010	0.005	0.006	0.000
106	0.057	0.045	0.043	0.107	0.015	-	0.002	0.001	-	-	-	-
107	0.121	0.014	0.048	0.012	0.015	-	0.009	0.005	-	0.002	0.003	-
108	0.25	0.06	0.00	0.25	0.02	0.03	0.07	0.00	-	0.01	-	-
109	0.054	0.023	0.013	0.057	0.002	0.024	-	0.010	-	-	-	-
110	0.022	0.119	0.018	0.138	0.037	0.022	0.021	0.019	-	0.008	-	-
111	0.06	0.05	0.01	0.07	0.03	0.02	0.00	0.00	0.01	0.02	0.00	0.00
112	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
113	0.050	0.050	0.020	0.050	0.030	-	0.010	0.010	0.010	0.000	0.000	0.000
Average	0.048	0.034	0.010	0.068	0.020	0.016	0.010	0.004	0.006	0.003	0.001	0.000
Max.	0.250	0.119	0.048	0.250	0.140	0.034	0.070	0.019	0.014	0.020	0.006	0.001
Min.	0.001	0.001	0.000	0.000	0.001	0.001	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
Range	0.249	0.118	0.048	0.250	0.139	0.033	0.070	0.019	0.014	0.020	0.006	0.001

備考/NOTE:

1. JCA-CRM-2 の SO₃ の定量は JIS R 5204 の適用外。/SO₃ for JCA-CRM-2 is outside the application of JIS R 5204.
2. 網掛けされた値は JIS R 5204 に規定する併行許容差の規定を満たすことができなかったものである。/ Data in shaded cells represents results that did not satisfy the required criteria for repeatability specified in JIS R 5204.

余白/Blank

表-6 全試験所の二枚一組の検定用ビードの定量値の平均と認証値との差(試料: JCA-CRM-1)

Table 6 The Differences between the mean value of the concentrations of a pair of validation beads and the certified value (All laboratories, Validation material: JCA-CRM-1)

Laboratory No.	SiO ₂		Al ₂ O ₃		Fe ₂ O ₃		CaO		MgO		SO ₃	
	Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.
1	20.96	-0.03	5.27	0.01	2.61	-0.06	65.29	0.08	2.11	-0.02	2.08	0.03
2	20.92	-0.07	5.26	0.00	2.65	-0.02	65.33	0.12	2.13	0.00	2.02	-0.03
3	20.94	-0.05	5.25	-0.01	2.68	0.01	65.11	-0.10	2.14	0.01	2.08	0.03
4	20.97	-0.02	5.26	0.00	2.68	0.01	65.20	-0.01	2.14	0.01	2.08	0.03
5	20.93	-0.06	5.26	0.00	2.67	0.00	65.24	0.03	2.13	0.00	2.09	0.04
6	20.93	-0.06	5.24	-0.02	2.61	-0.06	65.17	-0.04	2.12	-0.01	2.07	0.02
7	21.00	0.01	5.27	0.01	2.66	-0.01	65.20	-0.01	2.17	0.04	2.06	0.01
8	20.92	-0.07	5.27	0.01	2.68	0.01	65.05	-0.16	2.16	0.03	2.06	0.01
9	20.91	-0.08	5.26	0.00	2.61	-0.06	65.21	0.00	2.12	-0.01	2.07	0.02
10	20.96	-0.03	5.24	-0.02	2.63	-0.04	65.32	0.11	2.11	-0.02	2.08	0.03
11	21.02	0.03	5.28	0.02	2.67	0.00	65.21	0.00	2.12	-0.01	2.07	0.02
12	20.98	-0.01	5.27	0.01	2.68	0.01	65.27	0.06	2.14	0.01	2.09	0.04
13	21.03	0.04	5.27	0.01	2.68	0.01	64.98	-0.23	2.14	0.01	2.05	0.00
14	21.00	0.01	5.28	0.02	2.72	0.05	65.40	0.19	2.15	0.02	2.07	0.02
15	21.04	0.05	5.26	0.00	2.67	0.00	65.21	0.00	2.11	-0.02	1.98	-0.07
16	21.01	0.02	5.29	0.03	2.67	0.00	65.18	-0.03	2.15	0.02	2.09	0.04
101	21.05	0.06	5.29	0.03	2.62	-0.05	65.34	0.13	2.12	-0.01	2.03	-0.02
102	21.17	0.18	5.21	-0.05	2.64	-0.03	66.29	1.08	2.13	0.00	2.43	0.38
103	20.98	-0.01	5.21	-0.05	2.64	-0.03	65.25	0.04	2.14	0.01	2.08	0.03
104	20.98	-0.01	5.24	-0.02	2.63	-0.04	64.96	-0.25	2.10	-0.03	2.07	0.02
105	21.02	0.03	5.27	0.01	2.64	-0.03	65.38	0.17	2.18	0.05	2.06	0.01
106	20.95	-0.04	5.26	0.00	2.67	0.00	65.13	-0.08	2.12	-0.01	2.06	0.01
107	21.06	0.07	5.42	0.16	2.69	0.02	64.47	-0.74	2.15	0.02	2.04	-0.01
108	20.90	-0.09	5.26	0.00	2.62	-0.05	65.17	-0.04	2.10	-0.03	2.06	0.01
109	20.98	-0.01	5.26	0.00	2.63	-0.04	65.50	0.29	2.11	-0.02	1.95	-0.10
110	20.91	-0.08	5.25	-0.01	2.61	-0.06	65.13	-0.08	2.17	0.04	1.99	-0.06
111	20.92	-0.07	4.98	-0.28	2.62	-0.05	64.68	-0.53	2.38	0.25	2.00	-0.05
112	21.00	0.01	5.86	0.60	2.58	-0.09	64.77	-0.44	2.06	-0.07	1.80	-0.25
113	22.98	1.99	5.24	-0.02	2.64	-0.03	65.28	0.07	2.02	-0.11	2.06	0.01
Average	21.05		5.28		2.65		65.20		2.14		2.06	
Max.	22.98		5.86		2.72		66.29		2.38		2.43	
Min.	20.90		4.98		2.58		64.47		2.02		1.80	
Range	2.08		0.88		0.14		1.82		0.36		0.63	
S.D.	0.376		0.129		0.032		0.302		0.057		0.092	
C.V.	1.8		2.4		1.2		0.5		2.7		4.5	
Certified Value	20.99		5.26		2.67		65.21		2.13		2.05	

備考/NOTE

1. "Mean Value" は二枚一組の検定用ビードの定量値の平均値/"Mean Value" means the mean values of the concentrations of a pair of validation beads.
2. "Diff." は各試験所の二枚一組の検定用ビードの定量値の平均と認証値との差/"Diff." means the differences between the mean value of the concentrations of a pair of validation beads and the certified value for each laboratory.

Na ₂ O		K ₂ O		TiO ₂		P ₂ O ₅		MnO		SrO	
Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.
0.26	0.00	0.54	-0.02	0.34	-0.01	0.29	0.01	0.07	0.01	-	-
0.26	0.00	0.53	-0.03	0.35	0.00	0.28	0.00	0.07	0.01	0.04	-0.01
0.26	0.00	0.57	0.01	0.36	0.01	0.28	0.00	0.06	0.00	-	-
0.26	0.00	0.56	0.00	0.36	0.01	0.29	0.01	0.06	0.00	0.04	-0.01
0.26	0.00	0.56	0.00	0.36	0.01	0.28	0.00	0.06	0.00	0.04	-0.01
0.27	0.01	0.58	0.02	0.34	-0.01	0.29	0.01	0.06	0.00	0.04	-0.01
0.25	-0.01	0.56	0.00	0.36	0.01	0.28	0.00	0.06	0.00	0.04	-0.01
0.25	-0.01	0.56	0.00	0.35	0.00	0.28	0.00	0.06	0.00	0.04	-0.01
0.26	0.00	0.57	0.01	0.35	0.00	0.29	0.01	0.07	0.01	0.04	-0.01
0.24	-0.02	0.57	0.01	0.35	0.00	0.28	0.00	0.07	0.01	-	-
0.25	-0.01	0.53	-0.03	0.36	0.01	0.29	0.01	0.06	0.00	-	-
0.27	0.01	0.57	0.01	0.35	0.00	0.28	0.00	0.06	0.00	0.04	-0.01
0.26	0.00	0.56	0.00	0.36	0.01	0.29	0.01	0.06	0.00	0.04	-0.01
0.27	0.01	0.58	0.02	0.33	-0.02	0.30	0.02	0.06	0.00	0.04	-0.01
0.27	0.01	0.56	0.00	0.35	0.00	0.29	0.01	0.06	0.00	0.04	-0.01
0.26	0.00	0.58	0.02	0.35	0.00	0.28	0.00	0.06	0.00	0.04	-0.01
0.23	-0.03	0.57	0.01	0.35	0.00	0.29	0.01	-	-	-	-
-	-	0.60	0.04	-	-	-	-	-	-	-	-
0.28	0.02	0.58	0.02	-	-	-	-	-	-	-	-
0.24	-0.02	0.56	0.00	0.34	-0.01	0.27	-0.01	0.07	0.01	0.04	-0.01
0.25	-0.01	0.60	0.04	0.35	0.00	0.29	0.01	0.07	0.01	0.04	-0.01
0.27	0.01	0.57	0.01	-	-	-	-	-	-	-	-
0.25	-0.01	0.56	0.00	-	-	0.28	0.00	0.06	0.00	-	-
0.26	0.00	0.59	0.03	-	-	0.28	0.00	-	-	-	-
-	-	0.57	0.01	-	-	-	-	-	-	-	-
0.28	0.02	0.58	0.02	-	-	0.29	0.01	-	-	-	-
0.28	0.02	0.57	0.01	0.38	0.03	0.36	0.08	0.07	0.01	0.04	-0.01
0.19	-0.07	0.58	0.02	-	-	-	-	-	-	-	-
0.26	0.00	0.58	0.02	0.35	0.00	0.28	0.00	0.07	0.01	0.04	-0.01
0.26		0.57		0.35		0.29		0.06		0.04	
0.28		0.60		0.38		0.36		0.07		0.04	
0.19		0.53		0.33		0.27		0.06		0.04	
0.09		0.07		0.05		0.09		0.01		0.00	
0.018		0.017		0.010		0.017		0.005		0.000	
7.1		2.9		2.9		5.8		7.8		0.0	
0.26		0.56		0.35		0.28		0.06		0.05	

3. 網掛けされた値は JIS R 5204 に規定する対標準物質許容差の規定を満たすことができなかったものである。/Data in shaded cells represent concentrations that did not satisfy the required criteria for accuracy limits specified in JIS R 5204.

表-7 全試験所の二枚一組の検定用ビードの定量値の平均と認証値との差(試料: JCA-CRM-2)

Table 7 The Differences between the mean value of the concentrations of a pair of validation beads and the certified value (All laboratories, Validation material: JCA-CRM-2)

Laboratory No.	SiO ₂		Al ₂ O ₃		Fe ₂ O ₃		CaO		MgO		SO ₃ *	
	Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.
1	25.65	-0.01	8.94	0.00	2.14	0.06	56.49	0.16	3.05	0.00	2.56	-
2	25.55	-0.11	8.92	-0.02	2.09	0.01	56.47	0.14	3.03	-0.02	2.57	-
3	25.52	-0.14	8.94	0.00	2.10	0.02	56.53	0.20	2.97	-0.08	-	-
4	25.64	-0.02	8.93	-0.01	2.10	0.02	56.38	0.05	3.04	-0.01	2.58	-
5	25.61	-0.05	8.93	-0.01	2.08	0.00	56.43	0.10	3.03	-0.02	2.57	-
6	25.59	-0.07	9.00	0.06	2.14	0.06	56.56	0.23	3.06	0.01	2.53	-
7	25.69	0.03	8.95	0.01	2.07	-0.01	56.48	0.15	3.08	0.03	2.60	-
8	25.57	-0.09	8.90	-0.04	2.04	-0.04	56.15	-0.18	3.06	0.01	2.37	-
9	25.58	-0.08	8.93	-0.01	2.14	0.06	56.49	0.16	3.06	0.01	-	-
10	25.59	-0.07	8.90	-0.04	2.13	0.05	56.53	0.20	2.98	-0.07	-	-
11	25.69	0.03	8.88	-0.06	2.08	0.00	56.41	0.08	3.02	-0.03	2.61	-
12	25.68	0.02	8.94	0.00	2.08	0.00	56.43	0.10	3.04	-0.01	-	-
13	25.73	0.07	8.92	-0.02	2.08	0.00	56.24	-0.09	3.06	0.01	2.63	-
14	25.75	0.09	8.94	0.00	2.12	0.04	56.51	0.18	3.06	0.01	2.64	-
15	25.58	-0.08	8.96	0.02	2.09	0.01	56.32	-0.01	3.02	-0.03	2.60	-
16	25.68	0.02	8.96	0.02	2.08	0.00	56.52	0.19	3.04	-0.01	2.59	-
101	25.63	-0.03	8.92	-0.02	2.12	0.04	56.56	0.23	3.02	-0.03	-	-
102	25.60	-0.06	8.92	-0.02	2.13	0.05	56.66	0.33	3.07	0.02	1.32	-
103	25.66	0.00	8.96	0.02	2.16	0.08	56.53	0.20	2.99	-0.06	2.56	-
104	25.53	-0.13	8.87	-0.07	2.12	0.04	56.32	-0.01	3.03	-0.02	1.89	-
105	25.63	-0.03	8.92	-0.02	2.12	0.04	56.55	0.22	3.08	0.03	2.57	-
106	25.52	-0.14	8.94	0.00	2.07	-0.01	56.56	0.23	3.02	-0.03	-	-
107	25.57	-0.09	8.94	0.00	2.06	-0.02	56.46	0.13	2.88	-0.17	-	-
108	25.74	0.08	8.95	0.01	2.13	0.05	56.64	0.31	3.04	-0.01	2.56	-
109	25.72	0.06	8.98	0.04	2.15	0.07	56.51	0.18	3.08	0.03	2.44	-
110	25.65	-0.01	8.88	-0.06	2.07	-0.01	56.55	0.22	3.07	0.02	1.92	-
111	25.31	-0.35	8.62	-0.32	2.10	0.02	56.30	-0.03	3.24	0.19	1.27	-
112	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
113	25.72	0.06	8.94	0.00	2.13	0.05	56.82	0.49	3.12	0.07	-	-
Average	25.62		8.92		2.10		56.48		3.04		2.37	
Max.	25.75		9.00		2.16		56.82		3.24		2.64	
Min.	25.31		8.62		2.04		56.15		2.88		1.27	
Range	0.44		0.38		0.12		0.67		0.36		1.37	
S.D.	0.091		0.066		0.031		0.134		0.059		0.423	
C.V.	0.4		0.7		1.5		0.2		1.9		17.9	
Certified Value	25.66		8.94		2.08		56.33		3.05		-	

備考/NOTE

1. "Mean Value" は二枚一組の検定用ビードの定量値の平均値/"Mean Value" means the mean values of the concentrations of a pair of validation beads.
2. "Diff." は各試験所の二枚一組の検定用ビードの定量値の平均と認証値との差/"Diff." Means the differences between the mean value of the concentrations of a pair of validation beads and the certified value for each laboratory.

Na ₂ O		K ₂ O		TiO ₂		P ₂ O ₅		MnO		SrO	
Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.
0.27	0.03	0.31	0.00	0.50	0.00	0.07	0.00	0.16	0.01	—	—
0.24	0.00	0.32	0.01	0.51	0.01	0.07	0.00	0.16	0.01	0.07	0.00
0.22	-0.02	0.32	0.01	0.51	0.01	0.08	0.01	0.16	0.01	—	—
0.24	0.00	0.32	0.01	0.51	0.01	0.08	0.01	0.15	0.00	0.06	-0.01
0.24	0.00	0.32	0.01	0.50	0.00	0.08	0.01	0.16	0.01	0.07	0.00
0.24	0.00	0.32	0.01	0.51	0.01	0.07	0.00	0.16	0.01	0.07	0.00
0.23	-0.01	0.32	0.01	0.50	0.00	0.07	0.00	0.15	0.00	0.07	0.00
0.23	-0.01	0.32	0.01	0.50	0.00	0.08	0.01	0.16	0.01	0.06	-0.01
0.25	0.01	0.31	0.00	0.50	0.00	0.07	0.00	0.16	0.01	0.06	-0.01
0.23	-0.01	0.32	0.01	0.51	0.01	0.07	0.00	0.16	0.01	—	—
0.25	0.01	0.32	0.01	0.50	0.00	0.08	0.01	0.16	0.01	—	—
0.24	0.00	0.33	0.02	0.51	0.01	0.08	0.01	0.16	0.01	0.06	-0.01
0.24	0.00	0.32	0.01	0.51	0.01	0.08	0.01	0.15	0.00	0.07	0.00
0.25	0.01	0.33	0.02	0.48	-0.02	0.09	0.02	0.15	0.00	0.07	0.00
0.25	0.01	0.32	0.01	0.52	0.02	0.08	0.01	0.16	0.01	0.06	-0.01
0.24	0.00	0.31	0.00	0.50	0.00	0.08	0.01	0.15	0.00	0.07	0.00
0.21	-0.03	0.32	0.01	0.51	0.01	0.07	0.00	—	—	—	—
—	—	0.31	0.00	—	—	—	—	—	—	—	—
0.24	0.00	0.31	0.00	—	—	—	—	—	—	—	—
0.26	0.02	0.32	0.01	0.50	0.00	0.07	0.00	0.16	0.01	0.07	0.00
0.23	-0.01	0.34	0.03	0.51	0.01	0.08	0.01	0.16	0.01	0.06	-0.01
0.25	0.01	0.33	0.02	—	—	—	—	—	—	—	—
0.26	0.02	0.33	0.02	—	—	0.07	0.00	0.16	0.01	—	—
0.24	0.00	0.32	0.01	—	—	0.08	0.01	—	—	—	—
—	—	0.31	0.00	—	—	—	—	—	—	—	—
0.23	-0.01	0.32	0.01	—	—	0.08	0.01	—	—	—	—
0.27	0.03	0.33	0.02	0.52	0.02	0.02	-0.05	0.16	0.01	0.06	-0.01
—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
0.24	0.00	0.32	0.01	0.50	0.00	0.08	0.01	0.16	0.01	0.06	-0.01
0.24		0.32		0.51		0.07		0.16		0.06	
0.27		0.34		0.52		0.09		0.16		0.07	
0.21		0.31		0.48		0.02		0.15		0.06	
0.06		0.03		0.04		0.07		0.01		0.01	
0.014		0.007		0.009		0.013		0.004		0.005	
5.7		2.3		1.7		17.3		2.8		7.9	
0.24		0.31		0.50		0.07		0.15		0.07	

3. JCA-CRM-2 の SO₃ の定量は JIS R 5204 の適用外。/SO₃ for JCA-CRM-2 is outside the application of JIS R 5204.
4. 網掛けされた値は JIS R 5204 に規定する対標準物質許容差の規定を満たすことができなかったものである。/Data in shaded cells represent concentrations that did not satisfy the required criteria for accuracy limits specified in JIS R 5204

4.3 合格試験所の試験試料の定量結果

4.3.1 二枚一組の分析用ビードの定量値の差

合格試験所の試験試料(Sample #1 および Sample #2)の二枚一組の分析用ビードの定量値の差を表-8 および表-9 に示す。表中の“-“は試験所からの報告がなかったことを示す。

両試験試料とも、全ての成分において併行許容差を満たした。

4.3 Test results of Q-Laboratories

4.3.1 Differences in concentration for each pair of test sample

The difference in concentration for each pair of Sample #1 and Sample #2 is shown in Table 8 and Table 9. "-" in the tables indicates that there was no report from the laboratory.

Repeatability limits were satisfied for all samples and components.

表-8 合格試験所の試験試料の二枚一組の分析用ビードの定量値の差 (試料 : Sample #1)

Table 8 Differences in concentration for each pair of test sample
(Q-Laboratories, Test sample: Sample #1)

Laboratory No.	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	P ₂ O ₅	MnO	SrO
1	0.066	0.021	0.008	0.128	0.002	0.002	0.012	0.019	0.002	0.001	0.000	-
2	0.015	0.008	0.003	0.066	0.005	0.030	0.003	0.001	0.002	0.004	0.002	0.000
3	0.082	0.021	0.023	0.139	0.027	0.020	0.003	0.001	0.005	0.001	0.000	-
4	0.098	0.008	0.007	0.015	0.016	0.001	0.008	0.008	0.006	0.003	0.001	0.001
5	0.008	0.006	0.002	0.027	0.006	0.014	0.001	0.001	0.000	0.001	0.000	0.000
6	0.085	0.030	0.005	0.175	0.006	0.019	0.018	0.011	0.006	0.001	0.000	0.000
7	0.016	0.004	0.003	0.062	0.013	0.001	0.005	0.000	0.000	0.001	0.001	0.000
8	0.064	0.001	0.002	0.007	0.005	0.007	0.000	0.002	0.003	0.001	0.003	0.000
9	0.010	0.001	0.003	0.062	0.000	0.007	0.000	0.001	0.003	0.003	0.000	0.000
10	0.050	0.024	0.001	0.120	0.031	0.010	0.014	0.001	0.002	0.010	0.000	-
11	0.005	0.046	0.017	0.224	0.006	0.040	0.001	0.007	0.005	0.003	0.002	-
12	0.022	0.006	0.004	0.079	0.010	0.020	0.003	0.002	0.006	0.000	0.000	0.001
13	0.028	0.010	0.001	0.083	0.006	0.007	0.002	0.001	0.001	0.001	0.001	0.000
14	0.058	0.003	0.003	0.026	0.004	0.014	0.000	0.001	0.009	0.001	0.000	0.000
15	0.056	0.035	0.018	0.199	0.022	0.030	0.011	0.003	0.003	0.002	0.002	0.000
16	0.022	0.014	0.002	0.108	0.008	0.003	0.006	0.003	0.001	0.004	0.001	0.000
104	0.102	0.035	0.040	0.135	0.010	0.029	0.005	0.019	0.007	0.004	0.001	0.000
106	0.083	0.007	0.011	0.128	0.001	0.025	0.004	0.002	-	-	-	-
108	0.02	0.00	0.00	0.06	0.01	0.01	0.00	0.00	-	0.00	-	-
109	0.034	0.000	0.003	0.053	0.008	0.012	-	0.007	-	-	-	-
Average	0.046	0.014	0.008	0.095	0.010	0.015	0.005	0.005	0.004	0.002	0.001	0.000
Max.	0.102	0.046	0.040	0.224	0.031	0.040	0.018	0.019	0.009	0.010	0.003	0.001
Min.	0.005	0.00	0.00	0.007	0.000	0.001	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
Range	0.097	0.046	0.040	0.217	0.031	0.039	0.018	0.019	0.009	0.010	0.003	0.001

表-9 合格試験所の試験試料の二枚一組の分析用ビードの定量値の差 (試料: Sample #2)

Table 9 Differences in concentration for each pair of test sample

(Q-Laboratories, Test sample: Sample #2)

Laboratory No.	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃ *	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	P ₂ O ₅	MnO	SrO
1	0.014	0.011	0.002	0.077	0.002	0.006	0.000	0.003	0.001	0.000	0.000	-
2	0.027	0.006	0.006	0.022	0.018	0.004	0.002	0.001	0.006	0.001	0.000	0.001
3	0.015	0.000	0.005	0.013	0.006	-	0.003	0.000	0.002	0.000	0.000	-
4	0.015	0.005	0.005	0.017	0.005	0.008	0.000	0.000	0.003	0.002	0.001	0.000
5	0.019	0.008	0.003	0.083	0.004	0.018	0.001	0.002	0.001	0.002	0.000	0.001
6	0.066	0.003	0.022	0.050	0.011	0.052	0.004	0.001	0.004	0.006	0.000	0.000
7	0.015	0.006	0.000	0.002	0.014	0.002	0.002	0.001	0.004	0.001	0.001	0.000
8	0.061	0.001	0.001	0.014	0.002	0.003	0.006	0.001	0.002	0.001	0.000	0.000
9	0.012	0.013	0.002	0.010	0.004	-	0.000	0.000	0.003	0.001	0.001	0.000
10	0.081	0.016	0.002	0.204	0.011	-	0.007	0.000	0.000	0.001	0.001	-
11	0.067	0.065	0.015	0.120	0.017	0.038	0.008	0.002	0.005	0.001	0.001	-
12	0.039	0.045	0.028	0.115	0.027	-	0.004	0.005	0.006	0.001	0.001	0.001
13	0.011	0.064	0.007	0.109	0.007	0.013	0.001	0.003	0.012	0.003	0.000	0.000
14	0.094	0.040	0.006	0.061	0.001	0.013	0.002	0.000	0.001	0.001	0.000	0.000
15	0.003	0.024	0.004	0.047	0.040	0.039	0.008	0.003	0.002	0.000	0.000	0.000
16	0.013	0.018	0.001	0.050	0.015	0.024	0.008	0.002	0.007	0.002	0.001	0.000
104	0.038	0.022	0.011	0.045	0.006	0.036	0.010	0.016	0.003	0.007	0.001	0.001
106	0.082	0.077	0.013	0.187	0.011	-	0.004	0.001	-	-	-	-
108	0.02	0.01	0.00	0.10	0.05	0.03	0.02	0.00	-	0.00	-	-
109	0.041	0.019	0.052	0.142	0.012	0.090	-	0.004	-	-	-	-
Average	0.037	0.023	0.009	0.073	0.013	0.025	0.005	0.002	0.006	0.002	0.000	0.000
Max.	0.094	0.077	0.052	0.204	0.05	0.090	0.02	0.016	0.012	0.007	0.001	0.001
Min.	0.003	0.000	0.000	0.002	0.001	0.002	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
Range	0.091	0.077	0.052	0.202	0.049	0.088	0.020	0.016	0.012	0.007	0.001	0.001

備考/NOTE: Sample #2 の SO₃ の定量は JIS R 5204 の適用外。/SO₃ for Sample #2 is outside the application of JIS R 5204.

4.3.2 定量値の分布

表-10 および表-11 に試験試料 Sample #1 および Sample #2 の合格試験所の定量値を示す。表中の“Mean Value”は二枚一組の分析用ビードの定量値の平均値を、“Diff.”は各試験所の平均値 (Mean Value) と Average の差をそれぞれ示している。また、括弧書きされたデータは Grubbs の検定において外れ値と判定されたものであり、統計計算からは除外した。

ここで言う外れ値とは、今回の共同試験の取りまとめにあたり、JIS Z 8402-2:1999 (IDT ISO 5725-2:1994) の 7.3.4 に規定される Grubbs の検定を用いて検定を行い、5%外れ値と判定された結果である。合格試験所の定量値であっても外れ値は除外し、その値は図中に示した。なお、Sample #2 の K_2O の最小値および SrO の最大値も統計的に外れ値と判定されたが、極端な結果ではないと判断し、これらを棄却しなかった。

実際に、検定結果と試験試料の定量結果の関係を考えるに、何らかの要因が存在しない限り、同種類の試料 (JCA-CRM-1 と Sample #1 はポルトランドセメント、JCA-CRM-2 と Sample #2 は高炉セメント) において、その定量値の精確さが大きく変わるとは考えにくい。

本来であれば、統計的に外れ値と判定された場合、その要因について追跡調査を行う必要があると考えられるが、今回の共同試験では各試験所からの報告に対して特に要因の調査を行わなかった。

図-1 から図-23 に各試験試料の成分ごとの定量値の分布図を示す。図中の網掛けで表示されたバーが合格試験所 (Q-Laboratories) のデータを示し、白抜きバーはそれ以外の試験所 (Non-Q-Laboratories) のデータを示している。図に表示した平均および標準偏差の 2 倍値 (2σ) は合格試験所の統計量で、外れ値を棄却した後の値である。

各成分とも、合格試験所の定量値は概ね平均 $\pm 2\sigma$ の範囲にあるが、それ以外の試験所の定量値は合格試験所の定量値よりも広い分布を示し、平均値から大きく離れている定量値も認められた。以上の結果から、JIS R 5204 に規定する検量線の検定を実施し、検定に合格した上で試料の定量を行うことが、精確に試料を定量する上で重要であることが分かる。

4.3.2 Distribution of concentrations for test samples

Each concentration obtained by Q-Laboratories for Sample #1 and Sample #2 is shown in Table 10 and Table 11. “Mean Value” represents the average of two concentrations, and “Diff.” represents the difference between the “Mean Value” and the average, respectively. Data in parentheses is the outlier by Grubbs test, which was excluded from statistics calculation of the results.

The Grubbs test specified in 7.3.4 of ISO 5725-2:1994 was carried out for analyzing results. “Outlier” means 5% outlier by the Grubbs test. And “Outliers in Q-Laboratory” are shown in the histogram. However, although both the minimum of K_2O and the maximum of SrO for Sample #2 were judged as “Outliers”, it was concluded that they were not “extreme results” and therefore, they were not excluded.

Actually, from the point of view of the relationship between judgment of validation and the results obtained by XRF analysis using validated calibration, unless a certain factor exists in one of the processes of XRF analysis, it is difficult to believe that analytical accuracy of the results varies significantly in the same kind of sample (for example, both JCA-CRM-1 and Sample #1 are Portland cement, and both JCA-CRM-2 and Sample #2 are Portland blast furnace slag cement).

Usually, when there is a statistical outlier, it is necessary to conduct a follow-up on a factor. However, the factors have not yet been investigated for each report.

The histograms of concentrations of test samples for all components are shown in Fig. 1 through Fig. 23. The data group shown by the shaded bars indicates the data of Q-Laboratories, and the white bars indicate the data of the other laboratories (non-Q-Laboratories). The average and two times the standard deviation (2σ) shown in the histograms were calculated after excluding outliers.

The concentrations obtained by Q-Laboratories were generally distributed between the average $\pm 2\sigma$ for all components. On the other hand, the distribution of concentrations of non-Q-Laboratories was wider than that of Q-Laboratories, and there were some concentrations that were far from the average. As clarified from the abovementioned matters, it is important for accurate analysis to use calibration equations validated in accordance with JIS R 5204.

余白/Blank

表-10 合格試験所の Sample #1 の定量値
Table 10 Concentrations for Sample #1 – Q-Laboratories

Laboratory No.	SiO ₂		Al ₂ O ₃		Fe ₂ O ₃		CaO		MgO		SO ₃	
	Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.
1	20.93	-0.02	5.11	0.00	2.99	-0.03	65.97	0.10	1.36	0.00	2.23	0.03
2	20.85	-0.10	5.10	-0.01	3.02	0.00	65.95	0.08	1.36	0.00	2.19	-0.01
3	20.96	0.01	5.11	0.00	3.03	0.01	65.86	-0.01	1.34	-0.02	2.19	-0.01
4	20.88	-0.07	5.10	-0.01	3.04	0.02	65.87	0.00	1.36	0.00	2.25	0.05
5	20.90	-0.05	5.12	0.01	3.04	0.02	65.94	0.07	1.36	0.00	2.22	0.02
6	21.04	0.09	5.12	0.01	2.99	-0.03	65.91	0.04	1.34	-0.02	2.23	0.03
7	20.92	-0.03	5.10	-0.01	3.03	0.01	65.76	-0.11	1.36	0.00	2.21	0.01
8	20.96	0.01	5.13	0.02	3.03	0.01	65.80	-0.07	1.38	0.02	2.21	0.01
9	20.83	-0.12	5.10	-0.01	2.98	-0.04	65.89	0.02	1.36	0.00	2.23	0.03
10	20.98	0.03	5.08	-0.03	3.01	-0.01	66.10	0.23	1.36	0.00	2.22	0.02
11	21.01	0.06	5.12	0.01	3.05	0.03	65.89	0.02	1.36	0.00	(1.99)	-
12	20.96	0.01	5.11	0.00	3.05	0.03	65.84	-0.03	1.34	-0.02	2.17	-0.03
13	21.08	0.13	5.12	0.01	3.06	0.04	65.68	-0.19	1.37	0.01	2.21	0.01
14	20.96	0.01	5.13	0.02	3.10	0.08	66.15	0.28	1.37	0.01	2.20	0.00
15	21.07	0.12	5.12	0.01	3.05	0.03	65.86	-0.01	1.33	-0.03	2.16	-0.04
16	20.96	0.01	5.12	0.01	3.04	0.02	65.77	-0.10	1.38	0.02	2.21	0.01
104	20.95	0.00	5.09	-0.02	3.00	-0.02	65.51	-0.36	1.37	0.01	2.15	-0.05
106	(20.47)	-	5.05	-0.06	2.97	-0.05	(64.61)	-	1.33	-0.03	2.17	-0.03
108	21.01	0.06	5.12	0.01	3.00	-0.02	65.88	0.01	1.36	0.00	2.22	0.02
109	20.80	-0.15	5.06	-0.05	3.00	-0.02	65.88	0.01	1.35	-0.01	2.11	-0.09
Average	20.95		5.11		3.02		65.87		1.36		2.20	
Max.	21.08		5.13		3.10		66.15		1.38		2.25	
Min.	20.80		5.05		2.97		65.51		1.33		2.11	
Range	0.28		0.08		0.13		0.64		0.05		0.14	
S.D.	0.076		0.022		0.032		0.139		0.015		0.034	
C.V.	0.4		0.4		1.0		0.2		1.1		1.6	

備考/NOTE

1. "Mean Value" は二枚一組の分析用ビードの定量値の平均値/"Mean Value" means the mean values of the concentrations of a pair of analysis beads.
2. "Diff." は各試験所の二枚一組の分析用ビードの定量値の平均値と試験所平均との差/"Diff." Means the differences between the mean value of the concentrations of a pair of analysis beads and the average for each laboratory.
3. 括弧書きの定量値は Grubbs の検定による外れ値である。/Concentrations in parentheses are the outliers by Grubbs-Test.

Na ₂ O		K ₂ O		TiO ₂		P ₂ O ₅		MnO		SrO	
Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.
0.21	0.01	(0.45)	–	0.31	–0.01	0.24	0.00	0.10	0.00	–	–
0.21	0.01	0.50	0.00	0.32	0.00	0.24	0.00	0.10	0.00	0.05	0.00
0.19	–0.01	0.50	0.00	0.32	0.00	0.23	–0.01	0.09	–0.01	–	–
0.21	0.01	0.50	0.00	0.32	0.00	0.24	0.00	0.10	0.00	0.05	0.00
0.21	0.01	0.49	–0.01	0.32	0.00	0.24	0.00	0.10	0.00	0.05	0.00
0.23	0.03	0.52	0.02	0.31	–0.01	0.24	0.00	0.09	–0.01	0.04	–0.01
0.20	0.00	0.49	–0.01	0.32	0.00	0.24	0.00	0.10	0.00	0.05	0.00
0.19	–0.01	0.49	–0.01	0.32	0.00	0.24	0.00	0.09	–0.01	0.05	0.00
0.21	0.01	0.50	0.00	0.31	–0.01	0.24	0.00	0.10	0.00	0.04	–0.01
0.18	–0.02	0.50	0.00	0.32	0.00	0.24	0.00	0.10	0.00	–	–
0.19	–0.01	0.52	0.02	0.32	0.00	0.24	0.00	0.10	0.00	–	–
0.21	0.01	0.48	–0.02	0.32	0.00	0.24	0.00	0.09	–0.01	0.05	0.00
0.21	0.01	0.49	–0.01	0.31	–0.01	0.25	0.01	0.09	–0.01	0.05	0.00
0.21	0.01	0.49	–0.01	0.30	–0.02	0.25	0.01	0.10	0.00	0.05	0.00
0.18	–0.02	0.49	–0.01	0.31	–0.01	0.24	0.00	0.10	0.00	0.05	0.00
0.21	0.01	0.50	0.00	0.32	0.00	0.24	0.00	0.09	–0.01	0.05	0.00
(0.13)	–	0.49	–0.01	0.31	–0.01	0.23	–0.01	0.09	–0.01	0.04	–0.01
0.20	0.00	0.49	–0.01	–	–	–	–	–	–	–	–
(0.13)	–	0.49	–0.01	–	–	0.24	0.00	–	–	–	–
–	–	0.50	0.02	–	–	–	–	–	–	–	–
0.20		0.50		0.32		0.24		0.10		0.05	
0.23		0.52		0.32		0.25		0.10		0.05	
0.18		0.48		0.30		0.23		0.09		0.04	
0.05		0.04		0.02		0.02		0.01		0.01	
0.013		0.010		0.006		0.005		0.005		0.004	
6.5		2.0		2.0		2.0		5.3		9.2	

表-11 合格試験所の Sample #2 の定量値

Table 11 Concentrations for Sample #2 – Q-Laboratories

Laboratory No.	SiO ₂		Al ₂ O ₃		Fe ₂ O ₃		CaO		MgO		SO ₃ *	
	Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.
1	26.02	0.01	8.83	0.03	1.62	0.00	56.03	-0.04	3.34	0.02	2.90	-
2	25.83	-0.18	8.76	-0.04	1.63	0.01	56.14	0.07	3.31	-0.01	2.90	-
3	25.99	-0.02	8.82	0.02	1.56	-0.06	56.25	0.18	3.29	-0.03	-	-
4	26.00	-0.01	8.78	-0.02	1.65	0.03	55.90	-0.17	3.32	0.00	2.92	-
5	25.95	-0.06	8.80	0.00	1.62	0.00	56.16	0.09	3.31	-0.01	2.89	-
6	26.16	0.15	(8.98)	-	1.63	0.01	56.20	0.13	3.38	0.06	2.83	-
7	25.99	-0.02	8.82	0.02	1.61	-0.01	56.06	-0.01	3.35	0.03	2.95	-
8	26.04	0.03	8.77	-0.03	(1.51)	-	55.63	-0.44	3.34	0.02	2.68	-
9	25.91	-0.10	8.77	-0.03	1.63	0.01	56.01	-0.06	3.32	0.00	-	-
10	25.94	-0.07	8.77	-0.03	1.63	0.01	56.09	0.02	3.29	-0.03	-	-
11	25.91	-0.10	8.72	-0.08	1.61	-0.01	56.08	0.01	3.28	-0.04	2.72	-
12	26.03	0.02	8.79	-0.01	1.58	-0.04	55.95	-0.12	3.33	0.01	-	-
13	26.10	0.09	8.83	0.03	1.63	0.01	55.90	-0.17	3.32	0.00	2.96	-
14	26.06	0.05	8.81	0.01	1.64	0.02	56.11	0.04	3.31	-0.01	2.97	-
15	26.15	0.14	8.87	0.07	1.64	0.02	55.82	-0.25	3.30	-0.02	2.93	-
16	26.02	0.01	8.80	0.00	1.61	-0.01	56.21	0.14	3.32	0.00	2.93	-
104	25.98	-0.03	8.78	-0.02	1.63	0.01	56.08	0.01	3.31	-0.01	(1.80)	-
106	25.97	-0.04	8.80	0.00	1.57	-0.05	55.98	-0.09	3.28	-0.04	-	-
108	26.07	0.06	8.76	-0.04	1.63	0.01	56.22	0.15	3.32	0.00	2.88	-
109	26.15	0.14	8.85	0.05	1.66	0.04	56.50	0.43	3.35	0.03	(1.66)	-
Average	26.01		8.80		1.62		56.07		3.32		2.73	
Max.	26.16		8.87		1.66		56.50		3.38		2.97	
Min.	25.83		8.72		1.56		55.63		3.28		2.68	
Range	0.33		0.15		0.10		0.87		0.10		0.29	
S.D.	0.086		0.036		0.026		0.183		0.025		0.089	
C.V.	0.3		0.4		1.6		0.3		0.8		3.1	

備考/NOTE

1. "Mean Value" は二枚一組の分析用ビードの定量値の平均値/"Mean Value" means the mean values of the concentrations of a pair of analysis beads.
2. "Diff." は各試験所の二枚一組の分析用ビードの定量値の平均値と試験所平均との差/"Diff." Means the differences between the mean value of the concentrations of a pair of analysis beads and the average for each laboratory.
3. 括弧書きの定量値は Grubbs の検定による外れ値である。/Concentrations in parentheses are the outliers by Grubbs-Test.
4. Sample #2 の SO₃ の定量は JIS R 5204 の適用外。/SO₃ for Sample #2 is outside the application of JIS R 5204.

Na ₂ O		K ₂ O		TiO ₂		P ₂ O ₅		MnO		SrO	
Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.	Mean Value	Diff.
0.25	0.03	0.40	-0.02	0.40	0.01	0.24	0.00	0.10	0.01	-	-
0.23	0.01	0.43	0.01	0.39	0.00	0.24	0.00	0.09	0.00	0.05	0.00
0.21	-0.01	0.43	0.01	0.40	0.01	0.24	0.00	0.10	0.01	-	-
0.22	0.00	0.42	0.00	0.39	0.00	0.24	0.00	0.09	0.00	0.05	0.00
0.22	0.00	0.43	0.01	0.39	0.00	0.24	0.00	0.09	0.00	0.05	0.00
0.19	-0.03	0.42	0.00	0.39	0.00	0.23	-0.01	0.09	0.00	0.05	0.00
0.21	-0.01	0.43	0.01	0.39	0.00	0.24	0.00	0.09	0.00	0.05	0.00
0.22	0.00	0.43	0.01	0.40	0.01	0.24	0.00	0.09	0.00	0.05	0.00
0.23	0.01	0.41	-0.01	0.40	0.01	0.23	-0.01	0.10	0.01	0.05	0.00
0.21	-0.01	0.43	0.01	0.40	0.01	0.23	-0.01	0.10	0.01	-	-
0.20	-0.02	0.42	0.00	0.38	-0.01	0.24	0.00	0.09	0.00	-	-
0.23	0.01	0.42	0.00	0.40	0.01	0.23	-0.01	0.09	0.00	0.06	0.01
0.22	0.00	0.43	0.01	0.40	0.01	0.25	0.01	0.08	-0.01	0.05	0.00
0.22	0.00	0.43	0.01	0.38	-0.01	0.25	0.01	0.09	0.00	0.05	0.00
0.20	-0.02	0.43	0.01	0.38	-0.01	0.25	0.01	0.09	0.00	0.05	0.00
0.22	0.00	0.42	0.00	0.38	-0.01	0.24	0.00	0.09	0.00	0.05	0.00
0.19	-0.03	0.42	0.00	0.39	0.00	0.23	-0.01	0.09	0.00	0.05	0.00
0.24	0.02	0.43	0.01	-	-	-	-	-	-	-	-
(0.15)	-	0.43	0.01	-	-	0.23	-0.01	-	-	-	-
-	-	0.43	0.01	-	-	-	-	-	-	-	-
0.22		0.42		0.39		0.24		0.09		0.05	
0.25		0.43		0.40		0.25		0.10		0.06	
0.19		0.40		0.38		0.23		0.08		0.05	
0.06		0.03		0.02		0.02		0.02		0.01	
0.016		0.008		0.008		0.007		0.005		0.003	
7.4		1.9		2.1		3.0		5.8		5.5	

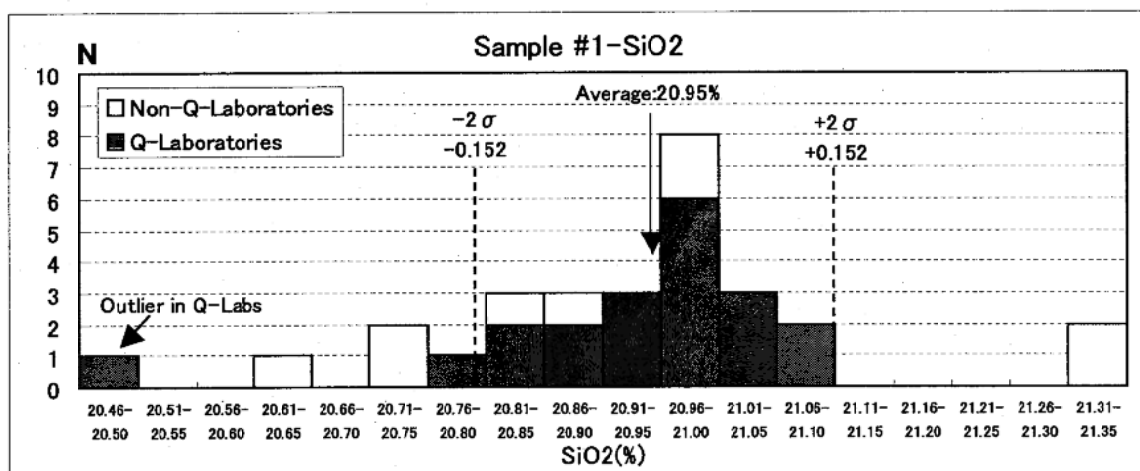


図-1 SiO₂の定量値の分布 (Sample #1)

Fig.1 The histogram of concentrations (Sample #1, component : SiO₂)

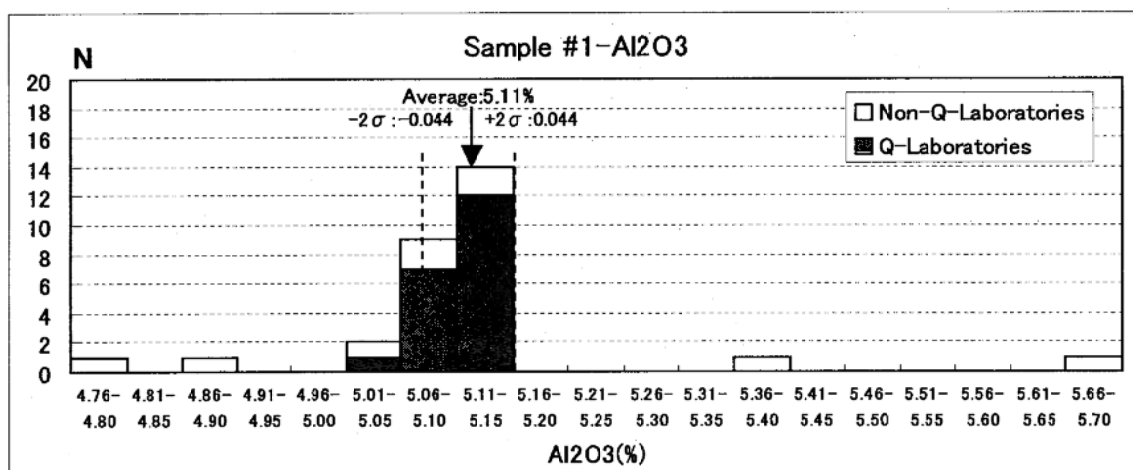


図-2 Al₂O₃の定量値の分布 (Sample #1)

Fig.2 The histogram of concentrations (Sample #1, component : Al₂O₃)

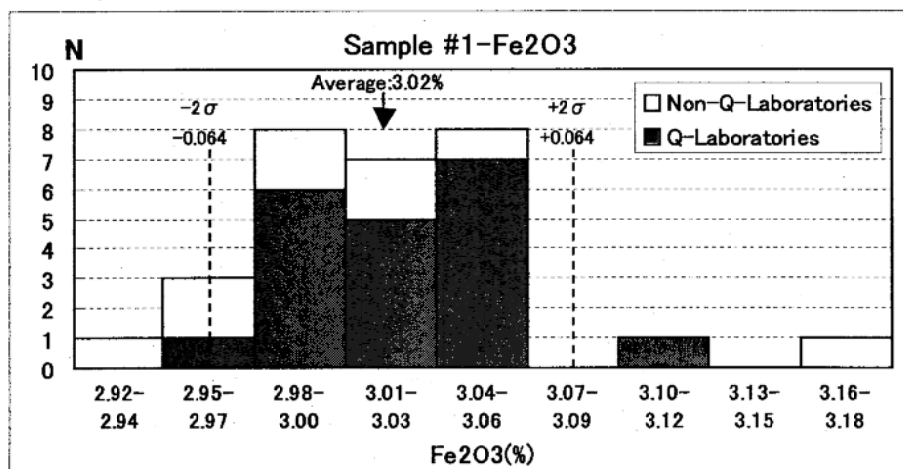


図-3 Fe₂O₃の定量値の分布 (Sample #1)

Fig.3 The histogram of concentrations (Sample #1, component : Fe₂O₃)

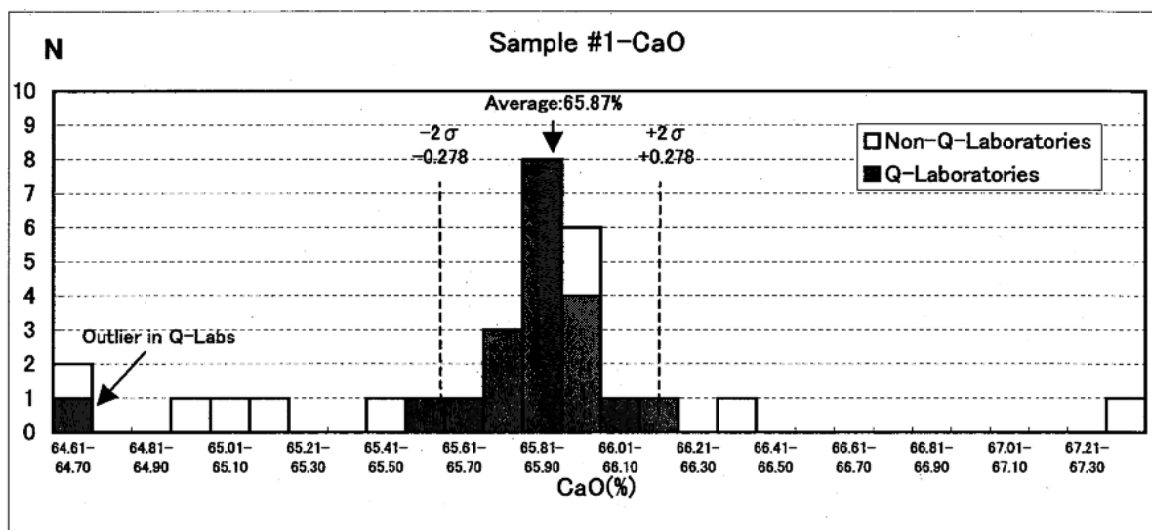


図-4 CaO の定量値の分布 (Sample #1)

Fig. 4 The histogram of concentrations (Sample #1, component : CaO)

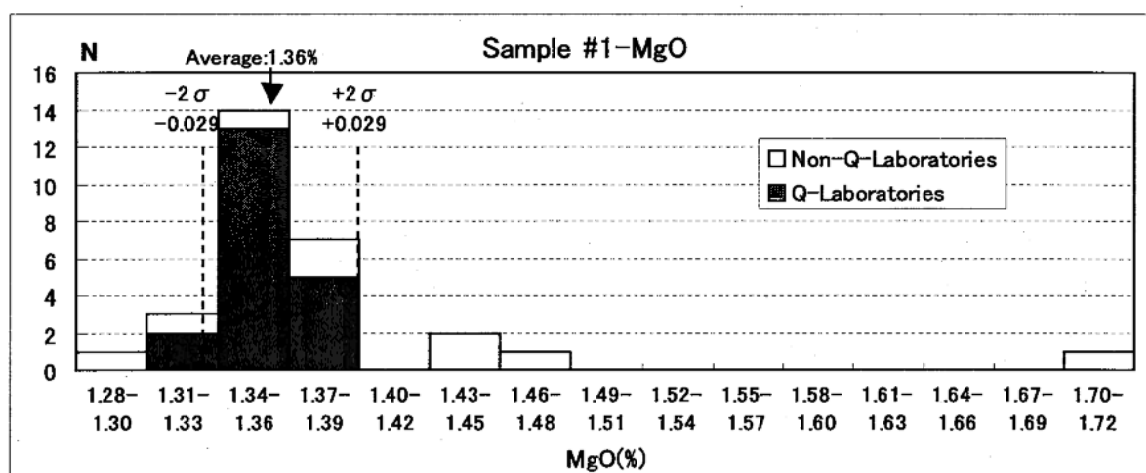


図-5 MgO の定量値の分布 (Sample #1)

Fig. 5 The histogram of concentrations (Sample #1, component : MgO)

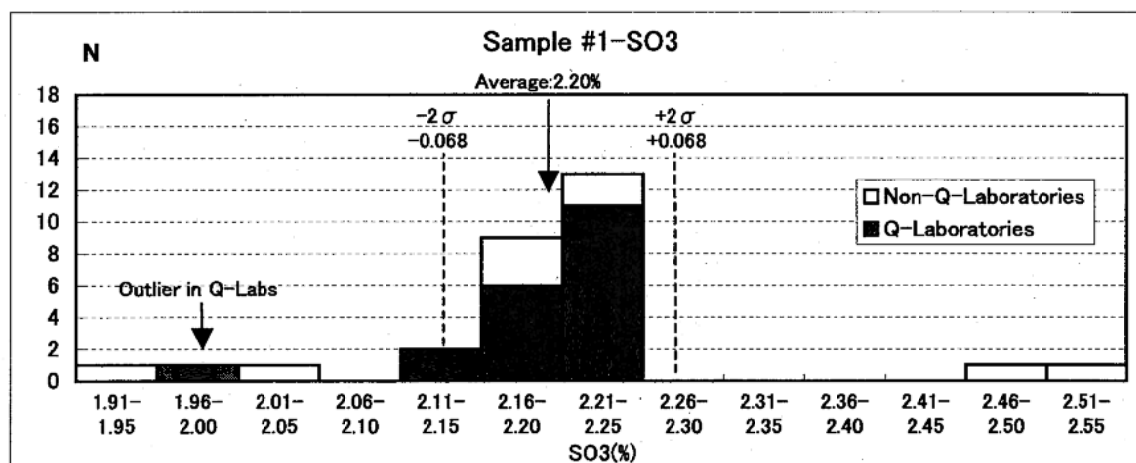


図-6 SO₃ の定量値の分布 (Sample #1)

Fig. 6 The histogram of concentrations (Sample #1, component : SO₃)

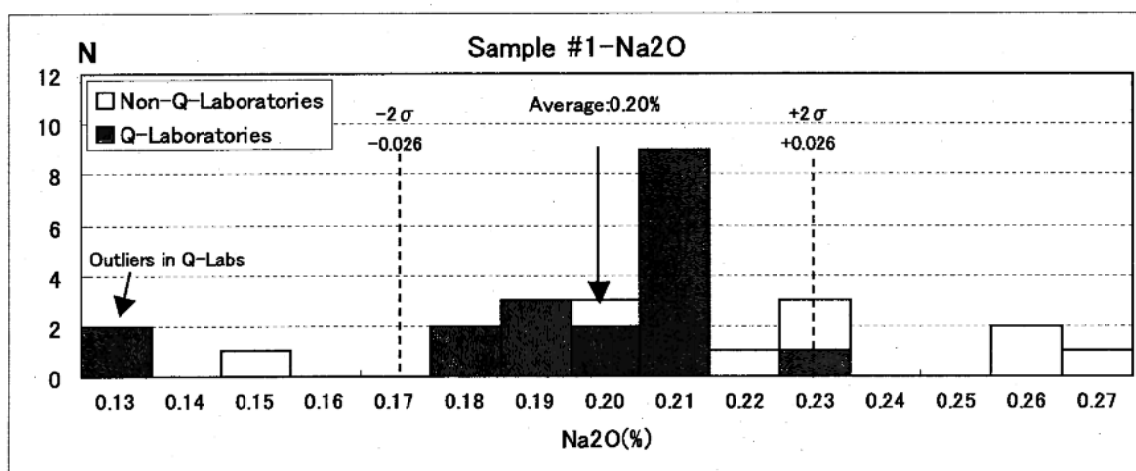


図-7 Na₂O の定量値の分布 (Sample #1)

Fig. 7 The histogram of concentrations (Sample #1, component : Na₂O)

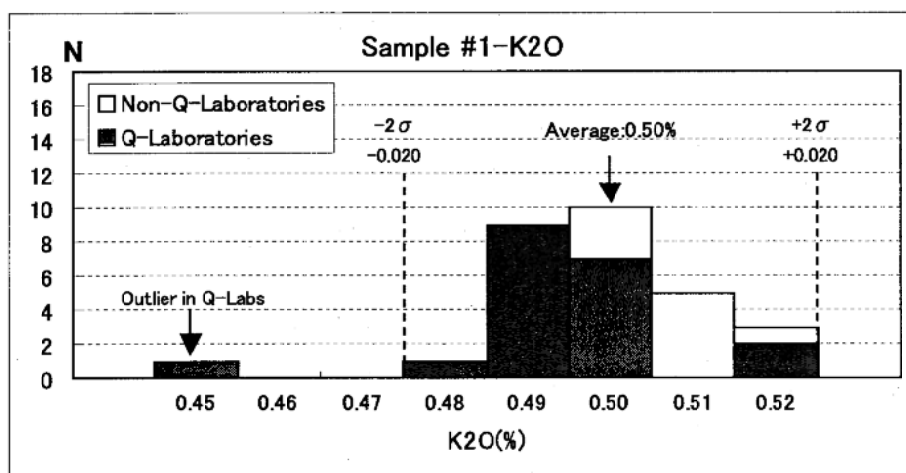


図-8 K₂O の定量値の分布 (Sample #1)

Fig. 8 The histogram of concentrations (Sample #1, component : K₂O)

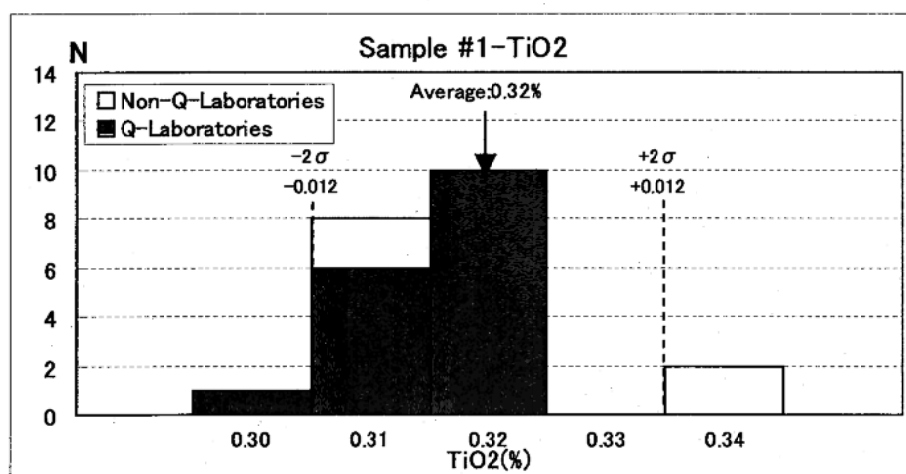


図-9 TiO₂ の定量値の分布 (Sample #1)

Fig. 9 The histogram of concentrations (Sample #1, component : TiO₂)

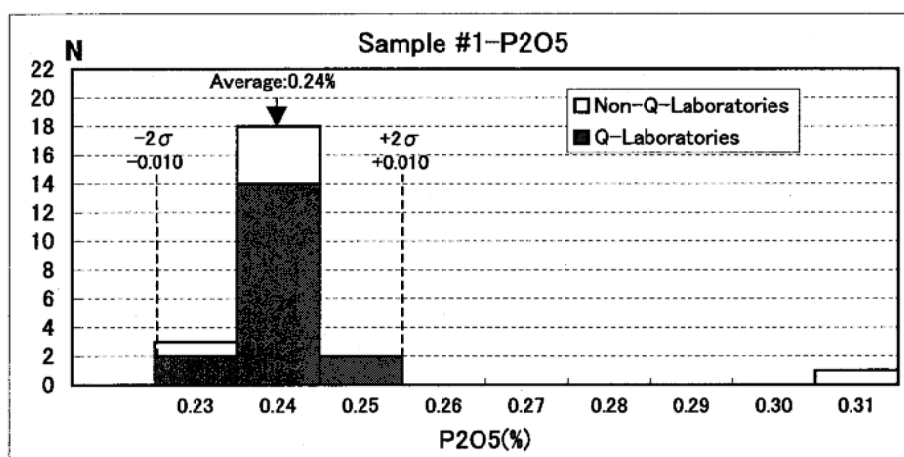


図-10 P₂O₅の定量値の分布 (Sample #1)

Fig. 10 The histogram of concentrations (Sample #1, component: P₂O₅)

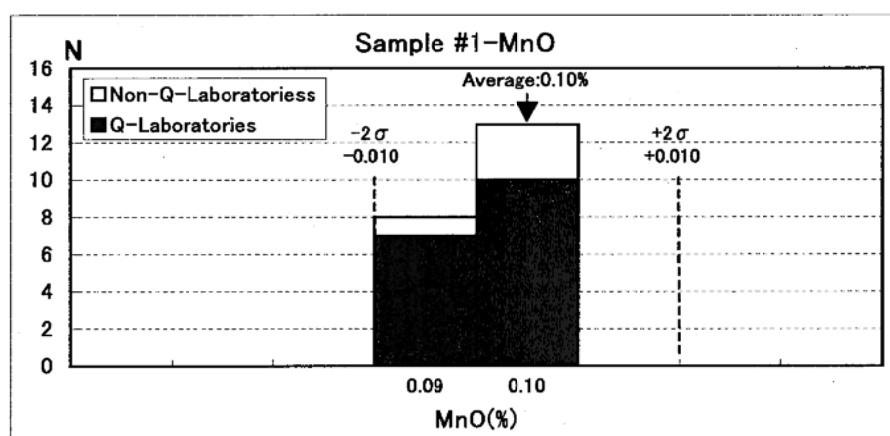


図-11 MnOの定量値の分布 (Sample #1)

Fig. 11 The histogram of concentrations (Sample #1, component: MnO)

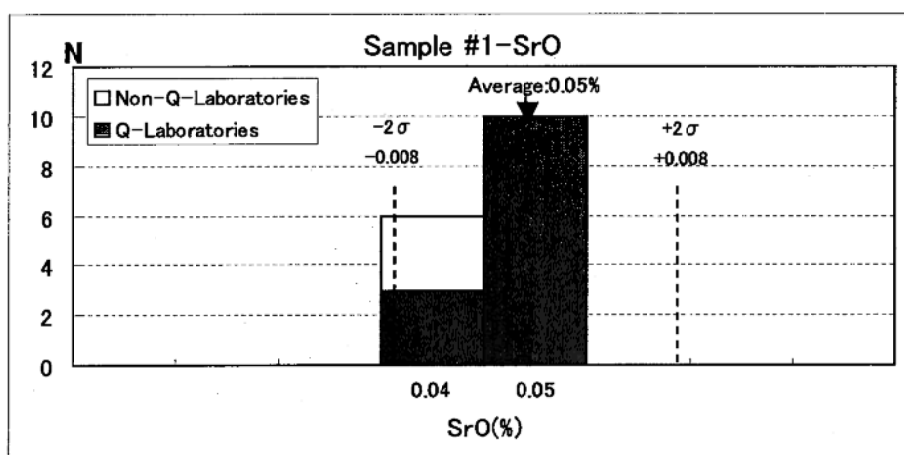


図-12 SrOの定量値の分布 (Sample #1)

Fig. 12 The histogram of concentrations (Sample #1, component: SrO)

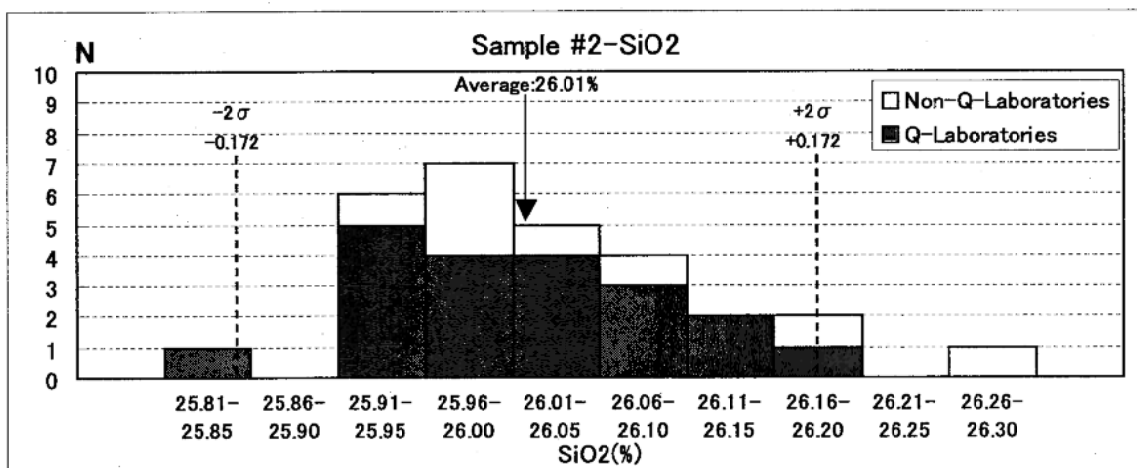


図-13 SiO₂の定量値の分布 (Sample #2)

Fig. 13 The histogram of concentrations (Sample #2, component : SiO₂)

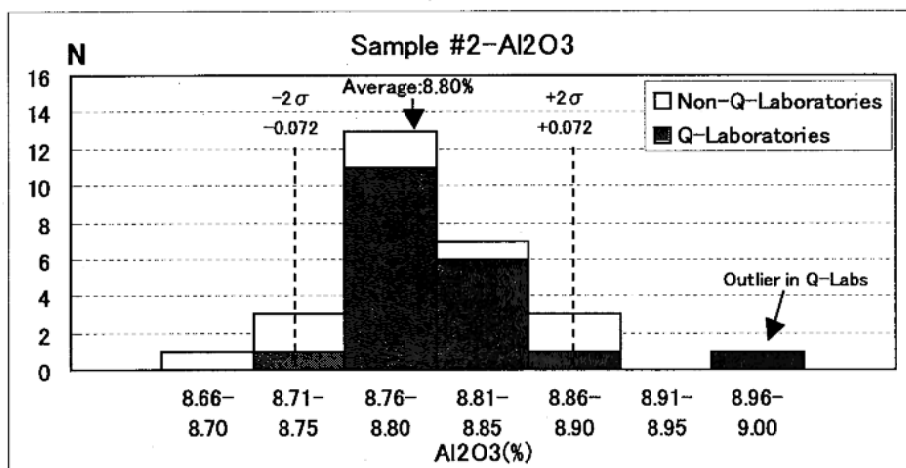


図-14 Al₂O₃の定量値の分布 (Sample #2)

Fig. 14 The histogram of concentrations (Sample #2, component : Al₂O₃)

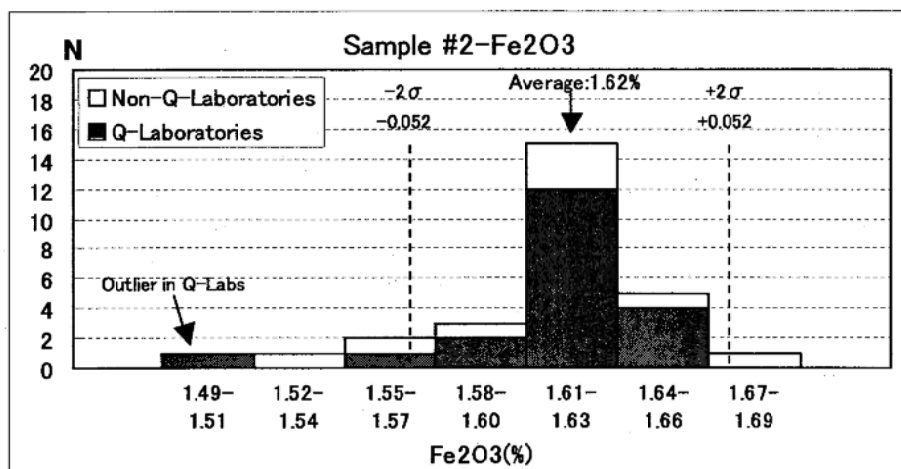


図-15 Fe₂O₃の定量値の分布 (Sample #2)

Fig. 15 The histogram of concentrations (Sample #2, component : Fe₂O₃)

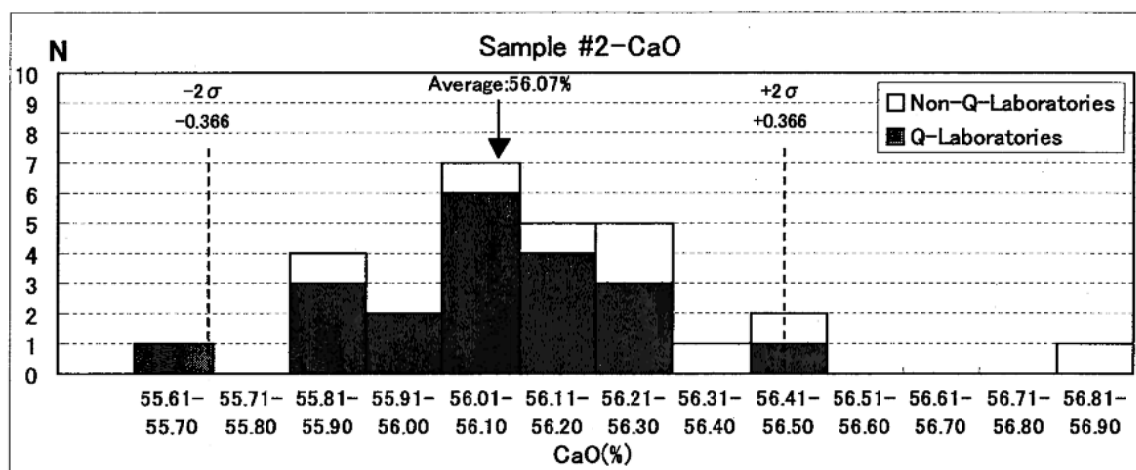


図-16 CaO の定量値の分布 (Sample #2)

Fig. 16 The histogram of concentrations (Sample #2, component : CaO)

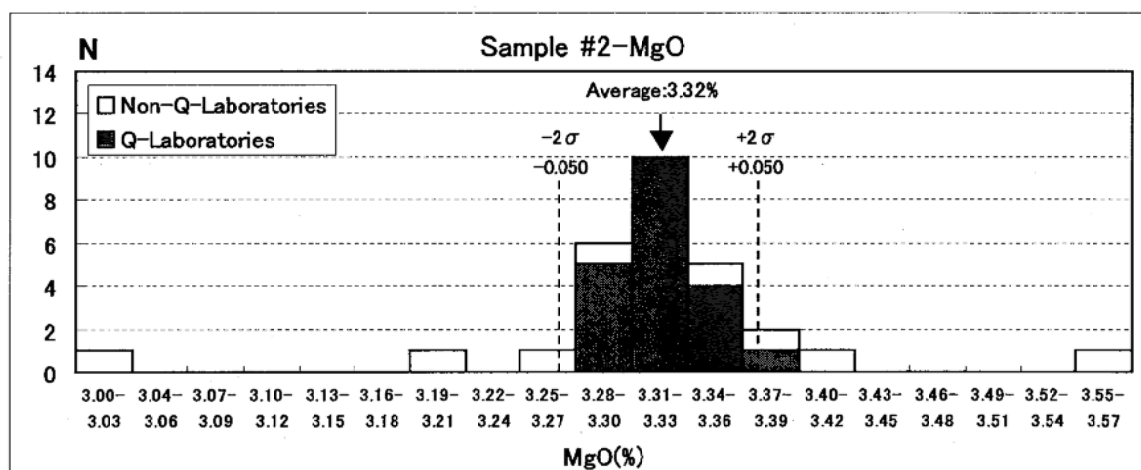


図-17 MgO の定量値の分布 (Sample #2)

Fig. 17 The histogram of concentrations (Sample #2, component : MgO)

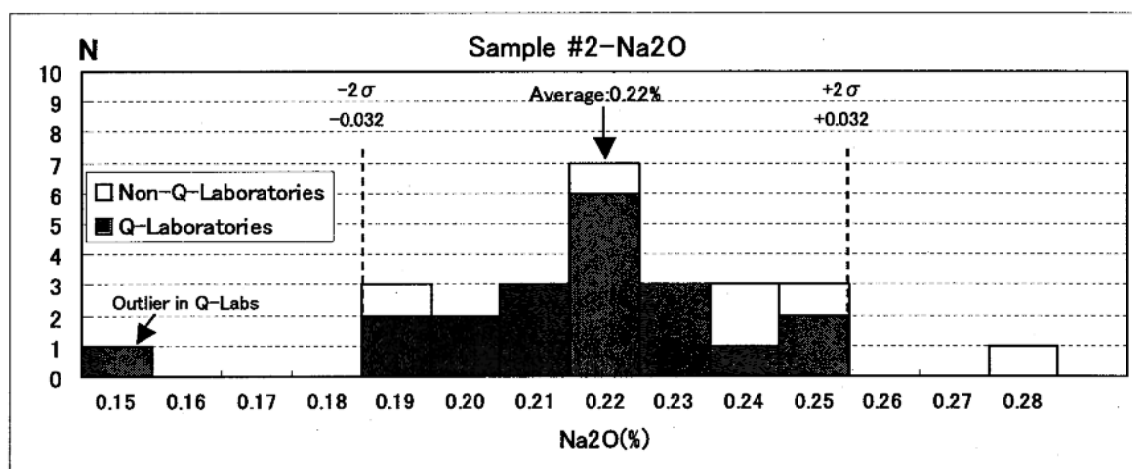


図-18 Na₂O の定量値の分布 (Sample #2)

Fig. 18 The histogram of concentrations (Sample #2, component : Na₂O)

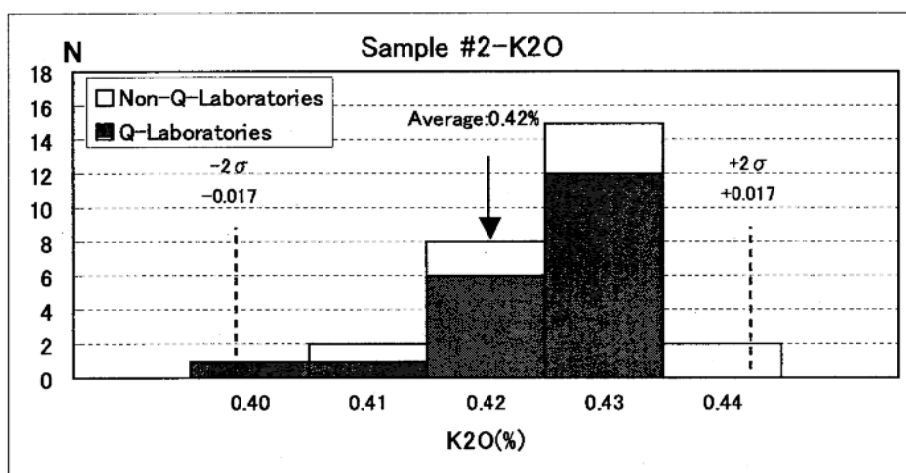


図-19 K₂Oの定量値の分布 (Sample #2)

Fig. 19 The histogram of concentrations (Sample #2, component: K₂O)

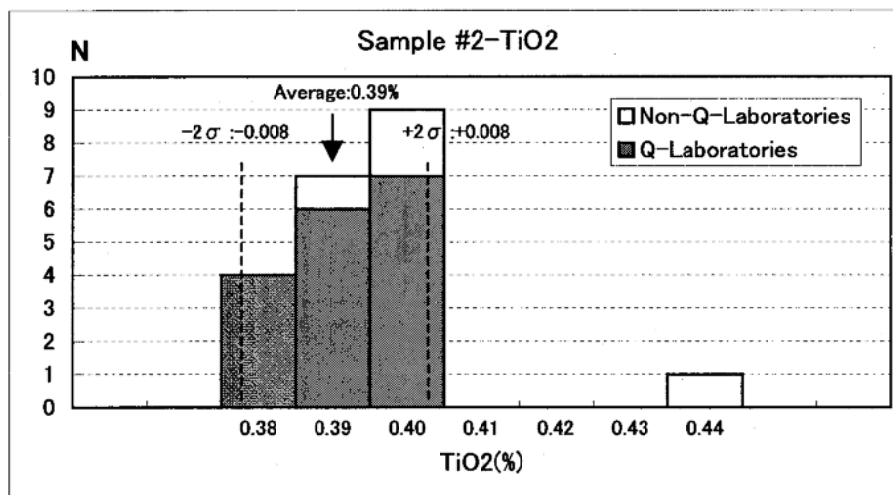


図-20 TiO₂の定量値の分布 (Sample #2)

Fig. 20 The histogram of concentrations (Sample #2, component: TiO₂)

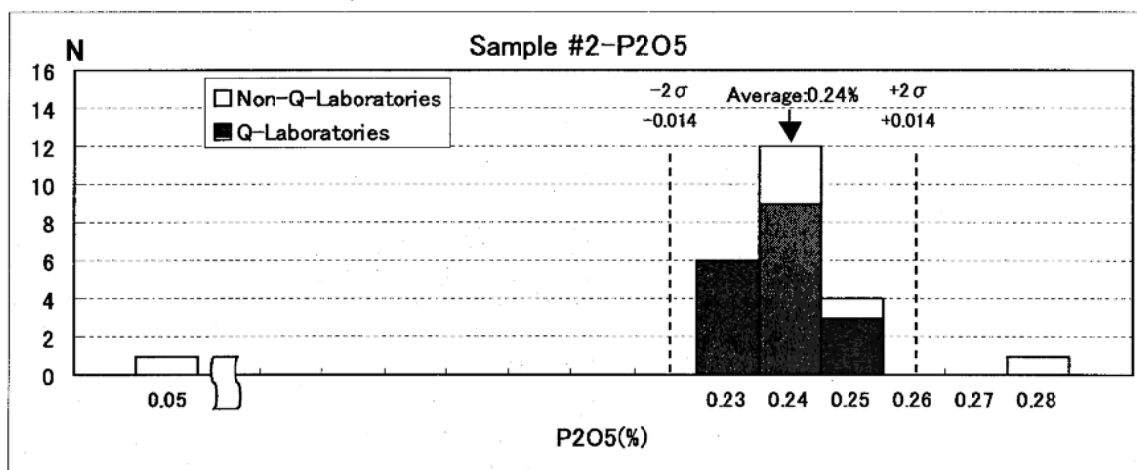


図-21 P₂O₅の定量値の分布 (Sample #2)

Fig. 21 The histogram of concentrations (Sample #2, component: P₂O₅)

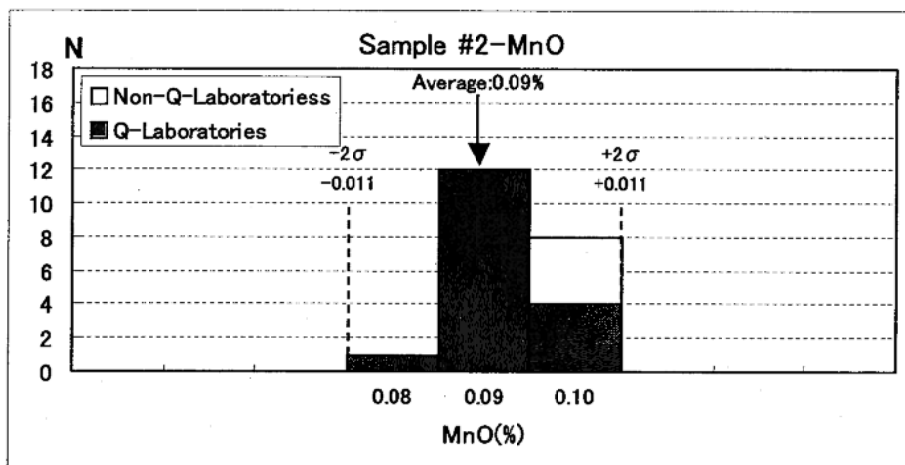


図-22 MnO の定量値の分布 (Sample #2)

Fig. 22 The histogram of concentrations (Sample #2, component : MnO)

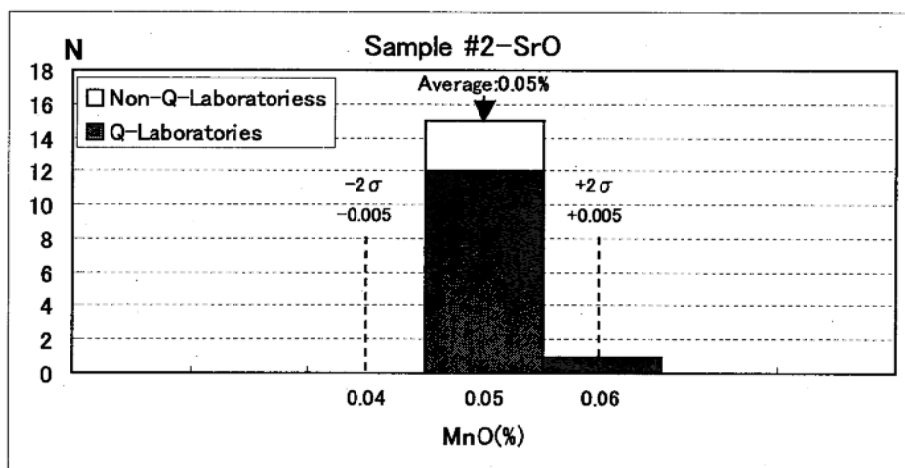


図-23 SrO の定量値の分布 (Sample #2)

Fig. 23 The histogram of concentrations (Sample #2, component : SrO)

5. まとめ

(1) 試験試料の定量結果について

表-12 に試験試料の平均値および標準偏差と「2004-OC セメント共同試験」(以下、2004-OC 共同試験と略す)に参加したセメント協会会員の試験所(セメント会社所属の試験所)の化学分析(湿式分析)結果の標準偏差を示す。この2004-OC 共同試験とは社団法人セメント協会が1948年より毎年国内で実施している「XXXX-OC セメント共同試験」を言い、XXXXは実施した年を表している。2004-OC 共同試験は2004年10月に実施された。

5. Conclusions

1) Result of test samples

The average and standard deviation of test samples, and the standard deviation obtained from "Interlaboratory testing, 2004-OC" are shown in Table 12. Standard deviations of the "Interlaboratory testing, 2004-OC" were obtained from the results of wet analysis of Japan Cement Association member laboratories (belonging to Japanese cement companies) that participated in "Interlaboratory testing, 2004-OC". "Interlaboratory testing, 2004-OC" is conducted by the Japan Cement Association. "Interlaboratory testing, XXXX-OC" has been carried out since 1948. "XXXX" stands for the year when the testing was carried out. "2004-OC" was held in October 2004, and was the 55th "Interlaboratory testing, XXXX-OC".

表-12 合格試験所の試験試料の定量値から求めた標準偏差と
「2004-OC セメント共同試験」の湿式分析結果の標準偏差との比較

Table 12 Comparison between standard deviation obtained by Q-Laboratories in this testing and standard deviation obtained from data of wet method in "Interlaboratory testing, 2004-OC"

Component	Sample	合格試験所/Q-Laboratories in this interlaboratory testing		2004-OC セメント共同試験/ "Interlaboratory testing 2004-OC"	
		平均/Average	標準偏差/S.D.	標準偏差/S.D.	試験所数 /Number of Lab.
SiO ₂	Sample #1	20.95	0.076	0.129	22
	Sample #2	26.01	0.086		
Al ₂ O ₃	Sample #1	5.11	0.022	0.068	22
	Sample #2	8.80	0.036		
Fe ₂ O ₃	Sample #1	3.02	0.032	0.049	21
	Sample #2	1.62	0.026		
CaO	Sample #1	65.87	0.139	0.117	22
	Sample #2	56.07	0.183		
MgO	Sample #1	1.36	0.015	0.042	22
	Sample #2	3.32	0.025		
SO ₃	Sample #1	2.20	0.034	0.039	27
	Sample #2	(2.88)	(0.089)		
Na ₂ O	Sample #1	0.20	0.013	0.014	23
	Sample #2	0.22	0.016		
K ₂ O	Sample #1	0.50	0.010	0.009	23
	Sample #2	0.42	0.008		
TiO ₂	Sample #1	0.32	0.006	0.012	22
	Sample #2	0.39	0.008		
P ₂ O ₅	Sample #1	0.24	0.005	0.027	22
	Sample #2	0.24	0.007		
MnO	Sample #1	0.10	0.005	0.007	22
	Sample #2	0.09	0.005		
SrO	Sample #1	0.05	0.004	-	-
	Sample #2	0.05	0.003		

合格試験所の標準偏差を 2004-OC 共同試験の標準偏差と比較すると、CaO 以外の成分では同等もしくは小さいものとなっており、JIS R 5204 による蛍光 X 線分析は概ね湿式分析と同等程度の精度を有することが確認できた。

CaO については、外れ値とならない合格試験所であっても、合格試験所の平均値からその標準偏差の 2 倍の範囲を超える試験所があり、標準偏差は湿式分析のそれよりも大きいものとなった。CaO の定量については、ばらつきの要因について更なる検討が必要である。

また、4.3.2 でも述べたように、合格試験所の定量値においても外れ値が認められた。通常、検定基準を満たした検量線を用いる試料の分析であれば大きく乖離することは考えにくく、試料の分析において何らかの誤差要因があったと考えられるため、誤差要因を検討する必要がある。

(2) 検量線の検定基準を満たさなかった要因について

これまで述べたように、JIS R 5204 によるセメントの蛍光 X 線分析において、認証標準物質の定量結果が規定の併行許容差および対標準物質許容差の規定を満たすという検定の実施は、規格上では必須であると共に、分析方法としても試料の分析を精確に行う上では重要である。

今回の共同試験では検量線の検定を満たすことができなかった試験所がいくつか見られた。そのような試験所においては、試料の秤量等の分析化学における一般的事項や、装置の性能や環境等の設備面についての確認とともに、次のような事項にも注意し、精確な蛍光 X 線分析を実施することが望ましい。

- ・ ガラスビード調製条件の再確認(熔融温度や試料/融剤比等)とともに、適切な繰り返し精度でガラスビードが調製されているかの確認
- ・ 高炉セメント試料のガラスビード調製に必要な強熱試料の調製手順
- ・ 検量線の作成方法(含有率範囲や共存成分効果補正の適用の検討)
- ・ 軽元素の測定条件(特に Na_2O 、 MgO 、 Al_2O_3)

Compared with the standard deviations of "Interlaboratory testing, 2004-OC", the standard deviations of Q-Laboratories were almost equal to or smaller than that of "Interlaboratory testing, 2004-OC" except for CaO. Therefore, the accuracy of XRF analysis according to JIS R 5204 is considered to be generally equal to that of wet analysis.

Concerning CaO, a few laboratories obtained results that were not within the average $\pm 2 \times$ the standard deviation even if the results were not outliers. It is necessary to further investigate the factors in determination of CaO.

Also, as mentioned in 4.3.2, there were some outliers, even in the concentrations of Q-Laboratories. Since it was presumed that extreme results did not exist provided that the calibration used for sample analysis satisfied the criteria for both repeatability limits and accuracy limits, it was also presumed that there were no error factors during sample analysis. Therefore, the possibility of error factors should be investigated.

2) Factors for not satisfying the validation criteria

As mentioned so far, when analyzing a sample by XRF analysis method in accordance with JIS R 5204, it is essential that the validation results of certified reference materials satisfy the criteria for repeatability limits and accuracy limits. Validation is very important for accurate analysis.

Some of the laboratories could not satisfy the validation specifications in this interlaboratory testing. In this case, it is recommended that those laboratories re-check general matters for chemical analysis, such as weighing of samples, performance of spectrometer, and facilities for accurate XRF analysis. The following matters should also be checked:

Re-check of

- a) Bead preparation conditions, such as fusion temperature, flux to sample ratio.
- b) Repeatability of bead preparation.
- c) Procedure for preparing ignited sample.
- d) Procedure for establishing calibration equations, such as range of contents, application of correction for interelement effect;
- e) Measurement conditions for light element, especially Na_2O , MgO , Al_2O_3 .

謝辞

最後に、共同試験結果を報告するにあたり、試験実施について多大なご協力とご理解を頂いた参加試験機関ならびに関係各位に対して感謝の意を表する次第である。

Acknowledgement

We express our deep appreciation for the cooperation and understanding of the participating laboratories and all persons concerned with this interlaboratory testing program.

資料編
(Appendix)

・参加試験所一覧/List of the participating Laboratory

国内参加試験所一覧

List of the participating laboratories of Japan

株式会社宇部三菱セメント研究所 宇部センター Ube-Mitsubishi Cement Research Institute Corporation, Ube Center
株式会社宇部三菱セメント研究所 黒崎センター Ube-Mitsubishi Cement Research Institute Corporation, Kurosaki Center
株式会社宇部三菱セメント研究所 埼玉センター Ube-Mitsubishi Cement Research Institute Corporation, Saitama Center
株式会社宇部三菱セメント研究所 仙台コンクリートセンター Ube-Mitsubishi Cement Research Institute Corporation, Sendai Concrete Center
新日鐵高炉セメント株式会社 生産技術部 品質保証グループ Nippon Steel Blast-Furnace Slag Cement Co., Ltd., Production and Technical Dept., Quality Assurance Group
住友大阪セメント株式会社 生産技術部 分析センター Sumitomo Osaka Cement Co., Ltd., Production and Technical Dept., Analytical Center
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 セメント化学研究グループ Sumitomo Osaka Cement Co., Ltd., Cement/Concrete Research Laboratory, Cement Chemistry Research Group
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 セメント技術グループ Sumitomo Osaka Cement Co., Ltd., Cement/Concrete Research Laboratory, Cement Technology Group
太平洋セメント株式会社 大船渡工場 製造部 品質管理課 Taiheiyo Cement Corporation, Ofunato Plant, Production Dept., Quality Assurance Section
太平洋セメント株式会社 上磯工場 製造部 品質管理課 Taiheiyo Cement Corporation, Kamiiso Plant, Production Dept., Quality Assurance Section
太平洋セメント株式会社 大分工場(佐伯) 製造部 品質管理課 Taiheiyo Cement Corporation, Oita Plant(Saiki), Production Dept., Quality Assurance Section
株式会社太平洋コンサルタント 品質保証事業部 化学分析グループ Taiheiyo Consultant Co., Ltd., Quality Assurance Dept., Chemical Analysis Group
株式会社中研コンサルタント 関東支店 技術部 材料調査課 Chuken Consultant Co., Ltd., Kanto Branch, Technical Dev., Material Analytical Section
株式会社トクヤマ セメント製造部 技術1課 Tokuyama Corporation, Cement Manufacturing Dept., Technical Section 1
東ソー株式会社 セメント・エネルギー製造部 セメント試験課 Tosoh Corporation, Cement and Energy Manufacturing Dept. Cement Testing Div.
社団法人セメント協会 研究所 セメント基礎・環境グループ Japan Cement Association, R & D Laboratory, Basic Research on Cement/Environment Group

国外参加試験所一覧

List of the participating laboratories outside Japan (in alphabetical order)

Country	Laboratory
China, People's Republic of	China Building Materials Academy
Korea, Republic of	Asia Cement Co., Ltd.
	Hanil Cement Co., Ltd.
	Hyundai Cement Co., Ltd., Danyang Plant
	Hyundai Cement Co., Ltd., Yongwol Plant
	Lafarge Halla Cement Corporation
	Ssangyong Cement Industrial Co., Ltd., Yongwol Plant
	Sungshin Cement Co., Ltd.
	Tong Yang Cement Corporation, Samchok Plant
Lithuania, Republic of	Prustitas Co., Ltd.
Philippines, Republic of the	Philippines Cement Manufactures Association / APO Cement Corporation
	Union Cement Corporation, Lugait Plant
Viet Nam, Socialist Republic of	Butson Cement Company
	Viet Nam National Cement Association

備考/NOTE Lithuania はアジアではないが、羽原前委員長が CEN/TC51 総会 (2004. 10. 8、リスボン) 参加時に参加の申入れがあった。 / Although Lithuania is not among the Asian countries, former chairman Dr. Hanehara accepted their request to participate in the interlaboratory testing program when he attended the CEN/TC51 General Meeting held at Lisbon in October 2004.

余白/Blank

・全試験所の試験結果/Individual results for all laboratories

(1) JCA-CRM-1

Laboratory No.	SiO ₂		Al ₂ O ₃		Fe ₂ O ₃		CaO		MgO		SO ₃	
1	20.982 20.943	20.962	5.287 5.259	5.273	2.619 2.610	2.614	65.197 65.377	65.287	2.117 2.111	2.114	2.083 2.073	2.078
2	20.902 20.936	20.919	5.257 5.253	5.255	2.647 2.648	2.648	65.370 65.298	65.334	2.134 2.129	2.132	2.005 2.037	2.021
3	20.933 20.945	20.939	5.244 5.249	5.246	2.691 2.674	2.682	65.115 65.097	65.106	2.143 2.131	2.137	2.089 2.061	2.075
4	21.006 20.926	20.966	5.260 5.250	5.255	2.670 2.683	2.676	65.188 65.208	65.198	2.135 2.137	2.136	2.074 2.083	2.078
5	20.914 20.946	20.930	5.254 5.266	5.260	2.668 2.671	2.670	65.243 65.247	65.245	2.136 2.133	2.134	2.085 2.094	2.090
6	20.945 20.921	20.933	5.250 5.223	5.236	2.608 2.606	2.607	65.126 65.209	65.168	2.142 2.103	2.122	2.061 2.073	2.067
7	20.996 21.010	21.003	5.273 5.260	5.266	2.663 2.660	2.662	65.177 65.223	65.200	2.163 2.168	2.166	2.063 2.057	2.060
8	20.945 20.905	20.925	5.272 5.266	5.269	2.681 2.677	2.679	65.103 64.988	65.046	2.161 2.151	2.156	2.054 2.062	2.058
9	20.912 20.901	20.906	5.266 5.249	5.258	2.613 2.609	2.611	65.227 65.186	65.206	2.117 2.120	2.118	2.076 2.070	2.073
10	20.942 20.970	20.956	5.219 5.254	5.236	2.631 2.628	2.630	65.331 65.319	65.325	2.122 2.105	2.114	2.067 2.084	2.076
11	21.027 21.015	21.021	5.280 5.274	5.277	2.677 2.669	2.673	65.241 65.180	65.210	2.127 2.113	2.120	2.083 2.065	2.074
12	20.978 20.989	20.984	5.264 5.270	5.267	2.690 2.664	2.677	65.310 65.237	65.274	2.147 2.142	2.144	2.098 2.074	2.086
13	21.042 21.024	21.033	5.265 5.269	5.267	2.680 2.677	2.678	64.999 64.957	64.978	2.137 2.146	2.142	2.056 2.051	2.054
14	21.040 20.960	21.000	5.296 5.267	5.282	2.716 2.722	2.719	65.341 65.453	65.397	2.154 2.148	2.151	2.067 2.068	2.068
15	21.086 20.996	21.041	5.260 5.252	5.256	2.674 2.670	2.672	65.192 65.230	65.211	2.109 2.106	2.108	1.976 1.991	1.984
16	21.004 21.011	21.008	5.297 5.286	5.292	2.671 2.667	2.669	65.190 65.176	65.183	2.153 2.156	2.154	2.088 2.096	2.092
101	21.050 21.055	21.052	5.288 5.293	5.290	2.623 2.616	2.620	65.348 65.342	65.345	2.122 2.110	2.116	1.962 2.092	2.027
102	21.162 21.179	21.170	5.183 5.241	5.212	2.638 2.634	2.636	66.288 66.283	66.286	2.127 2.134	2.130	2.429 2.430	2.430
103	20.990 20.970	20.980	5.200 5.220	5.210	2.640 2.650	2.645	65.280 65.220	65.250	2.230 2.060	2.145	2.070 2.090	2.080
104	20.989 20.973	20.981	5.248 5.228	5.238	2.631 2.622	2.626	65.060 64.867	64.964	2.093 2.104	2.098	2.051 2.096	2.074
105	20.978 21.062	21.020	5.242 5.294	5.268	2.642 2.634	2.638	65.396 65.372	65.384	2.176 2.175	2.176	2.064 2.058	2.061
106	20.890 21.008	20.949	5.251 5.265	5.258	2.673 2.675	2.674	65.088 65.178	65.133	2.123 2.125	2.124	2.058 2.072	2.065
107	21.055 21.061	21.058	5.526 5.315	5.420	2.687 2.695	2.691	64.449 64.494	64.472	2.167 2.134	2.150	2.055 2.023	2.039
108	20.91 20.90	20.905	5.25 5.26	5.255	2.62 2.61	2.615	65.18 65.16	65.170	2.11 2.10	2.105	2.07 2.06	2.065
109	20.992 20.960	20.976	5.256 5.265	5.260	2.636 2.622	2.629	65.555 65.439	65.497	2.109 2.112	2.110	1.939 1.954	1.946
110	20.852 20.974	20.913	5.202 5.301	5.252	2.581 2.640	2.610	65.154 65.113	65.134	2.302 2.041	2.172	1.925 2.061	1.993
111	20.94 20.90	20.920	4.97 5.00	4.985	2.62 2.63	2.625	64.67 64.68	64.675	2.39 2.37	2.380	2.00 2.00	2.000
112	20.95 21.06	21.005	5.86 5.87	5.865	2.58 2.58	2.580	64.78 64.76	64.770	2.10 2.01	2.055	1.81 1.80	1.805
113	22.960 22.990	22.975	5.260 5.230	5.245	2.650 2.640	2.645	65.210 65.360	65.285	2.070 1.980	2.025	2.080 2.050	2.065
114	21.33 21.98	21.655	5.09 5.27	5.180	2.94 2.84	2.890	65.45 66.07	65.760	2.16 1.85	2.005	2.30 2.17	2.235

備考/NOTE 試験所 114 は粉末ペレット法により実施した結果である。/Lab No. 114 carried out

Na ₂ O		K ₂ O		TiO ₂		P ₂ O ₅		MnO		SrO		Total
0.272	0.264	0.541	0.544	0.344	0.344	0.287	0.286	0.069	0.069	—	—	99.835
0.257		0.548		0.344		0.286		0.069		—		
0.264	0.264	0.533	0.534	0.356	0.352	0.283	0.284	0.066	0.066	0.044	0.044	99.853
0.263		0.536		0.349		0.284		0.065		0.044		
0.266	0.260	0.570	0.569	0.355	0.356	0.279	0.278	0.063	0.063	—	—	99.711
0.253		0.568		0.358		0.278		0.063		—		
0.260	0.259	0.560	0.562	0.358	0.356	0.288	0.287	0.063	0.063	0.043	0.043	99.879
0.258		0.564		0.354		0.286		0.063		0.043		
0.262	0.262	0.560	0.562	0.357	0.356	0.283	0.284	0.064	0.064	0.044	0.044	99.901
0.263		0.563		0.355		0.284		0.064		0.044		
0.265	0.270	0.581	0.584	0.341	0.345	0.287	0.286	0.066	0.065	0.042	0.042	99.725
0.276		0.588		0.349		0.285		0.064		0.042		
0.253	0.254	0.566	0.565	0.359	0.356	0.282	0.282	0.065	0.064	0.044	0.044	99.922
0.255		0.564		0.354		0.282		0.064		0.044		
0.244	0.248	0.562	0.562	0.352	0.348	0.283	0.282	0.061	0.061	0.043	0.043	99.677
0.251		0.561		0.344		0.282		0.061		0.043		
0.264	0.264	0.575	0.574	0.345	0.346	0.285	0.286	0.069	0.069	0.041	0.041	99.752
0.265		0.574		0.347		0.286		0.069		0.041		
0.232	0.236	0.568	0.568	0.347	0.348	0.281	0.281	0.069	0.069	—	—	99.839
0.239		0.567		0.350		0.281		0.069		—		
0.242	0.248	0.523	0.528	0.353	0.355	0.283	0.286	0.063	0.062	—	—	99.854
0.254		0.533		0.357		0.288		0.062		—		
0.264	0.268	0.572	0.571	0.346	0.352	0.285	0.285	0.063	0.064	0.043	0.044	100.016
0.271		0.570		0.357		0.285		0.066		0.044		
0.264	0.265	0.559	0.559	0.354	0.356	0.291	0.291	0.064	0.064	0.044	0.044	99.731
0.266		0.559		0.358		0.291		0.063		0.044		
0.267	0.268	0.588	0.577	0.341	0.334	0.302	0.297	0.064	0.064	0.045	0.045	100.202
0.269		0.568		0.328		0.292		0.065		0.045		
0.274	0.273	0.560	0.560	0.354	0.351	0.291	0.291	0.064	0.064	0.043	0.042	99.853
0.272		0.559		0.348		0.291		0.065		0.042		
0.263	0.259	0.577	0.576	0.351	0.354	0.284	0.283	0.063	0.063	0.043	0.043	99.976
0.255		0.576		0.356		0.282		0.063		0.043		
0.229	0.226	0.569	0.571	0.347	0.346	0.288	0.286	—	—	—	—	99.879
0.223		0.573		0.344		0.285		—		—		
—	—	0.596	0.596	—	—	—	—	—	—	—	—	100.460
—		0.596		—		—		—		—		
0.270	0.275	0.580	0.575	—	—	—	—	—	—	—	—	99.160
0.280		0.570		—		—		—		—		
0.239	0.244	0.556	0.564	0.343	0.342	0.276	0.274	0.066	0.066	0.042	0.042	99.517
0.249		0.572		0.341		0.272		0.065		0.042		
0.248	0.250	0.599	0.598	0.352	0.346	0.291	0.292	0.067	0.067	0.042	0.042	100.142
0.251		0.598		0.341		0.294		0.067		0.041		
0.282	0.274	0.569	0.568	—	—	—	—	—	—	—	—	99.045
0.265		0.566		—		—		—		—		
0.247	0.250	0.563	0.560	—	—	0.273	0.278	0.061	0.060	—	—	98.978
0.252		0.557		—		0.284		0.060		—		
0.24	0.255	0.59	0.590	—	—	0.28	0.280	—	—	—	—	99.240
0.27		0.59		—		0.28		—		—		
—	—	0.569	0.570	—	—	—	—	—	—	—	—	98.988
—		0.571		—		—		—		—		
0.240	0.281	0.662	0.582	—	—	0.276	0.287	—	—	—	—	99.224
0.322		0.501		—		0.298		—		—		
0.28	0.285	0.57	0.570	0.38	0.385	0.35	0.355	0.07	0.070	0.04	0.040	99.290
0.29		0.57		0.39		0.36		0.07		0.04		
0.19	0.190	0.58	0.580	—	—	—	—	—	—	—	—	98.850
0.19		0.58		—		—		—		—		
0.280	0.255	0.580	0.580	0.350	0.350	0.280	0.285	0.070	0.070	0.040	0.040	101.820
0.250		0.580		0.350		0.290		0.070		0.040		
0.71	0.710	0.54	0.540	—	—	—	—	—	—	—	—	100.975
0.71		0.54		—		—		—		—		

xrf-analysis by pellet method.

(2) JCA-CRM-2

Laboratory No.	SiO ₂		Al ₂ O ₃		Fe ₂ O ₃		CaO		MgO		SO ₃	
1	25.651 25.652	25.652	8.943 8.944	8.944	2.137 2.140	2.138	56.491 56.489	56.490	3.055 3.053	3.054	2.558 2.557	2.558
2	25.573 25.522	25.548	8.915 8.925	8.920	2.087 2.088	2.088	56.482 56.462	56.472	3.022 3.040	3.031	2.553 2.586	2.570
3	25.535 25.503	25.519	8.942 8.932	8.937	2.107 2.094	2.100	56.538 56.525	56.532	2.977 2.968	2.972	— —	—
4	25.633 25.641	25.637	8.924 8.940	8.932	2.104 2.098	2.101	56.406 56.359	56.382	3.035 3.045	3.040	2.569 2.590	2.580
5	25.595 25.633	25.614	8.921 8.940	8.930	2.083 2.082	2.082	56.424 56.436	56.430	3.026 3.035	3.030	2.579 2.559	2.569
6	25.651 25.538	25.594	8.927 8.983	9.005	2.152 2.134	2.143	56.617 56.512	56.564	3.073 3.048	3.060	2.544 2.510	2.527
7	25.695 25.686	25.690	8.948 8.951	8.950	2.071 2.072	2.072	56.462 56.500	56.481	3.097 3.071	3.084	2.602 2.603	2.602
8	25.568 25.563	25.566	8.909 8.893	8.901	2.040 2.043	2.042	56.167 56.127	56.147	3.059 3.056	3.058	2.367 2.366	2.366
9	25.537 25.631	25.584	8.923 8.939	8.931	2.138 2.139	2.138	56.444 56.545	56.494	3.049 3.061	3.055	— —	—
10	25.568 25.603	25.586	8.947 8.856	8.902	2.137 2.122	2.130	56.437 56.620	56.528	2.956 2.996	2.976	— —	—
11	25.697 25.677	25.687	8.892 8.862	8.877	2.084 2.082	2.083	56.457 56.357	56.407	3.044 2.997	3.020	2.603 2.608	2.606
12	25.678 25.672	25.675	8.965 8.913	8.939	2.070 2.090	2.080	56.440 56.418	56.429	3.039 3.043	3.041	— —	—
13	25.736 25.726	25.731	8.929 8.921	8.925	2.083 2.086	2.084	56.271 56.213	56.242	3.053 3.061	3.057	2.632 2.624	2.628
14	25.787 25.716	25.752	8.965 8.913	8.939	2.125 2.119	2.122	56.428 56.584	56.506	3.062 3.053	3.058	2.641 2.635	2.638
15	25.610 25.558	25.584	8.968 8.962	8.965	2.087 2.092	2.090	56.327 56.306	56.316	3.019 3.018	3.018	2.605 2.596	2.600
16	25.712 25.658	25.685	8.937 8.983	8.960	2.072 2.078	2.075	56.533 56.514	56.524	3.046 3.035	3.040	2.604 2.577	2.590
101	25.631 25.636	25.634	8.942 8.903	8.922	2.124 2.113	2.118	56.586 56.526	56.556	3.013 3.026	3.020	— —	—
102	25.589 25.611	25.600	8.918 8.929	8.924	2.131 2.127	2.129	56.644 56.673	56.658	3.077 3.069	3.073	1.320 1.323	1.322
103	25.650 25.670	25.660	8.930 9.000	8.965	2.150 2.160	2.155	56.530 56.530	56.530	3.060 2.920	2.990	2.540 2.570	2.555
104	25.550 25.516	25.533	8.885 8.846	8.866	2.123 2.113	2.118	56.411 56.223	56.317	3.033 3.024	3.028	1.880 1.900	1.890
105	25.653 25.610	25.632	8.911 8.930	8.920	2.125 2.123	2.124	56.557 56.547	56.552	3.073 3.093	3.083	2.568 2.571	2.570
106	25.547 25.490	25.518	8.962 8.917	8.940	2.047 2.090	2.068	56.510 56.617	56.564	3.009 3.024	3.016	— —	—
107	25.510 25.631	25.570	8.944 8.930	8.937	2.033 2.081	2.057	56.456 56.468	56.462	2.885 2.870	2.878	— —	—
108	25.87 25.62	25.745	8.98 8.92	8.950	2.13 2.13	2.130	56.77 56.52	56.645	3.05 3.03	3.040	2.57 2.54	2.555
109	25.752 25.698	25.725	8.996 8.973	8.984	2.154 2.141	2.148	56.542 56.485	56.514	3.076 3.074	3.075	2.454 2.430	2.442
110	25.663 25.641	25.652	8.940 8.821	8.880	2.082 2.064	2.073	56.482 56.620	56.551	3.054 3.091	3.072	1.910 1.932	1.921
111	25.28 25.34	25.310	8.65 8.60	8.625	2.11 2.10	2.105	56.34 56.27	56.305	3.23 3.26	3.245	1.26 1.28	1.270
112	— —	—	— —	—	— —	—	— —	—	— —	—	— —	—
113	25.690 25.740	25.715	8.960 8.910	8.935	2.140 2.120	2.130	56.790 56.840	56.815	3.110 3.140	3.125	— —	—
114	25.46 25.31	25.385	6.54 6.60	6.570	2.57 2.46	2.515	56.57 56.74	56.655	2.16 3.14	2.650	2.31 2.16	2.235

備考/NOTE 試験所 114 は粉末ペレット法により実施した結果である。/Lab No.114 carried out

Na ₂ O		K ₂ O		TiO ₂		P ₂ O ₅		MnO		SrO		Total
0.273	0.270	0.309	0.312	0.505	0.504	0.074	0.074	0.162	0.162	—	—	100.158
0.268		0.315		0.504		0.074		0.162		—		
0.242	0.244	0.322	0.321	0.500	0.507	0.073	0.074	0.155	0.155	0.069	0.068	99.998
0.245		0.320		0.514		0.075		0.155		0.068		
0.223	0.218	0.323	0.324	0.506	0.506	0.075	0.075	0.160	0.160	—	—	97.343
0.214		0.324		0.506		0.075		0.159		—		
0.240	0.238	0.320	0.318	0.506	0.506	0.076	0.076	0.151	0.152	0.065	0.065	100.027
0.237		0.317		0.506		0.075		0.154		0.065		
0.241	0.240	0.320	0.320	0.504	0.503	0.075	0.075	0.155	0.155	0.069	0.069	100.017
0.240		0.321		0.502		0.075		0.155		0.069		
0.246	0.240	0.320	0.316	0.515	0.512	0.074	0.073	0.155	0.155	0.066	0.066	100.255
0.234		0.313		0.508		0.072		0.155		0.066		
0.231	0.231	0.322	0.322	0.502	0.503	0.074	0.074	0.154	0.154	0.068	0.068	100.231
0.231		0.323		0.504		0.073		0.154		0.068		
0.234	0.234	0.323	0.323	0.496	0.500	0.075	0.076	0.157	0.158	0.063	0.063	99.434
0.234		0.323		0.503		0.076		0.158		0.063		
0.252	0.253	0.310	0.311	0.504	0.502	0.074	0.074	0.163	0.162	0.065	0.065	97.569
0.254		0.312		0.500		0.074		0.162		0.065		
0.232	0.226	0.324	0.325	0.508	0.506	0.074	0.074	0.158	0.158	—	—	97.411
0.221		0.326		0.505		0.074		0.159		—		
0.257	0.249	0.319	0.319	0.512	0.505	0.076	0.076	0.156	0.156	—	—	99.985
0.241		0.319		0.498		0.077		0.155		—		
0.236	0.243	0.330	0.328	0.504	0.507	0.076	0.076	0.157	0.156	0.063	0.064	97.538
0.250		0.326		0.510		0.076		0.156		0.064		
0.241	0.242	0.320	0.320	0.503	0.506	0.080	0.080	0.152	0.152	0.069	0.069	100.036
0.243		0.320		0.508		0.080		0.152		0.069		
0.252	0.248	0.329	0.327	0.492	0.485	0.094	0.086	0.153	0.154	0.070	0.070	100.385
0.244		0.325		0.478		0.079		0.156		0.071		
0.253	0.250	0.320	0.321	0.521	0.520	0.081	0.082	0.155	0.155	0.065	0.065	99.966
0.247		0.322		0.518		0.082		0.155		0.065		
0.244	0.242	0.310	0.311	0.504	0.502	0.075	0.075	0.155	0.154	0.066	0.066	100.224
0.239		0.312		0.501		0.075		0.154		0.067		
0.217	0.208	0.323	0.324	0.506	0.506	0.074	0.074	—	—	—	—	97.362
0.200		0.324		0.505		0.074		—		—		
—	—	0.309	0.310	—	—	—	—	—	—	—	—	98.016
—		0.310		—		—		—		—		
0.240	0.245	0.310	0.310	—	—	—	—	—	—	—	—	99.410
0.250		0.310		—		—		—		—		
0.266	0.262	0.331	0.322	0.502	0.500	0.067	0.066	0.158	0.156	0.066	0.066	99.124
0.259		0.314		0.499		0.066		0.155		0.066		
0.226	0.228	0.345	0.343	0.518	0.513	0.086	0.084	0.164	0.161	0.065	0.065	100.275
0.230		0.341		0.508		0.081		0.158		0.065		
0.253	0.252	0.328	0.328	—	—	—	—	—	—	—	—	96.686
0.251		0.329		—		—		—		—		
0.252	0.256	0.332	0.334	—	—	0.075	0.074	0.159	0.160	—	—	96.728
0.261		0.337		—		0.073		0.162		—		
0.27	0.235	0.32	0.320	—	—	0.08	0.075	—	—	—	—	99.695
0.20		0.32		—		0.07		—		—		
—	—	0.307	0.312	—	—	—	—	—	—	—	—	99.200
—		0.317		—		—		—		—		
0.220	0.230	0.331	0.322	—	—	0.086	0.082	—	—	—	—	98.783
0.241		0.312		—		0.078		—		—		
0.27	0.270	0.33	0.330	0.53	0.525	0.01	0.020	0.16	0.160	0.06	0.060	98.225
0.27		0.33		0.52		0.03		0.16		0.06		
—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
—		—		—		—		—		—		
0.240	0.235	0.330	0.325	0.510	0.505	0.080	0.080	0.160	0.160	0.060	0.060	98.085
0.230		0.320		0.500		0.080		0.160		0.060		
0.66	0.660	0.28	0.275	—	—	—	—	—	—	—	—	96.945
0.66		0.27		—		—		—		—		

xrf-analysis by pellet method.

(3) Sample #1

Laboratory No.	ig.loss	SiO ₂		Al ₂ O ₃		Fe ₂ O ₃		CaO		MgO		SO ₃	
1	1.97	20.896 20.962	20.929	5.103 5.124	5.114	2.984 2.992	2.988	65.905 66.033	65.969	1.360 1.362	1.361	2.233 2.231	2.232
2	1.98	20.845 20.860	20.852	5.100 5.108	5.104	3.022 3.019	3.020	65.920 65.986	65.953	1.355 1.360	1.358	2.203 2.173	2.188
3	2.02	20.916 20.998	20.957	5.102 5.123	5.112	3.020 3.043	3.032	65.792 65.931	65.862	1.328 1.355	1.342	2.179 2.199	2.189
4	1.98	20.826 20.924	20.875	5.091 5.099	5.095	3.047 3.040	3.044	65.875 65.860	65.868	1.368 1.352	1.360	2.247 2.246	2.246
5	1.96	20.898 20.906	20.902	5.125 5.119	5.122	3.040 3.038	3.039	65.931 65.958	65.944	1.362 1.368	1.365	2.223 2.209	2.216
6	2.04	21.086 21.001	21.044	5.136 5.106	5.121	2.994 2.989	2.992	65.993 65.818	65.906	1.342 1.348	1.345	2.236 2.217	2.226
7	1.98	20.930 20.914	20.922	5.101 5.105	5.103	3.032 3.035	3.034	65.725 65.787	65.756	1.368 1.355	1.362	2.215 2.214	2.214
8	1.98	20.989 20.925	20.957	5.132 5.131	5.132	3.032 3.030	3.031	65.802 65.795	65.798	1.378 1.373	1.376	2.206 2.213	2.210
9	2.01	20.829 20.839	20.834	5.097 5.096	5.096	2.981 2.978	2.980	65.863 65.925	65.894	1.357 1.357	1.357	2.228 2.235	2.232
10	2.05	20.956 21.006	20.981	5.064 5.088	5.076	3.011 3.010	3.010	66.160 66.040	66.100	1.380 1.349	1.364	2.211 2.221	2.216
11	1.95	21.008 21.003	21.006	5.142 5.096	5.119	3.056 3.039	3.048	66.004 65.780	65.892	1.364 1.358	1.361	1.971 2.011	1.991
12	1.96	20.946 20.968	20.957	5.111 5.105	5.108	3.046 3.050	3.048	65.803 65.882	65.842	1.339 1.349	1.344	2.176 2.156	2.166
13	1.97	21.092 21.064	21.078	5.115 5.125	5.120	3.064 3.063	3.064	65.726 65.643	65.684	1.374 1.368	1.371	2.202 2.209	2.206
14	2.01	20.930 20.988	20.959	5.128 5.131	5.130	3.097 3.094	3.096	66.161 66.135	66.148	1.372 1.376	1.374	2.207 2.193	2.200
15	2.00	21.038 21.094	21.066	5.102 5.137	5.120	3.037 3.055	3.046	65.763 65.962	65.862	1.323 1.345	1.334	2.147 2.177	2.162
16	1.96	20.973 20.951	20.962	5.130 5.116	5.123	3.039 3.037	3.038	65.826 65.718	65.772	1.382 1.374	1.378	2.215 2.212	2.214
101	-	21.009 20.924	20.966	5.104 5.095	5.100	2.989 2.976	2.982	66.017 65.836	65.926	1.355 1.338	1.346	2.458 2.476	2.467
102	2.00	21.306 21.338	21.322	5.147 5.145	5.146	3.052 3.053	3.052	67.380 67.387	67.384	1.382 1.386	1.384	2.514 2.520	2.517
103	2.04	20.890 21.000	20.995	5.050 5.050	5.050	3.000 3.020	3.010	66.020 65.990	66.005	1.440 1.500	1.470	2.240 2.240	2.240
104	1.74	21.001 20.899	20.950	5.107 5.072	5.090	3.017 2.977	2.997	65.574 65.439	65.506	1.371 1.361	1.366	2.169 2.140	2.154
105	2.00	20.777 20.694	20.736	5.107 5.062	5.084	2.967 2.965	2.966	65.120 65.061	65.090	1.389 1.389	1.389	2.200 2.185	2.192
106	2.06	20.512 20.429	20.470	5.058 5.051	5.054	2.979 2.968	2.974	64.670 64.542	64.606	1.334 1.335	1.334	2.180 2.155	2.168
107	2.02	21.354 21.305	21.330	5.367 5.356	5.362	3.173 3.142	3.158	66.389 66.335	66.362	1.438 1.459	1.448	2.255 2.224	2.240
108	1.95	21.00 21.02	21.010	5.12 5.12	5.120	3.00 3.00	3.000	65.91 65.85	65.880	1.36 1.37	1.365	2.22 2.23	2.225
109	2.00	20.783 20.817	20.800	5.065 5.065	5.065	2.998 2.995	2.996	65.852 65.905	65.878	1.346 1.354	1.350	2.113 2.101	2.107
110	-	20.590 20.631	20.610	4.781 4.941	4.861	2.930 2.973	2.952	65.161 65.083	65.122	1.292 1.351	1.322	2.211 2.170	2.190
111	-	20.73 20.71	20.720	4.77 4.76	4.765	2.98 2.97	2.975	64.69 64.70	64.695	1.68 1.74	1.710	2.06 2.04	2.050
112	-	20.86 20.90	20.880	5.65 5.71	5.680	2.92 2.92	2.920	64.82 65.00	64.910	1.30 1.28	1.290	1.99 1.85	1.920
113	2.03	20.780 20.850	20.815	5.160 5.110	5.135	3.010 3.030	3.020	65.400 65.540	65.470	1.440 1.420	1.430	2.230 2.160	2.195
114	-	20.69 21.34	21.015	5.02 5.21	5.115	3.22 3.45	3.335	66.11 66.58	66.345	1.08 1.01	1.045	2.38 2.31	2.345

備考/NOTE 試験所 114 は粉末ペレット法により実施した結果である。/Lab No.114 carried out

Na ₂ O		K ₂ O		TiO ₂		P ₂ O ₅		MnO		SrO		Total
0.214	0.208	0.463	0.454	0.308	0.309	0.241	0.242	0.097	0.097	—	—	99.903
0.202		0.444		0.310		0.242		0.097		—		
0.211	0.210	0.500	0.500	0.314	0.315	0.241	0.239	0.096	0.095	0.048	0.048	99.882
0.208		0.499		0.316		0.237		0.094		0.048		
0.191	0.190	0.499	0.500	0.320	0.318	0.232	0.232	0.094	0.094	—	—	99.828
0.188		0.500		0.315		0.233		0.094		—		
0.213	0.209	0.496	0.500	0.320	0.323	0.239	0.240	0.095	0.096	0.048	0.048	99.904
0.205		0.504		0.326		0.242		0.096		0.047		
0.210	0.210	0.491	0.490	0.316	0.316	0.238	0.238	0.096	0.096	0.049	0.049	99.987
0.211		0.490		0.316		0.239		0.096		0.049		
0.236	0.227	0.521	0.516	0.317	0.314	0.244	0.244	0.092	0.092	0.045	0.045	100.072
0.218		0.510		0.311		0.243		0.092		0.045		
0.205	0.202	0.494	0.494	0.319	0.319	0.238	0.238	0.096	0.096	0.048	0.048	99.788
0.200		0.494		0.319		0.237		0.097		0.048		
0.193	0.193	0.495	0.494	0.318	0.316	0.237	0.238	0.092	0.094	0.046	0.046	99.885
0.193		0.493		0.315		0.238		0.095		0.046		
0.209	0.209	0.504	0.504	0.307	0.308	0.238	0.240	0.097	0.097	0.044	0.044	99.795
0.209		0.505		0.310		0.241		0.097		0.044		
0.170	0.177	0.499	0.500	0.317	0.316	0.247	0.242	0.097	0.097	—	—	100.079
0.184		0.500		0.315		0.237		0.097		—		
0.194	0.194	0.522	0.518	0.320	0.318	0.236	0.238	0.097	0.096	—	—	99.781
0.193		0.515		0.315		0.239		0.095		—		
0.205	0.206	0.484	0.485	0.317	0.320	0.235	0.235	0.091	0.091	0.053	0.054	99.856
0.208		0.486		0.323		0.235		0.091		0.054		
0.212	0.213	0.493	0.494	0.313	0.312	0.246	0.246	0.094	0.094	0.049	0.049	99.931
0.214		0.494		0.312		0.245		0.095		0.049		
0.213	0.213	0.493	0.492	0.300	0.304	0.246	0.246	0.095	0.095	0.050	0.050	100.307
0.213		0.492		0.309		0.247		0.095		0.050		
0.187	0.182	0.490	0.492	0.311	0.312	0.244	0.245	0.097	0.096	0.047	0.047	99.964
0.176		0.493		0.314		0.246		0.095		0.047		
0.205	0.208	0.503	0.504	0.319	0.318	0.240	0.238	0.093	0.094	0.048	0.048	99.897
0.211		0.506		0.318		0.236		0.094		0.048		
0.162	0.152	0.500	0.500	0.311	0.310	0.239	0.237	—	—	—	—	99.986
0.142		0.499		0.308		0.235		—		—		
—	—	0.517	0.516	—	—	—	—	—	—	—	—	101.321
—		0.515		—		—		—		—		
0.260	0.260	0.510	0.510	—	—	—	—	—	—	—	—	99.540
0.260		0.510		—		—		—		—		
0.135	0.132	0.503	0.494	0.313	0.310	0.234	0.232	0.092	0.092	0.044	0.044	99.367
0.130		0.484		0.306		0.230		0.093		0.044		
0.215	0.218	0.508	0.510	0.309	0.310	0.240	0.237	0.096	0.095	0.043	0.043	98.870
0.221		0.511		0.310		0.234		0.094		0.043		
0.201	0.203	0.491	0.490	—	—	—	—	—	—	—	—	97.299
0.205		0.489		—		—		—		—		
0.265	0.270	0.510	0.510	—	—	0.237	0.237	0.081	0.086	—	—	101.003
0.275		0.510		—		0.237		0.091		—		
0.13	0.130	0.49	0.490	—	—	0.24	0.240	—	—	—	—	99.460
0.13		0.49		—		0.24		—		—		
—	—	0.504	0.500	—	—	—	—	—	—	—	—	98.696
—		0.497		—		—		—		—		
0.243	0.232	0.490	0.500	—	—	0.230	0.234	—	—	—	—	98.023
0.220		0.511		—		0.238		—		—		
0.25	0.255	0.50	0.500	0.35	0.345	0.32	0.310	0.10	0.100	0.04	0.040	98.465
0.26		0.50		0.34		0.30		0.10		0.04		
0.23	0.230	0.51	0.510	—	—	—	—	—	—	—	—	98.340
0.23		0.51		—		—		—		—		
0.210	0.205	0.510	0.510	0.340	0.340	0.240	0.240	0.100	0.100	0.040	0.040	99.500
0.200		0.510		0.340		0.240		0.100		0.040		
0.64	0.645	0.44	0.430	—	—	—	—	—	—	—	—	100.275
0.65		0.42		—		—		—		—		

xrf-analysis by pellet method.

(4) Sample #2

Laboratory No.	ig. loss	SiO ₂		Al ₂ O ₃		Fe ₂ O ₃		CaO		MgO		SO ₃	
1	0.09	26.015 26.029	26.022	8.827 8.838	8.832	1.623 1.625	1.624	56.064 55.987	56.026	3.340 3.338	3.339	2.901 2.895	2.898
2	0.21	25.839 25.812	25.826	8.768 8.762	8.765	1.629 1.623	1.626	56.130 56.152	56.141	3.318 3.300	3.309	2.903 2.907	2.905
3	0.63	25.987 26.002	25.994	8.816 8.816	8.816	1.556 1.561	1.558	56.244 56.257	56.250	3.288 3.294	3.291	— —	—
4	0.18	25.990 26.005	25.998	8.781 8.786	8.784	1.643 1.648	1.646	55.904 55.887	55.896	3.325 3.320	3.322	2.920 2.912	2.916
5	0.19	25.955 25.936	25.946	8.805 8.797	8.801	1.624 1.621	1.622	56.205 56.122	56.164	3.310 3.314	3.312	2.879 2.897	2.888
6	0.12	26.196 26.130	26.163	8.966 8.983	8.984	1.638 1.616	1.627	56.229 56.179	56.204	3.382 3.371	3.376	2.857 2.805	2.831
7	0.11	25.999 25.984	25.992	8.820 8.826	8.823	1.607 1.607	1.607	56.058 56.060	56.059	3.359 3.345	3.352	2.949 2.947	2.948
8	0.14	26.014 26.075	26.044	8.774 8.775	8.774	1.509 1.510	1.510	55.622 55.636	55.629	3.345 3.343	3.344	2.682 2.685	2.684
9	0.16	25.913 25.901	25.907	8.773 8.760	8.766	1.627 1.629	1.628	56.014 56.004	56.009	3.320 3.324	3.322	2.890 2.887	2.888
10	0.30	25.979 25.898	25.938	8.766 8.782	8.774	1.628 1.626	1.627	56.191 55.987	56.089	3.286 3.297	3.292	2.898 2.908	2.903
11	0.14	25.942 25.875	25.908	8.683 8.748	8.716	1.621 1.606	1.614	56.137 56.017	56.077	3.272 3.289	3.280	2.704 2.742	2.723
12	0.12	26.048 26.009	26.028	8.771 8.816	8.794	1.594 1.566	1.580	56.012 55.897	55.954	3.343 3.316	3.330	— —	—
13	0.11	26.099 26.110	26.104	8.861 8.797	8.829	1.625 1.632	1.628	55.848 55.957	55.902	3.312 3.319	3.316	2.958 2.971	2.964
14	0.12	26.111 26.017	26.064	8.832 8.792	8.812	1.637 1.643	1.640	56.077 56.138	56.108	3.313 3.312	3.312	2.978 2.965	2.972
15	0.08	26.152 26.149	26.150	8.879 8.855	8.867	1.634 1.638	1.636	55.843 55.796	55.820	3.316 3.276	3.296	2.906 2.945	2.926
16	0.11	26.025 26.012	26.018	8.791 8.809	8.800	1.611 1.612	1.612	56.236 56.186	56.211	3.308 3.323	3.316	2.946 2.922	2.934
101	—	26.035 26.012	26.024	8.786 8.773	8.780	1.613 1.608	1.610	56.202 56.175	56.188	3.306 3.295	3.300	2.515 2.392	2.454
102	0.08	25.904 25.941	25.922	8.750 8.721	8.736	1.597 1.596	1.596	56.245 56.270	56.258	3.339 3.348	3.344	1.619 1.617	1.618
103	0.13	26.010 25.970	25.990	8.790 8.820	8.805	1.640 1.650	1.645	56.020 56.020	56.020	3.430 3.380	3.405	2.890 2.900	2.895
104	0.00	25.998 25.960	25.979	8.766 8.788	8.777	1.638 1.627	1.632	56.102 56.057	56.080	3.310 3.304	3.307	1.814 1.778	1.796
105	0.11	26.149 26.174	26.162	8.796 8.841	8.818	1.620 1.628	1.624	56.355 56.380	56.368	3.363 3.380	3.372	2.911 2.897	2.904
106	0.27	25.930 26.012	25.971	8.765 8.842	8.804	1.565 1.578	1.572	55.887 56.074	55.980	3.278 3.289	3.284	— —	—
107	0.09	26.254 26.264	26.259	8.888 8.878	8.883	1.503 1.531	1.517	56.852 56.832	56.842	3.031 3.001	3.016	— —	—
108	0.10	26.08 26.06	26.070	8.76 8.75	8.755	1.63 1.63	1.630	56.27 56.17	56.220	3.34 3.29	3.315	2.86 2.89	2.875
109	0.07	26.126 26.167	26.146	8.862 8.843	8.852	1.637 1.689	1.663	56.428 56.570	56.499	3.341 3.353	3.347	1.709 1.619	1.664
110	—	26.152 26.051	26.102	8.830 8.890	8.860	1.661 1.680	1.670	56.360 56.201	56.280	3.251 3.292	3.272	2.030 2.010	2.020
111	—	25.87 26.05	25.960	8.64 8.70	8.670	1.62 1.63	1.625	56.44 56.44	56.440	3.54 3.57	3.555	1.56 1.55	1.555
112	—	— —	—	— —	—	— —	—	— —	—	— —	—	— —	—
113	0.21	25.900 25.950	25.925	8.710 8.710	8.710	1.560 1.600	1.580	55.850 55.910	55.880	3.190 3.200	3.195	— —	—
114	—	26.61 27.59	27.100	6.73 6.88	6.805	2.16 2.10	2.130	55.15 56.17	55.660	4.37 4.18	4.275	2.55 2.42	2.485

備考/NOTE 試験所 114 は粉末ペレット法により実施した結果である。/Lab No. 114 carried out

Na ₂ O		K ₂ O		TiO ₂		P ₂ O ₅		MnO		SrO		Total
0.254	0.254	0.400	0.398	0.398	0.398	0.237	0.237	0.098	0.098	-----		100.126
0.254		0.397		0.397		0.237		0.098		-----		
0.230	0.229	0.429	0.428	0.387	0.390	0.235	0.236	0.089	0.089	0.050	0.050	99.994
0.228		0.428		0.393		0.236		0.089		0.051		
0.206	0.208	0.431	0.431	0.402	0.401	0.238	0.238	0.096	0.096	-----		97.283
0.209		0.431		0.400		0.238		0.096		-----		
0.218	0.218	0.417	0.417	0.390	0.392	0.242	0.241	0.087	0.086	0.049	0.049	99.965
0.218		0.417		0.393		0.240		0.086		0.049		
0.216	0.216	0.432	0.431	0.387	0.388	0.239	0.238	0.088	0.088	0.051	0.050	100.144
0.215		0.430		0.388		0.237		0.088		0.050		
0.195	0.193	0.423	0.424	0.393	0.391	0.234	0.231	0.090	0.090	0.051	0.051	100.565
0.191		0.424		0.389		0.228		0.090		0.051		
0.212	0.211	0.431	0.432	0.393	0.391	0.238	0.238	0.086	0.086	0.050	0.050	100.189
0.210		0.432		0.389		0.237		0.087		0.050		
0.223	0.220	0.426	0.426	0.401	0.402	0.237	0.238	0.094	0.094	0.050	0.050	99.415
0.217		0.425		0.403		0.238		0.094		0.050		
0.230	0.230	0.413	0.413	0.396	0.398	0.234	0.234	0.098	0.098	0.052	0.052	99.945
0.230		0.413		0.399		0.233		0.099		0.052		
0.206	0.210	0.429	0.429	0.400	0.400	0.234	0.234	0.095	0.096	-----		99.992
0.213		0.429		0.400		0.235		0.096		-----		
0.192	0.196	0.421	0.422	0.379	0.382	0.241	0.242	0.090	0.090	-----		99.650
0.200		0.423		0.384		0.242		0.089		-----		
0.225	0.227	0.414	0.416	0.398	0.395	0.230	0.230	0.086	0.086	0.058	0.058	97.098
0.229		0.419		0.392		0.231		0.085		0.057		
0.216	0.216	0.428	0.430	0.408	0.402	0.244	0.246	0.084	0.084	0.051	0.051	100.172
0.217		0.431		0.396		0.247		0.084		0.051		
0.216	0.215	0.433	0.433	0.380	0.380	0.248	0.248	0.086	0.086	0.051	0.051	100.321
0.214		0.433		0.379		0.247		0.086		0.051		
0.196	0.200	0.431	0.432	0.384	0.383	0.246	0.246	0.088	0.088	0.048	0.048	100.092
0.204		0.434		0.382		0.246		0.088		0.048		
0.213	0.217	0.422	0.423	0.378	0.382	0.241	0.240	0.088	0.088	0.049	0.049	100.290
0.221		0.424		0.385		0.239		0.087		0.049		
0.197	0.194	0.426	0.428	0.395	0.395	0.238	0.238	-----	-----	-----	-----	99.611
0.190		0.430		0.395		0.238		-----	-----	-----	-----	
-----	-----	0.425	0.426	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	97.900
-----		0.427		-----		-----		-----		-----		
0.250	0.250	0.420	0.415	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	99.425
0.250		0.410		-----		-----		-----		-----		
0.199	0.194	0.433	0.425	0.392	0.390	0.229	0.226	0.093	0.092	0.055	0.054	98.952
0.189		0.417		0.389		0.222		0.092		0.054		
0.248	0.250	0.442	0.445	0.392	0.390	0.249	0.244	0.096	0.096	0.053	0.052	100.725
0.253		0.448		0.387		0.240		0.097		0.052		
0.243	0.241	0.433	0.432	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	96.284
0.239		0.432		-----		-----		-----		-----		
0.241	0.242	0.411	0.410	-----	-----	0.049	0.049	0.100	0.099	-----	-----	97.317
0.243		0.410		-----		0.049		0.098		-----		
0.140	0.150	0.430	0.430	-----	-----	0.230	0.230	-----	-----	-----	-----	99.675
0.160		0.430		-----		0.230		-----		-----		
-----	-----	0.424	0.426	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	98.597
-----		0.428		-----		-----		-----		-----		
0.232	0.222	0.421	0.420	-----	-----	0.243	0.248	-----	-----	-----	-----	99.094
0.211		0.420		-----		0.253		-----		-----		
0.230	0.240	0.440	0.445	0.440	0.435	0.270	0.285	0.100	0.095	0.050	0.050	99.355
0.250		0.450		0.430		0.300		0.090		0.050		
-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----
-----		-----		-----		-----		-----		-----		
0.280	0.275	0.430	0.430	0.400	0.400	0.240	0.235	0.100	0.100	0.050	0.050	96.780
0.270		0.430		0.400		0.230		0.100		0.050		
0.640	0.645	0.360	0.360	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	99.460
0.650		0.360		-----		-----		-----		-----		

xrf-analysis by pellet method.

・アンケート結果

参加試験所に対し、アンケートをお願いした結果、国内 13 試験所、国外 12 試験所から回答が得られた(一部未回答の項目あり)。以下にアンケートの取りまとめ結果を示す。なお、ガラスビード調製条件や測定条件において、装置に起因すると考えられたところについては比較を行わなかった。

Questionnaire result

A questionnaire was sent to the participating laboratories, and responses were received from 13 Japanese laboratories and 12 foreign laboratories (including some responses where the questionnaire was only partially completed). The summarized results of the questionnaire are shown below, excluding items considered to have originated in individual equipment as to the bead preparation conditions or measurement conditions.

(1) 融剤の種類/Variety of fluxes

	融剤の種類/Flux to be used	回答数/Replies
Japan	$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$: 100%	11
	$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$: 90%、 LiF : 10%	1
Outside Japan	$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$: 100%	6
	$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$: 66%、 LiBO_2 : 34%	2
	$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$: 75%、 LiBO_2 : 25%	1
	$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$: 66.67%、 LiBO_2 : 32.83%、 LiBr : 0.50%	1

(2) 試料/融剤比/Flux to sample ratio

	試料を 1 とした時の 融剤の比率/ Flux ratio to one mass fraction of sample	回答数/ Replies
Japan	2	1
	3	2
	4	6
	6	2
	7.1	1
	8	1
Outside Japan	0.2	1
	0.5	1
	3	1
	4	2
	4.5	1
	5	1
	5.07	1
	6	1
	9.3	1
	10	1
	15.7	1

(3) 溶融温度/Fusion temperature

	溶融温度の範囲/Range of fusion temperature	回答数/ Replies
Japan	$1050^\circ\text{C} >$	0
	$1050^\circ\text{C} \sim 1100^\circ\text{C}$	11
	$1100^\circ\text{C} <$	2
Outside Japan	$1050^\circ\text{C} >$	2
	$1050^\circ\text{C} \sim 1100^\circ\text{C}$	8
	$1100^\circ\text{C} <$	1

(4) バックグラウンド補正の実施/

Background correction

	バックグラウンド補正 /Background correction	回答数 Replies
Japan	適用 (Applied)	9
	非適用 (Not applied)	4
Outside Japan	適用 (Applied)	2
	非適用 (Not applied)	10

(5) 共存成分効果補正の実施/

Correction for inter-element effect

	共存成分効果補正 /Correction for inter-element effect	回答数 Replies
Japan	適用 (Applied)	6
	非適用 (Not applied)	6
Outside Japan	適用 (Applied)	2
	非適用 (Not applied)	10

・ 共同試験における配布文書(参考)

参考として、共同試験の実施にあたり、国内外に発信した文書一式を参考として掲載する。なお、国内への配布資料は日本語版のみ、国外への配布資料は英語版のみの掲載である。

配布文書

- ・ 参加募集案内
- ・ 共同試験要項
- ・ 共同試験結果報告用紙

Distributed documents for the interlaboratory testing program (Reference)

For reference, all documents for the interlaboratory testing program are included after the next page. Documents written in Japanese were distributed to the Japanese laboratories; the ones written in English were distributed to the laboratories outside Japan.

Distributed documents

- ・ Announcement
- ・ Instruction
- ・ Result sheet

2004年10月22日

2004-0C セメント共同試験

蛍光X線分析試験 参加試験機関 各位

社団法人 セメント協会
セメント化学専門委員会
委員長 羽原 俊祐

「セメントの蛍光X線分析方法の国際共同試験」に関するご案内

拝啓 時下ますますご清栄のこととお喜び申し上げます。

「セメントの蛍光X線分析」は、2002年7月にJIS R 5204:2002「セメントの蛍光X線分析方法」として制定され、本年6月にISO/TC74国内審議委員会はISOに対し「セメントの蛍光X線分析方法の開発」を新規業務項目として、正式に提案いたしました。その際、JIS R 5204を原案として添付致しました。

セメント協会／セメント化学専門委員会はこの提案に伴い、本年度の活動の一つとして標記の国際共同試験を企画いたしました。本国際共同試験はアジアの国々にJIS R 5204を紹介し、セメントの蛍光X線分析方法の国際規格化への協力を得ることならびにアジアの国々とのネットワーク形成を図ることを目的と致しております

2004-0C セメント共同試験におきまして、蛍光X線分析に参加されているとは存じますが、本共同試験にもご参加いただきたくご案内申し上げます。

敬具

記

1. 試験の名称 セメントの蛍光X線分析方法の国際共同試験
2. 試験要項 別紙 “セメントの蛍光X線分析方法の国際共同試験要項”をご覧ください。
3. 試験試料 2試料(ポルトランドセメントおよび高炉セメントB種相当の試製セメント)
4. 参加料金 無料 ただし、蛍光X線分析用セメント標準試料 601A およびセメント認証標準物質 JCA-CRM-1 および2をご準備ください。
5. 試験開始予定 2004年11月頃(試料到着後、着手)
6. 試験結果の報告 2005年2月末まで
7. 共同試験結果報告書 2005年6月頃配布の予定
8. 参加申込み

参加をご希望される場合は、9.に示す事務局宛、添付の参加申込み用紙にご記入の上、FAXにてお申込みいただくか、“「セメントの蛍光X線分析方法の国際共同試験」に参加。”とご明記の上、ご担当者のお名前、ご所属、ご住所、お電話、FAX番号およびE-mailアドレスをE-mailにてご送信下さい。折り返し、試験試料、試験結果報告用紙をお送りいたします。

9. 申込み・問い合わせ先

社団法人セメント協会 セメント化学専門委員会事務局

〒114-0003 東京都北区豊島 4-17-33

社団法人セメント協会 研究所 セメント基礎・環境グループ 安斎浩幸

TEL:03-3914-2694

FAX:03-3914-2690

E-mail: hiroyuki-anzai@jcassoc.or.jp

以上

(別紙)

セメントの蛍光X線分析方法の国際共同試験要項

1. 配布試料

2 試料の試験試料を配布します。Sample #1 はポルトランドセメント、Sample #2 はポルトランドセメントに高炉スラグを混合して調製した試製セメントで高炉セメントB種に相当します。試料は試験前によく混合してから使用してください。

2. 測定項目

測定項目は蛍光X線分析による SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , CaO , MgO , SO_3 , Na_2O , K_2O , TiO_2 , P_2O_5 , MnO , SrO の12成分と強熱減量です。ただし、Sample #2 の SO_3 は適用外といたします。

なお、強熱減量は JIS R 5204 の 10.4 に規定する硫化物や低次の硫黄酸化物の酸化に対する補正を行わず、975℃で強熱した強熱減量をご報告下さい。

3. 留意事項

本共同試験における蛍光X線分析は JIS R 5204「セメントの蛍光X線分析方法」により実施してください。その際、下記の事項にご注意下さい。

- (1) 検量線の作成に際し、検量線用試料は蛍光X線分析用セメント標準試料 601A を使用してください。検量線試料の数は JIS R 5204 に従い、7 種類以上であれば結構です。
- (2) 検量線の検定は認証標準物質 JCA-CRM-1、JCA-CRM-2 の2種類を必ず用いて行ってください。(JIS R 5204 では1種類以上となっております。)
- (3) 蛍光X線分析による定量結果は JIS R 5204 の 13.4 の f) に規定する定量値をご報告下さい。14. に規定する分析値ではないのでご注意ください。

4. 試験結果の報告

試験結果報告用紙(試料とともに配布)に試験結果を記入し、2005年2月末日までに、事務局までご報告下さい。なお、試験結果のうち、共同試験試料の定量結果と JCA-CRM-1、JCA-CRM-2 の2種類の認証標準物質による検量線の検定結果は必須報告事項になります。それ以外の試験条件等に関する事項は任意報告事項です。

5. 共同試験結果報告先ならびに試験に関するお問合せ先

社団法人セメント協会 セメント化学専門委員会事務局

〒114-0003 東京都北区豊島 4-17-33

社団法人セメント協会 研究所 セメント基礎・環境グループ 安斎浩幸

TEL:03-3914-2694 FAX:03-3914-2690

E-mail: hiroyuki-anzai@jcassoc.or.jp

FAX : 03-3914-2690

宛先：社団法人セメント協会 研究所 セメント基礎・環境グループ 安斎浩幸

2004 年 月 日

セメントの蛍光X線分析方法の国際共同試験

参加申込書

「セメントの蛍光X線分析方法の国際共同試験」に参加します。

ご担当者 お名前 _____
ご所属 _____
ご住所 _____
お電話 _____
FAX 番号 _____
E-mail アドレス _____

以上

セメントの蛍光X線分析方法の国際共同試験要項

1. 試験試料

2 試料の試験試料を配布します。Sample #1 はポルトランドセメント、Sample #2 はポルトランドセメントに高炉スラグを混合して調製した試製セメントで高炉セメントB種に相当します。試料は試験前によく混合してから使用してください。

2. 測定項目

測定項目は蛍光X線分析による SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , CaO , MgO , SO_3 , Na_2O , K_2O , TiO_2 , P_2O_5 , MnO , SrO の 12 成分と強熱減量です。この中で、Sample #2 の SO_3 は規格上では適用外ですが、本共同試験では定量し、報告して下さい[※]。

なお、強熱減量は JIS R 5204 の 10.4 に規定する硫化物や低次の硫黄酸化物の酸化に対する補正を行わず、975℃で強熱した強熱減量をご報告下さい。

注) 参加募集案内時には Sample #2 の SO_3 は適用外とお伝え致しております。

3. 留意事項

本共同試験における蛍光X線分析は JIS R 5204 「セメントの蛍光X線分析方法」により実施してください。その際、下記の事項にご注意下さい。

- (1) 検量線の作成に際し、検量線用試料は蛍光X線分析用セメント標準試料 601A を使用してください。検量線試料の数は JIS R 5204 に従い、7 種類以上であれば結構です。
- (4) 検量線の検定は認証標準物質 JCA-CRM-1、JCA-CRM-2 の 2 種類を必ず用いて行ってください。(JIS R 5204 では 1 種類以上となっております。)
- (5) 定量結果は JIS R 5204 の 13.4 の f) に規定する定量値をご報告下さい。14. に規定する「分析値」ではないのでご注意ください。

4. 試験結果の報告

試験結果報告用紙(試料とともに配布)に試験結果を記入し、2005 年 2 月末日までに、事務局にご報告下さい。必須の報告事項は、報告用紙の「1. 検量線の検定結果」および「2. 試験試料の定量結果」です。3. ～7. は任意の報告事項です。

5. 共同試験結果の報告先ならびにお問合せ先

社団法人セメント協会 セメント化学専門委員会事務局

〒114-0003 東京都北区豊島 4-17-33

TEL:03-3914-2694 FAX:03-3914-2690

セメント基礎・環境グループ

青木尚樹 (naoki-aoki@jcassoc.or.jp)

安斎浩幸 (hiroyuki-anzai@jcassoc.or.jp)

セメントの蛍光X線分析国際共同試験試験結果報告用紙

報告日 _____
 報告者名 _____
 試験所名 _____

1. 検量線の検定結果

1.1 併行許容差

(1) JCA-CRM-1

(単位: 質量%)

化学成分	定量値			2つの定量値の差	JIS R 5204 の 15.1 により求まる併行許容差
	No.1	No.2	平均値		
SiO ₂					
Al ₂ O ₃					
Fe ₂ O ₃					
CaO					
MgO					
SO ₃					
Na ₂ O					
K ₂ O					
TiO ₂					
P ₂ O ₅					
MnO					
SrO					

注：定量値は小数点以下 3 桁で報告して下さい。なお、併行許容差を求める際には、小数点以下 3 桁の定量値の平均値を用いて計算して下さい（JIS R 5204 の 15.1 の式(11)）。

(2) JCA-CRM-2

(単位: 質量%)

化学成分	定量値			2つの定量値の差	JIS R 5204 の 15.1 により求まる併行許容差
	No.1	No.2	平均値		
SiO ₂					
Al ₂ O ₃					
Fe ₂ O ₃					
CaO					
MgO					
SO ₃					
Na ₂ O					
K ₂ O					
TiO ₂					
P ₂ O ₅					
MnO					
SrO					

注：定量値は小数点以下 3 桁で報告して下さい。なお、併行許容差を求める際には、小数点以下 3 桁の定量値の平均値を用いて計算して下さい（JIS R 5204 の 15.1 の式(11)）。

1.2 対標準物質許容差

(1) JCA-CRM-1

(単位: 質量%)

化学成分	2つの定量値の 平均値	認証値	2つの定量値の 平均値と 認証値との差	JIS R 5204 の 15.2 に規定する 対標準物質許容差
SiO ₂		20.99		0.15
Al ₂ O ₃		5.26		0.08
Fe ₂ O ₃		2.67		0.08
CaO		65.21		0.25
MgO		2.13		0.08
SO ₃		2.05		0.08
Na ₂ O		0.26		0.02
K ₂ O		0.56		0.03
TiO ₂		0.35		0.02
P ₂ O ₅		0.28		0.02
MnO		0.06		0.02
SrO		0.05		0.02

注: 定量値の平均値は小数点以下2桁に丸めて報告して下さい。

(2) JCA-CRM-2

(単位: 質量%)

化学成分	2つの定量値の 平均値	認証値	2つの定量値の 平均値と 認証値との差	JIS R 5204 の 15.2 に規定する 対標準物質許容差
SiO ₂		25.66		0.15
Al ₂ O ₃		8.94		0.08
Fe ₂ O ₃		2.08		0.08
CaO		56.33		0.25
MgO		3.05		0.08
SO ₃		-		-
Na ₂ O		0.24		0.02
K ₂ O		0.31		0.02
TiO ₂		0.50		0.03
P ₂ O ₅		0.07		0.02
MnO		0.15		0.02
SrO		0.07		0.02

注: 定量値の平均値は小数点以下2桁に丸めて報告して下さい。

2.試験試料の定量結果

(1) Sample #1

(単位: 質量%)

化学成分	定量値			2つの定量値の差	JIS R 5204 の 15.1 により求まる 併行許容差
	No.1	No.2	平均値		
SiO ₂					
Al ₂ O ₃					
Fe ₂ O ₃					
CaO					
MgO					
SO ₃					
Na ₂ O					
K ₂ O					
TiO ₂					
P ₂ O ₅					
MnO					
SrO					
強熱減量				—	—

注: (1) 定量値は小数点以下 3 桁で報告して下さい。なお、併行許容差を求める際には、小数点以下 3 桁の定量値の平均値を用いて計算して下さい(JIS R 5204 の 15.1 の式(11))。

(2) 強熱減量値は 1 測定の結果で結構です。報告は小数点以下 2 桁に丸めて報告して下さい。

(2) Sample #2

(単位: 質量%)

化学成分	定量値			2つの定量値の差	JIS R 5204 の 15.1 により求まる 併行許容差
	No.1	No.2	平均値		
SiO ₂					
Al ₂ O ₃					
Fe ₂ O ₃					
CaO					
MgO					
SO ₃					
Na ₂ O					
K ₂ O					
TiO ₂					
P ₂ O ₅					
MnO					
SrO					
強熱減量				—	—

注: (1) 定量値は小数点以下 3 桁で報告して下さい。なお、併行許容差を求める際には、小数点以下 3 桁の定量値の平均値を用いて計算して下さい(JIS R 5204 の 15.1 の式(11))。

(2) 強熱減量値は 1 測定の結果で結構です。報告は小数点以下 2 桁に丸めて報告して下さい。

「任意の報告事項」

以下の事項は任意の報告事項です。今後の参考とさせていただきますので、ご協力をお願い致します。

3. ガラスビード調製条件

- (1) 融剤名 (例、四ほう酸リチウム 100%) _____
- (2) 試料と融剤の混合率 試料：融剤 = _____：
- (3) 熔融温度 _____
- (4) 熔融時間 (分) _____
- (5) ガラスビード調製装置の炉の形式 (例、高周波炉) _____
- (6) ガラスビード調製容器の形式 (例、熔融るつぼと成型型を兼ねる容器) _____

4. 測定条件

(1) 蛍光X線分析装置

装置の型式 _____

装置の製造社名 _____

蛍光X線分析の形式 ☐ 波長分散型 ☐ エネルギー分散型

X線管球の種類 _____

(2) 測定条件

印加電圧および電流 _____

X線通路 (例、真空) _____

バックグラウンド補正 ☐ 適用 ☐ 未適用

分析成分	スペクトル	波長[nm]	分光結晶	検出器	積分時間 [sec]
SiO ₂					
Al ₂ O ₃					
Fe ₂ O ₃					
CaO					
MgO					
SO ₃					
Na ₂ O					
K ₂ O					
TiO ₂					
P ₂ O ₅					
MnO					
SrO					

(1) 検量線の作成に用いたセメント標準試料 601A の試料番号 (例、XRF-1,3,5)

(2) 共存成分効果補正 ☐ 適用 ☐ 未適用

(1) 試料の定量を行った日時は

(2) ドリフト補正 ☐ 適用 ☐ 未適用

蛍光X線分析方法および標準試料に関しましてご意見がございましたらお書き下さい。

This image shows a single sheet of white paper with horizontal ruling lines. The lines are evenly spaced and run across the width of the page. There are no margins, text, or other markings on the paper.

—55—

Dear ISO/TC74 members in Asia

**The inter-laboratory testing program of the chemical analysis of cement by x-ray
fluorescence**

I would like to announce the inter-laboratory testing program of the chemical analysis of cement by x-ray fluorescence (XRF). This program is planned and conducted by the committee on cement chemistry, Japan Cement Association (JCA).

The XRF method for cement has been investigated in Japan since 1998. The details of the development are mentioned in the attached outline of this program. As the result of the development, the national standard of chemical analysis of cement by x-ray fluorescence was established in 2002, and the Japanese National Committee for ISO/TC74 (J/TC74) submitted the new work item proposal for the development of the chemical analysis method of cement by XRF to the ISO/TC74 in June 2004.

If the proposal is accepted, the development of the XRF method will start at the preparatory stage. JCA, secretariat of J/TC74, would like to develop the XRF method with Asian members.

On the basis of the background above-mentioned, the committee on cement chemistry of JCA decided to conduct the inter-laboratory testing program of the chemical analysis of cement by XRF, and to invite ISO/TC74 members in Asia to participate in the program. I hope that many Asian members will participate in this program, and that technical exchange among Asian members will be promoted through the inter-laboratory testing.

Best Regards

H. Yanagihara

Hirohiko Yanagihara

General manager

Japan Cement Association R & D Laboratory

The outline of the inter-laboratory testing program of the chemical analysis of cement by x-ray fluorescence

1.Introduction

ISO 680:1990 was published as reference chemical analysis method of cement. As ISO 680:1990 is a wet analysis method consisted of gravimetric method, photoloric method and titration, it requires a longer test period and experienced chemical technicians to analyze cements with high accuracy.

The chemical analysis method by x-ray fluorescence (XRF method) can be carried out more rapidly than the wet analysis method. The accuracy of the XRF method has been improving with new technologically advanced equipment and with the use of many reference materials.

In the view of matters above-mentioned, JCA has investigated the XRF method since 1998, and the national standard of chemical analysis of cement by x-ray fluorescence (JIS R 5204:2002) was established in Japan. And then, the Japanese National Committee for ISO/TC74 (J/TC74) submitted the new work item proposal for the development of the chemical analysis of cement by x-ray fluorescence to the ISO in this June. J/TC74 attached the draft of the XRF method to the proposal at the same time.

This inter-laboratory testing program will be carried out according to the attached draft of the XRF method.

2.Purpose

The purpose of this program is to

- (i) inform ISO/TC74 Asian members of the details of the proposed XRF method.
- (ii) evaluate repeatability and reproducibility of the results obtained in accordance with the proposed XRF method.
- (iii) collect views on the proposed XRF method from participants.
- (iv) promote technical exchange among Asian members through the inter-laboratory testing.

3.Outline of the testing

- (1) Two samples to be analyzed will be distributed from JCA. One is a Portland cement; the other is a Portland blast-furnace slag cement.
- (2) The chemical constituents to be determined in this program are the following 12 constituents and loss on ignition.
SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃, CaO, MgO, SO₃, Na₂O, K₂O, TiO₂, P₂O₅, MnO, SrO
- (3) The analysis of samples will be carried out in accordance with the proposed XRF method

and detailed instruction that will be distributed from JCA.

4. Samples and documents distributed

JCA will distribute the following samples and papers without charge:

- Samples to be analyzed (a Portland cement and a Portland blast furnace slag cement: nearly 50g each sample).
- Materials for establishment of the calibration equations (9 Portland cements and 6 Portland blast furnace slag cements; these cements are the same as cements of Reference Materials No.601A that is provided by JCA: nearly 15g each cement).
- Certified reference materials to be used for the validation of the calibration equations (a Portland cements and a Portland blast furnace slag cements; these cements are the same as Certified Reference Materials JCA-CRM-1 and JCA-CRM-2 that are provided by JCA respectively: nearly 60g each cement).
- Detailed instruction of the XRF method (based on the proposed XRF method)

NOTE: All cements distributed are produced in Japan. The contents of chemical constituents of the sample to be analyzed are within the range of the calibration equations established by "materials for establishment of the calibration equations". However, the contents of some chemical constituents of cement produced in your country may be out of the range of the calibration equations.

5. Schedule

The planned schedule for the program is as follows:

Subject	Date (planned)
Testing to commence	As soon as possible after samples receipt
Reporting of results to JCA	By the end of January 2005
Report distribution	June 2005

6. Charge

There is no charge for participation in this testing program.

7. Application for participating this program

If you would like to participate, please forward a completed participation request form – **please no later than the end of October 2004**

8. Further information

If you would like to know more about the program, please contact the following secretary in charge of the program.

The secretary of the committee on cement chemistry of JCA

Hiroyuki Anzai

Japan Cement Association, R & D Laboratory

Basic Research on Cement/Environment Group

E-mail: hiroyuki-anzai@jcassoc.or.jp

Please do not hesitate to contact him if you have any queries.

羽原 俊祐

Shunsuke Hanehara

Chairman

The committee on cement chemistry, JCA



JAPAN CEMENT ASSOCIATION

MAIN OFFICE : SHUWA-SAKURABASHI BLDG., 4-5-4, HACCHOBORI, CHUO-KU, TOKYO 104-0032
TELEPHONE : +81-3-3523-2701 FAX : +81-3-3523-2700
R & D LABO : 4-17-33, TOSHIMA, KITA-KU, TOKYO 114-0003
TELEPHONE : +81-3-3914-2691 FAX : +81-3-3914-2690

The inter-laboratory testing program of the chemical analysis of cement by x-ray fluorescence

Participation Request Form

Respondent Name _____
Organization _____
Department and position _____

If you would like to participate, please check the box of "yes" in section 1 and provide the participants details. Unfortunately, if you would not like to participate, please check the box of "no" in section 1 and return this form.

1. Intension of participation

Would you like to participate in this program ?

☐ Yes

☐ No

2. Participants details

If you would like to participate, please provide the following details. All of them are essential.

Organization _____

Address _____

Contact person Name _____

Department _____

Position _____

E-mail address _____

Phone _____ Fax _____

Please return this form to the following secretary of the program - please no later than the end of October 2004

Hiroyuki Anzai (The secretary of the committee on cement chemistry of JCA)

Japan Cement Association, R & D Laboratory

4-17-33 Toshima kita-ku Tokyo JAPAN 114-0003(zip)

Phone: +81-3-3914-2694 FAX: +81-3-3914-2690

E-mail: hiroyuki-anzai@jassoc.or.jp

The inter-laboratory testing program about the method for the chemical analysis of cement by x-ray fluorescence

Instruction

1. Test samples and reference materials

JCA distributed the following test samples and reference materials. Prior to testing, remix each test sample and each reference material thoroughly.

(1) Test samples

Sample #1 is Portland cement corresponded to CEM I specified in EN 197-1, and Sample #2 is the cement mixed Portland cement with blast furnace slag. Sample #2 corresponds to CEM III/A specified in EN 197-1. Each bottle contains approximately 30g of cement.

(2) Cement Reference Materials for X-ray Fluorescence Analysis, "601A"

"601A" is to be used for establishment of the calibration equations. "601A" consists of fifteen cements. XRF-1 to XRF-9 are Portland cements, and XRF-10 to XRF-15 are Portland blast furnace slag cements. Each bottle contains approximately 12g of cement. Concerning the reference values for 601A, see the attached certificate.

(3) Certified reference materials, JCA-CRM-1 and JCA-CRM-2

These certified reference materials are to be used for the validation of the calibration equations. JCA-CRM-1 is Portland cement and JCA-CRM-2 is Portland blast furnace slag cement. Each bottle contains approximately 30g of cement. Concerning the certified values for those CRMs, see the attached certificates.

NOTE All cements distributed are produced in Japan. The contents of chemical components of the test samples are within the range of the calibration equations established by "601A". However, the contents of some chemical components of cement produced in your country may be out of the range of the calibration equations established by "601A".

2. Analysis components

The 12 chemical components; SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , CaO , MgO , SO_3 , Na_2O , K_2O , TiO_2 , P_2O_5 , MnO , SrO and loss on ignition are requested for both test samples in this program. Those chemical components have to be determined by x-ray fluorescence (XRF method) except for loss on ignition.

XRF analysis is carried out according to "Chemical analysis method of cement by x-ray fluorescence" that is attached as the file "JTC74-draft". Concerning loss on ignition, report the observed loss on ignition (see "10. Determination of loss on ignition (page 6)" of the attached XRF method).

NOTE1 Although the XRF method is written in ISO form, the method is not the ISO Working-Draft. When the Japanese National Committee for ISO/TC74 (J/TC74) submitted the new work item proposal for the development of the chemical analysis of cement by x-ray fluorescence to the ISO, the XRF method was submitted as a first working draft for discussion in ISO form.

NOTE2 Determine the amount of SO_3 of Sample #2 in this program (see NOTE1 in "1. Scope (page 1)" of the attached XRF method). But, the obtained amount of SO_3 in Sample #2 is not equal to the amount of SO_3 in the unignited Sample #2 because of the oxidation of any sulfides or oxidizable sulfur oxides.

3. Notes for XRF analysis

Please read the XRF method thoroughly before commencing testing, and pay attention to the following notes.

- (1) The XRF analysis carries out using beads of fused sample. Use the ignited sample for making beads of Portland blast furnace slag cements (Sample #2, XRF-10 to 15 of "601A" and JCA-CRM-2).
- (2) Prepare at least 7 kinds of calibration beads (see "13.2 Establishment of the initial calibration equations (page 11)" of the XRF method).
- (3) Although validation of the calibration equations may be carried out using only one CRM according to the XRF method, validate the calibration equations using both JCA-CRM-1 and 2.
- (4) The number of determination for loss on ignition may be one.

4. Report of results

Please report the results with the attached Results Sheet. Report the concentrations obtained 13.4 f) (page 14) of the XRF method. All participants must return the results no later than the end of February 2005 to the secretary of the program. Results Sheets consist of 7 Sections. The section 1 and 2 are essential, and the section 3 – 7 are optional.

NOTE Please do not report the results that are expressed as the oxide in the unignited sample according to 14. (page 14) of the XRF method

5. Final Report of the program

JCA will distribute final report of the program to all participants by June 2005. JCA will show all participating laboratory names and their countries in the final report. But, concerning the results, JCA will use "Laboratory numbers" for each result in the report like other inter-laboratory testing program, for example, Laboratory No.1, No.2, No.3. When the report is distributed, JCA will inform each participant of his "Laboratory number".

羽原 俊祐

Shunsuke Hanehara

Chairman

The committee on cement chemistry, JCA

Contact and Addressee

If you would like to know more about the program or test method, please contact the secretary in charge of the program. And please sent the results to the secretary when completing test.

The secretary of the committee on cement chemistry of JCA

Mr. Hiroyuki Anzai

Japan Cement Association, R & D Laboratory

Basic Research on Cement/Environment Group

4-17-33 Toshima kita-ku Tokyo JAPAN 114-0003(Zip)

Phone: +81-3-3914-2694 FAX: +81-3-3914-2690

E-mail: hiroyuki-anzai@jcassoc.or.jp

Please do not hesitate to contact him if you have any queries.

The inter-laboratory testing program of the chemical analysis of cement by x-ray fluorescence

Results Sheet

Date _____

Respondent Name _____

Organization _____

1. Validation of calibration equations

1.1 Repeatability

(1) JCA-CRM-1

(Unit: mass%)

Components	Concentrations			Differences between the concentrations of a pair of validation beads	Repeatability limits calculated according to 15.1 of the XRF method
	No.1	No.2	Mean value		
SiO ₂					
Al ₂ O ₃					
Fe ₂ O ₃					
CaO					
MgO					
SO ₃					
Na ₂ O					
K ₂ O					
TiO ₂					
P ₂ O ₅					
MnO					
SrO					

NOTE: Calculate all concentrations and mean values to three decimal places, and use the mean values to calculate Repeatability limits.

(2) JCA-CRM-2

(Unit: mass%)

Components	Concentrations			Differences between the concentrations of a pair of validation beads	Repeatability limits calculated according to 15.1 of the XRF method
	No.1	No.2	Mean value		
SiO ₂					
Al ₂ O ₃					
Fe ₂ O ₃					
CaO					
MgO					
SO ₃					
Na ₂ O					
K ₂ O					
TiO ₂					
P ₂ O ₅					
MnO					
SrO					

NOTE: Calculate all concentrations and mean values to three decimal places, and use the mean values to calculate Repeatability limits.

1.2 Accuracy

(1) JCA-CRM-1

(Unit: mass%)

Components	Mean values of the concentrations of a pair of validation beads	Certified values	Differences between mean value of the concentrations of a pair of validation beads and certified value	Accuracy limits for analytical validation
SiO ₂		20.99		0.15
Al ₂ O ₃		5.26		0.08
Fe ₂ O ₃		2.67		0.08
CaO		65.21		0.25
MgO		2.13		0.08
SO ₃		2.05		0.08
Na ₂ O		0.26		0.02
K ₂ O		0.56		0.03
TiO ₂		0.35		0.02
P ₂ O ₅		0.28		0.02
MnO		0.06		0.02
SrO		0.05		0.02

NOTE: Round off all mean values to two decimal places.

(2) JCA-CRM-2

(Unit: mass%)

Components	Mean values of the concentrations of a pair of validation beads	Certified values	Differences between mean value of the concentrations of a pair of validation beads and certified value	Accuracy limits for analytical validation
SiO ₂		25.66		0.15
Al ₂ O ₃		8.94		0.08
Fe ₂ O ₃		2.08		0.08
CaO		56.33		0.25
MgO		3.05		0.08
SO ₃		-		-
Na ₂ O		0.24		0.02
K ₂ O		0.31		0.02
TiO ₂		0.50		0.03
P ₂ O ₅		0.07		0.02
MnO		0.15		0.02
SrO		0.07		0.02

NOTE: Round off all mean values to two decimal places.

2.Results of test samples

(1) Sample #1

(Unit: mass%)

Components	Concentrations			Differences between two concentrations	Repeatability limits calculated according to 15.1 of the XRF method
	No.1	No.2	Mean value		
SiO ₂					
Al ₂ O ₃					
Fe ₂ O ₃					
CaO					
MgO					
SO ₃					
Na ₂ O					
K ₂ O					
TiO ₂					
P ₂ O ₅					
MnO					
SrO					
Loss on ignition					

NOTE1: Calculate all concentrations and mean values to three decimal places, and use the mean values to calculate Repeatability limits.

NOTE2: Round off concentrations to two decimal places for loss on ignition.

(2) Sample #2

(Unit: mass%)

Components	Concentrations			Differences between two concentrations	Repeatability limits calculated according to 15.1 of the XRF method
	No.1	No.2	Mean value		
SiO ₂					
Al ₂ O ₃					
Fe ₂ O ₃					
CaO					
MgO					
SO ₃					
Na ₂ O					
K ₂ O					
TiO ₂					
P ₂ O ₅					
MnO					
SrO					
Loss on ignition					

NOTE1: Calculate all concentrations and mean values to three decimal places, and use the mean values to calculate Repeatability limits.

NOTE2: Round off concentrations to two decimal places for loss on ignition.

【Questionnaires】

After the following section, please answer questions in the range to understand if possible. All questions are optional, not essential.

3. Conditions of preparation of beads

- (1) Name of flux (For example, Lithium tetraborate 100%)
- (2) Ratio by mass of flux to sample Sample : Flux = :
- (3) Fusion temperature _____
- (4) Fusing time (min.) _____
- (5) Type of furnace of bead preparation apparatus (For example, high frequency type)
- (6) Type of fusion vessel and casting mould (For example, fusion vessel that serves both for fusion and for casting)

4. Measuring conditions

- (1) Type of x-ray fluorescence spectrometer
- Name (or Form) of the apparatus _____
- Name of manufacturer _____
- System ☐ Wavelength dispersion type ☐ Energy dispersion type
- Type of x-ray tube _____
- (2) Measuring conditions
- Voltage and current _____
- X-ray path (For example, vacuum)
- Background correction ☐ applied ☐ not applied

Please fill the blank cell of the following table

Analysis component	Spectrum of measuring element	Wavelength [nm]	Spectral element	Detector	Measuring time [sec]
SiO ₂					
Al ₂ O ₃					
Fe ₂ O ₃					
CaO					
MgO					
SO ₃					
Na ₂ O					
K ₂ O					
TiO ₂					
P ₂ O ₅					
MnO					
SrO					

5. Calibration

(1) Reference materials chosen for making calibration equations (indicate a number of 601A, for

example XRF-1,3,5) XRF-

(2) Inter-element effect correction ☐ applied ☐ not applied

6. Determination

(1) When did you carry out test sample analysis?

☐ the same day when calibration equations were established.

☐ the different day when calibration equations were established.

(2) Drift correction ☐ applied ☐ not applied

7. Comments

Please write your opinions about the XRF method or reference materials.

This image shows a single sheet of white paper with horizontal ruling lines. The lines are evenly spaced and run across the width of the page. There are no margins, text, or other markings on the paper.

Thank you for a kind cooperation.

セメント化学専門委員会関係報告

化学分析専門委員会報告

記号	発行年月	表 題
I-1	1954 年 5 月	遊離石灰定量に関する試験結果
I-2	1954 年 5 月	遊離石灰定量方法とその解説
I-3	1955 年 5 月	セメントの化学分析方法改訂案に関する中間報告
I-4	1956 年 4 月	I セメントの化学分析方法(改訂案) II セメントの化学分析方法(改訂案)作製に関する試験
I-5	1959 年 5 月	リン酸法による石英の定量
I-6	1970 年 12 月	比濁によるセメント中の無水硫酸の迅速定量方法
I-7	1978 年 12 月	セメント工場における蛍光X線分析計使用状況に関する調査
I-8	1981 年 3 月	セメント及びセメント原料中の微量成分の定量
I-9	1981 年 3 月	普通ポルトランドセメント中の高炉スラグ、シリカ質混合材、フライアッシュ及び石灰石含有率の推定方法

セメント化学専門委員会報告

記号	発行年月	表 題
C-1	1983 年 3 月	エアジェット式ふるい装置によるセメントの粉末度試験方法に関する検討
C-2	1984 年 5 月	アルカリ骨材反応に関する文献調査
C-3	1986 年 7 月	コンクリート有機混和剤の化学分析方法に関する研究
C-4	1987 年 8 月	アルカリ骨材反応に関する共同研究
C-5	1991 年 6 月	硬化コンクリート中のスラグ混入率推定方法に関する研究
C-6	1993 年 5 月	水和熱測定方法に関する検討
C-7	2004 年 1 月	蛍光X線分析によるセメント中の微量成分分析の検討
C-8	2004 年 3 月	セメント中の微量成分の定量方法の検討 (B、Co、Se、Sn、Sb、Te、Tl の定量方法)
C-9		欠番
C-10	2006 年 5 月	セメントの蛍光X線分析共同試験結果

ISBN4-88175-077-1C3358¥1600E

セメント化学専門委員会報告 C-10

REPORT OF THE TECHNICAL COMMITTEE ON CEMENT CHEMISTRY

セメントの蛍光X線分析共同試験結果

Report on the interlaboratory testing of chemical analysis of cement by x-ray fluorescence

定価： **本体 1600 円** +税

2006 年 5 月 15 日 印刷
2006 年 5 月 25 日 発行

社 団 法 人 セ メ ン ト 協 会
東 京 都 中 央 区 八 丁 堀 4 丁 目 5 番 4 号
 ダヴィンチ桜橋 7 階 702 号
電 話 0 3 (3 5 2 3) 2 7 0 1
発行所 社 団 法 人 セ メ ン ト 協 会 研 究 所
 東 京 都 北 区 豊 島 4 丁 目 17 番 33 号
電 話 0 3 (3 9 1 4) 2 9 6 4
印刷所 有 限 会 社 プ リ ン ト ニ ュ ー ラ イ フ
 東 京 都 千 代 田 区 三 崎 町 2 丁 目 12 番 5 号
電 話 0 3 (3 2 6 3) 0 6 3 3

JCA