

セメント認証標準物質

JCA-CRM-3



普通ポルトランドセメント

認 証 書

本認証標準物質はセメントの蛍光X線分析による化学成分の測定における検量線の検定に用いることを目的として作製された物質である。

1. 認証値

認証値は 950℃で強熱し、恒量となった試料に対する含有率である。

(%)

成分	認証値
SiO ₂	20.63 ± 0.11
Al ₂ O ₃	5.42 ± 0.04
Fe ₂ O ₃	3.32 ± 0.03
CaO	65.55 ± 0.19
MgO	1.40 ± 0.02
SO ₃	2.05 ± 0.07
Na ₂ O	0.27 ± 0.01
K ₂ O	0.42 ± 0.03
TiO ₂	0.33 ± 0.02
P ₂ O ₅	0.33 ± 0.00
MnO	0.06 ± 0.00
SrO	0.05 ± 0.00

[参考] P₂O₅、MnO および SrO の不確かさを小数点以下 2 桁に丸める前の値は、
P₂O₅:0.004、MnO:0.002、SrO:0.004。

2. 参考値

未強熱試料の見掛けの強熱減量を参考値として示す。

成分	参考値
見掛けの強熱減量	2.24

3. 構成物質および内容量

認証標準物質の構成物質を下表に示す。

内容量は約 60g である。

試料	構成物質
JCA-CRM-3	普通ポルトランドセメント

4. 使用方法

JIS R 5204 (セメントの蛍光X線分析方法) の 9 (見掛けの強熱減量の定量) により測定した見掛けの強熱減量を用いて以下の式により未強熱試料の量り採り量を求める。

$$m_1 = m_2 \times \frac{1}{\left(1 - \frac{L}{100}\right)}$$

ここに、
 m_1 : 未強熱試料の量り採り量 (g)
 m_2 : ガラスビードの調製に必要な試料量 (g)
 L : 測定した見掛けの強熱減量 (%)

5. 均質性

以下の手順により、F 検定を用い試料の均質性を確認した。

- ① 調製した約 50kg の試料を 8 個の小口試料とした。
- ② 各小口試料から分析用に 3 試料それぞれ採取し、JIS R 5204 (セメントの蛍光 X 線分析方法) の 9 (見掛けの強熱減量の定量) により試料中の見掛けの強熱減量を求め、JIS R 5204 (セメントの蛍光 X 線分析方法) の 10 (ガラスビードの調製) によりガラスビードを作成し、各化学成分の X 線強度を測定した。
- ③ ②の試験結果を用いて分散分析(小口試料 8 個×試験 3 試料)を行い、F 検定を行った。信頼度 95%において小口試料間に有意な差は認められなかったため、試料は均質であると判断した。

6. 認証値および不確かさの決定方法

(1) 認証値

共同試験を 6 試験所で行い、以下の手順により認証値を決定した。

- ① 各試験所においてセメント協会標準試験方法 JCAS I-14:2016 (セメント製造用原料の化学分析方法) の (第一部 鉄原料を除く原料) に準じて完全分析を行い(*)、JIS R 5204 (セメントの蛍光 X 線分析方法) の 9 (見掛けの強熱減量の定量) により見掛けの強熱減量を求めた。その際、2 回の繰り返し試験を行い、2 回の試験結果を平均して分析結果とした。
 (*) JCAS I-14 では、酸化カルシウムの定量において試料中のストロンチウムに関する補正を規定していない。また、酸化アルミニウムの定量において試料中の亜鉛に関する補正を規定していない。認証値を決定する本完全分析においては、これらの補正を行った。
- ② ①の各試験所における見掛けの強熱減量と各試験所の化学成分の分析結果を用いて、強熱した試料に対する化学成分の含有率を算出した。
- ③ 各試験所の強熱した試料に対する化学成分の含有率から平均値を求め、認証値とした。なお、平均値の算出にあたり、異常値検定 (Grubbs の方法) を行い、有意水準 5% で異常と判断されたデータは除外した。また、異常値検定では棄却されないが、外れ値と判断されたデータも除外した。

(2) 不確かさ

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

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

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

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

(3) 試験所

宇部興産株式会社 建設資材カンパニー 技術開発研究所
一般社団法人セメント協会 研究所
株式会社太平洋コンサルタント 品質試験部
住友大阪セメント株式会社 セメント・コンクリート研究所
デンカ株式会社 青海工場 セメント部 技術課
三菱マテリアル株式会社 セメント事業カンパニー 生産部 セメント研究所

7. 参考規格、他

- 1) JIS R 5204 : 2019 「セメントの蛍光X線分析方法」
- 2) JCAS I-14 : 2016 「セメント製造用原料の化学分析」
- 3) JCAS I-53 : 2018 「セメント中の微量成分の定量方法」
- 4) JIS Z 8402-2 : 1999 「測定方法及び測定結果の精確さ(真度及び精度)－第2部：標準測定方法の併行精度及び再現精度を求めるための基本的な方法」
- 5) JIS Q 0031 : 2018 「標準物質－認証書、ラベル及び附属文書の内容」
- 6) 今井秀孝編, 「計測における不確かさの表現ガイド[GUM]ガイドブック」日本規格協会(2018), (「Guide to the expression of Uncertainty in Measurement」の全訳を含む)

8. その他

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

【本標準物質に関する問合せ先】

一般社団法人セメント協会

〈 研究所 〉

〒114-0003 東京都北区豊島 4-17-33

購入等に関する問合せ：庶務グループ

TEL : 03-3914-2691

内容に関する問合せ：セメント基礎・環境グループ

TEL : 03-3914-2694

FAX : 03-3914-2690(共通)

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

2021年3月
一般社団法人セメント協会

【 参考 】 共同試験結果

(%)

試験所	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
A	20.83	5.48	3.28	65.68	1.40	—	0.261	0.390	0.316	0.329	0.054	0.054
B	20.57	5.36	3.27	65.57	1.36	2.07	0.277	0.458	0.317	0.337	0.060	0.057
C	20.72	5.42	3.34	65.13	1.43	2.16	—	0.400	0.318	0.324	0.058	0.051
D	20.67	5.38	3.32	65.79	1.39	2.06	0.262	0.408	0.306	0.329	0.059	0.054
E	20.45	5.44	3.37	65.49	1.40	2.03	0.277	0.377	0.355	0.334	0.063	0.042
F	20.56	5.43	3.32	65.65	1.41	1.94	0.271	0.457	0.342	0.336	0.060	0.055
平均値	20.63	5.42	3.32	65.55	1.40	2.05	0.270	0.415	0.326	0.332	0.059	0.052
最大	20.83	5.48	3.37	65.79	1.43	2.16	0.277	0.458	0.355	0.337	0.063	0.057
最小	20.45	5.36	3.27	65.13	1.36	1.94	0.261	0.377	0.306	0.324	0.054	0.042
範囲	0.38	0.12	0.10	0.66	0.07	0.22	0.016	0.081	0.049	0.013	0.009	0.015
標準偏差	0.1346	0.0431	0.0372	0.2302	0.0232	0.0792	0.0078	0.0345	0.0187	0.0050	0.0030	0.0053

※ —は異常値として判断された。