

標準物質協議会

# 会 報

1988・1

第 8 号

Japan Association of Standard Substances

## 標準物質とは

標準物質とは、測定器の校正、測定方法の評価、あるいは物質の値付けの標準として用いられる素材又は物質で、その一つ又はそれ以上の特性値がこれらの目的に使用されるのに十分な程度で確定されているものを言い、これを使用することによって、物理的、化学的、生物学的又は工学的量の測定又は付与された値が、異った2箇所間で共用することを可能とするものである。

—REMCOの定義—

## ISO/REMCO（標準物質委員会）

### 第12回会議出席報告

通商産業省工業技術院計量研究所  
熱物性部 部長 今井秀孝

#### 1. はじめに

国際標準化機構における理事会の諮問委員会のひとつである標準物質委員会（ISO/REMCO）の第12回会議が、1986年の10月15日から17日までISO中央事務局（スイス・ジュネーブ）で開かれた。次の第13回会議が1987年10月7日から9日まで同じ場所で開催される予定であり、この時期に第12回会議の内容を報告するのは旧聞に属するようであるが、記録にとどめる意味で紹介させていただくことにする。

出席者は、11ヶ国より16名のほか六つの国際機関の代表を含めて合計22名であり、日本からは筆者のほかに、JETRO（日本貿易振興会）ジュネーブ事務所の若木和雄氏がオブザーバーとして参加した。

会議は、ISO中央事務局の事務次長Dr.

C.Favreの開会の挨拶で始まり、会議関係者の協力に対する感謝と標準物質の普及についての抱負が述べられた。続いてREMCOの委員長であるDr.A.Marschal（AFNOR：フランス）からはREMCOの各種の案件に関して、各国の意見を徐々に積み上げながらまとめていくことが大切であるとの見解が強調された。このような雰囲気のもとに、会議は特に結論を急ぐことなく、自由な討論を展開させながら進められた。

#### 2. 前回会議に関わる事項

標準物質の重要性については、先進諸国のみならず発展途上国においても徐々に認識され始めてきている。このような状況を勘案して、REMCOとしても協力する姿勢にあり、DEVCO（発展途上国対策委員会：理事会

諮問委員会のひとつ)の関係者と、REMC Oの委員長が事前協議を行った結果が報告された。それに関連した議論として、発展途上国が先進国のシステムをそのまま移行させるのは得策ではなく発展途上国に適した方法で効率的に運用することが大切であるとか、発展途上国にはケース・スタディが適しているとか、急がずに個々の思想を大切に育てていくべきであるなどの意見が出された。

続いて、中央事務局のDEVCO担当部長である Dr.Oteng より更に詳細な報告がなされ、標準物質に関するセミナーの開催案などが示された。しかし、セミナーの目的・対象範囲、時期等を明確にする必要があるので、今後具体的な検討を進めることとし、セミナー用として使用可能な資料があれば、事務局に提出することが依頼された。

次に、国際計量用語(VIM)に関しては、昨年4月に開催されたISO TAG 4(統計的方法の適用に関して設置されているISO/TC 69:統計的方法の適用:とREMC Oの合同会議)の概要が報告され、若干の討論がなされた。その中で化学分野と物理分野での考え方の違いや、標準物質そのものに対する認識の差などが指摘された。いずれにしても、1988年にVIMの改訂が予定されているので、用語に対する意見は技術的事項、編集的事項にかかわらず提出することにした(今回の会議において日本からは統計用語に関する提案を行ったが、内容的にはTC 69にも関連する事項であり、REMC Oよりのコメントとして送ることになった)。

委員長自らの提案文書である「標準物質とISOについて」は、REMC Oの活動促進の必要性と活動内容及び標準物質の情報提供について述べたものである。これに関しては、標準的方法をどう定義するかが極めて難しいこと、標準物質の生産者や使用者の考え方に幅があるので、単にISOだけでなく広く一般に通じるような中立的な考え方の定義をす

る必要があることなどが討論された。

なお、このDraftの中には、現在のREMC Oの活動状況と将来へ向けての課題を盛り込むとしており、現在の活動状況として次の内容を紹介する予定にしている。これにより標準物質に関する認識が深まることを期待したいところである。この文書の主な内容を以下に示す。

○用語と定義(Guide 30として刊行済)

○国際企画における標準物質の記述  
(Guide 6:ANNEX2C)

○標準物質認証書の内容(Guide 31として刊行済)

○標準物質の認証—通則と統計学的原則—  
(Guide 35として刊行済) :

確定法と共同実験法が主な内容

○標準物質の供給: 1) 総覧 2) COMAR

○標準物質の使い方(Guide 33として審議中) 主な内容は、次のとおりである。

1) 測定法の評価のための使い方

2) 測定器の校正のための使い方

### 3. 標準物質に関する他の委員会活動の報告

OIML(国際法定計量機関)より提案の「標準物質の比較についての予備的概念」が資料(REMC O 136:以下資料については記号で記す)として出され、これについて検討したが、原案自体が一般的すぎて不明確な点もあるとの見解から、OIMLの意図を再確認することとした(ハンガリーの代表がREMC OとOIMLの連絡委員の役目をしており、相互の連絡を密にする努力を払っている)。いずれにしても単なる比較では意味がなく、その背景を明確にする必要があるとの指摘があった。また、REMC Oとして重複がないよう見守ることが大切であるという意見が日本を始め多くの国から出され、それが確認された。

このほか、CASCO(Conformity Assessment Committee)からは、ISO/CA



SCCOの第2回会議(1986年6月、ジュネーブ)についての報告書がREMCOの参考資料として提出された。

#### 4. ISO Guide 33 “標準物質の使い方”についての審議

本議案は最近のREMCOの中心的課題の一つであり、いくつかの文書がすでに出されている。今回も多く時間を費やした議論がなされたが、以下に文書ごとに討論された内容を記す。

##### (1) 概論 (REMCO 121 Rev.)

これは委員長自らの草案によるものである。内容的には、測定と分析方法の確認、分析機器の校正方法、分析結果の補正、尺度基準としての標準物質、標準物質の適合性などの観点から標準物質そのものの位置づけを述べている。すでに何度か議論されたものの修正版であるため、新たな意見はほとんどなく、これをGuide 33の一部として受け入れることを決めた。

##### (2) 測定法評価のためのCRMの使い方 (REMCO 139: Sixth Draft)

第6次案であり、1985年に東京で開かれたISO/TC69の会議におけるSC6とREMCOの合同委員会での中心的課題であったことや、日本も提案者側の立場にあることなどから本質的な議論はほとんどなかったが、repeatability, reproducibility など基本的な用語についての質問がまだ出るなど、広い分野での認識の統一が難しいことを強く感じた。しかし、これらの用語についてはVIMに従うということで多くは議論しなかった。

##### (3) 校正のためのCRMの使い方 (REMCO 142)

測定器の校正方法の一つとして回帰分析の手法を利用する提案がなされた。ただし、この場合にはX、Yの両者に誤差が存在することを考慮した手法が出されている点が新しい考え方である。このような考え方は化学分析

の分野だけでなく、物理測定の分野でも有用であるので、筆者から一般的なマニュアルを作ってはどうかという意見を出した。全体としても例題を添えたマニュアル的な記述が有効であるとし、具体的なまとめを提案者に依頼した。

校正方法にもいくつかの場合が考えられるため、具体例を示すことが必要であり、わが国としても文書での提案が可能と思われるので積極的に寄与していくべきであるとする。

##### (4) CRMの使用法についての一般的考え方 (REMCO 132)

Discussion paperとして提出された文書の説明があり、1次標準、2次標準とピラミッド形の標準体系と標準物質特有の問題との違いなどが議論され、標準物質のトレーサビリティにも話が及んだ。詳細を検討する時間がなかったので、意見は後日提案者に直接送ることに決めた。

##### (5) 実用的な尺度を定義・実現するための標準物質の使い方 (REMCO 137)

国際実用温度目盛り(IPTS-68)用温度定点、pH目盛、オクタン価、モース硬さなどに使用されている標準物質についての解説案について討論した。温度測定の目安になるものとしてGaの融点(筆者注: Gaの融点は約30℃であり安定性も良好なので次の温度目盛改正時の有力な定点候補と考えられている)を入れるとよいとか、温度定点とモース硬さ(一般には大きさの順序のみを問題にする序数尺度と考えられている)を同等に扱ってよいのかなどの意見が出された。目盛づけをする場合には誤差に対する概念と扱い方が基本となるので、これを念頭に教科書的な観点で草案をさらにつめてもらうことを提案者に依頼した。

#### 5. 既存のREMCO刊行物の一括化

REMCOがこれまでに編集したISOガイドには、Guide 30, Guide 31, Guide 35の三

つがあり、これを合本として刊行するかどうかを検討したが、費用の面とVIMなどの改訂の時期も考える必要があり、結論は得られなかった。重要な情報を伝えることの意味は十分認められるが、その数が多くなると、ISO事務局自体の財政的負担も無視できず、今後もこの種の問題が出てくるものと思われる。

まとめ方としては、例えば次のことが考えられる。

- 1) 計量学一般
- 2) 化学計測関連
- 3) 標準物質に関連する問題点

## 6. 標準物質の認証と関連事項

これに関連して、「二つの独立な方法によるRMの認証(REMCO 134)」と「試験所間の相互比較によるRMの認証(REMCO 124)」の二つの文書が提出された。

上記の二つの文書についての議論では、いずれも不確かさをいかに推定するかが重要であること、また物理的なものと違い化学分野では、共同実験(intercomparison)の必要性が強調された。二つの文書についての意見を直接提案者に送ること、また提案者はそれをもとに改訂版を作り、各委員に送付することが決められた。その他の事項として、RM(標準物質)とCRM(認証標準物質)の定義について再考する必要があるのではないかと、標準物質に関するトレーサビリティは本質的に可能かなどが議論されたが、以上の2点について study paperを作ることを Dr. Juhasz (IUPAC) に依頼した。

## 7. 標準物質に関する情報の提供について

フランスを中心として構築中の「COMAR データバンク」については、ハードとソフトの両面から改良が順調に進められていることが報告され、引き続き構築を続行するように希望することを決議した。現在は専門家を仲介として一般に公開できるようになってい

るとのことである。

一方、REMCO生産者総覧に関連して、新CRMの開発計画のアンケート調査とその結果が報告された(REMCO 128, REMCO 138)が、134件送付のうち25件回収と回答率が低かったために、再度アンケート調査を実施することを決め、計画自体を延期することにした。具体的な配布と更新の方法などについて意見交換を行ったが、ISOの予算の状況や利用率などを再考して今後の課題とすることにした。RMの製造者間の相互協力については、重複作業を避けるためにも情報交換が必要であり、アプローチの方法についても議論した結果、CRMの開発計画を把握することの重要性を認め、今後の自発的寄与を期待する旨、決議した。しかしながら、現状では個人個人の情報交換に頼っている面があり、情報提供の体系化が望まれている。

その他、一般情報として中国の第2回分析機器報告及び展示会(87.10)の紹介があった。中国は今回2人の代表を送ってきており、標準物質に力を入れていることがうかがえた。

## 8. おわりに

今回の会議では文書として残すものは少なかったが、いくつかの方向に具体的な進展がみられたことは評価すべき成果といえよう。

すなわち、ISOガイド33に関しては、「概論」と「測定法の確認のための標準物質の使い方」の草案がまとめの段階に進んだこと、標準物質のトレーサビリティについて真剣に考え始めたこと、さらに他の国際機関との連携を密にし重複を避けるようにすることを認識してREMCOがまとめ役を果たすべく努力する姿勢を示したこと、などがあげられる。ISOガイド33については、残る問題として、「校正のための標準物質の使い方」の草案が出されたが、具体的には広い意味の誤差を考えた回帰分析の手法であり、化学分析の分野だけでなく物理測定分野からの寄与が望ま



れている。この分野ではわが国も寄与できると思われるので、具体的な文書としての提案が出来ればよいと考えている。

REMC Oの会議は研究者の集まりという色あいが濃く、常に本質論を原点に置きながら全体の合意点を決めるという進め方がとられているように感じ、友好的な中にも厳しさがあるように思えた。委員長であるフランスのDr.Marschal が冒頭の挨拶で述べたように、提案者だけの主張に終始するのではなく、中味を十分に議論することが大切である。そのためには、step by stepの姿勢で広い分野の合意を求めることが必要である。

出席者の多くが何らかの形で文書の提案者の立場にある場合が多く、主張すべきは主張し、合意すべきは合意するといった形で互いの意見を尊重しあっていた。このような観点からすれば、わが国も積極的に国内のまとめを行って、可能な分野から文書での提案を行

っていくべきであろう。

現在の国内での標準物質に関する活動は専門分野ごとに個別に行われており、横のつながりが乏しいように思われる。標準物質に関するいくつかのISO ガイドがすでに刊行されており、国内規格として参考にすべき時期も遠くないと思われるので、標準物質の必要性を啓蒙・教育する場とともに実際に生産から供給までを計画的に把握する組織的な活動の場の設置が期待される。

また、国内においてもすでに世界的に通用する材料関連のデータベース等を所有する分野もあるので、国内での組織を強化した上で国際的に貢献できる息の長い地道な活動を望みたい。特にアジアを始めとする発展途上国からのわが国に対するこの分野での援助・協力に対する期待も大きいと考えられる。

(昭和62年9月受理)

## 標準物質協議会の歴史-II 標準物質協議会時代

|        |                                                                                                                                                |
|--------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 昭和42年度 | 団体名を「標準物質協議会」と改称<br>会長 安東 新午氏、副会長江上 正氏、加藤 亮氏<br>日本工業規格「自動車排ガス測定用校正ガス（自動車排気ガス測定用CO、CO <sub>2</sub> 、CH <sub>4</sub> 標準ガス）」新規原案作成を受託<br>会議の開催 7回 |
| 昭和43年度 | 会長 安東 新午氏、<br>日本工業規格「標準物質通則」新規原案作成を受託<br>会議の開催 ?回                                                                                              |
| 昭和44年度 | 会長 安東 新午氏、<br>日本工業規格「水素（標準物質）」新規原案作成を受託<br>会議の開催 ?回                                                                                            |
| 昭和45年度 | 会長 安東 新午氏、<br>前年度に引き続き日本工業規格「水素（標準物質）」新規原案作成を受託                                                                                                |
| 昭和46年度 | 会長 安東 新午氏、副会長 益子 洋一郎氏<br>日本工業規格「二酸化硫黄（標準試料）」新規原案作成及び「標準物質体系調査」を受託<br>会議の開催 5回<br>講演会の開催 2回（第2回は東京工業試験所と共催）                                     |

- 演題不明、第2回の演者はNBSの Dr.Taylor
- 昭和47年度 会長 安東 新午氏、副会長 益子 洋一郎氏  
日本工業規格「一酸化窒素（標準試料）、二酸化窒素（標準試料）」及び「一酸化炭素（標準試料）」新規原案作成を受託した他、前年度に引き続いて「標準物質体系調査」を実施  
会議の開催 5回
- 昭和48年度 会長 安東 新午氏、副会長 益子洋一郎氏  
計量行政審議会において「公害計測用化学標準物質の標準のあり方について」建議がなされた。  
会議の開催 2回（?）
- 昭和49年度 会長 安東 新午氏、副会長 益子 洋一郎氏  
会議の開催 4回
- 昭和50年度 会長 安東 新午氏、副会長 益子 洋一郎氏  
日本工業規格「高純度炭化水素の屈折率測定法」原案作成を受託  
会議の開催 5回
- 昭和51年度 会長 安東 新午氏、副会長 益子 洋一郎氏  
会議の開催 2回
- 昭和52年度 会長 安東 新午氏、副会長 益子 洋一郎氏  
会議の開催 ?回
- 昭和53年度 会長 安東 新午氏、副会長 益子 洋一郎氏  
日本工業規格「高純度炭化水素の凝固点試験方法」及び「高純度炭化水素の密度試験方法（ビンガム型比重びん法）」原案作成を受託  
会議の開催 9回
- 昭和54年度 会長 益子 洋一郎氏、副会長 荒木 峻氏  
本年度から会費、入会金等が現在と同額になる。  
前年度まで事務局は持回りであったが、本年度から助化学品検査協会が引き受けることになった。  
会議の開催 3回  
見学会の開催（国立公害研究所）1回
- 昭和55年度 会長 益子 洋一郎氏、副会長 荒木 峻氏  
会議の開催 3回  
見学会の開催（化学技術研究所及び計量研究所、公害資源研究所） 2回  
講演会の開催 1回  
①標準物質（標準液）の表示値の決定法 橋谷 博氏  
②標準液の保存安定性 並木 博氏  
③標準液の使用法とその問題点 田村 正平氏
- 昭和56年度 会長 益子 洋一郎氏、副会長 荒木 峻氏  
会議の開催 4回  
見学会の開催（工業技術院地質調査所、電子技術総合研究所及び科学技術庁無機材質研究所、工業技術院機械技術研究所） 2回

- 講演会の開催 1回
- 昭和57年度 会長 益子 洋一郎氏、副会長 荒木 峻氏  
会議の開催 2回  
見学会の開催 (日本分析センター) 1回  
日本工業規格「JIS K 0504 n-ヘキサン (標準試料)」、「JIS K 0505 n-ヘプタン (標準試料)」、「JIS K 0506 n-オクタン (標準試料)」、「JIS K 0507 n-ノナン (標準試料)」、「JIS K 0508 n-デカン (標準試料)」、「JIS K 0509 n-ウンデカン (標準試料)」、「JIS K 0510 ドデカン (標準試料)」、「JIS K 0511 n-トリデカン (標準試料)」以上8件の原案見直しを受託
- 昭和58年度 会長 荒木 峻氏、副会長 福地 俊典氏  
日本工業規格「化学標準物質通則」原案見直し及び「分析規格体系調査」を受託  
会議の開催 4回  
見学会の開催 (工業技術院微生物工業技術研究所及び繊維高分子材料研究所) 1回
- 昭和59年度 会長 荒木 峻氏、副会長 福地 俊典氏  
日本工業規格「標準液使用方法通則」新規原案作成を受託  
見学会の開催 (日本原子力研究所) 1回  
講演会の開催 1回  
①機器分析と標準物質—吸光光度測定における標準物質のあり方 坂田 衛氏  
②吸光光度法環境測定器における目盛校正と問題点 森 正樹氏  
③臨床検査における絶対吸光光度の必要性 桑 克彦氏
- 昭和60年度 会長 荒木 峻氏、副会長 福地 俊典氏  
61年1月に機関紙「会報」が創刊される。  
会議の開催 5回  
会報の発行 1回  
見学会の開催 (通商産業省通商産業検査所及び助電力中央研究所) 1回  
講演会の開催 1回  
①無機超微量成分分析の諸問題 水池 敦氏  
②半導体表面定量分析と標準物質 (オージェ分析) 小野 雅敏氏
- 昭和61年度 会長 荒木 峻氏、副会長 福地 俊典氏  
会議の開催 5回  
会報の発行 4回  
見学会の開催 (農林水産省食品総合研究所及び建設省土木研究所) 1回  
講演会の開催 1回  
①標準微粒子とその信頼性 中江 茂氏  
②標準微粒子の発生と機器の校正 横地 明氏  
③クリーンルームの評価と計測 藤井 修二氏



## わが国のセメント標準試料

社団法人セメント協会・研究所  
技術部 部長 加藤 修

### 1. セメント標準試料作製の経緯

セメント標準試料は、米国NBSが供給しているものが、その種類及び量ともに世界的にみて最大である。わが国のセメント関係者も昭和20年代初期までは、必要に応じて、NBSから標準試料を取り寄せて使用していた。しかし、当時は外貨使用の手続きが煩雑であると同時に、入手に要する待ち時間も長かったため、やがて標準試料を自前で準備しようという気運が高まってきた。標準試料を作製するからには、それなりの態勢と技術力が必要であるが、幸いにも既に(社)日本セメント技術協会(現在の(社)セメント協会・研究所)において、セメントの強さ試験に用いる標準砂の作製を手掛けており、昭和20年代中期に委員会組織により準備作業を開始した。

現在、(社)セメント協会・研究所では、次の3種類のセメント標準試料を供給しているが、これらはいずれも日本工業規格(JIS)に規定された試験方法のサポートを目的として作製したものである。3種類の標準試料は、それぞれ用途が異なるので、以下にその概要を紹介する。

#### 1.1 粉末度測定用セメント標準試料(102系列)

一般に粉体の細かさを表わすには、ふるいを用いて、その目の開きと通過量あるいは残量により表現する場合が多い。そのほかに粉体を液体に懸濁させ、透過光の強弱から粒度を算出する方法もある。

セメントの粉末度測定には、ふるいを用いる方法もあるが、通常は空気透過法が世界各国で最もよく用いられており、JISでも採用されている。空気透過法とは、一定容積のセ

ルの中に一定質量のセメントを入れ、一定の圧力を加えて充填した後、その充填粒子の間に空気を流し、一定体積の空気が通過するに要する時間を測定して、単位質量当りのセメント粒子が持つ表面積として表現する方法である。セメントの場合は、この方法で表面積を測定するに当り、標準試料を用意して置き、その標準値との比較により相対的な値としての「比表面積」という表現方法を採用している。

この粉末測定用セメント標準試料は、昭和26年から供給を開始し、現在、(社)セメント協会・研究所で頒布しているものには比表面積及び $10\mu\text{m}$ 、 $15\mu\text{m}$ 、 $20\mu\text{m}$ 、 $30\mu\text{m}$ 及び $44\mu\text{m}$ の網ふるい残分が表示してある。

#### 1.2 化学分析用セメント標準試料(211系列)

化学分析用セメント標準試料は、昭和32年から作製しているが、当初の目的は、セメント中の酸化ナトリウム及び酸化カリウムの定量に炎光光度計を採用することになり、当時の国内数社の炎光光度計を調査したところ、機種が異なると測定結果に差がみられ、それぞれの性能を確認する必要が生じたことに端を発している。

この標準試料の特徴は、JIS R 5202に規定された分析方法によって操作した場合の標準値を表示している点である。セメントのJIS分析方法は、酸可溶成分のみを分析対象としており、酸不溶成分中の主としてけい素、アルミニウム、鉄等から成る成分は定量値から除外している。即ち、他のけい酸鉱物等の場合によく行われるふっ化水素酸処理及びピロ硫酸アルカリによる融解等の操作は、省略しているのが特徴である。普通ポルトランドセメントの場合の「不溶残分」は、 $0.1\sim 0.2$



%であり、その中の成分まで追求することは、工業分析としての実用性重視の立場から、必要性が薄いという考え方が従来からの慣習となっているためである。

従って、この標準試料は蛍光X線分析等の標準試料としての使用は適確でなく、あくまでもJISに規定された分析方法のサポートを目的として作製されたものである。

蛇足ながら、セメントの製造工場では昭和40年代から急速に蛍光X線分析計が導入され、主として原料の調製管理用として使用されているが、各工場ごとに使用原料の種類が多様多様であるため、校正試料はそれぞれの工場が独自に準備しているのが実状である。

### 1.3 水和熱測定用セメント標準試料(301系列)

セメントは水との反応により水和物を生成し、これがセメント水和物独特の硬化体となるわけであるが、この水和反応は発熱を伴う反応であるため、厚みのある大形のコンクリート建造物を造る場合には、この発熱量を知ることが重大な要件となる。つまり、水和熱が高い場合は、コンクリート建造物の表面と内部とに温度差を生じ、熱膨張量の不均一が原因となって建造物にき裂を発生させることがある。これに対処するため、JISではセメントの水和熱測定方法を規定している。

一般に熱量の測定は熟練を要する場合が多く、特に安価で簡単な測定装置で測定しようとすると特別の技能を要することになる。

セメントの水和熱測定の場合も、JISで規定している測定装置は極めて簡単なものであるが、操作には細かい注意が必要な方法であるため、個人差が出易く、共通試験を行ってみると、測定者間のばらつきが大であるという例が多い。

こうした背景があるため、昭和33年から水和熱測定用セメント標準試料の作製を行い、測定値の確認あるいは測定者の技術水準向上を目的として使用されている。

## 2. 調製方法

上記のように、現在、わが国のセメント標準試料は、用途別に3種類を(社)セメント協会・研究所から供給しているが、それらの調製方法はいずれも類似の方法をとっているので、化学分析用セメント標準試料の調製方法を例として以下に述べる。

### 2.1 原試料の調製

セメント標準試料を作製する場合に注意すべき点は、後述する理由により、原試料が新鮮なセメントでなければならず、また、化学成分及び物性が一般に市販されているセメントからかけ離れたものではなく、できるだけ平均的なものを選ぶ必要がある。次に標準試料としての重要要件である均一性を確保するため、一定の工場で連続した製品の流れの中から試料を採取する必要がある。

これらの要件を考慮して、特定のセメント工場に試料採取を委託し、製造されたばかりの新鮮なセメントを抜き取り(社)セメント協会・研究所に搬入する。この段階で一応予備試験を行い、標準試料としての適性を確認し、その上で、均一化のための混合作業及び瓶詰め包装作業を行う。

### 2.2 均一性確認試験

瓶詰め試料のばらつきは最も重要な確認事項である。そのため20個前後の瓶詰め試料を抜き取り、均一性確認の試験を行う。試験項目としては、原子吸光光度法による酸化鉄(Ⅲ)の定量及び空気透過法による比表面積の測定を行うことにしている。これらの試験項目を選んだ理由は、操作が煩雑でなく所要時間が短いことと、同一測定者が試験した場合の精度が高いので、瓶詰め試料間のばらつきをみるには最適の試験項目と考えているためである。この試験の判定基準値は、最大値と最小値との差(R)として、酸化鉄(Ⅲ)で0.03%、比表面積で $50\text{cm}^2/\text{g}$ と内規で定めており、この確認試験を実施するまでを(社)セメント協会・研究所の責任において行っている。

### 3. 表示値の決定

標準試料の表示値は、下記に示す組織により、共同試験を実施して決定している。

#### 3.1 組織

(社)セメント協会・研究所には、現在、実務的な技術系委員会が10委員会あり、そのひとつとして、内外のセメント関連規格の動向を研究対象としている規格専門委員会が常設されている。標準試料の作製はこの委員会の管轄下に属し、この委員会の下部機構として、標準試料作製小委員会と称する組織を、必要の都度臨時に設置し、標準値の決定に当たっている。この小委員会は、各標準試料の作製を行うたびに招集され、常設ではないがあまり変動のない顔ぶれの8名の委員で構成されている。これに事務局としての(社)セメント協会・研究所の担当者を加えた9名で共同試験を実施する。

#### 3.2 標準値の決定

化学分析用セメント標準試料の標準値決定に例をとると、まず次のようなインストラクションを用意し、これに基づいて共同試験を実施する。

(1) 分析項目及び分析方法：JIS R 5202に規定されている分析項目につき、同JIS方法により分析する。

(2) 分析回数：各委員は2個ずつの包装済み試料を受け取り、1個ずつ日を変えて、1回ずつ計2回の分析を行う。

(3) 報告：所定の記入用紙に分析結果を記入し、期限日までに事務局に送付する。こうして集計された試験結果の一例を表1に示す。

標準値の決定は、小委員会で審議の上で最終決定を行うことにしているが、判断規準としては、従来の慣行として過去の標準試料作製時における範囲(R)及び標準偏差( $\sigma$ )を比較対象として決定している。

1～2名の委員の試験結果が、他とかけ離れている場合があるが、その時は、該当する委員だけが再試験を行うことにしている。

このようにして9名の委員が提出した試験結果の平均値をもって、その標準試料の表示値とし、成績証明書の形式の印刷物として各瓶ごとに添付している。

### 4. 問題点

セメント標準試料は二つの問題点をもっており、その対策に常時頭を悩ましている。

第1は、セメントが極めて吸湿性が強い物質であるため、保存中に変化を起す可能性があり、一度開封したものの保存には、特に十分な注意が必要であることである。

第2は、セメントの粒度分布が $1\mu\text{m}$ 以下から $100\mu\text{m}$ 程度までの比較的幅広い粉体であるため、均一性確保に慎重でなければならない点である。表2にその一例として、同一のセメントを $10\mu\text{m}$ 以下の細粒部分及び $40\mu\text{m}$ 以上の粗粒部分に分離してみると、化学成分及び物性が元のセメントとは異なってしまうことを示した。

### 5. むすび

セメント標準試料は、太平洋戦争集結後の物質不十分の中から供給の準備に着手し、現在は3種類の標準試料が作製されている。これらはいずれもJISに規定された試験方法のために用意されたものである。

今後は試験機器、分析装置の発達により、標準試料に要求される表示値の内容も変化してくると思われる。これに対しては新しく別の試料で対応することになると予想されるので、標準試料の種類は徐々に増加すると考えている。お気付きの点をご指摘戴くとともにご指導を願えば幸いである。



表1 セメント協会標準試料作製小委員会が実施した共同試験結果の一例 (単位: %)

| 試験所         | ig. loss | insol. | SiO <sub>2</sub> | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | CaO   | MgO   | SO <sub>3</sub> | Na <sub>2</sub> O | K <sub>2</sub> O | TiO <sub>2</sub> | P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> | MnO   |
|-------------|----------|--------|------------------|--------------------------------|--------------------------------|-------|-------|-----------------|-------------------|------------------|------------------|-------------------------------|-------|
| a 1         | 0.84     | 0.09   | 22.44            | 5.07                           | 2.94                           | 63.98 | 0.91  | 2.10            | 0.31              | 0.70             | 0.23             | 0.09                          | 0.07  |
| a 2         | 0.86     | 0.10   | 22.48            | 5.03                           | 2.96                           | 63.97 | 0.92  | 2.11            | 0.31              | 0.69             | 0.23             | 0.08                          | 0.06  |
| $\bar{x}_a$ | 0.85     | 0.10   | 22.46            | 5.05                           | 2.95                           | 63.98 | 0.92  | 2.10            | 0.31              | 0.70             | 0.23             | 0.08                          | 0.06  |
| b 1         | 0.88     | 0.09   | 22.42            | 5.22                           | 2.91                           | 64.04 | 0.87  | 2.09            | 0.32              | 0.70             | 0.23             | 0.08                          | 0.07  |
| b 2         | 0.87     | 0.10   | 22.44            | 5.18                           | 2.91                           | 64.07 | 0.89  | 2.09            | 0.33              | 0.70             | 0.22             | 0.08                          | 0.07  |
| $\bar{x}_b$ | 0.88     | 0.10   | 22.43            | 5.20                           | 2.91                           | 64.06 | 0.88  | 2.09            | 0.32              | 0.70             | 0.22             | 0.08                          | 0.07  |
| c 1         | 0.87     | 0.10   | 22.44            | 5.14                           | 2.97                           | 64.08 | 0.94  | 2.12            | 0.30              | 0.68             | 0.23             | 0.09                          | 0.07  |
| c 2         | 0.88     | 0.10   | 22.49            | 5.16                           | 2.97                           | 63.99 | 0.90  | 2.13            | 0.31              | 0.68             | 0.23             | 0.09                          | 0.07  |
| $\bar{x}_c$ | 0.88     | 0.10   | 22.46            | 5.15                           | 2.97                           | 64.04 | 0.92  | 2.12            | 0.30              | 0.68             | 0.23             | 0.09                          | 0.07  |
| d 1         | 0.87     | 0.11   | 22.43            | 5.09                           | 2.93                           | 63.97 | 0.94  | 2.12            | 0.33              | 0.70             | 0.24             | 0.09                          | 0.06  |
| d 2         | 0.85     | 0.12   | 22.45            | 5.07                           | 2.92                           | 64.02 | 0.93  | 2.14            | 0.32              | 0.69             | 0.25             | 0.09                          | 0.07  |
| $\bar{x}_d$ | 0.86     | 0.12   | 22.44            | 5.08                           | 2.92                           | 64.00 | 0.94  | 2.13            | 0.32              | 0.70             | 0.24             | 0.09                          | 0.06  |
| e 1         | 0.89     | 0.13   | 22.40            | 5.16                           | 2.93                           | 64.02 | 0.94  | 2.10            | 0.33              | 0.70             | 0.24             | 0.08                          | 0.06  |
| e 2         | 0.88     | 0.12   | 22.46            | 5.14                           | 2.95                           | 63.90 | 0.90  | 2.12            | 0.33              | 0.70             | 0.24             | 0.08                          | 0.06  |
| $\bar{x}_e$ | 0.88     | 0.12   | 22.43            | 5.15                           | 2.94                           | 63.96 | 0.92  | 2.11            | 0.33              | 0.70             | 0.24             | 0.08                          | 0.06  |
| f 1         | 0.83     | 0.06   | 22.44            | 5.16                           | 2.94                           | 63.93 | 0.92  | 2.12            | 0.32              | 0.71             | 0.23             | 0.09                          | 0.07  |
| f 2         | 0.84     | 0.08   | 22.41            | 5.17                           | 2.93                           | 63.98 | 0.88  | 2.09            | 0.32              | 0.72             | 0.22             | 0.10                          | 0.07  |
| $\bar{x}_f$ | 0.84     | 0.07   | 22.42            | 5.16                           | 2.94                           | 63.96 | 0.90  | 2.10            | 0.32              | 0.72             | 0.22             | 0.10                          | 0.07  |
| g 1         | 0.82     | 0.09   | 22.48            | 5.17                           | 2.93                           | 64.03 | 0.93  | 2.12            | 0.32              | 0.70             | 0.23             | 0.09                          | 0.07  |
| g 2         | 0.86     | 0.09   | 22.46            | 5.12                           | 2.95                           | 64.07 | 0.91  | 2.11            | 0.32              | 0.67             | 0.23             | 0.09                          | 0.07  |
| $\bar{x}_g$ | 0.84     | 0.09   | 22.47            | 5.15                           | 2.94                           | 64.05 | 0.92  | 2.12            | 0.32              | 0.69             | 0.23             | 0.09                          | 0.07  |
| h 1         | 0.86     | 0.12   | 22.45            | 5.12                           | 2.92                           | 63.98 | 0.90  | 2.13            | 0.31              | 0.66             | 0.23             | 0.10                          | 0.06  |
| h 2         | 0.85     | 0.11   | 22.45            | 5.11                           | 2.90                           | 63.92 | 0.89  | 2.13            | 0.30              | 0.66             | 0.23             | 0.10                          | 0.06  |
| $\bar{x}_h$ | 0.86     | 0.12   | 22.45            | 5.12                           | 2.91                           | 63.95 | 0.90  | 2.13            | 0.30              | 0.66             | 0.23             | 0.10                          | 0.06  |
| i 1         | 0.85     | 0.11   | 22.45            | 5.07                           | 2.93                           | 63.95 | 0.88  | 2.11            | 0.31              | 0.70             | 0.23             | 0.08                          | 0.07  |
| i 2         | 0.83     | 0.09   | 22.43            | 5.07                           | 2.94                           | 63.98 | 0.88  | 2.11            | 0.31              | 0.70             | 0.23             | 0.08                          | 0.08  |
| $\bar{x}_i$ | 0.84     | 0.10   | 22.44            | 5.07                           | 2.94                           | 63.96 | 0.88  | 2.11            | 0.31              | 0.70             | 0.23             | 0.08                          | 0.08  |
| $\bar{x}$   | 0.86     | 0.10   | 22.44            | 5.13                           | 2.94                           | 64.00 | 0.91  | 2.11            | 0.31              | 0.69             | 0.23             | 0.09                          | 0.07  |
| R           | 0.04     | 0.05   | 0.05             | 0.15                           | 0.06                           | 0.11  | 0.06  | 0.04            | 0.03              | 0.06             | 0.02             | 0.02                          | 0.02  |
| $\sigma$    | 0.018    | 0.016  | 0.017            | 0.049                          | 0.019                          | 0.044 | 0.020 | 0.014           | 0.010             | 0.017            | 0.007            | 0.008                         | 0.007 |

表2. 粒子径の大小によるセメント成分の偏在の一例

| 試料          | 化 学 成 分 (%) |        |                  |                                |                                |       |      |                 |                   |                  | 比 重  | 比表面積<br>(cm <sup>2</sup> /g) |
|-------------|-------------|--------|------------------|--------------------------------|--------------------------------|-------|------|-----------------|-------------------|------------------|------|------------------------------|
|             | ig. loss    | insol. | SiO <sub>2</sub> | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | CaO   | MgO  | SO <sub>3</sub> | Na <sub>2</sub> O | K <sub>2</sub> O |      |                              |
| 元のセメント      | 0.69        | 0.20   | 21.26            | 5.23                           | 2.91                           | 64.91 | 1.30 | 2.03            | 0.40              | 0.62             | 3.16 | 3320                         |
| 分級したセメント A* | 1.67        | 0.22   | 19.59            | 5.19                           | 2.89                           | 62.46 | 1.23 | 4.47            | 0.57              | 1.21             | 3.09 | 8860                         |
| 分級したセメント B* | 0.19        | 0.21   | 22.16            | 5.50                           | 3.05                           | 65.90 | 1.31 | 0.76            | 0.34              | 0.40             | 3.19 | 610                          |

\* 分級したセメントAは、元のセメントから10  $\mu$ m以下の粒子を取り分けた細かい部分で、Bは40  $\mu$ m以上の粒子の粗い部分の試料である。

(昭和62年10月受理)



### 〈昭和62年度第2回役員会〉

- 日時 昭和62年10月23日(金) 13時30分～16時
- 場所 飯田橋会館
- 議題 見学会開催の件  
講演会開催の件  
その他

### 〈昭和62年度見学会〉

- 日時 昭和62年11月17日(火)
- 見学先 財団法人 自動車研究所 (10時～12時)  
文部省 高エネルギー物理学研究所  
(13時～16時)
- 参加者 39名

### 「クリーンルームのクリーン度とヘパフィルターの効率測定」講演会開催について

下記のとおり関係団体の協賛により昭和62年度講演会を開催します。受講希望の方は往復はがきでお申し込み下さい。

- 日時 昭和63年3月30日(水)  
13時30分～16時35分
- 場所 機械振興会館 研修2号室  
港区芝公園3丁目5番8号  
TEL 434-8216
- 講演 1. クリーンルーム内の気流の測定について  
(13時30分～15時00分)  
日立プラント建設株式会社空調冷熱事業本部  
副技師長 鈴木道夫氏

- 2. ヘパフィルターの効率測定について  
(15時05分～16時35分)  
金沢大学工学部化学工学科  
教授 江見 準氏  
司会/東京工業大学  
助教授 藤井修二氏

- 参加費 4,000円 (資料代を含む)
- 協賛 (順不同) 日本電子機械工業会・計量管理協会・  
建築学会・大気汚染研究協会・  
応用物理学会・日本環境測定分析協会・  
日本分析化学会・日本化学会

### 新入会員紹介

#### 正会員 (第5条第1項第1号会員)

| 承認日                         | 会社名又は団体名        | 連絡者   | 住所                    | 電話            |
|-----------------------------|-----------------|-------|-----------------------|---------------|
| 62・7・10                     | 日本合成ゴム(株)       | 池谷 俊彦 | 〒104 中央区築地2-11-24     | ☎03-541-4111  |
| 62・12・1                     | ㈱ファインセラミックスセンター | 小管 教行 | 〒456 名古屋市熱田区六野2-4-1   | ☎052-871-3500 |
| 62・12・1                     | 片山化学工業(株)       | 山岡 宏  | 〒660 兵庫県尼崎市難波町3-26-22 | ☎06-481-6769  |
| 62・12・1                     | 半井化学薬品(株)       | 上田 舒康 | 〒617 京都府向日市鶏冠井町石橋17   | ☎075-932-1755 |
| 62・12・1                     | 国産化学(株)         | 阿部 誠之 | 〒370 群馬県邑楽郡明和村大字大輪255 | ☎0276-84-4601 |
| <b>特別会員 (第5条第1項第3号の一会員)</b> |                 |       |                       |               |
| 62・12・1                     | 明治大学講師          | 高橋 昭  | 〒177 練馬区関町5-17-2      | ☎03-920-8816  |

### —編集後記—

明けましておめでとうございます。「会報」第8号をお届けします。

告知板でもお知らせしましたように、正会員として、日本合成ゴム(株)、㈱ファインセラミックスセンター、片山化学工業(株)、半井化学薬品(株)、国産化学(株)が新たに仲間入りし、正会員が26団体になりました。また特別会員として元電気化学計器(株)取締役の高橋昭氏が加入されました。

標準物質の重要性と必要性については、本誌で諸賢が紹介している所ではありますが、通産省でも標準物質供給を国ベースで組立てる必要があるとの見地から、研究基盤整備の一環として昭和63年度予算として要求してきました。しかし、残念ながら予算に組込まれるには到りませんでした。昭和64年度予算に再度挑戦することになるのではないかと考えられますが、予算要求の裏付け資料として本会報が大活躍しました。来年こそは、国の理解が得られるよう祈っています。

晴れて叙勲を受けられた益子洋一郎顧問、福地俊典副会長に紙面を借りて御祝い申し上げます。

会報の発行が遅れて申し訳ありません。

(M. K. 記)

### —編集後記—

——— 東京都墨田区東向島4-1-1 ㈱化学品検査協会内 標準物質協議会 ———