

JCAS

JAPAN CEMENT ASSOCIATION STANDARD

セメント協会標準試験方法

JCAS I-53 : 2018

セメント中の微量成分の定量方法

2018 年 6 月

一般社団法人セメント協会

白 紙

目 次

セメント中の微量成分の定量方法 JCAS I-53:2018

ページ

1. 適用範囲	1
2. 適用微量成分	1
3. 引用規格	1
4. 一般事項	2
4. 1 試薬、標準液および水	2
4. 2 ガラス器具、ガラス製体積計およびピストン式ピペット	2
4. 3 ICP 発光分光分析装置	2
4. 4 電気加熱原子吸光分析装置	3
4. 5 分析値の表し方	3
5. セレン、ほう素、ふっ素、水銀、水溶性六価クロムを除く微量成分の定量方法	4
5. 1 試料溶液の調製方法および分析装置の選択	4
5. 1. 1 試料溶液の調製方法の選択	4
5. 1. 2 分析装置の選択	5
5. 2 試料溶液の調製	5
5. 2. 1 加圧酸分解法	5
5. 2. 2 硝酸分解－メタほう酸リチウム溶融法	6
5. 2. 3 塩酸分解－メタほう酸リチウム溶融法	6
5. 3 ICP 発光分光分析法による定量方法	7
5. 3. 1 検量線溶液の調製	7
(1) 試料溶液 (A2) を用いる場合	7
(2) 試料溶液 (B) を用いる場合	7
(3) 試料溶液 (C) を用いる場合	7
5. 3. 2 操作	8
5. 3. 3 検量線の作成と計算	8
5. 3. 4 試料溶液の発光強度が検量線の範囲を超えた場合の対応	8
5. 4 電気加熱原子吸光分析法による定量方法	9
5. 4. 1 標準添加溶液の調製	9
5. 4. 2 操作	9
5. 4. 3 検量線の作成と計算	9
6. セレンの定量方法	10
6. 1 測定溶液の調製	11
6. 2 検量線溶液の調製	11
6. 3 操作	11
6. 4 検量線の作成と計算	12

7.	ほう素の定量方法	12
7. 1	試料溶液の調製	12
7. 2	検量線溶液の調製	12
7. 3	操作	13
7. 4	検量線の作成と計算	13
8.	ふっ素の定量方法	13
8. 1	加熱分解法による定量方法	13
8. 1. 1	試料溶液の調製	14
	(1) 加熱分解装置	14
	(2) 操作	14
8. 1. 2	イオンクロマトグラフ法による定量方法	15
	(1) 操作	15
	(2) 検量線の作成と計算	15
8. 1. 3	吸光光度法（ランタン-アリザリンコンプレキソン法）による定量方法	15
	(1) ランタン-アリザリンコンプレキソン溶液の調製	15
	(2) 操作	16
	(3) 検量線の作成と計算	16
8. 1. 4	イオン選択電極法による定量方法	16
8. 2	希塩酸分解法による定量方法	17
8. 2. 1	試料溶液の調製	17
8. 2. 2	イオン選択電極法による定量方法	17
	(1) 装置	17
	(2) 検量線用標準液とかさ上げ用標準液の調製	18
	(3) 操作	18
	(4) 検量線の作成と計算	18
9.	水銀の定量方法	19
9. 1	加熱気化法による定量方法	19
9. 1. 1	装置	19
9. 1. 2	添加剤	20
9. 1. 3	検量線溶液の調製	20
9. 1. 4	操作	20
	(1) 検量線溶液の測定	20
	(2) 試料の測定	21
9. 1. 5	検量線の作成と計算	21
9. 2	還元気化法による定量方法	22
9. 2. 1	試料溶液の調製	22
9. 2. 2	装置	22
9. 2. 3	検量線溶液の調製	24
9. 2. 4	操作	24
9. 2. 5	検量線の作成と計算	24

10.	水溶性六価クロムの定量方法	25
10. 1	試料溶液の調製	25
10. 2	操作	25
10. 2. 1	検量線溶液の測定	25
10. 2. 2	試料溶液の測定	25
10. 3	検量線の作成と計算	26

附属書 A (規定)

メタほう酸リチウムおよび炭酸カルシウム中の微量成分の含有量の定量方法

A. 1	メタほう酸リチウム試薬	27
A. 1. 1	試薬溶液の調製	27
A. 1. 2	標準添加溶液の調製	27
A. 1. 3	定量操作	27
A. 1. 4	計算	27
A. 1. 5	試薬中の微量成分の補正方法	27
A. 2	炭酸カルシウム試薬	28
A. 2. 1	試薬溶液の調製	28
A. 2. 2	検量線溶液の調製	28
A. 2. 3	定量操作	28
A. 2. 4	計算	29
A. 2. 5	試薬中の微量成分の補正方法	29

附属書 B (規定)

各種分析方法の定量下限値の求め方

B. 1	ICP 発光分光分析法	30
B. 2	イオンクロマトグラフ法	30
B. 3	吸光光度法および冷原子吸光分析法	30

附属書 C (参考)

市販の標準液

.....	31
-------	----

附属書 D (参考)

ICP 発光分光分析法および電気加熱原子吸光分析法の測定波長

.....	32
-------	----

附属書 E (参考)

白金るつぼの洗浄方法

.....	34
-------	----

解 説

1. 制定の経緯	35
2. 適用範囲	35
3. 適用微量成分	35
4. 一般事項（標準液）	36
5. 分析値および分析値の報告	36
6. 試料溶液の調製	36
7. 電気加熱原子吸光分析法による測定方法と分析値	37
8. 適用成分および試料溶液の調製方法	38
8. 1 セレン	38
8. 2 モリブデン	39
8. 3 銀	39
8. 4 すず	39
8. 5 アンチモン	39
8. 6 鉛	40
8. 7 各種の調製方法による試料溶液の分析結果	40
9. 分析方法	41
9. 1 分析装置の選定	41
9. 2 ICP 発光分光分析法の検量線溶液	41
9. 3 酸の種類および濃度	42
9. 4 水素化物 ICP 発光分光分析法によるひ素およびアンチモンの測定	43
10. ほう素、ふっ素、水銀および水溶性六価クロム	44
10. 1 ほう素	44
10. 2 ふっ素	44
10. 2. 1 加熱分解法	45
10. 2. 2 希塩酸分解法ーイオン選択電極法	46
10. 2. 3 加熱分解法の吸収液の種類の違いによる測定方法への影響	49
10. 3 水銀	51
10. 4 水溶性六価クロム	52
11. まとめ	52
参考文献	53

共同試験結果

1. 第1回共同試験結果（コバルト、バリウム、銀、アンチモン）	54
2. 第2回共同試験結果（ほう素、セレン、すず）	56
3. 第3回共同試験結果（ふっ素）	59
4. ICP 質量分析法による定量結果（参考）	60

セメント中の微量成分の定量方法

1. 適用範囲

この標準試験方法はポルトランドセメント¹⁾、高炉セメント²⁾、クリンカー³⁾、高炉スラグ⁴⁾および石灰石⁵⁾に含まれる微量成分の定量に適用する。

なお、シリカセメント⁶⁾、フライアッシュセメント⁷⁾、シリカ質混合材⁸⁾およびフライアッシュ⁹⁾については、加熱分解法によるふっ素、加熱気化法による水銀および水溶性六価クロムの定量に限り、適用することができる。

注¹⁾ JIS R 5210:2009(ポルトランドセメント)に規定するポルトランドセメント

注²⁾ JIS R 5211:2009(高炉セメント)に規定する高炉セメント

注³⁾ JIS R 5210:2009(ポルトランドセメント)の 5.1 に規定するクリンカー

注⁴⁾ JIS R 5211:2009(高炉セメント)の 5.3 に規定する高炉スラグ

注⁵⁾ JIS R 5210:2009(ポルトランドセメント)の 5.3 の d)に規定する石灰石

注⁶⁾ JIS R 5212:2009(シリカセメント)に規定するシリカセメント

注⁷⁾ JIS R 5213:2009(フライアッシュセメント)に規定するフライアッシュセメント

注⁸⁾ JIS R 5212:2009(シリカセメント)の 5.3 に規定するシリカ質混合材

注⁹⁾ JIS A 6201:2015(コンクリート用フライアッシュ)に規定するフライアッシュ I 種またはフライアッシュ II 種

2. 適用微量成分

適用する微量成分は、ベリリウム、ほう素、ふっ素、バナジウム、クロム、コバルト、ニッケル、銅、亜鉛、ひ素、セレン、ストロンチウム、モリブデン、銀、カドミウム、すず、アンチモン、バリウム、水銀、鉛および水溶性六価クロムの 21 成分とする。

3. 引用規格

次に掲げる規格は、この試験方法に引用されることによって、この試験方法の規定の一部を構成する。

JIS K 0970:2013 ピストン式ピペット

JIS K 8617:2007 炭酸カルシウム (試薬)

JIS R 3503:2007 化学分析用ガラス器具

JIS R 3505:1994 ガラス製体積計

JIS Z 8401:1999 数値の丸め方

JIS Z 8802:2011 pH 測定方法