

塩分含有量測定器の検定方法

ZKT-301:1992 (制定)
2001 (改正)
2007 (改正)
[全生工組連試験方法]

1. 適用範囲 この規格は、細骨材又はフレッシュコンクリートに含まれる塩化物量を測定するために用いる、塩分含有量測定器⁽¹⁾の精度の検定方法について規定する。

注⁽¹⁾ 検知紙、検知管は除く。

2. 引用規格 次に掲げる規格は、この規格に引用されることによって、この規格の一部を構成する。これらの引用規格は、その最新版（追補を含む。）を適用する。

- JIS A 1144 フレッシュコンクリート中の水の塩化物イオン濃度試験方法
- JIS K 0101 工業用水試験方法
- JIS K 0113 電位差・電流・電量・カールフィッシャー滴定方法通則
- JIS K 8150 塩化ナトリウム（試薬）
- JIS K 8312 クロム酸カリウム（試薬）
- JIS K 8830 ウラニン（試薬）
- JIS K 8550 硝酸銀（試薬）
- JIS K 8646 デキストリン水和物（試薬）
- JIS R 3505 ガラス製体積計
- JIS R 5201 セメントの物理試験方法

3. 検定基準

3.1 塩分含有量測定器 検定の対象とする塩分含有量測定器は、（財）国土開発技術研究センター（現：国土技術研究センター）の技術評価を受け、所定の精度が確認されたものとする。

3.2 練混ぜ水の塩化物イオン濃度 練混ぜ水は、塩化物イオン濃度が0.1%及び0.3%、又は0.5%付近になるように塩化ナトリウムで調整したものとする。

3.3 基準試験方法 基準試験は、JIS A 1144 に規定された、次の何れかの試験方法による。

- 1) JIS K 0101 32.1 チオシアン酸水銀（ ）吸光光度法
- 2) JIS K 0101 32.3 硝酸銀滴定法
- 3) JIS K 0113 5. 電位差滴定方法

4. 試薬 試験に用いる試薬は、検定の方法によって次のうち必要なものを用いる。

- 4.1 塩化ナトリウム（試薬） 塩化ナトリウム（試薬）は、JIS K 8150 に規定するものとする。
- 4.2 硝酸銀（試薬） 硝酸銀（試薬）は、JIS K 8550 に規定するものとする。
- 4.3 クロム酸カリウム（試薬） クロム酸カリウム（試薬）は、JIS K 8312 に規定するものとする。
- 4.4 フルオレセインナトリウム フルオレセインナトリウムは、JIS K 8830 に規定するものとする。
- 4.5 デキストリン水和物 デキストリン水和物は、JIS K 8646 に規定するものとする。

5. 試験器具

- 5.1 はかり はかりは、ひょう量2kg以上で、目量が0.1g又はこれよりよいものとする。
- 5.2 ビュレット ビュレットは、JIS R 3505 に規定する容量25 mL及び50 mLのものとする。
- 5.3 全量ピペット 全量ピペットは、JIS R 3505 に規定するものとする。

5.4 三角フラスコ又はコニカルビーカ 三角フラスコ又はコニカルビーカは容量 200 mL のものとする。

5.5 セメントペースト及びモルタルの練混ぜ用の器具 セメントペースト及びモルタルの練混ぜ用の器具は、JIS R 5201 8.1(2)に規定する機械練り用練混ぜ機又は JIS R 5201 8.1(3)に規定する練混ぜ用の鉢及び練混ぜ用さじとする。

6. 試験方法

6.1 塩分含有量測定器の校正 塩分含有量測定器の検定を行う前に、必ずメーカーの取扱説明書に指定された方法により、測定器の校正を行う。

6.2 練混ぜ水の調整 精製水に塩化ナトリウムを加え、塩化物イオン濃度で 0.1% 及び 0.3%、又は 0.5% 付近の濃度の練混ぜ水を作る。

6.3 試料の練り混ぜ及び採取 試料は、セメントペースト又はモルタルを用いる。

セメントペーストの配合は、普通ポルトランドセメントと、6.2 で作ったそれぞれの練混ぜ水を質量比で、セメント：水（100：65）の割合で計量し、練り混ぜる。試料は、このペーストから吸引ろ過、又は遠心分離によって試験に必要な量のろ液を採取するか、ペースト上面に浮き出たブリーディング水から採取する。

モルタルの配合は、普通ポルトランドセメント 200g、気乾状態の細骨材（石灰石砕砂又は珪砂）1,200g 及び 6.2 で作った練混ぜ水 300g をそれぞれ計量し、練り混ぜる。ろ液の採取は、セメントペーストの場合と同じ方法で行う。

なお、基準試験方法を硝酸銀滴定法とする場合には、採取したろ液の pH を 7 付近に pH メータを用いて調整する。

6.4 基準試験方法による測定 6.3 で採取した試料のろ液を用い、3.3 に規定された何れかの方法によって塩化物イオン濃度(%)を測定し、これを基準値とする。

6.5 塩分含有量測定器による測定 塩分含有量測定器を、メーカーの取扱説明書に指定された方法により操作し、ろ液の濃度が 0.1% 及び 0.3%、又は 0.1% 及び 0.5% の何れかの組合せについて塩化物イオン濃度(%)を求め、これを試験値とする。

7. 判定 6.4 の試験方法で求めた基準値と、6.5 で求めた試験値との差が 2 種類の濃度とも基準値に対して $\pm 10\%$ 以内を合格とする。

8. 報告 報告には次の項目を記載する。

- 1) 検定年月日
- 2) 塩分含有量測定器の器種名
- 3) 塩分含有量測定器の製造会社名
- 4) 塩分含有量測定器の型式
- 5) 塩分含有量測定器の製造番号
- 6) 基準試験方法及び基準値との差(%)
- 7) 判定結果

塩分含有量測定器の検定方法

解 説

この解説は、本体に規定した事柄、及びこれらに関連した事柄を説明するもので、規格の一部ではない。

1. 制定の趣旨 この規格は、工業標準化法に基づき昭和 61 年に改正された、JIS A 5308（レディーミクストコンクリート）において、フレッシュコンクリートに含まれる塩分含有量の上限値が規定されたことを受けて作成した、レディーミクストコンクリートに含まれる塩化物含有量の検査の方法に関する規定である。この検査には、生コンクリート工場における実用性を考慮して開発され、財団法人国土開発技術研究センター（現：国土技術研究センター）より技術評価を受けた、簡易な塩分計（以降、簡易塩分計と呼ぶ）が用いられる。簡易塩分計は、その使用により、試験精度の経年による劣化等が危惧されたので、JIS A 5308 の審査事項（現：JIS Q 1011 適合性評価 - 日本工業規格への適合性の認証 - 分野別認証指針（レディーミクストコンクリート））では、この簡易塩分計を毎年 1 回の頻度で検定することを義務づけた。これを受け、全国生コンクリート工業組合連合会では、その検定方法を ZKT 専門部会で原案を作成し、技術委員会にて審議を行い、1992 年に ZKT-301 として制定した。

2. 改正の経緯 この規格は、1992 年に制定され、2001 年に見直しが行われている。

3. 改訂の要点

3.1 2001 年の改正 2001 年の改正では ZKT 本文中の曖昧な表現を排除して誤解を生じないようにするとともに、様式全体を、JIS Z 8301（規格票の様式及び作成方法）に整合させた他、以下の項目を書き換えた。

- 1) 「2. 引用規格」を設け、試験に用いる薬品、試薬等の規格番号と名称を明確にした。
- 2) 「7. 判定基準」に対応する解説の内容は、「JIS 規格に定める 3 種類の試験方法のうち一つだけを適用した場合は 15% までを合格とする。」との文言を削除した。
- 3) 「5. 使用器具」のうちガラス器具については、それぞれの容量の記載を削除した。

3.2 今回の改正 今回の改正では、一部表現の見直しを行った。

4. 原案作成中に問題となった事項 試験操作の基本は変えないで、試験者の技術や熟練の度合いによっては、従来の ZKT-301 に示されている容量のガラス器具を使用しないでも、所定の精度が得られるとの意見があり、これが承認された。しかし始めて試験を行う場合の参考がないので、後述する参考事項にこれを示すこととした。

また、簡易塩分計の合格判定基準が、本文と解説とで矛盾する、あるいは誤解されとの意見があり、解説に示されていた「JIS 規格に定める 3 種類の試験方法のうち一つだけを適用した場合は 15% までを合格とする。」との文言を削除することとした。

5. 参考事項

- 1) 本体 3.2 について 練混ぜ水の塩化物イオン（以下、 Cl^- という）濃度として 0.1% 及び 0.3%、又は 0.5% としたのは、塩分測定器の技術評価を受けたときの評価基準が、 Cl^- 濃度は、0.1% ~ 0.5% の範囲において測定可能という条件で評価を受けているためである。
- 2) 本体 3.3 基準試験方法について JIS A 1144 に規定されている JIS K 0101 32.3(硝酸銀滴定法)の場合、JIS K 0101 通りの指示薬を用いて試験を行うと、滴定終点の判定が明確でない場合があるので、通常は指示薬にクロム酸カリウムを用いて試験を行うと判定しやすい。
- 3) 本体 5. 試験器具について ガラス器具の標準的な容量は、それぞれメスシリンダは 500 及び 1000mL、三角フラスコ又はコニカルビーカは 200mL、ピペットは 10 及び 20mL、ビュレットは 25 及び 50mL とすればよい。

- 4) 硝酸銀滴定法における試薬の濃度について 硝酸銀滴定法における硝酸銀溶液濃度は、0.0282mol/L、又は0.100mol/Lとする。クロム酸カリウム指示薬の濃度は5%、硝酸は1+10及び1+65、炭酸ナトリウム溶液は5%とするといふ。
- 5) 練混ぜ水の調整について 練混ぜ水は、精製水に塩化ナトリウムを次の割合で加え、Cl⁻濃度で0.1%及び0.3%、又は0.5%付近の濃度に調整する⁽¹⁾。なお、単位水量150～200kg/m³の場合のCl⁻濃度及び塩化物量の関係を解説表1に示す。

注⁽¹⁾ 0.1%濃度は、塩化ナトリウム1.65gを、0.3%濃度は、塩化ナトリウム4.95gを、0.5%濃度は、塩化ナトリウム8.25gをそれぞれ精製水に溶解し1000mLとする。

解説表1 Cl⁻濃度と塩化物量の関係

単位水量 (kg/m ³)	Cl ⁻ 濃度 (%)	塩化物量 (kg/m ³)	単位水量 (kg/m ³)	Cl ⁻ 濃度 (%)	塩化物量 (kg/m ³)	単位水量 (kg/m ³)	Cl ⁻ 濃度 (%)	塩化物量 (kg/m ³)
150	0.1	0.15	170	0.1	0.17	190	0.1	0.19
	0.3	0.45		0.3	0.51		0.3	0.57
	0.5	0.75		0.5	0.85		0.5	0.95
160	0.1	0.16	180	0.1	0.18	200	0.1	0.20
	0.3	0.48		0.3	0.54		0.3	0.60
	0.5	0.80		0.5	0.90		0.5	1.00

- 6) 試料の練混ぜ及び採取 試料は、生コンクリートから採取したろ液を用いるのが適当であるが、既に技術評価に合格している測定器の検査のための試験であること、試験が大掛かりになること、又誤差を小さくすること等により、原則として試料は、セメントペーストを用いることとした。

セメントペーストの配合は、普通ポルトランドセメントと、本体6.2で作った練混ぜ水を質量比が、セメント：水（100：65）の割合で、試験に必要なろ液が採取できる量を計量し、練混ぜ用の鉢で練り混ぜる。この場合の練混ぜ水とCl⁻濃度の組合せは、（0.1%及び0.3%）、又は（0.1%及び0.5%）⁽²⁾の何れかを用いる。試料は、このペーストから吸引ろ過、又は遠心分離によって試験に必要な量のろ液を採取するか、自然にペースト上面に浮きだたブリーディング水⁽³⁾から採取する。

W/C=65%のセメントペーストでろ液の採取に時間がかかる時は、W/C=85%までの範囲のペーストを用いて良い。モルタルを用いる場合は、普通ポルトランドセメント、気乾状態の細骨材（石灰石砕砂又は珪砂）及び本体6.2で作った練混ぜ水を所定量⁽⁴⁾計量し、練り混ぜる。試料の採取は、セメントペーストの場合と同じ方法で行う。なお、硝酸銀滴定法を用いる場合は、試料のろ液が強アルカリ性なので、硝酸（粗調整1+10、微調整1+65）を適量加えてpH7付近にpHメータを用いて調整する。酸性になりすぎた場合は、炭酸ナトリウム溶液（5%）で再調整する。又試料と同量の精製水で、滴定に使用した指示薬を用いて空試験を行う。Cl⁻濃度と試料の量、硝酸銀溶液濃度及び滴定量の目安との関係を解説表2に示す。

解説表2 Cl⁻濃度と試料の量、硝酸銀溶液濃度及び滴定量の目安

Cl ⁻ 濃度 (%)	試料の量 (mL)	硝酸銀溶液濃度 (mol/L)	滴定量 (mL)
0.1	10	0.0282	約 10
0.3			約 30
0.5			約 50
0.1	20	0.100	約 6
0.3			約 17
0.5			約 28

注⁽²⁾ 通常は、0.1%及び0.3%の組合せの試料を用いる方が操作しやすい。

- (³) 採取試料は、必要あれば、ろ紙でろ過する。
(⁴) 練混ぜ水の量は、減水剤を使用しないので通常より多くした。

0.0282 mol/L 硝酸銀溶液で滴定した場合(⁵)

$$\text{塩化物イオン (Cl}^{-}\text{) 濃度(\%)} = \frac{(A - a) \times f \times 0.001}{V} \times 100$$

A : 0.0282 mol/L 硝酸銀溶液の消費量(mL)
a : 空試験に要した 0.0282 mol/L 硝酸銀溶液の消費量(mL)
f : 0.0282 mol/L 硝酸銀溶液のファクター
V : 試料の量 (mL)

0.100 mol/L 硝酸銀溶液で滴定した場合(⁵)

$$\text{塩化物イオン (Cl}^{-}\text{) 濃度(\%)} = \frac{(A - a) \times f \times 0.00355}{V} \times 100$$

A : 0.100mol/L 硝酸銀溶液の消費量(mL)
a : 空試験に要した 0.100 mol/L 硝酸銀溶液の消費量(mL)
f : 0.100 mol/L 硝酸銀溶液のファクター
V : 試料の量 (mL)

注(⁵) 計算値は、四捨五入を行って小数点以下3けたに丸めて求める。試験は、同一試料のろ液について2回
行い、その平均値を算出し、四捨五入を行って小数点以下2けたに丸めて試験結果とする。