

■規格の変遷（セメントの試験方法）

●JIS R 5201「セメントの物理試験方法」

年月		主な改正点
1950年7月	制定	・日本窯業規格 5101 号「セメント」では品質規格に含まれていたが、JIS(日本工業規格)への移行の際に分離して独立した試験方法規格となった。
1953年7月	改正	
1955年4月	改正	
1962年3月	改正	・ブレーン空気透過装置による比表面積測定試験において、セメント種類別に比重とポロシチーの値をそれぞれ改正。
1964年3月	改正	
1977年2月	改正	・超早強ポルトランドセメントが規格化されたため、比表面積を求めるのに必要な比重、ポロシチー、計算式を追加。 ・強さ試験の練混ぜを機械練りと手練りの2本立てとした。 ・モルタル供試体を養生する水タンクの水温が $20 \pm 2^{\circ}\text{C}$ に改正。 ・安定性試験から浸水方法を削除。
1981年8月	改正	・1978年(昭和53年)4月に耐硫酸塩ポルトランドセメントが規格化されたことに合わせ、粉末度試験を耐硫酸塩ポルトランドセメントの粉末度(比表面積)が測定できるように改正。
1987年3月	改正	・試料の調製に用いる標準ふるいを $840 \mu\text{m}$ から $850 \mu\text{m}$ に変更。 ・網ふるい試験に用いる標準ふるいを $88 \mu\text{m}$ から $90 \mu\text{m}$ に変更。 ・強さ試験用標準砂の粒度試験に用いる標準網ふるいを $297 \mu\text{m}$ から $300 \mu\text{m}$ に、また $105 \mu\text{m}$ を $106 \mu\text{m}$ に変更。
1992年7月	改正	・凝結試験における標準軟度の判定基準に許容差($\pm 1\text{mm}$)を明記。 ・凝結試験及び安定性試験における機械練りの導入。 ・強さ試験用供試体養生水槽の水温を $20 \pm 2^{\circ}\text{C}$ から $\pm 1^{\circ}\text{C}$ へ改正。
1997年4月	改正	・ISO679「強さ試験」および ISO9597「凝結・安定性試験」を附属書に導入。 ・本体の強さ試験方法を ISO に整合。(標準砂、モルタル配合、型詰め方法、表面仕上げ時間、圧縮強さ試験加圧速度、及び恒温室温湿度の変更)
2015年3月	改正	・数値の丸め方を JIS Z 8401 から四捨五入に変更。 ・密度試験に用いるルシヤテリエフラスコにおいて、容積に関する規定を満たさない場合でも、校正し補正值を求めれば、使用してもよいと規定。 ・比表面積試験及び凝結試験で自動測定装置を使用してもよいことを追加した。 ・凝結試験において、ISO 9597:2008 の凝結の試験方法を翻訳し、附属書 A とした。ただし、ISO 9597 と JIS では始発の判定基準が異なるため、両方法により求めた始発の時間には有意な差がある。そのため、附属書 A では ISO 9597 により求めた始発の時間を 1.2 で除し報告することとし、従来の JIS の始発の時間との整合を図った。また、始発用標準針による終結の測定方法を規定し、始発及び終結の測定に自動測定装置を使用してもよいことを追加した。 ・強さ試験において、ISO 679:2009 を翻訳し、附属書 C として規定した。強さ試験におけるモルタル供試体成形用型の寸法の許容差及び平面度の規定を ISO に整合した。ただし、1997年版に適合する成形用型も使用できるようにした。また、1997年版では、湿気箱内の温度及び水槽の水温は $20 \pm 1^{\circ}\text{C}$ と規定されていたが、改正では、ISO に整合させるため、湿気箱内の温度及び水槽の水温は $20.0 \pm 1.0^{\circ}\text{C}$ と規定した。

●JIS R 5202 「セメントの化学分析方法」

年月		主な改正点
1950年7月	制定	
1953年7月	改正	・定量操作の一部を修正。
1956年7月	改正	・二酸化けい素の定量方法として従来の蒸発乾固法に加えて、塩化アンモニウム法を採用。 ・酸化アルミニウムおよび酸化カルシウムの定量のための試料溶液の調製において再沈殿操作を省略。 ・アルカリの定量方法として炎光光度法を別法として採用。 ・硫化物硫黄の定量方法として重量法をやめ、ガス発生法を採用。
1962年3月	改正	・アルカリ以外の分析結果を少数点以下1けたで丸め。 ・酸化マグネシウムの定量方法として従来の重量法を別法とし、EDTA法を採用。 ・アルカリの定量方法(炎光光度法)のための試料溶液の調製においてシリカの除去操作を追加。
1973年8月	改正	・二酸化けい素の定量方法として過塩素酸法を採用。 ・酸化鉄(Ⅲ)の定量方法として重クロム酸カリウムを用いる酸化還元滴定法を採用。 ・酸化カルシウムの定量方法としてEDTA滴定法を採用。 ・酸化マグネシウムの定量方法の重量法を廃止。 ・アルカリの定量方法として重量法(別法)を廃止し、試料溶液の調製方法として過塩素酸法を採用。
1977年2月	改正	・規格票の形式に整合化。
1981年8月	改正	・社会情勢及び分析技術を考慮し、有害元素を含む試薬を使用しない化学分析方法の採用および新しい分析項目の規格化に主眼を置いて改正。 ・酸化アルミニウムの定量方法として重量法を別法(附属書)とし、キレート滴定法を採用。 ・酸化鉄(Ⅲ)の定量方法として重クロム酸カリウムを用いる酸化還元滴定法を廃止し、原子吸光分析法を採用、(1、10-フェナントリン)吸光光度法を別法(附属書)として採用。 ・酸化カルシウムの定量方法として過マンガン酸カリウム滴定方法(B方法)を廃止。 ・酸化マグネシウムの定量方法としてキレート滴定法を別法(附属書)とし、原子吸光分析法を採用。 ・アルカリの定量方法として炎光光度法を別法(附属書)とし、原子吸光分析法を採用。 ・酸化チタン(Ⅳ)、酸化りん(Ⅴ)および酸化マンガン(Ⅱ)の定量方法を新たに規定。
1989年3月	改正	・コンクリート中の塩化物総量規制の実施に際して、塩素の定量方法を規格化するために改正 ・塩素の定量方法として電位差滴定法を別法(附属書)とし、チオシアン酸水銀(Ⅱ)吸光光度法を採用。
1995年4月	改正	・国際単位系(SI)を導入するために改正。
1999年1月	改正	・対応国際規格へ整合化するために改正。 ・ISO 680:1990 Cement - Test methods - Chemical analysis を附属書(規定)として導入。
2010年2月	改正	・対応国際規格の改正、分析環境および試料の変化に対応するために改正。 ・ISO 680の改正規格であるISO 29581-1:2009 Cement - Test methods - Part 1:Analysis by wet chemistry は完全分析および酸可溶分分析が規定されていることから、酸可溶分分析を従来の分析方法と整合化して本文に規定、完全分析を附属書(参考)として改正。 ・規格名称を「ポルトランドセメントの化学分析方法」から「セメントの化学分析方法」に変更。 ・JIS R 5211(高炉セメント)の改正(少量混合成分として石灰石の使用)に関係し、高炉セメントの強熱減量の測定方法を修正。 ・市販の標準液を使用可。 ・酸化カルシウムの定量におけるカルセイン指示薬を単独使用可。 ・酸化りん(Ⅴ)の定量における試料溶液の分取量の最小値の設定。 ・不溶残分の定量操作で生じる溶液を三酸化硫黄及び酸化チタン(Ⅳ)の定量のための試料溶液として使用可。
2015年3月	追補	・デシケーターについて、「デシケーターの乾燥剤は、シリカゲルを用いる」ことを共通事項として追加した。 ・強熱減量の定量方法について、三酸化硫黄含有率の求め方を明確に記述した。 ・塩化ナトリウムの乾燥方法について、JIS K 8005(容量分析用標準物質)の塩化ナトリウムの乾燥方法に整合し、デシケーターの乾燥剤をシリカゲルとした。 ・塩化カリウムの乾燥方法について、JIS K 8121(塩化カリウム(試薬))の乾燥減量の操作に整合し、デシケーターの乾燥剤をシリカゲルとした。 ・塩素の定量方法(電位差滴定法)について、塩化物イオン標準液(0.005mol/L)の添加量を2.00～5.00mLの範囲で添加できることとした。

●JIS R 5203「セメントの水和熱測定方法（溶解熱方法）」

年月		主な改正点
1953年7月	制定	・アメリカ連邦規格に準拠し、わが国の実情に沿うように規定。
1956年7月	改正	・補正温度上昇の測定に簡易測定法を採用。 ・高炉セメントの水和熱測定の際の強熱条件を700±20℃に改正。
1962年3月	改正	・高炉セメントの強熱条件を900～950℃に改正。
1977年2月	改正	・国際単位系(SI)を採用。
1987年12月	改正	・水和セメントの試料調製に使用する標準網ふるいを840μmから850μmに変更。
1995年10月	改正	・適用範囲にフライアッシュセメントを追加。 ・溶解酸液のふっ化水素酸をふっ化アンモニウムに変更。 ・センサー方式による温度測定を追加。 ・セメントペーストの機械練りを導入。 ・セメントペーストの養生容器をポリプロピレン製に変更。
2015年3月	改正	・数値の丸め方をJIS Z 8401から四捨五入に変更。 ・酸化亜鉛の加熱温度は、ISOに整合させ950±25℃と規定した。 ・セメントの量り採り量を100g以上とすることを条件として、セメントと水の量り採り量について、変更してもよいこととした。 ・真空瓶の容量と試料量及び試薬量をISOに整合させ、真空瓶の大きさによって試料量及び試薬量を変更できるように規定した。 ・養生用恒温水槽の温度を20.0±0.5℃に調節できるものと規定した。 ・熱量計の熱漏れ係数の確認をISOに整合させ、熱量計としての熱漏れ確認方法を規定した。 ・水和セメントの溶解熱測定において、所定の材齢に対する許容時間を規定した。

●JIS R 5204「セメントの蛍光X線分析方法」

年月		主な改正点
2002年7月	制定	・ガラスビードを用いた蛍光X線分析により、セメント中の化学成分の含有率を求めることを目的に制定。 ・セメントの品質規格(JIS R 5210(ポルトランドセメント)、JIS R 5211(高炉セメント)およびJIS R 5214(エコセメント))の試験方法として規定されているが、JIS R 5211の三酸化硫黄については適用外。 ・JIS R 5212(シリカセメント)およびJIS R 5213(フライアッシュセメント)については適用外。
2019年3月	改正	・ISO 29581-2:2010, Cement—Test methods—Part 2: Chemical analysis by X-ray fluorescenceとの整合(対応の程度はMOD)。 ・セメントの製造に用いる高炉スラグ及び石灰石に適用できる。 ・試薬は含有率が分かっているものを用いることを規定した。 ・セメントの品質規格で規定されている強熱減量の定量方法を規定していたが、JIS R 5202で規定されており、重複になるため削除した。 ・検定用試料の化学成分の含有率は検量線の範囲内であればよいことを規定した。 ・強度ドリフト補正用試料の試料数とその化学成分の含有率の範囲を規定した。 ・併行許容差は計算式によって求めることを規定していたが、国際規格に整合し、定量値の平均値の区分に対する併行許容差を表形式で規定した。 ・対標準物質許容差の定量値の平均値の区分を国際規格に整合した。 ・最初に強度ドリフト補正用ビードを測定して補正係数を求めた後、検定用ビードによって対標準物質許容差を満たすことを確認することを規定した。 ・ガラスビードが適切に調製されているかどうかを確認するため、少なくとも1年に一回、新しい検定用ビードを調製し、対標準物質許容差を満たしていることを確認することを規定した。 ・塩素の定量方法を付属書として規定し、ポルトランドセメント、高炉セメント及び普通エコセメントに適用した。 ・数値の丸め方をJIS Z 8401から四捨五入に変更した。