

試験方法の概要

1. 制定の経緯

制定の経緯を以下に示す。

JIS R 5204:2002 セメントの蛍光X線分析方法の制定において、塩素は十分な分析精度を得ることは難しいと考えられたため、分析項目として規定されなかった。一方、2010年に制定された**ISO 29581-2 Cement—Test methods— Part2:Chemical analysis by X-ray fluorescence**においては塩素も分析項目として規定されている。

塩素の蛍光X線分析は分析の簡便性などから有用であるため、今回、セメント化学専門委員会にて改めて定量方法の検討を行った。その結果、十分な分析精度を有する定量方法を確立することができたため、セメント協会標準試験方法として制定した。

2. 分析方法と検量線

(1) 分析方法

JIS R 5204:2002 (セメントの蛍光X線分析方法)ではガラスビード法のみが規定されているが、分析精度を確認し、ガラスビード法とブリケット法を規定する。

(2) 適用できるセメントの種類と検量線

適用できるセメントの種類と検量線を表-1に示す。

ポルトランドセメントはガラスビード法およびブリケット法(ポルトランドセメント系検量線)の両方を適用することができるが、普通エコセメントについてはガラスビード法のみ(備考1)、高炉セメントについてはブリケット法(高炉セメント系検量線)のみ(備考2)を適用することとした。

<備考1> 普通エコセメントをブリケット法によりポルトランドセメント系の検量線で定量した場合、その定量値と湿式分析値との差が対標準値許容差以内にならない場合があることが確認されたため、ブリケット法を適用しないこととした。

<備考2> 高炉セメントのガラスビードを作製する場合は、予め強熱したものをを用いる必要がある。しかし、高炉セメントの強熱後の値は強熱前の値と比較して低い値を示す傾向にある。そのため、高炉セメントにはガラスビード法を適用しないこととした。

表-1 適用できるセメントの種類と検量線

検量線の系列	ガラスビード法	ブリケット法	
	ポルトランドセメント系 検量線	ポルトランドセメント系 検量線	高炉セメント系 検量線
ポルトランドセメント (JIS R 5210)	○	○	×
普通エコセメント (JIS R 5214)	○	×	×
高炉セメント (JIS R 5211)	×	×	○

3. 定量範囲

定量範囲は0.1000%以内とした。表-2に検量線用試料に用いる塩素の含有率の範囲を示す。

例えば、塩素含有量が0.0500%以下の試料を分析する場合は、区間1、2、3、4の含有量を有する検量線用試料を用いて、検量線を作成してもよい。

表-2 検量線用試料に用いる塩素の含有率の範囲

区間	含有率の範囲
1	0.0000%を超え ～ 0.0125%以下
2	0.0125%を超え ～ 0.0250%以下
3	0.0250%を超え ～ 0.0375%以下
4	0.0375%を越え ～ 0.0500%以下
5	0.0500%を越え ～ 0.0750%以下
6	0.0750%を越え ～ 0.1000%以下

4. 分析精度の保証

下記の併行許容差と対標準値許容差を規定することにより、分析精度を保証する試験方法とした。

(1) 併行許容差

2枚一組のガラスビードまたはブリケットにおける二つの定量値の差の許容限界値を0.0020%と規定した。

(2) 対標準値許容差

検量線用試料および検定用試料の標準値に対する蛍光X線分析により求めた定量値（平均値）との差の許容限界値を表-3のとおり規定した。なお、標準値が0.0500%を超える場合は、やや誤差が大きくなるため、対標準値許容差を相対誤差として規定した。

表-3 対標準値許容差

標準値	対標準値許容差
0.0500%以内	±0.0020%
0.0500%を超える	標準値の±4%

以上