■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」では品質規格に包含されていたが、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を 20±2℃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 840 μm を 850 μm に変更。 ・網ふるい試験に用いる標準ふるい 88 μm を 90 μm 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297 μmから300 μmに、また同105 μmから106 μm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（±1mm）を明記。 ・凝結試験およ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±2℃から±1℃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、および恒温室室温湿度の変更）
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ャ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、校正し補正値を求めれば、使用してもよいと規定。 ・比表面積試験およ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、始発およ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および平面度の規定を 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 20.1℃と規定されていたが、改正では、ISO に整合させるため、湿気箱内の温度および水槽の水温は 20.0±1.0℃と規定した。
2026 年 3 月	追補	・比表面積試験の計算に用いる普通ポルトランドセメントの密度を 3.15g/cm^3 の固定値から実測値に変更。

●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 滴定方法を採用。 ・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	社会情勢およ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-フェナントロリン)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。
2024 年 5 月	改正	・数値の丸め方を JIS Z 8401 から四捨五入に変更し、個々の試験結果は 2015 年版よりも一桁下の位まで求めるように変更。 ・強熱減量の定量方法について、強熱中のるつぼの蓋の使用に関する規定を削除。

		・強熱減量の定量方法の強熱時間について、高炉セメント及び高炉スラグ以外の場合は 1 回の強熱時間を 15 分間以上に、高炉セメント及び高炉スラグの場合は 1 回目 60 分間以上、2 回目以降 30 分間以上に変更。 ・強熱試料の調製時の質量変化を見掛けの強熱減量の試験結果として適用してもよいこととし、強熱減量の定量方法の試料の量り採り量を 1～3g、恒量の判定を強熱前後の質量差が 0.05％未満になったときに変更。 ・酸化鉄(III)の定量方法として、1999 年版で削除された 1,10-フェナントロリン吸光光度法を 1995 年版の内容を技術的な変更を行わずに規定。 ・酸化カルシウムの定量方法のカルシウム用指示薬を用いる定量方法について、トリエタノールアミンの使用量を増やし、鉄、アルミニウム等を水酸化物として除去する操作を削除。 ・硫化物硫黄の定量方法のよう素酸カリウム標準液を用いる直接滴定法において、高炉セメント及び高炉スラグの場合の試料の量り採り量を 0.5～1g に変更。 ・酸化鉄(III)、酸化マグネシウム、酸化ナトリウム、酸化カリウム、酸化チタン(IV)、酸化りん(V)及び酸化マンガン(II)に ICP 発光分光分析による定量方法(検量線法)を規定。 ・試験操作に用いるビーカーについて、任意の大きさのビーカーを使えるように変更。 ・分取に JIS K 0970 に規定するピストン式ピペットを使用してもよい。

●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 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の追加。 ・セメントペーストの機械練りの導入。 ・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を、ISO に整合させ 950±25℃と規定。 ・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および試薬量を ISO に整合させ、真空瓶の大きさによって試料量および試薬量を変更できるように規定。 ・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。 ・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。 ・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。
2026 年 3 月	改正	・水和熱の算出方法を ISO に整合させ、未強熱のセメント質量あたりの水和熱を算出するように変更。 ・未水和および水和セメントの強熱時間を ISO に整合させ、90 分から 60 分に変更。

●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。
2024 年 5 月	追補	・強熱減量の定量方法について、強熱中のるつぼの蓋の使用に関する規定を削除。 ・強熱減量の定量方法の強熱時間について、高炉セメント及び高炉スラグの場合は 1 回目 60 分間以上、2 回目以降 30 分間以上に変更。 ・見掛けの強熱減量の定量方法の試料の量り採り量を 1～3g、恒量の判定を強熱前後の質量差が 0.05%未満になったときに変更。 ・2 回の見掛けの強熱減量の試験結果は小数点以下 3 桁まで求め、それらを平均して四捨五入により小数点以下 2 桁に丸める。 ・強熱試料を用いる場合の試料の前処理において、試料量を 1～3g、併行で前処理を行う場合は、強熱試料の調製時の質量変化を見掛けの強熱減量の試験結果として適用できる。