

平成15年度 独立行政法人製品評価技術基盤機構委託

# 『建築材料分野における不確かさに関する調査研究』

## 報 告 書

平成17年3月

財団法人 日本建築総合試験所

## 目次

<b>第1章 調査研究の目的と実施体制</b>	
1.1 調査研究の背景	1
1.2 調査研究の目的	1
1.3 調査研究実施体制	2
1.4 調査研究の期間	4
1.5 委員会記録	4
1.6 調査研究 WG の記録	4
<b>第2章 ISO/IEC 17025, 5.4.6.2, Note2 の解釈と適用状況</b>	
2.1 ISO/IEC 17025 における測定の不確かさの要求	6
2.2 JNLA における測定の不確かさ方針	7
2.3 ILAC-G17 “Introducing the Concept of Uncertainty of Measurement in Testing in Association with the Application of the Standard ISO/IEC 17025”	9
2.4 APLAC-TC005 “INTERPRETATION AND GUIDANCE ON THE ESTIMATION OF UNCERTAINTY OF MEASUREMENT IN TESTING”	10
2.5 ILAC-G15 “Guidance for Accreditation to ISO/IEC 17025”	12
2.6 NATA “Uncertainty of Measurement in Construction Materials Testing”	12
2.7 A2LA “Estimation of Uncertainty of Measurement Results for Calibrations and Tests in Construction Materials and Geotechnical Testing”	12
2.8 UKAS-LB12 “The Expression of Uncertainty in Testing”	13
2.9 IANZ “Technical guide Uncertainty of Measurement Precision and Limits of Detection in Chemical and Microbiological Testing Laboratories”	13
2.10 NITE からの Note2 に関する問い合わせの記録	13
2.11 標準 ASTM 試験方法	16
2.12 第2章のまとめ	
2.12.1 ISO/IEC 17025, 5.4.6.2, Note2 の解釈	17
2.12.2 各国認定機関における ISO/IEC 17025, 5.4.6.2, Note2 の適用状況	18
<b>第3章 ISO/IEC 17025, 5.4.6.2, Note2 の適用検証実験</b>	
3.1 検証実験の目的	19
3.2 JIS A 1108 「コンクリートの圧縮強度試験方法」	19
3.3 JIS A 1110 「粗骨材の密度・吸水率試験方法」	27
3.4 JIS A 1325 「建築材料の線膨張率測定方法」	39
3.5 JIS K 7113 「プラスチックの引張試験方法」	44
3.6 第3章のまとめ	
3.6.1 ひとつの試験所で行う不確かさ評価の限界	50
3.6.2 破壊試験における不確かさ評価	50

3.6.3 調査研究 WG の成果-----	51
<b>第 4 章 ISO/IEC 17025, 5.4.6.2, Note2 の適用条件</b>	
4.1 Note2 の適用の前提-----	52
4.2 有効数字の解釈 -----	53
4.3 有効数字の決定 -----	54
4.4 Note2 適用の必要条件-----	54
4.5 Note2 適用の段階的検証について -----	56
<b>【引用文献】</b> -----	57
<b>【参考文献】</b> -----	58
<b>【付属資料】</b>	
付属資料 1 ; A2LA 試験所における測定の不確かさ評価の方針 (翻訳) -----	59
付属資料 2 ; A2LA: Annex to A2LA Interim Policy on Measurement Uncertainty for Testing Laboratories, 2002.3-----	63
付属資料 3 ; NATA: Uncertainty of Measurement in Construction Materials Testing, 2004 -----	71

## 第1章 調査研究の目的と実施体制

### 1.1 調査研究の背景

試験所および校正機関の一般的技術能力の要求は1990年に改訂された第3版 ISO/IEC ガイド 25 で国際基準となり、1999年に ISO/IEC 17025<sup>1)</sup>として正式な国際規格となった。その後、2005年に ISO9001:2000 と整合したバージョンに改訂される予定である。ISO/IEC 17025 は多くの国において試験所認定制度、製品認証制度等に係る試験所および校正機関に要求される技術的能力の規格として利用されており、わが国においても JIS Q 17025 として制定され、適用されている。しかし、ISO/IEC 17025 の要求事項の中で、測定の不確かさ評価についての試験所および校正機関の対応は充分とはいえない状況にある。特に試験所においては、試験分野の多様性もあって、一部で混乱をきたしている状況さえ見られる。

一方、わが国で諸分野を包括した製品認証制度の本格的運用が2005年から始まろうとしている。計測器の校正、製品試験はこれらに続く製品認証によって完結し、国際間で合意された相互認証によって、鉱工業製品がボーダーレスに流通することになる。もちろんこれには解決すべき多くの問題が残されているが、中でも技術的課題の克服が強く求められている。最終目標は WTO（世界貿易機関）／TBT 協定（貿易の技術的障害に関する協定）に基づく製品の自由流通であり、国際的に通用する一連の適合性評価はその枠組みの中にある。したがって、技術的課題は多国間で合意された共通認識の下で解決されなければならない。

技術的課題で注目されるのは、計測のトレーサビリティ (traceability)、測定の不確かさ (uncertainty) および技能試験 (proficiency test; PT) である。計測のトレーサビリティは校正段階で確保すべきで、計量法に基づく計量標準供給制度と校正事業者認定制度 (JCSS) によって整備が進んでいる。JCSS 制度の下での校正における測定の不確かさ評価は必須の要求項目であるので、登録事業者はこの要求項目を満たしている。試験における測定の不確かさ評価は、個々の試験所で評価する能力を有しなければならないが、試験方法の規定によって要求されない場合があることから、試験結果を利用する際にそれらを識別することが必要となる。本報告書は試験における測定の不確かさ評価の必要性の有無についての識別における基本的な考え方を述べている。ただし、試験分野や試験方法によって評価方法が異なるので、ここでは建築材料分野の物理試験を主な対象とした。なお、技能試験においても測定の不確かさは試験結果を評価する際に重要な判断要素となる。

### 1.2 調査研究の目的

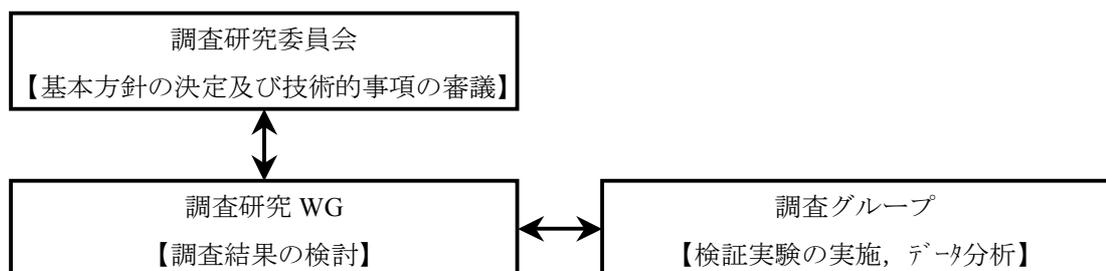
試験における測定の不確かさ評価は、校正における測定の不確かさ評価といくつかの点で異なる側面をもつ。校正における測定の不確かさは必ず評価されなければならないが、試験における測定の不確かさ評価は、試験の目的や性質によって必ずしも要求されない場合がある。現在のところ、定性試験又は半定量試験においては測定の不確かさの報告が要求されないことは合意されている（ただし、試験結果に影響する要因を考慮する必要はある）。また、試験方法の中で測定の不確かさの扱い方が明示あるいは暗示されている場合には、各試験所における不確かさ評価は要求されない。後者は ISO/IEC 17025, 5.4.6.2, Note2 に該当する場合で、この項目に該当するための要件を明らかにすることが当調査研究の主な目的である。

校正における測定の不確かさと試験における測定の不確かさとの違いから論じておきたい。校正については VIM<sup>2)</sup>, 6.13 に「計測器又は測定システムによって示される数値又は実量器で示される数値と、測定量の既知の数値との関係を特定の条件下で確立する一連の操作」と定義されている。試験については ISO/IEC GUIDE<sup>2)</sup>3) で「所与の製品・工程又は付帯サービスの一つ以上の特性を、所定の手続きにしたがって判定するための技術的操作」と定義されている。両者の定義の違いから、測定の不確かさに求められる要件も異なってくる。校正は所定の条件 **specified condition** 下で測定を行うのに対し、試験は所定の手続き **specified procedure** にしたがって測定を行わなければならない。つまり、校正では手続きまでは決められておらず、所定の条件、例えば温度や気圧などの決められた条件下であれば方法の手順までは規定されていないのに対し、試験では決められた方法（規定された手順）に従って測定を行う必要がある。これを「方法の依存性」と呼ぶことにする。試験結果は試験方法に依存するが、校正結果は方法には依存しなくとも良いといえる。方法が厳密に決められている校正の規格もあるが、原則的には、校正は方法に依存しない。試験は方法を厳密に遵守しなければならないが、このことはその方法に従うことによって試験結果がある一定のばらつきの範囲にあることを前提とできる可能性を示している。すなわち ISO/IEC 17025, 5.4.6.2, Note2（以下、Note2 と呼ぶ）に該当する場合がある。

試験のもう一つの特徴に「仕様適合性の判定」がある。これは測定結果がある仕様に合格するか不合格であるかを判定するもので、試験方法の中に判断基準が示されている場合がある。この場合、試験結果がばらつきの範囲を考慮したとしても明らかに合格、あるいは明らかに不合格である場合、測定の不確かさの記述が意味をもたないことがある。ISO/IEC 17025, 5.4.6.2, Note1 には測定の不確かさの推定において必要とされる厳密さの程度は、試験方法の要求、依頼者の要求および仕様への適合性を決定する根拠としての狭い限界値の存在に依存すると記述されている。限界値が推測される不確かさに対して広い幅を有し、十分な余裕をもって仕様適合性を決定できる場合には不確かさの推定の厳密さの程度は低くてもよく、決められた試験方法に従うことで結果のばらつきが一定範囲にあることが合意されている場合には、測定の不確かさの推定も報告も必要とされないことがある。換言すれば、各試験所で不確かさの推定が必要となるのは、試験方法又は依頼者がそれを要求している場合、又は不確かさの推定結果によって仕様適合性の判定が左右される場合である。

### 1.3 調査研究実施体制

#### (1) 研究組織および管理体制（委員会、組織）



## (2) 調査研究委員会委員

委員長	三井 清人	財団法人 日本品質保証機構
委員	榎原 研正	独立行政法人 産業技術総合研究所
	菅原 昭栄	独立行政法人 製品評価技術基盤機構 (平成 15 年度)
	祖父江 良蔵	独立行政法人 製品評価技術基盤機構 (平成 15 年度)
	登坂 孜	独立行政法人 製品評価技術基盤機構 (平成 16 年度)
	稲葉 知英	独立行政法人 製品評価技術基盤機構 (平成 16 年度)
	八田 勲	財団法人 日本規格協会 (平成 15 年 8 月～12 月)
	竹下 正生	財団法人 日本規格協会 (平成 16 年 1 月～)
	上園 正義	財団法人 建材試験センター
	今井 茂雄	株式会社 I N A X
	岩本 威生	日本化学キューエイ 株式会社
	井上 豊	財団法人 日本建築総合試験所
	永山 勝	財団法人 日本建築総合試験所
	西村 宏昭	財団法人 日本建築総合試験所
	行貝 光史	財団法人 日本建築総合試験所
	今井 秀孝	独立行政法人 製品評価技術基盤機構 (オブザーバー)

## (3) 調査研究 WG

主査	榎原 研正	独立行政法人 産業技術総合研究所
委員	西村 宏昭	(情報企画室 室長)
	行貝 光史	(計測器校正室 室長)
	永山 勝	(材料部 部長)
	土井 清	(中央試験室 室長, 平成 15 年度)
	高橋 利一	(中央試験室 室長, 平成 16 年度)
	木村 芳幹	(材料試験室 室長代理)
	大橋 正治	(中央試験室 室長代理, 平成 15 年度), (堺試験室 室長, 平成 16 年度)
	小南 和也	(環境試験室 室長代理)
	苅谷 信次	(耐風試験室 主査)
	河津 龍大	(材料試験室 主査)
	荒井 正直	(材料試験室 主査)
	山本 英樹	(品質管理室 主査)

## (4) 事務局

中安 進	(財団法人 日本建築総合試験所 品質保証部試験業務室 室長, 平成 15 年度)
衣笠 隆幸	(財団法人 日本建築総合試験所 品質保証部試験業務室 主査, 平

- 成 15 年度)
- 土井 清 (財団法人 日本建築総合試験所 品質保証部試験業務室 室長, 平成 16 年度)
- 谷中 啓一 (財団法人 日本建築総合試験所 品質保証部試験業務室 主査, 平成 16 年度)

#### 1.4 調査研究の期間

平成 15 年 8 月 1 日～平成 17 年 3 月 15 日

#### 1.5 委員会記録

第 1 回委員会 ; 平成 15 年 8 月 26 日 (火), 八重洲ダイビル 会議室

- ・ 調査研究の目的及び趣旨説明
- ・ ISO/IEC 17025, 4.5.6.2, Note2 の解釈
- ・ 粗骨材の吸水率, 表乾密度, 絶乾密度の不確かさ評価

第 2 回委員会 ; 平成 15 年 11 月 28 日 (金), 八重洲ダイビル 会議室

- ・ コンクリートの圧縮強度試験の不確かさ評価
- ・ 粗骨材の吸水率, 表乾密度, 絶乾密度の不確かさ評価

第 3 回委員会 ; 平成 16 年 3 月 4 日 (金), 八重洲ダイビル 会議室

- ・ 高分子材料の引張試験の不確かさ評価
- ・ コンクリートの圧縮強度試験の不確かさ評価
- ・ 粗骨材の吸水率, 表乾密度, 絶乾密度の不確かさ評価
- ・ 海外文献等の不確かさ記載例

第 4 回委員会 ; 平成 16 年 9 月 10 日 (金), 八重洲ダイビル 会議室

- ・ 粗骨材の吸水率, 表乾密度, 絶乾密度の不確かさ評価
- ・ ISO/IEC 17025, 4.5.6.2, Note2 の解釈

第 5 回委員会 ; 平成 16 年 12 月 10 日 (金), 三菱地所コンファレンススクエア M+会議室

- ・ 高分子材料の引張試験の不確かさ評価
- ・ 粗骨材の吸水率, 表乾密度, 絶乾密度の不確かさ評価
- ・ 海外文献等の不確かさ記載例

第 6 回委員会 ; 平成 17 年 2 月 10 日 (木), (財)日本建築総合試験所 会議室

- ・ 高分子材料の引張試験の不確かさ評価
- ・ コンクリートの圧縮強度試験の不確かさ評価
- ・ 海外の不確かさのカテゴリー分類

#### 1.6 調査研究 WG の記録

第 1 回 WG ; 平成 15 年 11 月 7 日 (金), (財)日本建築総合試験所 会議室

- ・ 調査研究の目的及び趣旨説明
- ・ ISO/IEC 17025, 4.5.6.2, Note2 の解釈
- ・ 各試験の不確かさ評価の進め方

第2回 WG ; 平成16年 2月 9日 (月), (財)日本建築総合試験所 会議室

- ・高分子材料の引張試験の不確かさ評価
- ・コンクリートの圧縮強度試験の不確かさ評価
- ・粗骨材の吸水率, 表乾密度, 絶乾密度の不確かさ評価

第3回 WG ; 平成16年 5月 24日 (月), (財)日本建築総合試験所 会議室

- ・高分子材料の引張試験の不確かさ評価
- ・コンクリートの圧縮強度試験の不確かさ評価
- ・粗骨材の吸水率, 表乾密度, 絶乾密度の不確かさ評価

第4回 WG ; 平成17年 1月 28日 (金), (財)日本建築総合試験所 会議室

- ・高分子材料の引張試験の不確かさ評価
- ・コンクリートの圧縮強度試験の不確かさ評価
- ・粗骨材の吸水率, 表乾密度, 絶乾密度の不確かさ評価
- ・建築材料の線膨張試験の不確かさ評価

## 第2章 ISO/IEC 17025, 5.4.6.2, Note2 の解釈

本章では, ISO/IEC 17025 における測定の不確かさの要求および JNLA の不確かさ方針を確認した後, 各国のガイドラインにおける 5.4.6.2, Note2 についての扱いを抜粋して列記する。本章では, 各節の見出し以外の章・節・項の番号は原文を引用した。

### 2.1 ISO/IEC 17025 における測定の不確かさの要求

試験における測定の不確かさについて適用できる ISO/IEC 17025 の条項を以下に抜粋する。

5.4.6.2 試験所は, 測定の不確かさを推定する手順をもち, 適用する。ある場合には, 試験方法の性質から厳密で計量学的及び統計学的に有効な測定の不確かさの計算ができないことがある。このような場合には, 試験所は少なくとも不確かさのすべての要因の特定を試み, 合理的な推定を行い, 報告の形態が不確かさについて誤った印象を与えないことを確実にする。合理的な推定は, 方法の実績に関する知識及び測定の有効範囲(scope)に基づくものであり, 例えば, 以前の経験又は妥当性確認のデータを活用したものである。

参考 1. 測定の不確かさの推定において必要とされる厳密さの程度は, 次のような要因に依存する。

- ・ 試験方法の要求事項
- ・ 依頼者の要求事項
- ・ 仕様への適合性を決定する根拠としての狭い限界値の存在

参考 2. 広く認められた試験方法が測定の不確かさの主要な要因の値に限界を定め, 計算結果の表現形式を規定している場合には, 試験所はその試験方法及び報告方法の指示に従うことによってこの項目を満足していると考えられる。(5.10 参照)

5.4.6.3 測定の不確かさを推定する場合には, 適切な分析方法を用いて当該状況下で重要なすべての不確かさの成分を考慮する。

参考 1. 不確かさに寄与する源には, 用いた参照標準及び標準物質, 用いた方法及び設備, 環境条件, 試験・校正される品目の性質及び状態並びに試験・校正実施者が含まれるが, これらに限定されない。

参考 2. 予想されている試験・校正品目の長期の挙動は, 通常, 測定の不確かさを推定する際に考慮に入れない。

参考 3. この問題についてさらに情報を得るには, JIS Z 8402 及び“測定の不確かさの表現の指針(GUM<sup>4</sup>)”を参照する。

5.10.3.1 試験報告書は, 試験結果の解釈のために必要な場合, 追加の事項を含む

- c) 適用可能な場合, 推定された測定の不確かさに関する表明。試験報告書中の不確かさに関する情報は, 試験結果の有効性又は利用に関する場合, 依頼者の指示が要求する場合, もしくは不確かさが仕様の限界への適合性に影響する場合に必要とされる。

## 2.2 JNLAにおける測定の不確かさ方針

独立行政法人製品評価技術基盤機構認定センターは「JNLAの試験における測定の不確かさの適用に関する方針」<sup>5)</sup>の中で、試験方法を3つのカテゴリーに分けている。JNLAのこの方針はA2LAの不確かさについての方針<sup>6)</sup>（付属資料1）を参考にしている。

### 4.2 カテゴリー分類の定義

#### (1) I 定性試験

試験における測定の結果が数値で表されない定性試験。この種類の試験にあっては、試験における測定の不確かさの見積もりを必要としない。

#### (2) II 定量試験A

試験における測定の結果が数値で表されるJISの試験方法であって、JIS Q 17025の5.4.6.2の参考2※に該当するもの。試験所はその試験方法及び報告方法の指示に従うことによってJIS Q 17025の5.4.6.2を満足することから、試験における測定の不確かさの見積もりを必要としない。ただし、その場合であっても試験所は自らの判断で(3)の①から④までのいずれかによって不確かさを見積もることができる。

#### ※JIS Q 17025の5.4.6.2の参考2

広く認められた試験方法が測定の不確かさの主要な要因の値に限界を定め、計算結果の表現形式を規定している場合には、試験所はその試験方法及び報告方法の指示に従うことによってこの項目を満足すると考えられる（5.10参照）。

#### (3) III 定量試験B

試験における測定の結果が数値で表されるJISの試験方法であって、JIS Q 17025の5.4.6.2の参考2に該当しないもの。この種類の試験に対し、JIS Q 17025の5.4.6.2及び5.4.6.3の要求事項を満たす為に、試験所は以下の方法のいずれかによって不確かさを推定することができる。

- ① 十分な数のコントロールサンプル（laboratory control samples）を用いる方法。
- ② 不確かさの主な構成要素の確認及び測定の不確かさの合理的な推定による方法（例えば、測定の不確かさを数式モデルとして表現できないような試験方法に適用する。）
- ③ 不確かさの全ての要素を特定しており、ISO「測定の不確かさの表現の指針」に従って計算された、詳細な測定の不確かさの評価方法（例えば、試験における測定の不確かさを数式モデルとして表現できる試験方法に適用する。）
- ④ その他、適切と認められる方法

別紙 JNLA における試験方法のカテゴリー分類のガイド（参考）

(1) JIS Q 17025 の 5.4.6.2 の参考 2 で規定しているように、「広く認められた試験方法」が「測定の不確かさの主要な要因の値に限界を定め」、「計算結果の表現形式を規定している」場合には、カテゴリー分類の第Ⅱ類（定量試験A）と分類する。

カテゴリー分類の定義で「Ⅱ 定量試験A」とは、「試験における測定の結果が数値で表される J I S の試験方法であって、JIS Q 17025 の 5.4.6.2 の参考 2 に該当するもの。試験所はその試験方法及び報告方法の指示に従うことによって JIS Q 17025 の 5.4.6.2 を満足することから、試験における測定の不確かさの見積もりを必要としない。ただし、その場合であっても試験所は自らの判断で(3)の①から④までのいずれかによって不確かさを見積もることができ

る。」としていることから明らかである。

(2) JIS は「広く認められた試験方法」に該当する。

「APLAC の試験における測定の不確かさ評価のポリシーDraft5」では、「広く認められた試験方法」の解釈として次のものをあげており、日本工業規格（JIS）は「広く認められた試験方法」に該当する。

- ・国内又は国際的に認められた標準作成機関の発行した試験方法
- ・政府の基準又は法律規格
- ・特定の品目に適用される仕様書又は工業規格

(3) 「測定の不確かさの主要な要因の値に限界を定める」とは、規格に「試験条件」が各条件の許容幅の定義も含めて明確に規定されていることである。試験方法に無視できない繰り返し変動要因（偶然効果）があるかどうか、その要因全てに限界が定められているかどうかは、一義的には当該試験分野の専門家の判断による。

「計測における不確かさの表現のガイド(Guide to the expression of uncertainty in measurement : GUM)」の「3 基本概念」の「3.3 不確かさ」の 3.3.2 項において次のように規定している。

3.3.2 実際に、計測における不確かさには次のような多くの原因の可能性がある。

- a) 測定量の不完全な定義
- b) 測定量の定義が完全には実現されないこと
- c) 代表性のよくないサンプリングであること－測定試料が定義された測定量を代表していないこと
- d) 測定に対する環境条件の効果が十分に知られていないこと、又は環境条件の測定が完全でないこと
- e) アナログ計器の読み取りにおける人によるかたより
- f) 有限である、機器の分解能又は識別限界
- g) 計量標準及び標準物質の不正確な値
- h) 外部の情報源から得られ、またデータ補正アルゴリズムに用いられる定数や他のパラメータの不正確な値
- i) 測定の方法及び手順に組み込まれる近似と仮定
- j) みかけ上の同一の条件のもとでの、測定量の繰り返し観測の変動

このうち、a)から i)までの項目は、試験方法に試験条件を明確に定めることにより「不確かさの値の大きさに限界を定める」ことが可能と思われる。しかしながら、「j) みかけ上の同一の条件のもとでの、測定量の繰り返し観測の変動」に基づく不確かさの大きさは、試験条件を明確に定めてもコントロールすることができない偶然効果に基づくものであり、それは試験方法の特性（特徴）による。

つまり、電子計測機器等を使用する電気・機械等の物理測定の場合には、繰り返し変動の大きさ（偶然効果）は無視できるほど小さいことがある。しかしながら、化学分析の一部又は抗菌性試験の場合のように簡単な試験器具を使用する試験であって、試験結果が試験員の技能に大きく影響を受けるような試験の場合には、この繰り返し変動（偶然効果）が主要な不確かさの要因となることもある。このように試験方法に無視できない繰り返し変動要因があつて、その不確かさの評価をしなければならないかどうかは、試験方法に「試験条件」を

どれ程詳細に規定しているかではなく試験方法の特性(偶然誤差が大きい試験方法かどうか)によることから、個別に当該試験分野の専門家の判断によらざるを得ない。

- (4) 試験要員の技能による繰り返し観測の変動が不確かさの主要な要因となる試験方法は、カテゴリー分類の第Ⅱ類(定量試験A)と分類することは適当でない。

化学分析又は抗菌性試験の場合のように、測定の変動が主要な不確かさの要因となる場合には、試験方法に試験条件を明確に定めることにより「不確かさの値に限界を定める」ことはできないことによる。

- (5) 試験方法で規定された試験条件以外の要因が不確かさの値に大きく効いてくる場合には、カテゴリー分類の第Ⅱ類(定量試験A)と分類することは適当でない。

試験要員の技能による繰り返し変動が不確かさの主要な要因とならない試験方法であっても、試験条件に測定の不確かさの主要な要因が網羅されていない試験方法は「測定の不確かさの主要な要因の値に限界」を定めているとはいえない。

- (6) 「計算結果の表現形式」とは「有効桁数の表明」である。

「APLAC の試験所における測定の不確かさ評価のポリシーDraft5」では、『「計算結果の表現形式を規定する」とは「報告される有効桁数、丸めの手順又は結果の特別な表現形式に関する記述を含んでいる」ことである。』と解釈している。

- (7) 計算結果をある桁に丸める場合、通常はその桁より下に不確かさがあることが期待される。表示の最小桁以上の不確かさがあると思われる試験方法を、カテゴリー分類の第Ⅱ類(定量試験A)と分類することは通常は適当でない。

「広く認められた試験方法(JIS)」が「不確かさの主要な要因の値に限界を定めている(試験方法に無視できない繰り返し変動要因がない)」場合であっても、その結果求められる不確かさの大きさが「計算結果の表現形式(有効桁数)」の内にある試験方法は、カテゴリー分類の第Ⅱ類と分類することは適切でないと考えられる。

## 2.3 ILAC-G17; “Introducing the Concept of Uncertainty of Measurement in Testing in Association with the Application of the Standard ISO/IEC 17025”<sup>7)</sup>

当 ILAC 文書では、以下の項で Note2 に関係する事項を記述している。

### 1. ISO/IEC 17025 における測定の不確かさ

- ・ 不確かさの主要な要因の限界を特定している広く認められた方法は、試験所の特別の行動を必要としない。

### 5. 実行に関するガイダンス

試験方法を用いるときには次の3つのケースがある。

- ・ 不確かさ評価のガイダンスを含む標準化されている試験方法を使用するとき。試験所はその標準で与えられた不確かさの評価手順に従う以上の行動は期待されていない。
- ・ ある基準が試験結果に対する代表的な不確かさを与えているなら、試験所はその試験方法に完全に適合していると表明できるときにはその数字を引用することが許される。

- ・ ある標準がその試験結果に測定の不確かさを暗黙的に含んでいるなら、それ以上の行動を必要としない。

試験所は、標準で与えられている不確かさに関する情報に注意を向け適用する、すなわち適用可能な数字を引用し不確かさ評価の適用可能な手順を実行する以外のことは期待されないであろう。試験方法を規定している標準は、不確かさの評価と試験結果の記述について再検討され、標準作成組織によって修正されるべきである。

## 2.4 APLAC-TC005; “INTERPRETATION AND GUIDANCE ON THE ESTIMATION OF UNCERTAINTY OF MEASUREMENT IN TESTING”<sup>8)</sup>

### 2.4 不確かさの推定値の評価方法

- c. 広く認められた試験方法が測定の不確かさの原因となっている主要な条件の値に限界値を与え、また、計算結果の表現形式を特定している場合には、試験所は、その試験方法に従うことによって、測定の不確かさに関する要求事項を満足していると考えられる（ISO/IEC 17025 の 5.4.6.2, Note2 参照）。

ISO/IEC 17025 の 5.4.6.2, Note2 が適用される場合においても、試験所は少なくとも全ての重要な成分の特定を試みるべきである。このことは、その採られた評価方法が合理的であり、全ての重要な成分が考慮されていることを確認するための情報を提供するであろう。

## 3. 物理・機械試験

3.2 ISO/IEC17025 の 5.4.6.2 参考 2 でカバーされる試験については、試験結果の測定の不確かさ評価における試験所の能力の審査は要求されない、なぜなら試験における不確かさの評価がその規格に特別には要求されていないのであるから。しかし、試験所の依頼者が試験所にそのような結果の測定の不確かさを報告することを要求するかもしれないので、認定機関は測定の不確かさの評価における試験所の能力を評価する必要があるかもしれない。

ISO/IEC17025 の 5.4.6.2 参考 2 に使われている用語の解釈は次に従うべきである。

- a. 「広く認められた」試験方法（又は手順）は一般に ISO/IEC17025 の 5.4.2 節第 2 段落の条件に見合うとされる試験方法である。それは、それらの試験方法が、国際的、地域または国内の標準として、または、信頼できる技術機関によって出版されているものであるか、あるいは政府の基準、法律であるか、あるいは試験を受ける特定の品目に適用される仕様書などである。信頼できる試験装置のメーカーが決めた試験方法も「広く認められる」と考えられる場合もある。試験所はこれらの試験方法が有効であり適切な技術分野で広く受け入れられていることを示す十分な証拠を用意することが望ましい。
- b. 「不確かさの主要な要因の値に限界を設ける」は、その試験方法において、必要な測定それぞれについて最大許容不確かさや最大許容限界を特定しており、試験の結果に重要な影響を及ぼすことが知られている環境条件やその他の条件の限界値を特定していることを意味している。その決められた限界は、それらを合成してみても合成不確かさの少

なくとも 95%に寄与している全ての不確かさの要因に適用されるべきである。この参考 2 を適用しようとする試験所は、上で詳しく述べた条件が満たされていることを表明すべきである。また、試験所は、その試験方法を実行するときにそのような全ての測定と条件が決められた限界内に制御されていることも表明すべきである。

- c. 「計算結果の表現形式を決める」はその標準が、報告される有効数字の桁数、数値の丸めの手順または結果表現の特定の形式について特定する記述を含んでいることを意味している。もしその試験方法（又は手順）が次のどれかを特定している他の文書を引用しているならば、試験方法（又は手順）が「計算結果の表現形式を規定している」という要求は満たされていると考えられる。

- i. 結果の報告に使われる有効数字の桁数
- ii. 報告された結果を使用する、あるいは、解釈する方法
- iii. 報告された結果の計算方法が有効数字の桁数を制限している

これらの全ての条件が満たされる場合、測定の不確かさを評価するさらなる作業も必要とはされず、測定の不確かさは報告される必要はない。

#### 4. 建築材料試験

4.2 a. ISO/IEC 17025 の 5.4.6.2 参考 2 の適用の条件は次のとおりである。

- i. 「広く認められた試験方法」とは、国内または国際的に認められた規格制定機関によって出版された試験方法、又は政府基準、法律、規格、又はその評価しようとする品目に適用する仕様書を意味する。また産業界規格を含むことがある。
  - ii. 「不確かさの主要な要因の値に限界を設け」とは、その試験方法が、必要な測定それぞれについて最大の許容不確かさを特定し、環境条件やその試験結果に重要な影響を与えることが知られているその他の条件の限界値を特定していることを意味する。
  - iii. 「計算結果の表現形式を規定する」とは、その規格が、報告される有効桁数、丸め手順、又は結果の特定の表現形式に関する特定の記述を含んでいることを意味している。
- b. これらのすべての条件が満たされるとき、それ以上に測定の不確かさの表明が報告される必要はない。
- c. 実際の測定の不確かさが報告に要求されるものより大きいと思われる場合には、試験所は評価された不確かさの記述を含めるべきである。

#### 7. 微生物試験

7.8 専門家の行う試験のいくつかの領域、例えば薬学微生物の試験で、ISO/IEC 17025 の 5.4.6.2 参考 2 は適応できる場合がある。というのは、その方法には試験パラメータの妥当性確認を含み、測定の不確かさの主要因の値について限界を規定し、計算結果の表現形式が定義されているからである。

## 2.5 ILAC-G15: “Guidance for Accreditation to ISO/IEC 17025”<sup>9)</sup>

G.5.4.6.2 試験が一つの試験分野から他に大きく変わる場合や一つの分野自身においてさえも、試験における測定の不確かさ評価に含まれる複雑さは変化する。それは校正と比べて計量学的に厳密でないプロセスによって成されることがよくある。ISO/IEC 17025 の段落 5.4.6.2 はこれらのファクターを許しており、そのことを認定機関は審査のときに考慮に入れるべきである。(ILAC 試験所 Liaison 委員会は試験における測定の不確かさの実行についての戦略を開発中である。)

## 2.6 NATA: “Uncertainty of Measurement in Construction Materials Testing”<sup>10)</sup>

ISO/IEC 17025, 5.4.6.2, Note2 は、不確かさの主要な要因に限界を設けており、報告の形式を特定している「広く認められた試験方法」の使用を認めている。試験所は、その方法に従い、報告される結果が試験方法に従って報告されることで、ISO/IEC 17025, 5.4.6.2, Note2 に適合する試験方法についての MU の要求事項を満足していると考えられる。試験所は ISO/IEC 17025, 5.4.6.2, Note2 に適合しない定量的試験方法については MU 評価を必要とされるであろう。

備考 2 : いくつかのオーストラリア基準, AustRoads および Road Authority 試験方法は ISO/IEC 17025, 5.4.6.2 節, Note2 に適合するが、すべての試験方法が不確かさの要因の限界を特定しておらず、試験の総 MU を含む報告形式を有しているわけではない。NATA は、責任をもつ組織に、これらの試験法が ISO/IEC 17025, 5.4.6.2 節, Note2 に適合するよう改訂を強く勧めている。

## 2.7 A2LA: “Estimation of Uncertainty of Measurement Results for Calibrations and Tests in Construction Materials and Geotechnical Testing”<sup>11)</sup>

ISO/IEC 17025, 5.4.6.2, Note2 でカバーされる試験については、定性試験結果と同様、それらの試験結果の測定の不確かさを評価する試験所の能力の審査は要求されない。次のリストは試験方法の評価基準で、5.4.6.2 の Note2 に適用するためには、これらの質問への回答が「yes」であるべきである。

試験方法の不確かさ評価基準

基準 :	これらの質問のそれぞれの答えが不確かさ評価を除外するために「yes」であるべきである。
認められた方法か?	
方法が特定の基準に合致するための測定機器を要求しているか?	
方法が性能のための特定の指示を示しているか?	
方法が報告の要求事項を特定しているか?	
有効数字と使用の記述が不確かさの使用を含まないか?	

5.4.6.2, Note2 で使われている言葉の解釈を次に示す。

「広く認められた」試験方法（または手順）は ISO/IEC 17025 の 5.4.2 節の第 2 段落で挙げられているものを含む。それは国際規格、地域規格あるいは国家規格として発行されている方法、または定評ある技術機関の出版物、あるいは該当する科学文献もしくは定期刊行物として

公表されている適切な方法である。政府の基準、法律、規則で決められている試験方法、あるいは評価しようとする品目を用いる仕様書の場合もある。試験設備の製造者によって決められた方法も「広く認められた」と考えられることがある。しかしながら、これらの試験方法が妥当でその分野で広く受け入れられていることを示すために試験所によって十分な証拠が用意されなければならない。

「不確かさの主要な要因」は、合成されて、合成標準不確かさの少なくとも 95% に寄与する不確かさ要因である。その代わりに、最大の要因の 1/4 以下の要因は無視できると考えられることがある。

試験方法で以下のひとつ以上の事項が特定されているか、試験方法がいずれかを特定している文献を参照しているなら、その試験方法が「計算結果の表現形式を特定している」という要求事項は満足していると考えられる。

- 1) 結果の報告に用いられる有効数字のけた数
- 2) 報告される結果を用いるまたは説明されている方法
- 3) 有効数字を制限する報告結果を計算する方法

これらの 3 つの条件は多くの建築材料試験と土質試験で満足されるので、ほとんどのケースで不確かさ評価を必要としない。この建築材料試験の方法の評価は装置の正確さ、報告の基準および手順の定義を特定することによって、ある仕様に適合・不適合の宣言が測定の結果であるとき、不確かさがその方法で考慮されているということを意味している。

## 2.8 UKAS-LAB12: “The Expression of Uncertainty in Testing”<sup>12)</sup>

### 3. 不確かさの報告と評価

3.5 広く認められた試験方法が測定の不確かさの主要な要因の値に限界を与え、結果の表現形式を規定している場合には、測定の不確かさの評価の要求事項はその試験方法と報告の指示に従うことによって満たされると考えることができる。

## 2.9 IANZ: “Technical guide Uncertainty of Measurement Precision and Limits of Detection in Chemical and Microbiological Testing Laboratories”<sup>13)</sup>

### 4.4 不確かさ評価のアプローチ

ISO/IEC 17025 5.4.6.2 Note2 の「有効数字のアプローチ」は、化学や微生物試験における測定の不確かさ評価にはふさわしいとは考えられない。

#### 4.12.3 ISO/IEC 17025 の 5.4.6.2, Note2

いくつかの専門家の試験、例えば薬学の微生物分析の領域における Note 2 の応用も適用できるかもしれない。と言うのは、関係する方法は、分析パラメータの妥当性確認を含み、測定の不確かさの主要な要因の値に限界を決め、解散結果の表現形式を定義しているからである。

## 2.10 NITE からの Note2 に関する問い合わせの記録<sup>14)</sup>

### (1) NITE からの質問

試験の MU 評価について、我々は ISO/IEC 17025, 5.4.6.2, Note2 の実際の適用を準備中です。次

の点について応用あるいは解釈のあなたの状況を教えていただけますでしょうか。

1. 試験が国家標準に基づいてなされるとき、Note2に合致するケースはあるでしょうか？
2. 貴国ではNote2に適合する国家標準分野は（およそ）どれくらいの数があるのでしょうか？またそれらの技術分野は何でしょうか？
3. どの標準がNote2に満足するかを公表していますか？
4. 国家標準がこの要求事項を満足し、個々に MU 評価を必要としないという観点から、試験の MU 評価が要求されないケースはありますか？
5. 我々は、管理されたサンプルの標準偏差、ISO GUM に基づく非常に厳格な推定などのような、厳密さの程度によって MU 評価にいくつかの方法があると理解しています。個々の国家標準について厳密さの程度の分類はお持ちでしょうか？

もしあなたがこの質問の責任者でないならこのメールを担当者にお送りください。感謝いたします。

敬具

祖父江良蔵

技術管理者

JNLA/NITE, Japan

## (2) APLAC 技術委員長 Dr. Max Robertson の回答

大変難しい質問です。というのは、国際機関はこの問題の答えを未だ準備していないからです。私の考えと APLAC におけるガイダンス案に基づいていくつかのガイダンスを差し上げましょう。

我々は試験方法を特定している多くの国家規格を持ってはいません。持っていたとしても、その仕様は一般に ISO/IEC 17025 の要求事項を満たしておらず、したがって、試験所は「少なくともすべての成分の特定を試み」、「少なくとも合理的な推定を行う試み」をすることが期待されるでしょう。

その要求事項を満足するために試験方法は以下のすべてを行わなければなりません。

- a) 広く認められた方法、つまり ASTM, AOAC, APHA, ISO, EPA などであること。
- b) 測定の不確かさの主要な要因の値に限界を決めていること。
- c) 報告される有効数字のけた数を含む計算結果の表現形式を特定していること。

我々は多くの ASTM 試験法について GUM タイプの計算を行って、その方法が方法の詳細にわたって特定されたものとしてコントロールされているとき、推定値がその方法に挙げられている再現性(R)の中にあり、したがってこれは用いるべき合理的な推定値であるという結論を得ています。それまではこの(R)を合理的な推定値として用いている試験所を我々は受け入れるでしょう。

我々は Note2 の要求事項を満足する標準試験方法のリストを公表していません。我々は試験所が（不確かさの推定を含む）何をしようとしているのかを理解し、技術審査員にそれを説明することを期待しています。彼らの提案が合理的であるということを技術審査員が受け入れるなら審査員はその結果を受け入れるでしょう。試験所の依頼者の要求によるケースの評価ではケース・バイ・ケースで扱わなければなりません。したがって、段落 4.4.1a)と 5.4.2 の下では、

試験所は、依頼者の**要求**（依頼者の希望ではなく）の**理解**に関して不確かさ評価を考えるべきです。

Note2 の適用や必要性に応じた推定における厳密さの程度は、私の考えでは、それぞれの環境に依存することが分かるでしょう。例えば、微生物試験では中間精度（ISO 5725 を参照）が合理的な推定値を提供すると考えられます。化学分野では、中間精度あるいは試験所間精度も合理的な推定値を提供するかもしれませんが、ここで我々は試験所がすべての有意な成分を特定し、有意な成分がその精度データから省かれていないことを確実にしなければならないことを期待しています。電気分野の試験では、試験所が GUM に従うことを期待しています。他の物理試験では試験所が Note2 を使う可能性について、特に公表している”R”を用いることがある ASTM についてはオープンにしています。しかし、数式が割りと簡単で成分があまり多くなく、データが利用できるかいずれの有意な成分もたやすく手に入れられる場合には GUM を適用することが合理的であることもよくあります。

これらの取りとめのない話があなたの考えるヒントになれば幸いです。

あなたのポリシーがうまく作られることを望みます。情報として IANZ の不確かさに関するポリシー文書を添付します。

敬具

Dr. Max Robertson  
General Manager Accreditation Service  
APLAC Technical Committee Chairman

### (3) UKAS 技術管理者 David Hayward の回答

多くの認定機関がそうであるように、すべての UKAS 認定試験所では、UKAS は我々の以前の要求から 17025 の完全実施の移行期間にあります。

この段階にも拘らず、試験における測定の不確かさ評価について試験所のシステムを審査しているところです。UKAS の認定課は、特定の試験についての一貫したアプローチを確実にするために、定期会合でこの規格の節(ISO/IEC 17025, 5.4.6.2, Note2)を議論しています。

我々は「試験における不確かさの表現」（UKAS 出版 ref LAB12, UKAS のウェブサイト [www.ukas.com](http://www.ukas.com) から入手できます）についてガイダンス文書を出版しました。ウェブサイトには 17025 に関する Q&A も載せています。Note2 が適用できるケースもあることを受け入れています。これらはケース・バイ・ケースで扱っています。（質問 3 に関して）Note2 が適用されると思われる標準のリストは発表していません。

敬具

David Hayward  
Quality Manager  
United Kingdom Accreditation Service

## 2.11 標準 ASTM 試験方法

一般に、標準 ASTM 試験方法は試験所がその方法を効果的で矛盾なく使用できるように以下の情報を与えている<sup>15)</sup>。

- ・ 適用範囲 Scope：試験方法の目的の定義
- ・ 引用文書 Reference documents：関係する ASTM 基準の参照
- ・ 用語 Terminology：その標準で使われる技術用語の定義
- ・ 試験方法の概略 Summary of test method：試験方法の基本となる原則
- ・ 重要性 Significance：測定の限界
- ・ 干渉 Interference：測定結果に与える要素
- ・ 装置 Apparatus：試験機器・装置の詳細
- ・ 試験体 The specimen：試験体の選択，準備，（ある場合には）養生
- ・ 校正 Calibration：試験機器における校正の要求
- ・ 手順 Procedure：測定および観察についての段階的手順
- ・ 計算 Calculation：観察から得られる決定の方法とこれらの決定から得られる試験結果を得る方法についての情報
- ・ 報告 Report：試験所で発行される試験成績書で試験結果を報告する方法についての情報
- ・ 精度とかたより Precision and Bias：繰り返し観察とその試験方法で得られる誤差の最大許容値との一致の程度。精度とかたより試験方法で与えられる値を繰り返して超えていることが明らかであるなら、影響要因が制御されていないかその試験方法が正確に行われていないことを暗示している。
- ・ キーワード Key words：試験方法に関するキーワード

例：ASTM C128-97<sup>16)</sup>は骨材の密度・吸水率の試験方法である。この規格の 13 節に Precision and Bias が次のように示されている。同様の記述は、多くの ASTM 規格に取り入れられている。

### 13. Precision and Bias

13.1 精度—この試験方法の精度の推定値（表 1）は、AASHTO 材料標準試験所技能サンプルプログラムの結果に基づいており、この試験は ASTM C128 と AASHTO 試験法 T84 によって行われた。データは 40～100 の試験所から得られた 100 以上の試験結果に基づいている。

13.2 かたより—この試験ではかたよりを決定するのにふさわしい容認可能な標準物質がないので、かたよりについての記載はなされていない。

表 1 精度

		標準偏差 (1S) <sup>A</sup>	二つの結果の許容範囲 (D2S) <sup>A</sup>
ひとりの試験員の精度	絶乾密度	0.011	0.032
	表乾密度	0.0095	0.027
	推定密度	0.0095	0.027
	吸水率% <sup>B</sup>	0.11	0.31
多試験所精度	絶乾密度	0.023	0.066
	表乾密度	0.020	0.056

	推定密度	0.020	0.056
	吸水率% <sup>B</sup>	0.23	0.66

<sup>A</sup> これらの値はそれぞれ実行書 C670 で述べている(1S)と(2DS)を表している。精度推定値は、15 時間から 19 時間の浸水時間による AASHTO 材料標準試験所技能サンプルデータとその他の試験所での 24±4 時間のデータを合成した解析から得られた。試験は普通重量骨材でなされ、乾燥器で乾燥させた状態の骨材からスタートした。

<sup>B</sup> 精度推定値は 1%以下の吸水率の骨材に基づいており、製造された細骨材および 1%より大きい吸水率の細骨材とは異なる場合がある。

## 2.12 第 2 章のまとめ

### 2.12.1 ISO/IEC 17025, 5.4.6.2, Note2 の解釈

Note2 には次の 3 つの要件が含まれている。

- ① 広く認められた方法であること
- ② 不確かさの主要な要因に限界を設けていること
- ③ 結果の表現形式を規定していること

JIS はわが国では広く認識されている試験方法であるので、JIS の適用は①の要件を満たしている。A2LA 文書では、要件②の不確かさの主要な要因は、合成されて、合成標準不確かさの少なくとも 95%に寄与する不確かさ要因であるとしている。このような定量的な不確かさの評価を行って要因の限界値を決定するには、一度は厳密な評価を行う必要がある。その評価は試験方法を決定する際の、方法の妥当性の検討に含まれているであろう。したがって、個々の試験方法について JIS 作成委員会が JIS 作成時の検討資料を公表することが望ましい。要件③の結果の表現形式は有効数字の表明が主であることが合意されている。R.R.Cook<sup>17)</sup>が「有効桁の決定は測定の不確かさの評価後にのみ客観的になすことが可能である」と述べているように、結果の有効桁は不確かさの評価結果を反映したものであるべきである。当然ながら、有効桁の最小桁は不確かさの推定値以上でなければならないであろう。不確かさの評価後に決定された有効桁の最小桁は、不確かさの推定値を包含する簡易で実用的な表現であると考えられる。

一般に公的な試験方法は、試験所によって値がばらつくのをできる限り避けるように作られているはずである。つまり、同じ試験体を異なる試験所で試験する場合、必要な精度で、同じ結果が得られることが期待されている。そのためには、試験手順が同じであることは当然であるが、結果がばらつく要因に制限を設ける必要があるだろう。結果がばらつく要因としては、計測機器の精度、試験環境、人の技能の差、その他の偶然的な要因などがあるが、これらは測定の不確かさの要因 (ILAC-G17 参照) である。うまく作られている試験方法は不確かさの主要な要因を特定し、一定の制限を課して、結果のばらつきが期待される範囲に収まることが意図されていると考えられる。

Note2 の適用では、結果のばらつきの表現、すなわち測定の不確かさは有効桁で便宜的に表されていることが期待されるが、試験方法の中にはこれらの考慮が充分でないものがある。結果の表示に有効桁が示されている場合でも、測定の不確かさが考慮されていなければ、測定の不確かさが有効桁の最小桁より大きいことがある。これに関して、APLAC 文書では「実際の測定の不確かさが報告

に要求されるものより大きいと思われる場合には、試験所は評価された不確かさの記述を含めるべきである。」と述べている。つまり、この場合には、測定の不確かさの要求適用除外は認められない。この問題点が当委員会の調査研究課題である。

#### 2.12.2 各国認定機関における ISO/IEC 17025, 5.4.6.2, Note2 の適用状況

各国の認定機関においても ISO/IEC 17025, 5.4.6.2, Note2 の適用を原則的に認めている。しかし、その具体的な適用についてはケース・バイ・ケースであるとしていることが多い。これは ISO/IEC 17025 が定形の試験業務から法医学分析や開発試験までの幅広い範囲を包含していること、さらには依頼者の要求によって測定の不確かさの見積が必要とされることから、Note2 の適用を一律に決められないことに起因すると考えられる。しかし、製品認証のための製品試験に限って、試験方法の修正や逸脱を認めない場合には、A2LA や NATA のように特定の試験方法に Note2 の適用を認めることは可能であると思われる。

試験分野によっては Note2 の適用が許されないことがある。化学分野および微生物分野においては、Note2 の適用は認められない場合がある。これは、これらの分野では試験結果が試験員の技能レベルの影響を強く受けるため、試験員の技能レベルは試験方法の規定に明示できないことによると考えられる。ただし、薬学微生物の試験では Note2 が適用できるとしている。また電気試験の分野ではより厳密な GUM の適用が要求される場合もある。一方、物理分野では Note2 の適用が可能な場合がある。建築材料分野の試験の多くは物理試験の範疇にあり、Note2 の適用が可能な試験方法があるといえよう。その前提としては、上述したように、試験方法の修正もしくは方法の適用範囲の逸脱がないものでなければならない。JIS 製品認証のための製品試験は JIS の試験方法に忠実であることが要求され、方法の修正若しくは逸脱は認められないことから、Note2 の適用の上記前提は満たされると考えられる。

ASTM の試験方法には再現性のデータが示されているものがあり、これらのデータを測定の不確かさとみなすことによって Note2 の適用を許している場合がある。JIS の多くの試験方法には、残念ながら、再現性データが示されておらず、ASTM と同じ扱いはできない。しかし、多くの試験方法が国際間で共通な手順を採用していることもあるので、条件を精査することにより、JIS にも ASTM の再現性データを利用できる場合がある。それらはそれぞれの JIS 作成委員会で方法の共通事項を確認することによって判断することが望ましい。なお、当委員会の調査研究範囲ではないが、JIS においても測定の不確かさの情報が試験方法に組み込まれることが望ましいであろう。

A2LA<sup>18)</sup> (付属資料 2) と NATA<sup>10)</sup> (付属資料 3) では、Note2 が適用できる建築材料試験方法のリストを公表している、これらはわが国においても Note2 の適用の参考となりうるであろう。その根拠には再現性データを用いたかどうか分からないが、結果をみると多くの試験方法は Note2 が適用できるカテゴリーに分類されている。

## 第3章 ISO/IEC 17025, 5.4.6.2, Note2 の適用検証実験

### 3.1 検証実験の目的

JIS 試験方法における ISO/IEC 17025, 5.4.6.2, Note2 の適用は、「不確かさの主要な要因に限界を設け」、「試験結果の表現形式を規定している」場合に認められるが、これらの要件が無関係であってはならない。すなわち、不確かさの主要な要因に限界を設けることによって、結果が有効桁で期待されるばらつきの範囲の中にあることが Note2 適用の条件である。

上述したように、Note2 の適用の可否は、個々の JIS 作成委員会において方法の妥当性の検討資料を基に決定することが望ましいが、どの程度の検証を行えばよいかを示す例として行った実験を本章では述べる。それらの検証は測定の不確かさを推定することに他ならないが、試験条件の限界が測定の不確かさに寄与する割合に注目され、それを基に限界値の妥当性を検証することになる。また、明示された試験条件以外の要因が測定の不確かさに寄与する割合を調べることも実験の目的である。

### 3.2 JIS A 1108 「コンクリートの圧縮強度試験方法」

#### (1) 試験の概要

JIS A 1108 「コンクリートの圧縮強度試験方法」の試験手順は以下の通りである。

#### ① 供試体直径の測定

供試体高さの中央で、互いに直交する2方向の供試体の直径を、測長器で測定し0.1mmまで読み取る。

#### ② 装置の準備

所定の圧縮試験機、上下の加圧面及び球面座を準備する。

#### ③ 供試体のセット

所定の養生を終えた直後の供試体を、供試体直径の1%以内の誤差で、その中心軸が加圧板の中心と一致するように置き、規定の載荷方法で載荷する。

#### ④ 載荷開始

供試体に衝撃を与えないように一様な速度（圧縮応力度の増加が毎秒  $0.6 \pm 0.4 \text{N/mm}^2$ ）で荷重を加える。

#### ⑤ 試験終了

供試体が破壊するまでに圧縮試験機が示す最大荷重を有効数字3けたまで読み取る。

#### ⑥ 圧縮強度の算出

①及び④の測定結果から圧縮強度を算出し、JIS Z 8401 によって有効数字3けたに丸める。  
なお、圧縮強度は下式(1)によって算出する。

$$f_c = \frac{P}{\pi \left(\frac{d}{2}\right)^2} \quad (1)$$

ここに、 $f_c$  : 圧縮強度(N/mm<sup>2</sup>)

$P$  : 供試体が破壊するまでに示す最大荷重(N)

$d$  : 供試体の直径(mm)

$$d=(d_1+d_2)/2$$

$d_1, d_2$  : 供試体の 2 方向の直径(mm)

## (2) 特性要因

JIS A 1108 において要求されている各種試験条件は表 3.2.1 の通りである。

表 3.2.1 JIS A 1108 において要求されている各種試験条件

分類	項目	条件
供試体の形状寸法に関する条件	直径	$\leq 0.5\%$
	高さ	$\leq 5\%$
	載荷面の平面度	$\leq$ 直径の $0.05\%$
	載荷面と母線のなす角度	$90 \pm 0.5^\circ$
測定機器に関する条件	圧縮試験機	JIS B 7733 6. に規定する 1 等級以上
	上下の加圧板の平面度	$\leq 0.02\text{mm}/100\text{mm}$
	球面座	$\geq$ 加圧板の回転角が $3^\circ$
	ノギス	0.1mm まで測定できる
試験条件	中心軸とのずれ	$\leq$ 供試体直径の $1\%$
	荷重速度	毎秒 $0.6 \pm 0.4\text{N}/\text{mm}^2$
	試験実施	養生直後
	最大荷重の読み	有効数字 3 けた
	直径の読み	小数点以下 1 けた
結果の表示	圧縮強度	有効数字 3 けた

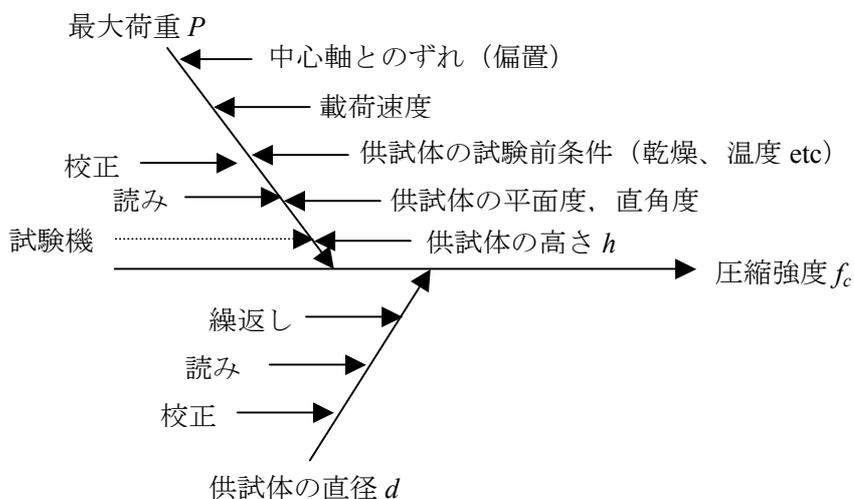


図 3.2.1 特性要因図

### (3) 実験概要

#### 1) 供試体の概要

供試体の概要を表 3.2.2 に示す。

表 3.2.2 供試体の概要

項目	内容
使用材料	① セメント…住友大阪セメント(株), 宇部三菱セメント(株)および太平洋セメント(株)製普通ポルトランドセメントを等量混合したもの(密度 $3.13\text{g/cm}^3$ ). ② 細骨材…和歌山県紀ノ川産川砂(表乾密度 $2.62\text{g/cm}^3$ , 吸水率 1.21%). ③ 粗骨材…大阪府高槻産砕石 2005(表乾密度 $2.70\text{g/cm}^3$ , 吸水率 0.40%). ④ 混和剤…高性能 AE 減水剤(株)エヌエムビー製, 商品名:レオビルド SP8SLV) ⑤ 水 …上水道水
種類	水セメント比が 50.9%のコンクリート 1 種類. コンクリートの実施調合およびフレッシュ性状を表 3.2.3 に示す.
練混ぜ	「JIS A 1138 試験室におけるコンクリートの作り方」に準拠し, 容量 50L の強制練り水平二軸形ミキサを用いて, 50L/バッチを 2 バッチ, 同一日に練混ぜた. なお, 練混ぜ手順は以下の通りである. 細骨材の半分, セメント, 細骨材の半分投入 → 15 秒間攪拌 → 練混ぜ水投入 → 30 秒間攪拌 → かき落とし → 粗骨材投入 → 90 秒間攪拌 → 練混ぜ終了
形状・寸法 および数量	$\phi 100 \times 200\text{mm}$ の円柱体. 各バッチ 25 体, 計 50 体. なお, 各バッチ 25 体のうち, バッチ間のばらつきの確認用としてそれぞれのバッチから 5 体ずつ同一条件下で試験を実施した.
養生	成形後 24 時間以内に脱型し, 試験実施直前(材齢 91 日)まで水温 $20 \pm 1^\circ\text{C}$ の養生水槽内で標準養生を行った.
端面仕上げ	供試体端面は上下面とも研磨によって仕上げた.

表 3.2.3 コンクリートの実施調合およびフレッシュ性状

実施調合		
水セメント比 W/C (%)		50.9
細骨材率 s/a (%)		46.1
単位量 ( $\text{kg/m}^3$ )	水 W	170
	セメント C	334
	細骨材 S*	819
	粗骨材 G*	987
高性能 AE 減水剤 ( $\text{kg/m}^3$ )		1.670
フレッシュ性状		
スランプ(cm)		18.0
空気量(%)		4.5
単位容積質量( $\text{kg/m}^3$ )		2315
コンクリート温度( $^\circ\text{C}$ )		22.6

註)\*骨材は表面乾燥飽水状態時の質量で示す.

## 2) 実験の内容

表 3.2.2 に示す供試体を用いて、以下に示す①～⑤の実験を行った。

### ① 供試体の直径の測定

1 体の共通の供試体について、3 人の測定者が繰り返して 10 回の寸法測定（直径）を行った。なお、測定条件は次のとおりとした。

- ・測定器：最小表示量 0.01mm のノギス

### ② バッチ間のばらつき

各バッチから任意に選んだ 5 体の供試体について、1 人の測定者が当該 JIS の条件内で圧縮強度の測定を行い、バッチ間の有意差の有無の確認を行った。なお、載荷速度は毎秒  $0.6\text{N/mm}^2$ （当該 JIS の条件の中央値）とした。

### ③ 圧縮強度の測定

一方のバッチから任意に選んだ 10 体の供試体について、1 人の測定者が当該 JIS の条件内で圧縮強度の測定を行った。なお、載荷速度は毎秒  $0.6\text{N/mm}^2$ （当該 JIS の条件の中央値）とした。

### ④ 供試体偏置（中心軸とのずれ）による影響

供試体の中心軸と加圧板の中心のずれの影響を確認するため、当該 JIS の条件であるずれ量 1mm 以内に対し、ずれ量はその範囲内にある場合と、さらにずれ量 1mm とした場合の 2 条件で圧縮強度の測定を行った。なお、同一バッチから任意に選んだ 10 体の供試体を 1 人の測定者が載荷速度毎秒  $0.6\text{N/mm}^2$ （当該 JIS の条件の中央値）のもとで試験を実施した。

### ⑤ 載荷速度による影響

載荷速度の影響を確認するため、当該 JIS 条件（毎秒  $0.6 \pm 0.4\text{N/mm}^2$ ）の中央値である載荷速度毎秒  $0.6\text{N/mm}^2$  に対し、許容範囲を上回る条件で試験を行った（供試体数は 10）。なお、設定した載荷速度は次のとおりである。

- A. 毎秒  $0.6\text{N/mm}^2$
- B. 毎秒  $0.1\text{N/mm}^2$
- C. 毎秒  $2.0\text{N/mm}^2$

## (4) 実験結果

### 1) 供試体の直径の測定結果

1 体の試験体について供試体直径の繰り返し測定を行った結果を表 3.2.4 に示す。測定値の F 値（分散比）は 1.730 で、有意水準 5% で F 境界値 3.354 より小さく、測定者による差は認められない。

表 3.2.4 供試体の直径の測定結果 (単位 ; mm)

No.	測定者 A	測定者 B	測定者 C
1	100.26	100.11	100.23
2	100.14	100.20	100.14
3	100.20	100.15	100.16
4	100.17	100.20	100.14
5	100.15	100.20	100.22
6	100.21	100.22	100.18
7	100.20	100.11	100.23
8	100.21	100.11	100.21
9	100.16	100.16	100.14
10	100.21	100.12	100.14
平均値	100.19	100.16	100.18
最大値	100.26	100.22	100.23
最小値	100.14	100.11	100.14
標準偏差	0.036	0.044	0.040

2) バッチ間のばらつき

各バッチから任意に選んだ 5 体の供試体について圧縮強度の測定を行った結果を表 3.2.5 に示す。測定値の F 値 (分散比) は 0.0363 で、有意水準 5% で F 境界値 5.318 より小さく、バッチ間の有意差は認められなかったため、次節以降では、バッチ間のばらつきは考慮する必要がないものとして検討する。

表 3.2.5 各バッチの圧縮強度 (単位 ; N/mm<sup>2</sup>)

No.	バッチ A	バッチ B
1	49.32	48.63
2	48.12	48.70
3	49.04	48.50
4	49.68	46.83
5	47.84	50.67
平均値	48.80	48.67
最大値	49.68	50.67
最小値	47.84	46.83
標準偏差	0.79	1.36

### 3) 圧縮強度の測定結果

強度を求めるのは、いわゆる破壊試験であるので、試験体のばらつきを含む。圧縮強度の測定結果を表 3.2.6 に示す。圧縮強度の変動係数は 2.37%であった。

表 3.2.6 圧縮強度の結果 (単位 ; N/mm<sup>2</sup>)

No.	圧縮強度
1	49.60
2	48.30
3	51.34
4	50.39
5	50.60
6	49.53
7	49.78
8	52.41
9	51.11
10	49.22
平均値	50.23
最大値	52.41
最小値	48.30
標準偏差	1.19
変動係数	2.37%

ここで、変動係数は測定量の総相対標準不確かさを表す。包含係数を  $k=2$  とすると、圧縮強度の相対拡張不確かさは  $U=4.74\%$ である。今、測定値が平均値に等しいとすると、結果は有効数字 3 桁で表示し、拡張不確かさを結果の桁に合わせて示すと、

$$\sigma_m = 50.2 \text{ N/mm}^2 \pm 2.4 \text{ N/mm}^2, k=2 \quad , \quad \text{または} \quad \sigma_m = 50.2 \text{ N/mm}^2 \pm 4.7\%, k=2$$

となり、有効数字の最小桁より大きい測定の不確かさをもつことが分かる。また、当該 JIS 試験方法は製品の JIS 規格「JIS A 5308 レディーミクストコンクリート」において、受入検査項目の 1 つとして活用される方法でもある。同 JIS によると、検査基準は、個々の供試体に対する基準と供試体 3 体の平均値に対する基準があるが、平均値についての拡張不確かさ  $2.4/\sqrt{3} \text{ N/mm}^2$  においても有効数字の最小桁より大きい測定の不確かさをもつことになる。

### 4) 供試体偏置 (中心軸とのずれ) による影響

当該 JIS では、供試体直径の 1%以内の誤差で、その中心軸が加圧板の中心と一致するようにセットすることとしている。すなわち、今回使用した供試体の直径は 100mm であるため、ずれの量の許容範囲は 1mm 以内となる。ここでは、供試体の加圧板の中心からのずれの影響を確認するために、JIS 範囲内のずれ量のときと、さらに 1mm ずらしたときの 2 条件について試験を実施した。その結果を表 3.2.7 に示す。

表 3.2.7 供試体偏置（中心軸とのずれ）による影響（単位；N/mm<sup>2</sup>）

No.	当該 JIS 範囲内のずれ量 (ずれ量 ≤ 1mm)	当該 JIS 範囲外のずれ量 (1mm < ずれ量 ≤ 2mm)
1	49.60	50.70
2	48.30	50.39
3	51.34	50.65
4	50.39	50.78
5	50.60	50.34
6	49.53	50.42
7	49.78	49.07
8	52.41	48.15
9	51.11	48.23
10	49.22	50.32
平均値	50.23	49.91
最大値	52.41	50.78
最小値	48.30	48.15
標準偏差	1.19	1.02

結果をもとに F 検定を行うと、圧縮強度の F 値（分散比）は 0.424 で、有意水準 5% で F 境界値 4.414 より小さく、供試体偏置（中心軸とのずれ）による影響は見られないという結論が確認できた。

#### 5) 載荷速度による影響

載荷速度の影響を確認するため、当該 JIS 条件（毎秒 0.6 ± 0.4 N/mm<sup>2</sup>）の中央値である載荷速度毎秒 0.6 N/mm<sup>2</sup> に対し、許容範囲を上回る条件（毎秒 0.1 N/mm<sup>2</sup> および毎秒 2.0 N/mm<sup>2</sup>）で試験を実施した。その結果を表 3.2.8 に示す。

表 3.2.8 載荷速度による影響（単位；N/mm<sup>2</sup>）

No.	毎秒 0.6 N/mm <sup>2</sup>	毎秒 0.1 N/mm <sup>2</sup>	毎秒 2.0 N/mm <sup>2</sup>
1	49.60	45.86	49.07
2	48.30	46.69	50.19
3	51.34	45.35	51.13
4	50.39	47.16	51.01
5	50.60	45.98	51.03
6	49.53	46.44	50.88
7	49.78	47.25	51.11
8	52.41	45.34	50.04
9	51.11	46.38	51.75
10	49.22	46.85	51.54
平均値	50.23	46.33	50.78
最大値	52.41	47.25	51.75
最小値	48.30	45.34	49.07
標準偏差	1.19	0.69	0.80

結果をもとに F 検定を行うと、圧縮強度の F 値（分散比）は 69.93 で、有意水準 5% で F 境界値

3.354 より大きくなり、載荷速度による有意差が認められた。さらに詳細に検討すると、載荷速度毎秒  $0.6\text{N/mm}^2$  と毎秒  $2.0\text{N/mm}^2$  を因子として結果を F 検定すると、圧縮強度の F 値（分散比）は 1.460 で、有意水準 5% で F 境界値 4.414 より小さくなったが、毎秒  $0.6\text{N/mm}^2$  と毎秒  $0.1\text{N/mm}^2$  における結果の場合、圧縮強度の F 値（分散比）は 80.49 で、有意水準 5% で F 境界値 4.414 より大きくなった。すなわち、当該 JIS の中央値毎秒  $0.6\text{N/mm}^2$  に対し、載荷速度が大きい場合には有意差が認められなかったが、小さい場合（ただし、JIS 許容範囲外）には有意差が見られた。

#### (5) まとめ

JIS A 1108「コンクリートの圧縮強度試験方法」に基づく測定の不確かさを実験により求め、Note2 適用の可否を検討した。その結果、圧縮強度の測定で推定される拡張不確かさは有効数字の最小桁よりも大きく、Note2 の適用ができないという結論を得た。

また、供試体直径の測定の測定者による影響や供試体の中心軸とのずれによる影響は、今回の実験の範囲内では特に認められなかった。ただし、載荷速度については、当該 JIS の許容範囲の中心値毎秒  $0.6\text{N/mm}^2$  よりも小さい場合には、載荷速度による影響が認められた。測定の不確かさを実験により求める場合、当該 JIS の許容の下限値毎秒  $0.2\text{N/mm}^2$  における傾向を確認することが重要である。これは、いわゆる系統的效果であるので、同要素の影響を除去あるいは補正することが望ましい。

一般的なコンクリートの圧縮強度を求める試験方法としては載荷速度を毎秒  $0.6\text{N/mm}^2 \sim 2.0\text{N/mm}^2$  とし、小さい載荷速度での試験方法と分離することを提案する。ただし、低速度での載荷の影響は、速度をパラメータとしたさらに詳細な検討が必要である。

### 3.3 JIS A 1110「粗骨材の密度・吸水率試験方法」

#### (1) 試験方法の概要

当該の試験方法は、主に、生コンクリートに使用する粗骨材の基本的な品質特性である密度および吸水率を、粗骨材の水中および気中質量に基づいて求めるものである。試験手順の概要、測定機器の精度等の規定ならびに用語の定義を以下に示す。

#### 1) 試験方法の手順

##### 【1日目】

- ① 代表的な粗骨材試料から、呼び寸法 4.75mm 網ふるいに留まる粗骨材を、四分法によって、ほぼ所定量となるまで縮分する。
- ② 普通骨材の 1 回に使用する粗骨材の試料の所定量は、粗骨材の最大寸法(mm)の 100 倍をグラム表示した量を最小質量とする。
- ③ 試料を水で十分に洗って、粒の表面についているごみ、その他を取り除く (写真 3.3.1)。
- ④ 試料を金網かごに入れ、水中で振動を与え、粒子間の附着空気を排除した後、 $20\pm 5^{\circ}\text{C}$ の水中で 24 時間吸水させる (写真 3.3.2)。



写真 3.3.1 試験試料の水洗いの状況

##### 【2日目】

- ⑤  $20\pm 5^{\circ}\text{C}$ の水中で、試料の見掛けの質量 ( $m_2$ ) と水温をはかる (写真 3.3.3)。
- ⑥ 金網かごと試料を水中から取り出し、水切り後、試料は吸水性の布の上にあける。  
金網かごは水中に戻し、その質量 ( $m_3$ ) をはかる。
- ⑦ 試料を吸水性の布の上で転がして、目に見える水膜をぬぐい去り、質量 ( $m_1$ ) をはかる。
- ⑧ 試料を乾燥機 ( $105\pm 5^{\circ}\text{C}$ ) に入れ、乾燥を開始する。



写真 3.3.2 水中に浸漬(水温  $20^{\circ}\text{C}$ )

##### 【3日目】

- ⑨  $105\pm 5^{\circ}\text{C}$ で一定質量となるまで乾燥し、室温まで冷やし、その質量( $m_4$ )をはかる。
- ⑩ 試験結果の計算

$$\text{表乾密度} : D_s = (m_1 \times \rho_w) / (m_1 - (m_2 - m_3))$$

$$\text{絶乾密度} : D_d = (m_4 \times \rho_w) / (m_1 - (m_2 - m_3))$$

$$\text{吸水率} : Q = (m_1 - m_4) / m_4 \times 100$$

ここで、

$m_1$ : 試験試料の表乾質量 (g)



写真 3.3.3 試料の水中質量の測定

$m_2$ : 試験試料とかごの水中の見掛けの質量 (g)

$m_3$ : 水中のかごの見掛けの質量 (g)

$m_4$ : 試験試料の絶乾質量 (g)

$\rho_w$ : 試験温度における水の密度 ( $\text{g/cm}^3$ )

なお、密度および吸水率の試験は、同時に採取した試料について繰返し測定を2回行った。

## 2) 測定機器の精度等の規定

- ① はかり：試料質量の0.02%以下の目量又は感度をもつもの
- ② 金網かご：目開き3mm以下の金網製で、直径約200mm、高さ約200mmのもの
- ③ 吸水性の布：乾燥した柔らかいもの
- ④ 乾燥機：排気口のあるもので、 $105 \pm 5^\circ\text{C}$ に保持できるもの

## 3) 用語の定義 (JIS A 0203「コンクリート用語」より)

- ① 骨材：モルタル又はコンクリートをつくるために、セメント及び水と練り混ぜる砂、砂利、砕砂、スラグ骨材、その他これらに類似の材料
- ② 粗骨材：5mm網ふるいに質量で85%以上とどまる骨材
- ③ 絶対乾燥状態（絶乾状態）：骨材を $100 \sim 110^\circ\text{C}$ の温度で定質量となるまで乾燥し、骨材粒の内部に含まれている自由水が取り去られた状態。
- ④ 表面乾燥飽水状態（表乾状態）：骨材の表面水がなく、骨材粒の内部の空げきがすべて水で満たされている状態。
- ⑤ 粗骨材の最大寸法：質量で90%以上が通るふるいのうち、最小寸法のふるいの呼び寸法で示される粗骨材の寸法
- ⑥ 絶乾密度：骨材の絶乾状態の質量を絶対容積で除した値。
- ⑦ 表乾密度：骨材の絶乾状態の質量を絶対容積で除した値。

## 4) 不確かさの要因

当実験で取り上げた不確かさの要因を、①タイプA評価要因、②タイプB評価要因および③評価しない不確かさ要因に分類し、以下に示す。

### ① タイプA評価要因

- ・ サブサンプリング（試料の採取、ふるい分け、縮分、洗浄）が測定値に及ぼす要因
- ・ 水中での試料と金網かごの見かけの質量 ( $m_2$ ) 測定作業が、測定値に及ぼす要因
- ・ 水中での金網かごの見かけの質量 ( $m_3$ ) 測定作業が、測定値に及ぼす要因
- ・ 試料の表面乾燥飽水状態の質量 ( $m_1$ ) 測定作業が、測定値に及ぼす要因
- ・ 試料の絶対乾燥状態の質量 ( $m_4$ ) 測定作業が、測定値に及ぼす要因

### ② タイプB評価要因

- ・ 重さ測定時の試験環境（温度、気圧）が、測定値に及ぼす要因
- ・ 重さ測定器の精度（目量、校正）が、測定値に及ぼす要因

### ③ 評価しない不確かさ要因

- ・ 水中浸漬の時間とその水温度履歴による試料の吸水状態の違いが、測定値に及ぼす要因

理由：JISの規定で、水温は20℃±5℃、浸漬時間は24時間と決められている。

## (2) 実験概要

### ① 実験に使用した骨材試料の種類

試料は下記に示す川砂利、石灰石および砕石の3種類とした。

- ・川砂利（2505相当，天然岩，絶乾密度2.7g/cm<sup>3</sup>程度，吸水率1.0%程度）
- ・石灰石（砕石2005，石灰岩，絶乾密度2.7g/cm<sup>3</sup>程度，吸水率0.2%程度）
- ・砕石（砕石2005，砂岩，絶乾密度2.7g/cm<sup>3</sup>程度，吸水率0.5%程度）

粗骨材試料それぞれの約30kgを、呼び寸法4.75mm網ふるいでふるって、これに留まる粗骨材を四分法によって10分割し、実験試料とした。

### ② 実験の手順

全ての実験試料について、試験員3名がそれぞれ2回の繰り返し試験を実施<sup>注)</sup>した。

注)：試験試料の品質は、試験の実施によって大きく変化しないものと考えて、同じ試験試料を繰り返し使用した。総試験数は、試料3種類×試験数10回×3名×繰り返し2回=180回となる。

### ③ 不確かさの評価

得られた実験結果をもとに分散分析によって不確かさを評価した。それらの詳細を表3.3.2.1～表3.3.10.2に示す。

## (3) まとめ

実験結果から求めた不確かさを表3.3.1に示す。

表 3.3.1 実験結果から求めた測定の不確かさ

粗骨材の種類	吸水率 (%)			表乾密度 (g/cm <sup>3</sup> )			絶乾密度 (g/cm <sup>3</sup> )		
	平均値	合成標準不確かさ	拡張不確かさ	平均値	合成標準不確かさ	拡張不確かさ	平均値	合成標準不確かさ	拡張不確かさ
川砂利	0.98	0.0653	0.13	2.72	0.0050	0.01	2.69	0.0051	0.01
石灰石	0.18	0.0152	0.03	2.71	0.0038	0.01	2.71	0.0040	0.01
砕石	0.50	0.0378	0.08	2.70	0.0033	0.01	2.69	0.0037	0.01

JIS Z 8401によって、粗骨材の密度および吸水率の試験結果は小数点以下2桁に丸めることと規定されている。密度試験結果の拡張不確かさは、実験に用いた3種類の粗骨材いずれも0.01g/cm<sup>3</sup>で、有効数字の桁数程度の不確かさとして評価された。吸水率試験結果の拡張不確かさは、実験に用いた粗骨材の種類によって0.03～0.13%と大きく異なったが、これをそれぞれの結果の平均値で除した相対拡張不確かさで示すと0.13～0.17%のほぼ一定の比率となる。このことから、吸水率が概ね0.3%を上回る粗骨材では、吸水率の有効数字の桁数を拡張不確かさが上回った。

したがって、現行のJIS試験方法では、密度についてはNote2を適用できるが、吸水率についてはNote2を適用できない。その場合、推定された測定の不確かさに関する表明が必要となる。

表 3.3.2.1 川砂利の吸水率試験結果

(単位: %)

川砂利	A						
	測定者 A		測定者 B		測定者 C		
	1 回目	2 回目	1 回目	2 回目	1 回目	2 回目	
B	No. 1	0.958	0.893	0.937	0.978	1.005	0.925
	No. 2	0.940	1.006	0.971	1.053	1.099	1.050
	No. 3	0.992	0.971	0.952	1.023	1.085	1.003
	No. 4	0.984	0.990	0.970	1.035	1.049	1.086
	No. 5	0.977	0.976	1.000	1.052	1.086	1.012
	No. 6	0.964	0.960	0.964	1.039	1.081	0.996
	No. 7	0.959	0.942	0.997	0.970	1.092	1.014
	No. 8	0.961	0.883	0.957	0.899	0.988	0.942
	No. 9	0.953	0.840	0.867	0.918	0.960	0.890
	No. 10	0.966	0.897	0.935	0.924	1.008	0.955

二元配置の繰返し有の分散分析結果

因子 A: a 水準(測定者) B: b 水準(サンプルリング) 繰返し: n 回(2 回)

データ:  $X_{ijk}(i=3, j=10, k=2)$

$S = \sum_i \sum_j \sum_k X_{ijk}^2$		$S =$	57.7830
$CF = (\sum_i \sum_j \sum_k X_{ijk})^2 / abn$		$CF =$	57.5828
$S_T = S - CF$	自由度 $f_T = abn - 1$	$S_T =$	0.2001
$S_A = \sum_i (\sum_j \sum_k X_{ijk})^2 / bn - CF$	自由度 $f_A = a - 1$	$S_A =$	0.0449
$S_B = \sum_j (\sum_i \sum_k X_{ijk})^2 / an - CF$	自由度 $f_B = b - 1$	$S_B =$	0.0910
$S_{AB} = \sum_i \sum_j (\sum_k X_{ijk})^2 / n - CF - S_A - S_B$	自由度 $f_{AB} = (a - 1)(b - 1)$	$S_{AB} =$	0.0086
$Se = S_T - S_A - S_B - S_{AB}$	自由度 $fe = ab(n - 1)$	$Se =$	0.0556

表 3.3.2.2 分散分析表

要因	平方和 Si	自由度	分散 Vi	分散の期待値
測定者 A	0.0449	2	0.02245	$\sigma_e^2 + 20 \sigma_A^2$
サンプルリング B	0.0910	9	0.01011	$\sigma_e^2 + 6 \sigma_B^2$
交互作用 A×B	0.0086	18	0.00048	$\sigma_e^2 + 2 \sigma_{A \times B}^2$
誤差 e	0.0556	30	0.00185	$\sigma_e^2$
計 T	0.2001	59		

標準不確かさの計算

$$u_A = 0.0321$$

$$u_B = 0.0371$$

$$ue = 0.0431$$

$$uc = 0.0653$$

$$\sigma_A^2 = (V_A - Ve) / 20$$

$$\sigma_B^2 = (V_B - Ve) / 6$$

$$\sigma_e^2 = Ve$$

$$uc^2 = \sigma_A^2 + \sigma_B^2 + \sigma_e^2$$

合成標準不確かさ 0.0653

拡張不確かさ 0.13

表 3.3.3.1 石灰石の吸水率試験結果

(単位:%)

石灰石	A						
	測定者A		測定者B		測定者C		
	1回目	2回目	1回目	2回目	1回目	2回目	
B	No. 1	0.202	0.179	0.174	0.193	0.184	0.175
	No. 2	0.167	0.144	0.172	0.163	0.163	0.149
	No. 3	0.182	0.154	0.191	0.164	0.173	0.168
	No. 4	0.171	0.176	0.166	0.189	0.185	0.167
	No. 5	0.174	0.174	0.183	0.202	0.169	0.146
	No. 6	0.182	0.178	0.164	0.169	0.174	0.164
	No. 7	0.173	0.173	0.191	0.191	0.169	0.146
	No. 8	0.189	0.175	0.194	0.222	0.165	0.156
	No. 9	0.171	0.189	0.199	0.171	0.185	0.199
	No. 10	0.169	0.174	0.201	0.183	0.165	0.184

二元配置の繰返し有の分散分析結果

因子 A:a 水準(測定者) B:b 水準(サンプリング) 繰返し:n 回(2 回)

データ: $X_{ijk}(i=3, j=10, k=2)$

$S = \sum_i \sum_j \sum_k X_{ijk}^2$		$S =$	1.8735
$CF = (\sum_i \sum_j \sum_k X_{ijk})^2 / abn$		$CF =$	1.8600
$S_T = S - CF$	自由度 $f_T = abn - 1$	$S_T =$	0.0135
$S_A = \sum_i (\sum_j \sum_k X_{ijk})^2 / bn - CF$	自由度 $f_A = a - 1$	$S_A =$	0.0022
$S_B = \sum_j (\sum_i \sum_k X_{ijk})^2 / an - CF$	自由度 $f_B = b - 1$	$S_B =$	0.0032
$S_{AB} = \sum_i \sum_j (\sum_k X_{ijk})^2 / n - CF - S_A - S_B$	自由度 $f_{AB} = (a - 1)(b - 1)$	$S_{AB} =$	0.0036
$Se = S_T - S_A - S_B - S_{AB}$	自由度 $fe = ab(n - 1)$	$Se =$	0.0044

表 3.3.3.2 分散分析表

要因	平方和 Si	自由度	分散 Vi	分散の期待値
測定者 A	0.0022	2	0.00112	$\sigma_e^2 + 20 \sigma_A^2$
サンプリング B	0.0032	9	0.00036	$\sigma_e^2 + 6 \sigma_B^2$
交互作用 A×B	0.0036	18	0.00020	$\sigma_e^2 + 2 \sigma_{A \times B}^2$
誤差 e	0.0044	30	0.00015	$\sigma_e^2$
計 T	0.0135	59		

標準不確かさの計算

$$u_A = 0.0070$$

$$u_B = 0.0060$$

$$u_e = 0.0121$$

$$uc = 0.0152$$

$$\sigma_A^2 = (V_A - Ve) / 20$$

$$\sigma_B^2 = (V_B - Ve) / 6$$

$$\sigma_e^2 = Ve$$

$$uc^2 = \sigma_A^2 + \sigma_B^2 + \sigma_e^2$$

合成標準不確かさ 0.0152

拡張不確かさ 0.03

表 3.3.4.1 碎石の吸水率試験結果

(単位: %)

碎石	A						
	測定者A		測定者B		測定者C		
	1回目	2回目	1回目	2回目	1回目	2回目	
B	No. 1	0.479	0.484	0.609	0.528	0.512	0.564
	No. 2	0.496	0.505	0.514	0.532	0.492	0.514
	No. 3	0.482	0.465	0.609	0.485	0.532	0.506
	No. 4	0.441	0.424	0.464	0.469	0.450	0.500
	No. 5	0.482	0.501	0.507	0.522	0.470	0.503
	No. 6	0.514	0.462	0.497	0.503	0.444	0.508
	No. 7	0.532	0.480	0.497	0.499	0.467	0.521
	No. 8	0.534	0.438	0.473	0.505	0.491	0.509
	No. 9	0.540	0.468	0.509	0.519	0.500	0.523
	No. 10	0.535	0.469	0.487	0.524	0.488	0.542

二元配置の繰返し有の分散分析結果

因子 A: a 水準(測定者) B: b 水準(サンプリング) 繰返し: n 回(2回)

データ:  $X_{ijk}(i=3, j=10, k=2)$

$S = \sum_i \sum_j \sum_k X_{ijk}^2$		$S =$	15.0908
$CF = (\sum_i \sum_j \sum_k X_{ijk})^2 / abn$		$CF =$	15.0190
$S_T = S - CF$	自由度 $f_T = abn - 1$	$S_T =$	0.0718
$S_A = \sum_i (\sum_j \sum_k X_{ijk})^2 / bn - CF$	自由度 $f_A = a - 1$	$S_A =$	0.0069
$S_B = \sum_j (\sum_i \sum_k X_{ijk})^2 / an - CF$	自由度 $f_B = b - 1$	$S_B =$	0.0195
$S_{AB} = \sum_i \sum_j (\sum_k X_{ijk})^2 / n - CF - S_A - S_B$	自由度 $f_{AB} = (a - 1)(b - 1)$	$S_{AB} =$	0.0112
$Se = S_T - S_A - S_B - S_{AB}$	自由度 $fe = ab(n - 1)$	$Se =$	0.0342

表 3.3.4.2 分散分析表

要因	平方和 Si	自由度	分散 Vi	分散の期待値
測定者 A	0.0069	2	0.00343	$\sigma_e^2 + 20 \sigma_A^2$
サンプリング B	0.0195	9	0.00217	$\sigma_e^2 + 6 \sigma_B^2$
交互作用 A×B	0.0112	18	0.00062	$\sigma_e^2 + 2 \sigma_{A \times B}^2$
誤差 e	0.0342	30	0.00114	$\sigma_e^2$
計 T	0.0718	59		

標準不確かさの計算

$$u_A = 0.0107$$

$$u_B = 0.0131$$

$$u_e = 0.0338$$

$$uc = 0.0378$$

$$\sigma_A^2 = (V_A - Ve) / 20$$

$$\sigma_B^2 = (V_B - Ve) / 6$$

$$\sigma_e^2 = Ve$$

$$uc^2 = \sigma_A^2 + \sigma_B^2 + \sigma_e^2$$

合成標準不確かさ 0.0378

拡張不確かさ 0.08

表 3.3.5.1 川砂利の表乾密度試験結果

(単位:g/cm<sup>3</sup>)

川砂利	A						
	測定者A		測定者B		測定者C		
	1回目	2回目	1回目	2回目	1回目	2回目	
B	No. 1	2.724	2.725	2.724	2.723	2.729	2.726
	No. 2	2.713	2.713	2.712	2.711	2.717	2.713
	No. 3	2.71	2.717	2.715	2.715	2.721	2.718
	No. 4	2.714	2.722	2.721	2.721	2.727	2.723
	No. 5	2.716	2.718	2.716	2.717	2.722	2.720
	No. 6	2.724	2.717	2.716	2.716	2.721	2.718
	No. 7	2.727	2.726	2.726	2.725	2.730	2.728
	No. 8	2.724	2.722	2.723	2.720	2.726	2.723
	No. 9	2.719	2.719	2.716	2.717	2.722	2.719
	No. 10	2.718	2.721	2.720	2.718	2.723	2.720

二元配置の繰返し有の分散分析結果

因子 A:a 水準(測定者) B:b 水準(サンプリング) 繰返し:n 回(2 回)

データ:  $X_{ijk}(i=3, j=10, k=2)$

$S = \sum_i \sum_j \sum_k X_{ijk}^2$		$S =$	443.9434
$CF = (\sum_i \sum_j \sum_k X_{ijk})^2 / abn$		$CF =$	443.9421
$S_T = S - CF$	自由度 $f_T = abn - 1$	$S_T =$	0.0013
$S_A = \sum_i (\sum_j \sum_k X_{ijk})^2 / bn - CF$	自由度 $f_A = a - 1$	$S_A =$	0.0002
$S_B = \sum_j (\sum_i \sum_k X_{ijk})^2 / an - CF$	自由度 $f_B = b - 1$	$S_B =$	0.0009
$S_{AB} = \sum_i \sum_j (\sum_k X_{ijk})^2 / n - CF - S_A - S_B$	自由度 $f_{AB} = (a - 1)(b - 1)$	$S_{AB} =$	0.0001
$Se = S_T - S_A - S_B - S_{AB}$	自由度 $f_e = ab(n - 1)$	$Se =$	0.0001

表 3.3.5.3 分散分析表

要因	平方和 Si	自由度	分散 Vi	分散の期待値
測定者 A	0.0002	2	0.00008	$\sigma_e^2 + 20 \sigma_A^2$
サンプリング B	0.0009	9	0.00010	$\sigma_e^2 + 6 \sigma_B^2$
交互作用 A×B	0.0001	18	0.00000	$\sigma_e^2 + 2 \sigma_{A \times B}^2$
誤差 e	0.0001	30	0.00000	$\sigma_e^2$
計 T	0.0013	59		

標準不確かさの計算

$$u_A = 0.0019$$

$$u_B = 0.0041$$

$$u_e = 0.0022$$

$$u_c = 0.0050$$

$$\sigma_A^2 = (V_A - V_e) / 20$$

$$\sigma_B^2 = (V_B - V_e) / 6$$

$$\sigma_e^2 = V_e$$

$$u_c^2 = \sigma_A^2 + \sigma_B^2 + \sigma_e^2$$

合成標準不確かさ 0.0050

拡張不確かさ 0.01

表 3.3.6.1 石灰石の表乾密度試験結果

(単位:g/cm<sup>3</sup>)

石灰石	A						
	測定者A		測定者B		測定者C		
	1回目	2回目	1回目	2回目	1回目	2回目	
B	No. 1	2.710	2.709	2.708	2.707	2.709	2.720
	No. 2	2.712	2.708	2.708	2.707	2.708	2.719
	No. 3	2.714	2.710	2.708	2.709	2.709	2.713
	No. 4	2.712	2.708	2.708	2.704	2.707	2.715
	No. 5	2.714	2.710	2.708	2.708	2.709	2.714
	No. 6	2.713	2.707	2.709	2.706	2.707	2.713
	No. 7	2.712	2.711	2.707	2.706	2.707	2.713
	No. 8	2.713	2.710	2.707	2.704	2.708	2.712
	No. 9	2.713	2.710	2.707	2.708	2.708	2.712
	No. 10	2.711	2.711	2.708	2.708	2.709	2.712

二元配置の繰返し有の分散分析結果

因子 A:a 水準(測定者) B:b 水準(サンプリング) 繰返し:n 回(2 回)

データ: $X_{ijk}(i=3, j=10, k=2)$

$S = \sum_i \sum_j \sum_k X_{ijk}^2$		$S =$	440.5761
$CF = (\sum_i \sum_j \sum_k X_{ijk})^2 / abn$		$CF =$	440.5755
$S_T = S - CF$	自由度 $f_T = abn - 1$	$S_T =$	0.0006
$S_A = \sum_i (\sum_j \sum_k X_{ijk})^2 / bn - CF$	自由度 $f_A = a - 1$	$S_A =$	0.0002
$S_B = \sum_j (\sum_i \sum_k X_{ijk})^2 / an - CF$	自由度 $f_B = b - 1$	$S_B =$	0.0000
$S_{AB} = \sum_i \sum_j (\sum_k X_{ijk})^2 / n - CF - S_A - S_B$	自由度 $f_{AB} = (a - 1)(b - 1)$	$S_{AB} =$	0.0001
$Se = S_T - S_A - S_B - S_{AB}$	自由度 $fe = ab(n - 1)$	$Se =$	0.0003

表 3.3.6.2 分散分析表

要因	平方和 Si	自由度	分散 Vi	分散の期待値
測定者 A	0.0002	2	0.00010	$\sigma_e^2 + 20 \sigma_A^2$
サンプリング B	0.0000	9	0.00000	$\sigma_e^2 + 6 \sigma_B^2$
交互作用 A×B	0.0001	18	0.00000	$\sigma_e^2 + 2 \sigma_{A \times B}^2$
誤差 e	0.0003	30	0.00001	$\sigma_e^2$
計 T	0.0006	59		

標準不確かさの計算

$u_A = 0.0021$	$\sigma_A^2 = (V_A - Ve) / 20$
$u_B =$	$\sigma_B^2 = (V_B - Ve) / 6$
$ue = 0.0032$	$\sigma_e^2 = Ve$
$uc = 0.0038$	$uc^2 = \sigma_A^2 + \sigma_B^2 + \sigma_e^2$

合成標準不確かさ 0.0038

拡張不確かさ 0.01

表 3.3.7.1 碎石の表乾密度試験結果

(単位:g/cm<sup>3</sup>)

碎石	A						
	測定者A		測定者B		測定者C		
	1回目	2回目	1回目	2回目	1回目	2回目	
B	No. 1	2.703	2.704	2.700	2.701	2.704	2.702
	No. 2	2.701	2.701	2.702	2.698	2.703	2.696
	No. 3	2.700	2.701	2.696	2.699	2.698	2.703
	No. 4	2.702	2.700	2.700	2.699	2.702	2.700
	No. 5	2.706	2.705	2.705	2.702	2.708	2.704
	No. 6	2.709	2.707	2.703	2.704	2.709	2.710
	No. 7	2.704	2.704	2.701	2.701	2.705	2.701
	No. 8	2.702	2.701	2.698	2.698	2.699	2.699
	No. 9	2.703	2.702	2.700	2.699	2.703	2.702
	No. 10	2.704	2.703	2.701	2.699	2.705	2.702

二元配置の繰返し有の分散分析結果

因子 A:a 水準(測定者) B:b 水準(サンプリング) 繰返し:n 回(2 回)

データ:  $X_{ijk}(i=3, j=10, k=2)$

$S = \sum_i \sum_j \sum_k X_{ijk}^2$		$S =$	438.0666
$CF = (\sum_i \sum_j \sum_k X_{ijk})^2 / abn$		$CF =$	438.0661
$S_T = S - CF$	自由度 $f_T = abn - 1$	$S_T =$	0.0005
$S_A = \sum_i (\sum_j \sum_k X_{ijk})^2 / bn - CF$	自由度 $f_A = a - 1$	$S_A =$	0.0001
$S_B = \sum_j (\sum_i \sum_k X_{ijk})^2 / an - CF$	自由度 $f_B = b - 1$	$S_B =$	0.0003
$S_{AB} = \sum_i \sum_j (\sum_k X_{ijk})^2 / n - CF - S_A - S_B$	自由度 $f_{AB} = (a - 1)(b - 1)$	$S_{AB} =$	0.0000
$Se = S_T - S_A - S_B - S_{AB}$	自由度 $fe = ab(n - 1)$	$Se =$	0.0001

表 3.3.7.2 分散分析表

要因	平方和 Si	自由度	分散 Vi	分散の期待値
測定者 A	0.0001	2	0.00005	$\sigma_e^2 + 20 \sigma_A^2$
サンプリング B	0.0003	9	0.00004	$\sigma_e^2 + 6 \sigma_B^2$
交互作用 A×B	0.0000	18	0.00000	$\sigma_e^2 + 2 \sigma_{A \times B}^2$
誤差 e	0.0001	30	0.00000	$\sigma_e^2$
計 T	0.0005	59		

標準不確かさの計算

$$\begin{aligned}
 u_A &= 0.0015 & \sigma_A^2 &= (V_A - Ve) / 20 \\
 u_B &= 0.0023 & \sigma_B^2 &= (V_B - Ve) / 6 \\
 u_e &= 0.0017 & \sigma_e^2 &= Ve \\
 \hline
 u_c &= 0.0033 & u_c^2 &= \sigma_A^2 + \sigma_B^2 + \sigma_e^2
 \end{aligned}$$

合成標準不確かさ 0.0033

拡張不確かさ 0.01

表 3.3.8.1 川砂利の絶乾密度試験結果

(単位:g/cm<sup>3</sup>)

川砂利	A						
	測定者A		測定者B		測定者C		
	1回目	2回目	1回目	2回目	1回目	2回目	
B	No. 1	2.698	2.701	2.698	2.697	2.702	2.701
	No. 2	2.688	2.686	2.686	2.683	2.687	2.685
	No. 3	2.683	2.691	2.690	2.688	2.692	2.691
	No. 4	2.688	2.696	2.695	2.693	2.699	2.694
	No. 5	2.690	2.692	2.689	2.688	2.693	2.693
	No. 6	2.698	2.691	2.691	2.688	2.692	2.691
	No. 7	2.701	2.701	2.699	2.698	2.701	2.700
	No. 8	2.698	2.699	2.697	2.696	2.699	2.697
	No. 9	2.693	2.696	2.692	2.692	2.696	2.695
	No. 10	2.692	2.696	2.695	2.693	2.696	2.695

二元配置の繰返し有の分散分析結果

因子 A:a 水準(測定者) B:b 水準(サンプリング) 繰返し:n 回(2 回)

データ:  $X_{ijk}(i=3, j=10, k=2)$

$S = \sum_i \sum_j \sum_k X_{ijk}^2$		$S =$	435.3787
$CF = (\sum_i \sum_j \sum_k X_{ijk})^2 / abn$		$CF =$	435.3773
$S_T = S - CF$	自由度 $f_T = abn - 1$	$S_T =$	0.0014
$S_A = \sum_i (\sum_j \sum_k X_{ijk})^2 / bn - CF$	自由度 $f_A = a - 1$	$S_A =$	0.0001
$S_B = \sum_j (\sum_i \sum_k X_{ijk})^2 / an - CF$	自由度 $f_B = b - 1$	$S_B =$	0.0011
$S_{AB} = \sum_i \sum_j (\sum_k X_{ijk})^2 / n - CF - S_A - S_B$	自由度 $f_{AB} = (a - 1)(b - 1)$	$S_{AB} =$	0.0001
$Se = S_T - S_A - S_B - S_{AB}$	自由度 $fe = ab(n - 1)$	$Se =$	0.0001

表 3.3.8.2 分散分析表

要因	平方和 Si	自由度	分散 Vi	分散の期待値
測定者 A	0.0001	2	0.00003	$\sigma_e^2 + 20 \sigma_A^2$
サンプリング B	0.0011	9	0.00012	$\sigma_e^2 + 6 \sigma_B^2$
交互作用 A×B	0.0001	18	0.00000	$\sigma_e^2 + 2 \sigma_{A \times B}^2$
誤差 e	0.0001	30	0.00000	$\sigma_e^2$
計 T	0.0014	59		

標準不確かさの計算

$u_A = 0.0012$	$\sigma_A^2 = (V_A - Ve) / 20$
$u_B = 0.0044$	$\sigma_B^2 = (V_B - Ve) / 6$
$ue = 0.0022$	$\sigma_e^2 = Ve$
$uc = 0.0051$	$uc^2 = \sigma_A^2 + \sigma_B^2 + \sigma_e^2$

合成標準不確かさ 0.0051

拡張不確かさ 0.01

表 3.3.9.1 石灰石の絶乾密度試験結果

(単位:g/cm<sup>3</sup>)

石灰石	A						
	測定者A		測定者B		測定者C		
	1回目	2回目	1回目	2回目	1回目	2回目	
B	No. 1	2.704	2.704	2.703	2.702	2.704	2.715
	No. 2	2.708	2.704	2.703	2.703	2.704	2.715
	No. 3	2.709	2.705	2.702	2.704	2.704	2.708
	No. 4	2.707	2.703	2.703	2.699	2.702	2.710
	No. 5	2.709	2.705	2.703	2.703	2.705	2.710
	No. 6	2.708	2.702	2.704	2.702	2.702	2.709
	No. 7	2.707	2.706	2.702	2.701	2.703	2.709
	No. 8	2.708	2.705	2.702	2.698	2.704	2.708
	No. 9	2.709	2.705	2.702	2.704	2.703	2.706
	No. 10	2.707	2.706	2.702	2.703	2.705	2.707

二元配置の繰返し有の分散分析結果

因子 A:a 水準(測定者) B:b 水準(サンプリング) 繰返し:n 回(2 回)

データ: $X_{ijk}(i=3, j=10, k=2)$

$S = \sum_i \sum_j \sum_k X_{ijk}^2$		$S =$	439.0167
$CF = (\sum_i \sum_j \sum_k X_{ijk})^2 / abn$		$CF =$	439.0161
$S_T = S - CF$	自由度 $f_T = abn - 1$	$S_T =$	0.0006
$S_A = \sum_i (\sum_j \sum_k X_{ijk})^2 / bn - CF$	自由度 $f_A = a - 1$	$S_A =$	0.0002
$S_B = \sum_j (\sum_i \sum_k X_{ijk})^2 / an - CF$	自由度 $f_B = b - 1$	$S_B =$	0.0000
$S_{AB} = \sum_i \sum_j (\sum_k X_{ijk})^2 / n - CF - S_A - S_B$	自由度 $f_{AB} = (a - 1)(b - 1)$	$S_{AB} =$	0.0001
$Se = S_T - S_A - S_B - S_{AB}$	自由度 $fe = ab(n - 1)$	$Se =$	0.0003

表 3.3.9.2 分散分析表

要因	平方和 Si	自由度	分散 Vi	分散の期待値
測定者 A	0.0002	2	0.00011	$\sigma_e^2 + 20 \sigma_A^2$
サンプリング B	0.0000	9	0.00000	$\sigma_e^2 + 6 \sigma_B^2$
交互作用 A×B	0.0001	18	0.00000	$\sigma_e^2 + 2 \sigma_{A \times B}^2$
誤差 e	0.0003	30	0.00001	$\sigma_e^2$
計 T	0.0006	59		

標準不確かさの計算

$$u_A = 0.0023$$

$$u_B =$$

$$ue = 0.0033$$

$$uc = 0.0040$$

$$\sigma_A^2 = (V_A - Ve) / 20$$

$$\sigma_B^2 = (V_B - Ve) / 6$$

$$\sigma_e^2 = Ve$$

$$uc^2 = \sigma_A^2 + \sigma_B^2 + \sigma_e^2$$

合成標準不確かさ 0.0040

拡張不確かさ 0.01

表 3.3.10.1 砕石の絶乾密度試験結果

(単位:g/cm<sup>3</sup>)

砕石	A						
	測定者A		測定者B		測定者C		
	1回目	2回目	1回目	2回目	1回目	2回目	
B	No. 1	2.690	2.691	2.683	2.686	2.691	2.687
	No. 2	2.688	2.687	2.688	2.684	2.690	2.682
	No. 3	2.687	2.688	2.680	2.686	2.684	2.689
	No. 4	2.690	2.689	2.688	2.686	2.690	2.687
	No. 5	2.693	2.691	2.691	2.688	2.695	2.691
	No. 6	2.695	2.694	2.690	2.690	2.697	2.696
	No. 7	2.690	2.691	2.688	2.687	2.693	2.687
	No. 8	2.688	2.689	2.685	2.684	2.686	2.685
	No. 9	2.689	2.690	2.686	2.685	2.689	2.688
	No. 10	2.690	2.690	2.688	2.685	2.692	2.687

二元配置の繰返し有の分散分析結果

因子 A:a 水準(測定者) B:b 水準(サンプリング) 繰返し:n 回(2回)

データ:  $X_{ijk}(i=3, j=10, k=2)$

$S = \sum_i \sum_j \sum_k X_{ijk}^2$		$S =$	433.7041
$CF = (\sum_i \sum_j \sum_k X_{ijk})^2 / abn$		$CF =$	433.7034
$S_T = S - CF$	自由度 $f_T = abn - 1$	$S_T =$	0.0007
$S_A = \sum_i (\sum_j \sum_k X_{ijk})^2 / bn - CF$	自由度 $f_A = a - 1$	$S_A =$	0.0001
$S_B = \sum_j (\sum_i \sum_k X_{ijk})^2 / an - CF$	自由度 $f_B = b - 1$	$S_B =$	0.0003
$S_{AB} = \sum_i \sum_j (\sum_k X_{ijk})^2 / n - CF - S_A - S_B$	自由度 $f_{AB} = (a - 1)(b - 1)$	$S_{AB} =$	0.0000
$Se = S_T - S_A - S_B - S_{AB}$	自由度 $f_e = ab(n - 1)$	$Se =$	0.0001

表 3.3.10.2 分散分析表

要因	平方和 Si	自由度	分散 Vi	分散の期待値
測定者 A	0.0001	2	0.00007	$\sigma_e^2 + 20 \sigma_A^2$
サンプリング B	0.0003	9	0.00004	$\sigma_e^2 + 6 \sigma_B^2$
交互作用 A×B	0.0000	18	0.00000	$\sigma_e^2 + 2 \sigma_{A \times B}^2$
誤差 e	0.0001	30	0.00000	$\sigma_e^2$
計 T	0.0007	59		

標準不確かさの計算

$$u_A = 0.0018$$

$$u_B = 0.0023$$

$$u_e = 0.0022$$

$$uc = 0.0037$$

$$\sigma_A^2 = (V_A - Ve) / 20$$

$$\sigma_B^2 = (V_B - Ve) / 6$$

$$\sigma_e^2 = Ve$$

$$uc^2 = \sigma_A^2 + \sigma_B^2 + \sigma_e^2$$

合成標準不確かさ 0.0037

拡張不確かさ 0.01

### 3.4 JIS A 1325「建築材料の線膨張率測定方法」

#### (1) 試験の概要

##### 1) 試験手順

- ・ 試料

- ① 形状は長さ方向の両端を平行かつ平滑に仕上げた角柱又は円柱とする。その長さは約 100 mm，一辺又は直径は 20～50 mm 程度とする。
- ② 個数は 3 個とする。
- ③ 測定前の養生は  $20 \pm 5^{\circ}\text{C}$ ， $50 \pm 10\% \text{RH}$  又は材料の実際の使用状態を考慮した条件の恒温恒湿室内に 24 時間以上静置する。

- ・ 試験装置

試験装置は変位計，温度計，試料ホルダー及び温度調節槽から構成され，その概要を図 3.4.1 に示す。

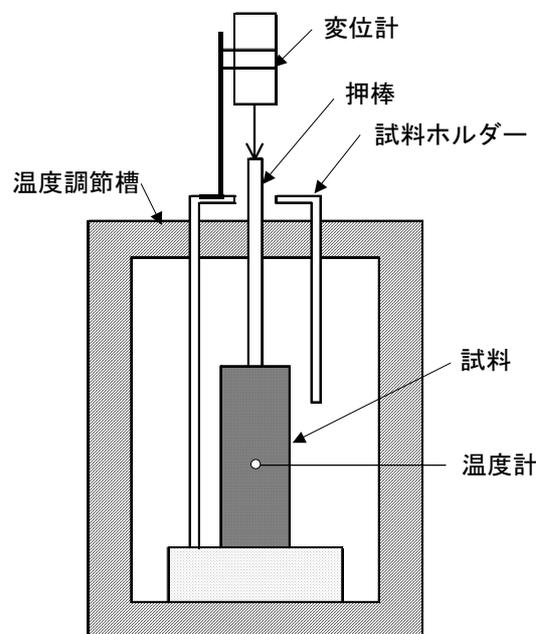


図 3.4.1 線膨張率測定装置概要

- ・ 試験手順

- ① 試料の長さを測定する。
- ② 試料中心部に熱電対を埋め込む。埋め込めない場合は試料表面に接着する。
- ③ 温度調節槽内に置いた試料ホルダーの中央に試料を鉛直に静置する。
- ④ 押棒と変位計を試料上面に垂直に取り付ける。
- ⑤ 温度調節槽を試料の表面と内部とに温度差が生じさせない加熱速度で昇温させる。原則として約  $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$  とする（熱容量の大きい材料では約  $0.5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ）。
- ⑥ 試料の温度と長さ変化量を測定し，試料ホルダーおよび押棒の熱膨張の影響を補正する。

##### 2) 用語の定義

- ・ 長さ変化率：材料の温度を変化させたとき、その温度範囲での材料の長さ変化量と初期の長さとの比。
- ・ 線膨張率：材料の温度変化と長さ変化との関係が直線で表されるとき、その範囲の長さ変化率を温度変化で除した値又は直線の勾配を初期の長さで除した値。
- ・ 平均線膨張率：材料の温度変化と長さ変化の関係が直線で表せない場合の、ある温度間における長さ変化率をその温度差で除した値。

## (2) JIS の要求精度から見積もられる不確かさの評価

### 1) JIS で要求されている測定精度及び結果の表示

- ・ 初期の試料の長さ：0.5mm
- ・ 試料の長さ変化量：5 μ m (0.005mm)
- ・ 温度：±0.5%
- ・ 線膨張率又は平均線膨張率の結果の表示：有効数字2けた

### 2) 数式モデル

$$\alpha = \frac{\Delta L}{L_0 \cdot \Delta \theta}$$

ここに、 $\alpha$ ：線膨張率又は平均線膨張率 ( $K^{-1}$ )

$\Delta L$ ： $\Delta \theta$ における試料の長さ変化量 (mm)

$L_0$ ：初期の試料の長さ (mm)

$\Delta \theta$ ：温度変化量 (K)

### 3) 特性要因図

線膨張率試験における測定の不確かさの要因を図 3.4.2 に示す。ただし、長さ変化量及び温度測定では自動計測により測定者の違いによるばらつきは発生しない。測定者の違いによるばらつきが最も大きく現れると考えられるのは試験体の設置作業である。

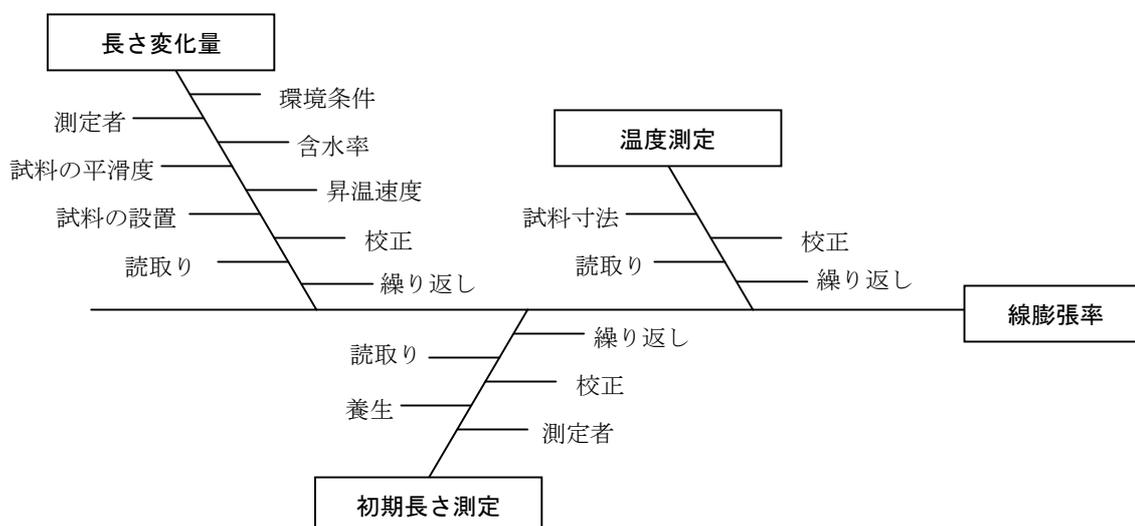


図 3.4.2 線膨張率測定の不確かさの特性要因図

#### 4) 不確かさの見積もり

線膨張率の相対合成不確かさは次式で表される。

$$\frac{u(\alpha)}{\alpha} = \sqrt{\left(\frac{u(L_0)}{L_0}\right)^2 + \left(\frac{u(\Delta L)}{\Delta L}\right)^2 + \left(\frac{u(\Delta\theta)}{\Delta\theta}\right)^2}$$

線膨張率試験での各成分の測定範囲を下記に示す。

- ・ 初期の試料の長さ ( $L_0$ ) = 100 mm

- ・ 試料の長さ変化量 ( $\Delta L$ ) = 0.040~0.080 mm

ここに、代表的な建築材料の線膨張率 ( $\alpha$ ) の範囲 =  $10 \sim 20 \times 10^{-6}$

初期の試料の長さ ( $L_0$ ) = 100mm

温度変化量 ( $\Delta \theta$ ) = 40K

- ・ 温度変化量 ( $\Delta \theta$ ) = 40K。JIS 規格の中では温度変化量に対する規定はなく、一般的な建築材料では常温から 70~80℃までの間での温度変化量で測定されることが多いため、今回の不確かさ算出には温度変化量 ( $\Delta \theta$ ) = 40K を用いた。

試験条件から推定される相対不確かさを表 3.4.1 に示す。

表 3.4.1 JIS で要求される測定精度と不確かさの推定

成分	測定精度 (%)	分布形	相対不確かさ (%)
初期の試料の長さ ( $L_0$ )	0.5	一様	$u_{L_0}/L_0 = 0.289$
試料の長さ変化量 ( $\Delta L$ )	6.25~12.5	一様	$u_{\Delta L}/\Delta L = 3.61 \sim 7.22$
温度変化量 ( $\Delta \theta$ )	0.5	一様	$u_{\Delta \theta}/\Delta \theta = 0.289$

したがって、JIS の要求精度から見積もられる相対合成不確かさは、

$$\frac{u(\alpha)}{\alpha} = \sqrt{0.289^2 + (3.61 \sim 7.22)^2 + 0.289^2} = 3.64 \sim 7.23\% \text{ である。}$$

以上は、各成分の測定が独立とした場合であるが、試料の長さ変化量と温度の変化量は正の相関をもつ。この場合、2つの成分の相関係数は線膨張係数の倍数であることから、測定量の実験標準偏差で測定の不確かさを評価することが望ましい。

#### 5) 測定結果の表示の整合性

JIS では結果を「有効数字 2 けたで示す」と表記されているが、これは相対拡張不確かさが ±5% であることを意味しており、これを包含係数  $k=2$  で除して相対合成不確かさにすると ±2.5% となる。この数値は上記の JIS の要求精度から見積もられた相対合成不確かさ (3.64~7.23%) より小さく、測定の条件と結果の表記の整合が取れているとはいえない。なお、表 3.4.1 の JIS で要求される測定精度での不確かさの見積もりでも明らかなように、不確かさに影響する成分は試料の長さ変化量 ( $\Delta L$ ) が支配的になっている。

以上のことから、不確かさを小さくするためには、試料の長さ変化量の測定精度を上げることが最も効果的である。当試験所の測定装置の場合は次の測定精度で測定が可能であり、それから見積もられる相対不確かさを評価すると表 3.4.2 になる。

- ・ 初期の試料の長さ：±0.1mm；ノギスにより 0.1 mm まで測定可能

- ・ 試料の長さ変化量：±1 μm (0.001mm)；高精度変位計により測定可能
- ・ 温度測定：±0.5%

表 3.4.2 当所の測定装置での不確かさの見積もり

成分	測定精度 (%)	分布形	相対不確かさ (%)
初期の試料の長さ ( $L_0$ )	0.1	一様	$u_{L_0}/L_0=0.0577$
試料の長さ変化量 ( $\Delta L$ )	1.25~2.50	一様	$u_{\Delta L}/\Delta L=0.722\sim 1.44$
温度変化量 ( $\Delta \theta$ )	0.5	一様	$u_{\Delta \theta}/\Delta \theta =0.289$

したがって、現状の測定装置で対応可能な測定精度から見積もられる相対合成不確かさは、

$$\frac{u(\alpha)}{\alpha} = \sqrt{0.0577^2 + (0.722 \sim 1.44)^2 + 0.289^2} = 0.780 \sim 1.47\%$$

となり、JISの結果の算出における相対合成不確かさ(±2.5%)以内に収まる。

### (3) 実験概要

不確かさに最も寄与すると思われる試料の長さ変化量の測定及び試料の設置作業を含めた繰り返し測定の際のばらつきを検証実験により評価した。ここでは、材質が均質であると考えられる1本のアルミニウムを15回繰り返し測定した場合と、試料間のばらつき(寸法、均質性、平滑度)の影響も含めた15体のモルタルについて測定した。なお、試料の温度変化量は約40K(約20~60℃)とした。

表 3.4.3 実験用試料

試料	形状寸法 (mm)	線膨張率 ( $\times 10^{-6}K^{-1}$ )
アルミニウム	$\phi 15 \times L100$	約 23
モルタル	$\phi 50 \times L100$	約 13

### (4) 実験結果

アルミニウム及びモルタルにおける15回の繰り返し測定結果を表3.4.5及び表3.4.6に示し、それぞれの測定データをまとめて表3.4.4に示す。

表 3.4.4 繰り返し測定による不確かさの算出結果

試料	線膨張率 ( $\times 10^{-6}K^{-1}$ )	実験標準偏差 ( $\times 10^{-6}K^{-1}$ )	相対標準不確かさ (%)
アルミニウム	22.98	0.396	1.72
モルタル	12.79	0.496	3.88

### (5) まとめ

JIS A 1325「建築材料の線膨張率測定方法」において、JISの要求精度から見積もられる測定の不確かさは、ISO/IEC17025 5.4.6.2, Note2の要件に適合していないと言える。ただし、より高い精度をもつ当該試験所の測定装置で検証実験を行った場合、アルミニウムについては有効数字の桁数より小さい不確かさが推定されたが、モルタルについては結果の有効数字より大きい不確かさが観察された。そ

れらは測定精度から推定される不確かさの 2~2.5 倍の値を示していることから、偶然効果や材料のばらつきを含んでいると思われる。

表 3.4.5 アルミニウムの繰り返し測定結果（同一サンプルによる）

回数	初期長さ $L_0$ (mm)	初期温度 $\theta_1$ (°C)	上昇温度 $\theta_2$ (°C)	温度変化 $\Delta \theta$ (°C)	長さ変化 $\Delta L$ (mm)	平均線膨張率 $\alpha$ ( $\times 10^{-6} \text{K}^{-1}$ )
1	100.0	20.4	60.2	39.8	0.0895	22.49
2		20.3	60.3	40.0	0.0905	22.63
3		20.2	60.4	40.2	0.0915	22.76
4		20.2	60.1	39.9	0.0920	23.06
5		20.1	60.5	40.4	0.0900	22.28
6		20.5	60.2	39.7	0.0900	22.67
7		20.3	60.4	40.1	0.0940	23.44
8		20.1	60.1	40.0	0.0910	22.75
9		20.3	60.1	39.8	0.0930	23.37
10		20.3	60.4	40.1	0.0925	23.07
11		19.8	60.3	40.5	0.0925	22.84
12		20.3	60.3	40.0	0.0930	23.25
13		20.1	60.3	40.2	0.0930	23.13
14		20.2	60.3	40.1	0.0930	23.19
15		20.2	60.4	40.2	0.0955	23.76
平均	—	—	—	—	—	22.98
標準偏差	—	—	—	—	—	0.396

表 3.4.6 モルタルの繰り返し測定結果（異なるサンプルによる）

回数	初期長さ $L_0$ (mm)	初期温度 $\theta_1$ (°C)	上昇温度 $\theta_2$ (°C)	温度変化 $\Delta \theta$ (°C)	長さ変化 $\Delta L$ (mm)	平均線膨張率 $\alpha$ ( $\times 10^{-6} \text{K}^{-1}$ )
1	101.3	20.1	60.5	40.4	0.0515	12.58
2	96.9	20.0	60.1	40.1	0.0525	13.51
3	100.4	20.0	60.2	40.2	0.0535	13.26
4	99.2	20.3	60.4	40.1	0.0555	13.95
5	99.0	20.0	60.1	40.1	0.0550	13.85
6	99.7	20.0	60.4	40.4	0.0535	13.28
7	98.0	20.4	60.6	40.2	0.0530	13.45
8	98.5	20.3	60.8	40.5	0.0545	13.66
9	100.7	20.3	60.6	40.3	0.0505	12.44
10	97.9	20.1	60.3	40.2	0.0510	12.96
11	101.2	20.4	60.1	39.7	0.0530	13.19
12	101.5	20.2	60.1	39.9	0.0515	12.72
13	101.2	20.0	60.2	40.2	0.0505	12.41
14	94.7	20.3	60.2	39.9	0.0480	12.70
15	97.1	20.2	60.2	40.0	0.0510	13.13
平均	—	—	—	—	—	12.79
標準偏差	—	—	—	—	—	0.496

### 3.5 JIS K 7113「プラスチックの引張試験方法」

#### (1) 試験の概要

JIS K 7113 では、試験片の形状寸法として、1号形～4号形までの4種類が定められている。これらの試験片を用い、定められた方法で寸法測定を行った後、引張試験を実施する。試験で求めた最大荷重や降伏時荷重を、測定した寸法より算出した断面積で除して、引張強さや引張降伏強さ等の応力を求める。また、試験片の中央平行部に設けた標線間距離を測定し、降伏時や破壊時の伸び量を求めることとなっている(写真 3.5.1)。

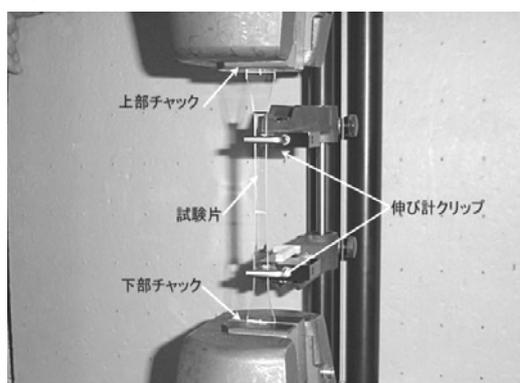


写真 3.5.1 引張試験状況

応力及び伸びの算出式を以下に示す。

$$\sigma_m = \frac{F}{A_m}$$

$$E_b = \frac{\Delta L}{L_0} \times 100$$

ここで、

$\sigma_m$  : 引張強さ(MPa)

$E_b$  : 破断伸び(%)

$F$  : 荷重(N)

$A_m$  : 試験前の最小断面積(mm<sup>2</sup>)

$L_0$  : 試験前の標線間距離(mm)

$\Delta L$  : 破断時の伸び量(mm)

#### (2) 特性要因

試験規格において要求される事項とその内容を表 3.5.1 に示す。

表 3.5.1 規格要求事項とその内容

要求事項	要求内容
試験片の状態調節、試験温度及び湿度	試験片は、原則として温度 $23 \pm 2^\circ\text{C}$ 、相対湿度 $50 \pm 5\%$ において、 <u>48時間以上状態調節する</u> 。また試験は、原則として温度 $23 \pm 2^\circ\text{C}$ 、相対湿度 $50 \pm 5\%$ の室内で行う。
試験機	<b>荷重指示計</b> ：試験中のすべての荷重を、時間経過に従って記録できるものとし、設定した試験速度において <u>荷重値の <math>\pm 1\%</math> またはそれ以上の精度</u> で指示できること。 <b>伸び計</b> ：試験中の標線間距離の変化のすべてを、時間経過に従って記録できるものとし、設定した試験速度において <u>伸びを <math>\pm 1\%</math> またはそれ以上の精度</u> で指示できること。
寸法測定器	マイクロメータ（幅及び厚さ測定）：JIS B 7052 に規定する <u>外側マイクロメータ 1 級</u> 、またはこれと同等以上。
載荷速度	1mm/min～500mm/min の範囲で設定された 9 条件の中から選択する（誤差は速度に応じて $\pm 10 \sim 50\%$ ）。

要求事項	要求内容
寸法測定	幅及び厚さを標線間中央部 1 箇所と、それぞれの標線から 5mm 内側の 1 箇所で、 <u>0.01mm</u> まで測定し、 <u>平均断面積</u> または <u>最小断面積</u> を算出する。
つかみ具への試験片の取り付け	二つのつかみ具が試験機に取り付けてある点を結ぶ仮想線に、試験片の長軸が一線になるように取り付ける。
結果の報告	引張応力：有効数字 3 けた、 伸び：有効数字 2 けた

### (3) 実験概要

JIS K 7113 で定める 1 号形試験片（材質：ポリカーボネート、写真 3.5.2 参照）を用いて、以下の①～④の実験を行った。



写真 3.5.2 実験に用いた試験片

#### ①断面積測定

1 体の試験片について、3 人の測定者が繰り返して 10 回の寸法測定（幅及び厚さ）を行い、最小断面積を算出した。なお、測定条件は次のとおりとした。

- ・測定器：最小表示量 0.01mm のマイクロメータ
- ・測定位置：試験片中央部と標線より約 5mm 内側の合計 3 箇所

#### ②荷重および伸び量の読み

10 体の試験片で得られた荷重－伸び量曲線（図 3.5.1 参照）から、3 人の測定者が破断時の荷重および伸び量を測定し、応力および伸びを算出した。なお、測定には最小表示量 0.01mm のノギスを用いた。

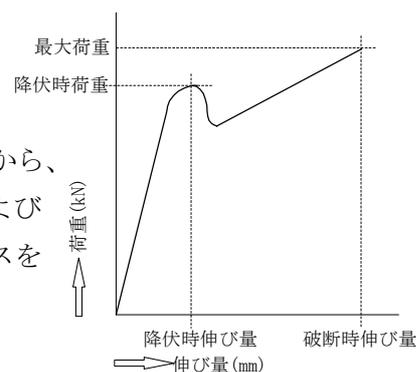


図 3.5.1 荷重－伸び量曲線(例)

#### ③つかみ具への試験片の取り付け

試験機の加力軸に対して、試験片の長軸をずらして引張試験を行った。なお、試験機の加力軸と試験片長軸とのずれ量は次のとおりとした（図 3.5.2 参照）。

- a. 軸を一致させた場合（ずれ量なし）
- b. 軸を約 1° ずらした場合
- c. 軸を約 2° ずらした場合

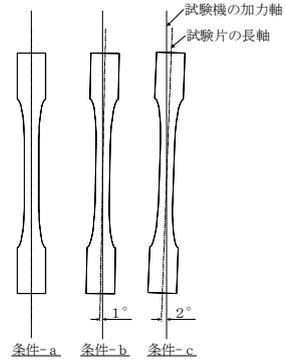


図 3.5.2 試験片の取り付け角度

#### ④ 載荷速度

基準の載荷速度を 50mm/min とした場合について、載荷速度の許容範囲を上回る条件で試験を行った。なお、設定した載荷速度は次のとおりとした。

- a. 基準（50mm/min）
- b. 基準に対して-20%（40mm/min）
- c. 基準に対して+20%（60mm/min）

#### (4) 実験結果

##### 1) 寸法測定

1 体の試験体について寸法の繰返し測定を行った結果を表 3.5.2 と表 3.5.3 に示す。これらの結果は検出限界による差が現れているのみで、測定者による有意な差は見られない。

表 3.5.2 試験体の幅の測定結果（単位；mm）

No.	測定者 A			測定者 B			測定者 C		
	w1	w2	w3	w1	w2	w3	w1	w2	w3
1	9.98	9.97	9.98	9.97	9.97	9.98	9.97	9.97	9.97
2	9.97	9.97	9.98	9.97	9.97	9.98	9.97	9.97	9.97
3	9.97	9.97	9.98	9.97	9.97	9.98	9.97	9.97	9.97
4	9.97	9.97	9.98	9.97	9.97	9.98	9.97	9.97	9.97
5	9.97	9.97	9.97	9.97	9.97	9.98	9.97	9.97	9.97
6	9.97	9.97	9.98	9.97	9.97	9.98	9.97	9.97	9.98
7	9.97	9.97	9.98	9.97	9.97	9.98	9.97	9.97	9.97
8	9.97	9.97	9.97	9.97	9.97	9.98	9.97	9.97	9.97
9	9.97	9.97	9.98	9.97	9.97	9.98	9.97	9.97	9.97
10	9.97	9.97	9.97	9.97	9.97	9.98	9.97	9.97	9.97
平均	9.971	9.97	9.977	9.97	9.97	9.98	9.97	9.97	9.971

表 3.5.3 試験体の厚さの測定結果（単位；mm）

No.	測定者 A			測定者 B			測定者 C		
	t1	t2	t3	t1	t2	t3	t1	t2	t3
1	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.01	2.00	2.00
2	2.01	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00
3	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00
4	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00
5	2.00	2.00	2.00	2.01	2.00	2.00	2.01	2.00	2.00
6	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00
7	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.01	2.00	2.00

8	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00
9	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00
10	2.00	2.01	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00
平均	2.001	2.001	2.00	2.001	2.00	2.00	2.003	2.00	2.00

## 2) 荷重および伸び量の読み

応力を求めるのは、いわゆる破壊試験であるので、試験体のばらつきを含む。読み取った荷重から求めた応力の算出結果を表 3.5.4 に示す。降伏時および破断時の応力の F 値(分散比)はそれぞれ 0.0148, 0.000387 で、有意水準 5% で F 境界値 3.354 より小さく、いずれも人による差は認められない。実験標準偏差は降伏時の応力よりも破断時の応力の方が大きい。

表 3.5.4 応力算出結果(単位 ; MPa)

No.	測定者 A		測定者 B		測定者 C	
	降伏時	破断時	降伏時	破断時	降伏時	破断時
1	65.13	87.17	65.13	87.07	65.13	87.17
2	65.30	82.25	65.40	82.25	65.30	82.25
3	65.48	84.61	65.38	84.61	65.38	84.61
4	65.55	82.67	65.45	82.67	65.55	82.67
5	65.23	82.26	65.23	82.26	65.33	82.26
6	64.98	78.71	65.08	78.71	64.98	78.71
7	65.23	79.56	65.23	79.46	65.13	79.66
8	65.39	74.87	65.39	74.87	65.39	74.97
9	65.30	82.95	65.30	83.05	65.30	83.05
10	65.40	81.04	65.30	81.04	65.40	81.04
最大値	65.55	87.17	65.45	87.07	65.55	87.17
最小値	64.98	74.87	65.08	74.87	64.98	74.97
平均値	65.30	81.61	65.29	81.60	65.29	81.64
標準偏差	0.17	3.37	0.12	3.36	0.16	3.34

試験員の技能の差が結果に有意には現れなかったので、すべての試験結果を区別せずにまとめると、表 3.5.5 になる。降伏応力の変動係数は 0.225%，破断応力の変動係数は 3.97% であった。ここで、変動係数は測定量の総相対標準不確かさを表す。包含係数を  $k=2$  とすると、相対拡張不確かさは降伏応力については  $U=0.45%$ ，破断応力については  $U=7.94%$  である。今、測定値が平均値に等しいとすると、結果は有効数字 3 桁で表示し、拡張不確かさを結果の桁に合わせて示すと、

$$\sigma_m (\text{降伏}) = 65.3 \text{ Mpa} \pm 0.3 \text{ Mpa}, k=2 \quad , \quad \text{または} \quad \sigma_m (\text{降伏}) = 65.3 \text{ Mpa} \pm 0.45\%, k=2$$

$$\sigma_m (\text{破断}) = 81.6 \text{ Mpa} \pm 6.5 \text{ Mpa}, k=2 \quad , \quad \text{または} \quad \sigma_m (\text{破断}) = 81.6 \text{ Mpa} \pm 7.9\%, k=2$$

となり、有効数字の最小桁より大きい測定の不確かさをもつことが分かる。

表 3.5.5 応力算出結果 ( $n=30$ )

	降伏時	破断時
平均値	65.29 Mpa	81.62 Mpa
標準偏差	0.147 Mpa	3.24 Mpa
変動係数	0.225 %	3.97 %

読み取った伸び量から求めた伸びの算出結果を表 3.5.6 に示す。この測定は記録紙に記録された荷

重一伸び量曲線から、3人の試験員がそれぞれ試験体ごとに異なる結果を読み取ったものである。破断時の伸びのばらつきは降伏時の伸びのばらつきより大きいことが分かる。降伏時および破断時の伸びのF値（分散比）はそれぞれ2.386、0.00496で、有意水準5%でF境界値3.354より小さく、いずれも人による差は認められない。

表 3.5.6 伸びの算出結果（単位；%）

No.	測定者A		測定者B		測定者C	
	降伏時	破断時	降伏時	破断時	降伏時	破断時
1	6.83	139.32	6.67	138.87	7.05	139.57
2	6.68	131.61	6.16	131.65	6.74	131.83
3	6.53	137.07	6.42	136.66	6.55	136.92
4	6.33	134.78	6.42	134.63	6.70	134.92
5	6.02	133.44	5.93	132.82	6.35	133.39
6	6.27	126.59	6.75	126.43	6.39	126.45
7	6.09	127.53	6.31	127.72	6.42	127.45
8	6.31	120.22	6.22	119.64	6.51	120.17
9	6.38	132.84	6.18	132.51	6.49	132.93
10	6.23	128.95	6.05	129.30	6.24	128.80
最大値	6.83	139.32	6.75	138.87	7.05	139.57
最小値	6.02	120.22	5.93	119.64	6.24	120.17
平均値	6.36	131.23	6.31	131.02	6.54	131.24
標準偏差	0.25	5.59	0.26	5.55	0.23	5.67

試験員の技能の差が結果に有意には現れなかったため、すべての試験結果を区別せずにまとめると、表 3.5.7 になる。伸びの測定結果を有効数字2桁で表し、包含係数を  $k=2$  として示すと、

$$E_b(\text{降伏}) = 6.5 \% \pm 0.5 \%, k=2$$

$$E_b(\text{破断}) = 130 \% \pm 10 \%, k=2$$

となり、有効数字の最小桁より大きい測定の不確かさをもつことが分かる。

表 3.5.7 伸びの算出結果（ $n=30$ ）

	降伏時	破断時
平均値	6.46 %	131.17 %
標準偏差	0.260 %	5.406 %
変動係数	0.0406 %%	0.0412 %%

#### 4) つかみ具への試験片の取り付けの影響

試験片のセットは、JIS では試験片の軸が一直線上にあることとしている。ここでは、試験片が傾いて試験機にセットされたときの影響を調べるために軸の傾き角度として  $1^\circ$  および  $2^\circ$  の変化を与えた。その結果を表 3.5.8 に示す。その結果をもとに F 検定を行うと、引張強さおよび伸びの F 値（分散比）はそれぞれ 0.183、0.206 で、有意水準 5% で F 境界値 3.354 より小さく、いずれも試験片の取り付け角度の影響は見られない。したがって、ダンベル型の試験片は加力軸のずれにあまり影響されないという結論が導かれる。なお、傾き角度  $1^\circ$  は目視でも試験片が軸に対して傾いているのがはっきり分かり、訓練された試験員は傾き角度  $\pm 0.5^\circ$  以下に試験片をセットすると期待できる。

表 3.5.8 つかみ具への試験片の取り付けの影響

No.	0°		1°		2°	
	$\sigma$ (MPa)	E b (%)	$\sigma$ (MPa)	E b (%)	$\sigma$ (MPa)	E b (%)
1	87.07	139.36	83.97	133.80	80.08	127.34
2	82.25	131.71	80.28	126.83	78.74	125.94
3	84.61	136.74	77.92	122.34	84.37	133.97
4	82.67	134.92	83.37	132.72	86.80	137.39
5	82.26	133.26	72.23	138.44	76.81	122.03
6	78.61	126.25	80.48	128.98	76.72	122.84
7	79.51	127.20	76.24	121.21	82.48	133.10
8	74.92	119.73	85.62	136.10	76.54	121.90
9	82.95	132.52	81.37	130.72	84.71	133.57
10	80.99	128.58	84.20	133.95	85.18	135.82
MAX	87.07	139.36	85.62	138.44	86.80	137.39
MIN	74.92	119.73	72.23	121.21	76.54	121.90
AVE	81.59	131.03	80.57	130.51	81.24	129.39
STD	3.35	5.74	4.14	5.68	3.94	6.03

5) 載荷速度の影響

載荷速度の影響は通常行っている載荷速度の±20%の変化を与えて調べた。その実験結果を表 3.5.9 に示す。その結果をもとに F 検定を行うと、引張強さおよび伸びの F 値 (分散比) はそれぞれ 0.388, 2.139 で、有意水準 5% で F 境界値 3.354 より小さく、いずれにも載荷速度の影響は見られないという結論が確認できた。

表 3.5.9 載荷速度による影響

No.	50mm/min(0%)		40mm/min(-20%)		60mm/min(+20%)	
	$\sigma$ (MPa)	E b (%)	$\sigma$ (MPa)	E b (%)	$\sigma$ (MPa)	E b (%)
1	87.07	139.36	81.15	131.45	80.39	131.84
2	82.25	131.71	78.00	125.80	79.35	129.89
3	84.61	136.74	85.71	139.90	76.92	125.66
4	82.67	134.92	77.05	121.92	73.34	119.85
5	82.26	133.26	84.70	139.88	76.63	124.94
6	78.61	126.25	83.08	135.17	79.48	130.70
7	79.51	127.20	77.67	125.44	76.43	123.99
8	74.92	119.73	84.40	135.12	82.11	133.51
9	82.95	132.52	78.05	126.71	78.94	132.18
10	80.99	128.58	72.60	116.32	80.46	133.21
MAX	87.07	139.36	85.71	139.90	82.11	133.51
MIN	74.92	119.73	72.60	116.32	73.34	119.85
AVE	81.58	131.03	80.24	129.77	78.41	128.58
STD	3.35	5.73	4.23	7.83	2.56	4.65

(5)まとめ

JIS K 7113 「プラスチックの引張試験方法」に基づく測定の不確かさを実験により求め、Note2 適用の可否を検討した。引張応力と伸びの測定で、推定される拡張不確かさは有効数字の最小桁よりも大きく、Note2 の適用ができないという結論を得た。

### 3.6 第3章のまとめ

#### 3.6.1 ひとつの試験所で行う不確かさ評価の限界

試験条件の制限が結果のばらつきに与える影響の大きさを確認するために実験を行った。一般に、公的試験方法は不特定の試験所で試験が行われることが前提としてある。その場合、要員、設備、試験環境などがそれぞれで異なり、試験所間で結果にばらつきが生じる。一方、ひとつの試験所内で繰り返し測定を行っても結果にばらつきが生じる。これらのばらつきの評価は次の3種類に分類される<sup>13)</sup>。

- **再現性 (Reproducibility)** ; 異なる測定条件 (異なる試験所, 同一サンプル, 同一方法, 異なる装置, 異なる材料, 異なるスタッフ, 異なる時刻) 下でなされた同一測定量の測定結果間の一致の程度で, 例えば, 試験所間比較結果から得られる。
- **繰返し性 (Repeatability)** ; 同一測定条件 (同一試験所, 同一サンプル, 同一方法, 同一計器, 同一材料, 同一スタッフ, 同一時刻など) 下で行われた同一測定量のうまくいった測定結果間の一致の程度。例えば, 同一バッチ内の二回反復から得られる。
- **中間精度 (Intermediate Precision)** ; 異なる条件下であるが, ひとつの試験所内でなされた同一測定量の測定結果間の一致の程度で, 例えば, 品質管理用のサンプルや時間経過によるマトリックス標準物質の繰り返し解析から得られる。(同一試験所, 同一サンプル, 同一方法, 異なる装置, 異なる材料, 異なるスタッフ, 異なる時刻)

このうち, ひとつの試験所で評価できるのは繰返し性と中間精度であるので, ある試験方法がもつ測定の不確かさを評価するには不十分である。例えば, ある試験条件に精度 1% の力試験機を用いることが記載されていて, それによる効果を実験的に確認しようとしても, ひとつの試験所で用いることのできる力試験機はひとつに限定されることが多いので, 力試験機の違いによる結果のばらつきは現れない。仮に, ある試験機が許容される範囲内の最大 (又は最小) のかたよりをもつとしても, 繰返しデータの中にはかたよりによる効果は現れない。結果的には, ひとつの試験所で評価される測定の不確かさは試験方法が許容する測定の不確かさより小さいことになる。したがって, 試験方法がもつ測定の不確かさをひとつの試験所内で十分に検証するのは困難である。

#### 3.6.2 破壊試験における不確かさ評価

破壊試験における不確かさ評価は繰返し測定が行えないので, GUM に基づく評価と均質な試験体を用いたばらつき評価の2つの方法がある。GUM に基づく評価は, 成分ごとの標準不確かさを不確かさの伝播則を用いて合成して得られる合成不確かさ (combined uncertainty) として得る。これに対して, 後者は成分ごとの推定値の合成ではなく, 全体としての不確かさを総不確かさ (overall uncertainty) として実験から得る。両者の評価方法は GUM の方法をボトムアップ方式, 総不確かさを得る方法をトップダウン方式と呼ぶことがある。

破壊試験における総不確かさの評価では, できる限り均質なサンプルを選択したとしても個材のばらつきは残るので, 一般に総不確かさは合成不確かさより大きい。また不確かさ成分間に相関がある場合, 合成不確かさでは共分散を用いて評価しなければならないが, 総不確かさでは既にその中に相関効果は考慮されているとみなすことができる。どちらの方式を採用するかについては明確な基準がなく, 委員会でも考えの統一ができなかった。総不確かさにサンプルのばらつきの効果が含まれることについては, 実際の製品ではそれ以上にばらつきが大きいと想定されるので, できる限り均質な

サンプルで得られた総不確かさをその試験方法における測定の不確かさとして良いという前提がある。なお、諸外国では、建築材料分野における測定の不確かさ評価には GUM を採用している例が多い。

### 3.6.3 調査研究 WG の成果

建築材料分野における 4 つの試験方法について測定の不確かさを評価し、Note2 の適用の可否を調査した。3.6.1 で述べたように、ひとつの試験所で試験方法の条件および結果の表現の妥当性を検討するには限界があり、また 3.6.2 で述べたように、破壊試験における測定の不確かさ評価の扱いについても充分明確にされたとはいえない。しかし、当 WG の調査結果からも Note2 の適用の可否はある程度判断できたと思われる。

個々の JIS 原案作成委員会では、試験方法を決定するときに種々の実験データを基に方法の妥当性を検討しているはずであるので、それらのデータを活用することにより、比較的容易に Note2 適用の可否を破断することができると思われる。その際、当 WG の検討方法が参考になるであろう。

## 第4章 ISO/IEC 17025, 5.4.6.2, Note2 の適用条件

### 4.1 Note2 の適用の前提

第2章で述べたように、Note2 は、原則としてケース・バイ・ケースだが、条件が満たされれば適用が可能である。広く認められている JIS の試験方法においては、その条件は不確かさの主要な要因の値に制限を設けていること、および結果の表現が有効数字で表されていることである。しかし、単純に試験方法に測定条件と有効数字が記載されていれば、Note2 の適用が許されるわけではない。化学試験分野や微生物試験分野では Note2 の適用は認められないことが多い。これは試験員の技能レベルが試験結果に影響し、それは試験方法に記述できないことによると思われる。物理試験分野では比較的多くの試験方法に Note2 の適用を認めている場合があるが、化学試験や微生物試験と同様に、試験員の技能レベルが強く影響する試験方法では Note2 の適用には慎重であるべきであろう。

近年の計測技術の進歩に伴って、多くの物理試験では、試験員の技能レベルによって結果が影響されない状況が整いつつある。アナログ表示器の読みによる誤差はデジタル表示器の量子化誤差に代わり、試験員が値を読み取る能力は結果にほとんど影響しない。またコンピュータの導入によって、試験員の技能レベルによる結果のばらつきはさらに小さくなっている。例えばボタンを押すだけの計測では試験員の技能レベルの差は結果に現れないであろう。試験員によって結果が左右されるのは、試験方法としては好ましくないのである。しかし、計測技術が進歩しても試験員の技能レベルが結果にまったく影響しないわけではない。試験体の前処理や試験機へのセットによって異なる結果が得られる場合があることに注意しなければならない。つまり試験結果が試験員の技能レベルに影響されないためには、測定手順が明確であり、十分なトレーニングを積んだ試験員によって試験がなされることが前提にあることは言うまでもない。例えば、円柱の直径を測定するためのノギスをデジタル表示付きノギスに代えても、円柱の軸に直角にノギスを当てなければ正確な値は得られず、試験員の技能レベルが結果に影響する。試験員の技能レベルが何に影響するか注目して、技能レベルの影響を判断する必要がある。

多くの試験方法では決定される際に方法の妥当性が検討されているはずであるから、Note2 の適用の可否を判断するには、妥当性確認に用いられたデータを再確認すればよい。それは個々の JIS 原案作成委員会が行うことが適切であろう。ASTM 試験法では、試験方法の中に Precision と Bias についての記述があり、JIS もこれに倣ってこれらのデータを整備することもひとつの良い方法である。ただし、それらのデータの蓄積には多くの時間と労力を要するであろう。

委員会では、JIS 試験方法は十分な検討がなされて作られているという考えと検討が不十分であるという考えの両方があり、意見の統一を見なかった。分野によってそれぞれ異なる事情があり、いずれも正しいのであろう。しかし、両者が混在しているのなら、試験の信頼性を確保するために識別が必要である。JIS の本文または解説に測定の不確かさを示し、有効数字が有意であることを記述するのが望ましい。

試験は製品の性能を特定するために行われる。したがって、その期待される性能の工学的な意味が明確であれば、結果の有効数字の桁数は必要以上に多くはないはずである。特に建築材料分野では、試験結果をそのまま設計に用いられることは少ない。設計ではその建築材料を用いた施工のばらつきや経年変化などを考慮した安全率で除して試験結果を用いることが少なくはないのである。その場合、測定の不確かさに比べてマージンが充分大きいので、実用上、有効数字の桁数を多くする意味はない

といえる。しかしそのことは測定の不確かさを不要とするものではない。重要なのは有効数字の最小桁よりも測定の不確かさが小さいことが保証されることである。

多くの JIS は ISO 規格と整合を取ろうとしている。ISO 規格は測定の不確かさが記述されているものも制定されているので、完全に整合している場合は測定の不確かさも引用できると思われる。ただし、JIS で独自に精度に関係する部分を変更した場合には、それによる最終の精度を再確認する必要があることは言うまでもない。実際、多くの JIS で精度に関係する部分を変更しているが、精度の検証までなされ、その結果が記述されているものは少ない。

## 4.2 有効数字の解釈

有効数字についての扱いを J.R. Taylor の文献<sup>19)</sup>から引用する。Taylor は、相対不確かさと有効数字とが密接な関連があるとしている。ある量の有効数字の桁数はその量の相対不確かさ (fractional uncertainty) の大体の大きさを示している。数学者が扱う場合、例えば有効数字 2 桁で表した  $x=21$  の意味は  $21 \pm 0.5$  を意味しているが、実験科学者にとっては、数値は計測器から読み取った数値であることが多く、 $21 \pm 0.5$  であつたり、 $21 \pm 1$  または  $21 \pm 5$  であつたりする。無難な定義として、有効数字が  $N$  桁のある数値がもつ不確かさは  $N$  番目の桁でほぼ 1 であるとしている。

相対不確かさで表した場合の有効桁数はさらにおおざっぱなものになる。例えば、有効数字が 2 桁の  $s=10$  とは、

$$s=10 \pm 1 \text{ つまり } 10 \pm 10\%$$

のことであるが、極端な例として、 $t=99$  (同様に、有効数字は 2 桁) というのは、

$$t=99 \pm 1 \text{ つまり } 99 \pm 1\%$$

を意味している。有効数字が 2 桁といっても相対不確かさは、最大の桁の数字によって 1% から 10% までの広がりをもつ。有効数字と相対不確かさの間のこのような大まかな対応関係は、次の表のようにまとめることができる。

有効数字の桁数	対応する相対不確かさの値	
	値のとりうる幅	概略
1	10%と 100%の間	50%
2	1%と 10%の間	5%
3	0.1%と 1%の間	0.5%

Taylor は計測器からの値の読みを想定して、 $N$  桁の有効数字の不確かさは  $N$  番目の桁でほぼ 1 であるとしたが、測定量の値を利用する場合には、他に指示がなければ、 $N$  桁の有効数字の不確かさは  $N$  番目の桁の 0.5 と理解するのが普通であろう。その場合、上の表の中の数字はそれぞれ半分になる。つまり、結果が有効数字 2 桁で表示すると決められている場合、その測定量は最大で 5% のばらつきが許容されていると解釈できる。したがって、有効数字 2 桁で表示するように決められた試験方法は、測定条件の制限によって、値のばらつきが 5% 以内にあることが、Note2 の適用条件となる。この場合、上表の有効数字の桁数に対応する相対不確かさの「概略の値」を「許容される最大の値」と読み替えれば良い。

### 4.3 有効数字の決定

一般に、結果の有効数字は測定の不確かさに合わせて決定されるべきである。これに関して、APLAC では「結果は測定の不確かさと一致する有効数字に丸めるべきである」としており、Cook<sup>17)</sup> は「有効桁の決定は測定の不確かさの評価後にのみ客観的になすことが可能である」と述べている。

しかし、多くの試験方法では測定の不確かさが求められていないのであるから、測定の不確かさに合わせて結果の有効数字が決められていないのは明らかである（測定の不確かさが求まっているのなら、それを記載すればすべて解決する）。一般に、試験（特に建築材料分野の試験）では、結果の実用性または経験から有効数字が決定されていることが多いと思われる。

### 4.4 Note2 適用の必要条件

Note2 が適用できる必要条件（十分条件ではない）は次のようにして確認することができる。試験における測定の不確かさの主要な要因の制限が相対値で表され（又は表すことができ）、結果の有効桁が規定されている場合、測定量の相対合成不確かさを成分の相対標準不確かさの合成で表す。これは GUM の方法で、多くの試験方法に適用できる。

今、測定量の推定値  $y$  が  $n$  個の成分の推定値  $x_1, x_2, \dots, x_n$  を用いて式(1)で表され、

$$y = cx_1^{p_1} x_2^{p_2} \dots x_n^{p_n} \text{-----}(1)$$

指数  $p_i$  は正または負の数であることが分かっており、不確かさ因子が相関を持たない場合、相対合成分散は式(2)で表される。

$$\left[ \frac{u_c(y)}{y} \right]^2 = \sum_{i=1}^n \left[ \frac{p_i u(x_i)}{x_i} \right]^2 \text{-----}(2)$$

相対拡張不確かさ  $U(y)/y$  は相対合成標準不確かさ  $u_c(y)/y$  を用いて式(3)で表される。

$$U(y)/y = k \cdot u_c(y)/y \text{-----}(3)$$

ここで、 $k$  は包含係数である。信頼の水準約 95% を考え、ここでは  $k=2$  とする。

有効数字により期待される信頼限界  $\gamma$ （有効数字の桁数 2 の場合 5%）と相対拡張不確かさを比較することにより、式(4)を満たすとき Note2 の適用が可能となる。

$$\gamma \geq U(y)/y \text{-----}(4)$$

ただし、この条件の適用は主要な不確かさの要因が明らかにされていなければならない。通常、公的試験方法では、不特定の試験所において試験がなされることを前提としているので、試験法の開発の段階でその方法の妥当性確認が行われ、主要な不確かさの要因を明らかにし、適切な制限を設けることが期待される。つまり、多くの試験法では、記載された条件の制限だけから式(4)を用いて Note2 適用の可否が判断できるであろう。もし試験員の技能レベルなど条件として試験法に記載されにくい

要因があれば、それは試験所においても承知されているはずであるから、APLAC 文書で述べられているように、「試験所は測定の不確かさを見積もらなければならない」。

例：節 3.5 の「プラスチックの引張試験方法」の引張強さにおける Note2 適用の判断

この試験では、測定量は次式で定義される。

$$\sigma = \frac{F}{A} = \frac{F}{wt}$$

ここで、 $\sigma$  は引張り強さ、 $F$  は引張荷重、 $A$  は試験前の最小断面積で、幅  $w$  と厚さ  $t$  の積で表される。代表的な測定値は、

$$\sigma = 65.3 \text{ Mpa}$$

$$F = 1300 \text{ N}$$

$$w = 9.97 \text{ mm}$$

$$t = 2.00 \text{ mm}$$

である。

相対合成標準不確かさは式(2)より、

$$\frac{u_c(\sigma)}{\sigma} = \sqrt{\left[\frac{u(F)}{F}\right]^2 + \left[\frac{u(w)}{w}\right]^2 + \left[\frac{u(t)}{t}\right]^2}$$

で表される。

- $u(F)/F$  は、試験機の精度として「荷重値の±1%またはそれ以上の精度」と決められていることから、±1%を限界値とする矩形分布を仮定し、

$$u(F)/F = 1/\sqrt{3} = 0.577 \text{ (\%)}$$

- 寸法測定は、「JIS B 7052 に規定する外側マイクロメータによって 0.01mm まで測定する」と決められていることから、±0.01mm を限界値とする矩形分布を仮定し、幅と厚さの代表的な測定値を用いて、相対標準不確かさを求める。

$$u(w)/w = 0.01/\sqrt{3} / 9.97 = 0.0579 \text{ (\%)}$$

$$u(t)/t = 0.01/\sqrt{3} / 2.00 = 0.289 \text{ (\%)}$$

これらの成分の相対標準不確かさを合成して、引張強度の相対合成標準不確かさは、

$$\frac{u_c(\sigma)}{\sigma} = \sqrt{0.577^2 + 0.0579^2 + 0.289^2} = 0.648 \text{ (\%)}$$

が求まる。包含係数  $k=2$  として、引張強度の相対拡張不確かさは、

$$\frac{U(\sigma)}{\sigma} = 2 \times 0.648 = 1.296 \text{ (\%)}$$

となる。これに対し、結果の有効数字 3 桁で期待される相対信頼限界は 0.5% であるので、式(4)を満たさない。

相対合成分散は成分の相対分散の自乗和で表されるので、この例では成分のうち最大の相対不確かさだけに注目しても式(4)を満たしていないのは明らかである。これにより、さらに簡単な Note2 の適用条件を示す。不確かさの最大成分  $x_j$  の条件の限界値  $a_j$  が、

$$\frac{a_j / \sqrt{3}}{x_j} < \frac{\gamma}{k} \text{-----(5)}$$

を満足しなければ式(4)を満たさないことから、包含係数を  $k=2$  として、

- ・有効数字 1 桁： $\frac{a_j}{x_j} < \frac{50}{2} \sqrt{3} = 43.3$  (%)
- ・有効数字 2 桁： $\frac{a_j}{x_j} < \frac{5}{2} \sqrt{3} = 4.33$  (%)
- ・有効数字 3 桁： $\frac{a_j}{x_j} < \frac{0.5}{2} \sqrt{3} = 0.433$  (%)

の条件を満たさないときには、少なくとも Note2 が適用できない。上の例では、試験機の精度が 1% > 0.433% であることから、相対不確かさが有効数字 3 桁で期待される信頼限界を越えており、それだけで Note2 が適用できないことが分かる。

#### 4.5 Note2 適用の段階的検証について

試験所認定および製品認証が進む現状では、Note2 の適用の可否を明確に示すべきである。節 4.4 では Note2 適用の必要条件を示した。式(4)、式(5)を満たさない条件は Note2 が適用できないという意味では、背理法として利用できる。これらを利用して早急に Note2 の適用を公表する必要があるが、これらは測定の不確かさ評価としては不十分である。そこで、次の 2 段階で、試験法の整備を行う必要があると思われる。

第 1 段階として、式(4)、式(5)の条件を満足する試験法を暫定的に Note2 の適用を可とする。適用できない場合、個々の試験所で測定の不確かさを見積もる必要がある。Note2 が適用できる試験法に変更する場合は、試験条件を厳しくするか、(実用上可能であれば)有効数字の桁数を少なくする方法がある。

第 2 段階としては、JIS 作成委員会が試験法の妥当性確認に用いたデータを検証し、十分な精度データを示すことが望まれる。当委員会では、特に破壊試験の場合において、資料の破壊プロセスの不安定さに付随する不確かさ成分が測定の数学モデルに基づく積み上げだけでは評価が難しいという問題が指摘された。これを補うためには、ASTM のように再現性データを示す必要があると思われる。

## 【引用文献】

- 1) ISO/IEC 17025:1999, General Requirements for the Competence of testing and Calibration Laboratories.
- 2) International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology (VIM). International Organization for Standardization, 1993(under revision).
- 3) ISO/IEC Guide 2:1996, Standardization and related activities – General vocabulary
- 4) Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement. BIPM, IEC, IFCC,ISO,IUPAC, IUPAP, OIML. International Organization for Standardization, Printed in Switzerland, ISBN 92-67-10188-9, First Edition, 1993. Corrected and reprinted 1995.
- 5) 独立行政法人製品評価技術基盤機構認定センター：JNLA の試験における測定の不確かさの適用に関する方針，2004年5月1日
- 6) A2LA: Policy on Estimating Measurement Uncertainty for Testing Laboratories, Mar 2004.
- 7) ILAC-G17: Introducing the concept of uncertainty of measurement in Testing in Association with the Application of Standard ISO/IEC 17025, 2002.
- 8) APLAC-TC005: Interpretation and Guidance on the Estimation of Uncertainty of Measurement in Testing, Mar 2004.
- 9) ILAC-G15: Guidance for Accreditation to ISO/IEC 17025, 2001.
- 10) NATA-Technical Circular 3: Uncertainty of Measurement in Construction Materials Testing, Feb 2004.
- 11) A2LA: Estimation of Uncertainty of Measurement Results for Calibrations and Tests in Construction Materials and Geotechnical Testing, Jan 2004.
- 12) UKAS-Publication ref LAB12: The Expression of Uncertainty in Testing, Oct 2000.
- 13) IANZ: Technical guide Uncertainty of Measurement Precision and Limits of Detection in Chemical and Microbiological Testing Laboratories, Oct 2003.
- 14) 独立行政法人製品評価技術基盤機構 適合性評価センター 試験所認定課：平成13年度試験事業者認定事業委託調査研究「認定試験事業者等への技術情報提供に係る調査研究委員会成果報告書」，平成14年3月
- 15) S.K. Kimothi: The Uncertainty of Measurements Physical and Chemical Metrology Impact and Analysis, ASQ, 2002.
- 16) ASTM C128-97: Standard Test Method for Specific Gravity and Absorption of Fine Aggregate, 1997
- 17) Cook RR: Assessment of Uncertainty of Measurement for Calibration and Testing laboratories 2<sup>nd</sup> Edition 2002.
- 18) A2LA: Annex to the A2LA Policy on Measurement Uncertainty For Construction Materials and Geotechnical Testing Laboratories, Feb 2005.
- 19) J.R. Taylor, 林繁夫, 馬場涼 訳: 計測における誤差解析入門, 東京化学同人社, 2000., (原文: An Introduction to Error Analysis -The Study of Uncertainties in Physical Measurements 2<sup>nd</sup> Edition, University Science Books Sausalito, California, 1997.)

## 【参考文献】

測定の不確かさについて有用な著書やガイダンスが多くある。本報告書をまとめるに際して参考にした文献を以下に挙げる。

- 1) 飯塚幸三監修：計測における不確かさの表現のガイド，日本規格協会，1996.
- 2) 岩本威生：ISO/IEC 17025 に基づく試験所品質システム構築の手引き，日本規格協会，2001.
- 3) UKAS-publication M3003: The Expression of Uncertainty and Confidence in Measurement Edition 1, Dec 1997.
- 4) Stephanie Bell: Measurement Good Practice Guide No.11: A Beginner's Guide to Uncertainty of measurement, NPL, London, 1999.
- 5) Keith Birch: Measurement Good Practice Guide No.36: Estimating Uncertainty in Testing, NPL, London, 2001.
- 6) NIST-Technical Note 1297: 1994 Edition; Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of NIST Measurement Results.
- 7) EA-4/16: EA guidelines on the expression of uncertainty in quantitative testing, Dec 2003.
- 8) EURACHEM/CITAC Guide : Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement Second Edition, Jan 2000.
- 9) SAC-SINHLAS: Guidance Document on Measurement Uncertainty for Civil Engineering and Mechanical Testing Laboratories, Feb 2004.
- 10) SAC-SINGLAS 002: SAC-SINGLAS Requirements for the Application of ISO/IEC 17025, Feb 2005.

**A2LA** 試験所における測定の不確かさ評価の方針

March 8, 2004

財団法人 日本建築総合試験所 西村 訳

序文

測定の不確かさの概念は試験所および依頼者にとって比較的新しいことは知られている。そこで、A2LA は、新しい試験所にこれらの要求を合理的な方法で導くべく、ISO/IEC 17025 における測定の不確かさの要求事項を実行する実際的なアプローチを採用している。この方針は 2004 年 4 月 30 日以降 A2LA の本部で申請を受け取った試験所および A2LA の認定の更新を行おうとしているすべての試験所に適用できる。

以下に示したカテゴリー (I ~V) に合う方法の例を含んだ追加の要求事項がこの方針の別冊にあり、それは A2LA ウェブサイトの別の文書としてある。審査員は、認定の試験所の範囲について測定の不確かさカテゴリーを決定するとき、その別冊に提供されている情報を使わなければならない。

また A2LA は特別の試験カテゴリーにおける測定の不確かさ評価を決定するためのガイダンスを含む分野別文書を提供している。つまり、生活科学、(自動車) 材料、建設材料および電磁互換品についてである。これらの文書は A2LA の技術支援委員会によって開発され審査されている。これらのガイダンス文書で提供されている情報は A2LA のウェブサイト ([www.a2la.org](http://www.a2la.org)) に示している。追加の外部ガイダンス文書へのリンクも含まれている。われわれのウェブサイトをたびたびチェックすることを勧める。というのはさらなる追加ガイダンス文書が集められた情報として示されることになるであろうから。

A2LA は試験所の提案する認定範囲に特定された試験について次の測定の不確かさカテゴリー (I ~V) を定義している。

- I. 定性的あるいは半定量的試験。それらでは測定の不確かさバジェットは要求されない。
- II. 測定の不確かさの主要な要因の値に限界を設け、計算された結果の表現形式を特定している広く認められた試験方法。この場合、試験所は、その試験方法と報告の指示に従うことによってこの項目を満足すると考えられる。
- III. 公的またはコンセンサスのある方法に基づく化学、環境、あるいは微生物の試験方法 (例えば、FDA, EPA, AOAC, ASTM, APHA/AWWA) で、測定の不確かさが方法で定義されていないもの。これらのタイプの試験では、不確かさ評価は要求され、適切で公表されたガイダンス文書を用いて決定することができる。当該文書には、ISO 測定の不確かさ表現ガイド、CITAC ガイド 1、ISO 1575 などがある。また、偶然誤差に比べて不確かさの重要な要因をもたない試験方法があるかもしれない。この場合、その偶然誤差の決定 (通常 ISO/IEC 17025, 5.9 節) は不確かさ評価の要求を満足している。

IV. 不確かさの主要な成分の特定と測定の不確かさの合理的な評価を必要とする試験方法。

V. すべての不確かさ成分の特定と ISO「測定の不確かさ表現ガイド」に述べられているものを含む公表された方法に従って計算された詳細な測定の不確かさバジェットを必要とする試験方法。

試験所が開発した方法は ISO/IEC 17025, 5.4.5.2 節の妥当性確認を要求する。この妥当性確認の一部として、測定成分の有意性、または標準試験法からの測定成分の修正の有意性は、その試験所が開発した方法について適切な測定の不確かさカテゴリーが特定できるように考慮されなければならない。

不確かさが仕様限界への適合性 (ISO/IEC 17025, 5.10.3.1 c) に影響するかどうかを決定するために不確かさが評価されなければならないことに注意されたい。カテゴリーⅢ, Ⅳ, Ⅴはこれらのタイプの方法に適用される。

## 手順

- 1) 応募する試験所の初期審査の予定を決定し、文書審査の一部として、審査員は認定範囲を審査し、上述のカテゴリーⅢ, Ⅳ, Ⅴに従った不確かさ評価を要求する試験方法を決定する。
- 2) 次に審査員は、これらの試験方法からひとつのサンプリングを選び、これらの方法における測定の不確かさの評価を審査のときに提供するように試験所に伝える。その範囲の大きさ、および全範囲にわたるカテゴリーⅢ, Ⅳ, Ⅴの分布はサンプルを選ぶときに考慮されるであろう。技術審査員は、測定の不確かさバジェットの開発において特別な考慮や課題がある場合に、それらの試験方法もよく理解し、サンプリングにそれらをうまく含めるであろう。同様に、与えられたカテゴリーについて同様の試験方法は同じバジェットを共有する場合がある。審査員は妥当な試験の 15%について測定の不確かさバジェットが審査の前に作られていることを要求するだろう。限定された場合で A2LA が試験の認定範囲に最良の測定の不確かさを含んでいるとき（例えば長さ測定の試験）、認定前に要求されたすべての試験範囲での不確かさバジェットの作成は容認される。
- 3) 審査では、審査員は測定の不確かさ評価に適用される文書化された手順の存在を確認するであろう。認定の全範囲について測定の不確かさ評価の要員の理解力もあるに違いない。不確かさバジェット、ソフトウェアなどを作る理解力のある要員はより大きい組織や他の外部の雇用者であるかもしれない。もし外部要員が使われているなら、彼らはすでにその試験所にアクセスでき、A2LA の審査時にいなければならない。いずれの場合でも試験所は、バジェット、ソフトウェアなどの適切な応用に技術をもつ要員を有していなければならない。最後に、審査の前に要求される測定の不確かさバジェットは技術的妥当性と正確さについて審査されるであろう。
- 4) 審査員は審査員のチェックリストに、5.4.6.2 と 5.4.6.3 の要求事項について試験所の適合レベルを記さなければならない。審査前に測定の不確かさが要求されていた試験方法の特定のリストが審査員によって試験方法のマトリックスに明確に記されるであろう。
- 5) 試験所が ISO/IEC 17025 および特に文書化された手順と理解力のある要員についての 5.4.6.2 の要

求事項を満足しており、審査前に要求されている技術的に有効な測定の不確かさバジェットを作成しているなら、その試験所は審査の目的に関して 5.4.6.2 節に適合していると考えられよう。しかし、範囲内の他の試験方法についての測定の不確かさ評価をもし依頼者が要求し、試験所がそれを受け入れたなら、作成する必要があることを理解しなければならない。結局は、すべての試験方法は測定の不確かさの評価を含むであろう（ステップ 7 参照）。

- 6) 審査の前のサンプリングの一部として要求されたバジェットが妥当でなければ、不満足が認定の前のしかるべきときに返事されるに違いない。
- 7) A2LA は、範囲の異なるサンプリングが上述のステップ 2 に従って得られるように、審査から試験方法のマトリックスを次回の試験所更新審査に任命された審査員に提供するであろう。試験所は上で述べたように新しいサンプリングについて測定の不確かさバジェットを開発しなければならないだろう。新しく任命された審査員は以前の審査ですでに適合であると決定された測定の不確かさバジェットの内容を審査しないであろう。
- 8) 範囲内の関連方法のすべてについて 5.4.6.2 に完全に適合している認定試験所について更新審査がなされるとき、5.4.6.2 への維持されている適合性が、上述のステップ 2 に従って選ばれたすでにあるバジェットのサンプリングを再調査してチェックされるであろう。更新審査の一部として認定に要求される新しい試験はサンプルされた 15%に含まれるであろう。審査結果は上のステップ 4 によって記述されるであろう。

試験所における測定の不確かさに関する適用できる ISO/IEC 17025 の条項は：

ISO/IEC 17025, 5.4.6.2 節では次のように記述されている。

試験所は、測定の不確かさを推定する能力をもち、適用する。ある場合には、試験方法の性質から厳密で計量学的及び統計学的に有効な測定の不確かさの計算ができないことがある。このような場合には、試験所は少なくとも不確かさのすべての要因の特定を試み、合理的な推定を行い、報告の形態が不確かさについて誤った印象を与えないことを確実にする。合理的な推定は、方法の実績に関する知識及び測定の有効範囲に基づくものであり、例えば、以前の経験又は妥当性確認のデータを活用したものである。

参考 1. 測定の不確かさの推定において必要とされる厳密さの程度は、次のような要因に依存する。

試験方法の要求事項

依頼者の要求事項

仕様への適合性を決定する根拠としての狭い限界値の存在

参考 2. 広く認められた試験方法が測定の不確かさの主要な要因の値に限界を定め、計算結果の表現形式を規定している場合には、試験所はその試験方法及び報告方法の指示に従うことによってこの項目を満足していると考えられる。(5.10 参照)

ISO/IEC 17025, 5.4.6.3 節の記述。

測定の不確かさを推定する場合には、適切な分析方法を用いて当該状況下で重要なすべての不確かさの成分を考慮する。

参考 1. 不確かさに寄与する源には、用いた参照標準及び標準物質、用いた方法及び設備、環境条件、試験・校正される品目の性質及び状態並びに試験・校正実施者が含まれるが、これらに限定されない。

参考 2. 予想されている試験・校正品目の長期の挙動は、通常、測定の不確かさを推定する際に考慮に入れない。

参考 3. この問題についてさらに情報を得るには、ISO 5725 及び「測定の不確かさ表現ガイド」を参照されたい。

「測定の不確かさ評価の受け入れられる方法を記述した参考文書を手に入れるには A2LA に申し出ていただきたい」

ISO/IEC 17025, 5.10.3.1 c 節では次のように記述されている。

「試験報告書は、試験結果の解釈のために必要な場合、追加の事項を含む」

c) 適用可能な場合、推定された測定の不確かさに関する表明。試験報告書中の不確かさに関する情報は、試験結果の有効性又は利用に関する場合、依頼者の指示が要求する場合、もしくは不確かさが仕様の限界への適合性に影響する場合に必要とされる。

**Annex to A2LA Interim Policy on Measurement Uncertainty for Testing Laboratories**

Date of Issue: 07/03/2002

During the past year, A2LA has compiled information regarding the classification of common test methods according to the A2LA Interim Policy on Measurement Uncertainty for Testing Laboratories. Following is a list of example classifications, which has been reviewed by the relevant A2LA Technical Advisory Committees.

**It is imperative to note that the A2LA Interim Policy is intended as a means to facilitate transition to compliance with ISO/IEC 17025, and is subject to change as additional guidance is made available internationally.** In addition, the list below is intended to provide examples of how the listed methods were typically categorized. **These classifications are dependent on the particular circumstances in a laboratory, and may not apply in all cases.** The fact that a method is listed below in Category I or II does not absolve a laboratory from compliance with 5.4.6.2 of ISO/IEC 17025 or the need to address measurement uncertainty.

The list is organized by test area. Within each area, the methods are ordered first by Category (as defined in the Interim Policy), then by method designation. In some disciplines, specific method numbers are not listed. This list will be updated periodically as more information is made available. Such updates may include changes in categories. Following is a list of the test areas currently covered:

- [General Automotive](#)
- [Metals](#)
- [Plastics and Rubber](#)
- [Nondestructive](#)
- [Environmental/Biological](#)
- [Electrical/Electromagnetic Compatibility](#)

**General Automotive**

Test Method	Standard(s)	Category (I through V)
Durability Cycling of Vehicle Components		I
Vibration - Stress		I
Colorfastness to Crocking; AATCC Crockmeter Method	AATCC 8	I
Colorfastness to Perspiration	AATCC 15	I
Colorfastness to Light	AATCC 16	I
Fiber Analysis: Qualitative	AATCC 20	I
Water Repellency: Spray Test	AATCC 22	I
Colorfastness to Burnt Gas Fumes	AATCC 23	I
Water Resistance: Rain Test	AATCC 35	I
Water Resistance: Impact Penetration Test	AATCC 42	I
Colorfastness to Laundering, Home and Commercial: Accelerated	AATCC 61	I
Wrinkle Recovery of Fabrics: Recovery Angle Method	AATCC 66	I
Appearance of Fabrics in Wash/Wear	AATCC 88A	I
Appearance of Seams in Durable Press Items after Repeated Home Laundering	AATCC 88B	I
Appearance: Retention of Creases in Fabric after	AATCC 88C	I

<b>Test Method</b>	<b>Standard(s)</b>	<b>Category (I through V)</b>
Repeated Home Laundering		
Colorfastness to Water Spotting	AATCC 104	I
Colorfastness to Water	AATCC 107	I
Colorfastness to Crocking: Rotary Vertical Crockmeter Method	AATCC 116	I
Oil Repellency – Hydrocarbon Resistance Test	AATCC 118	I
Appearance of Fabrics After Repeated Home Laundering	AATCC 124	I
Water Resistance: Hydrostatic Pressure Test	AATCC 127	I
Wrinkle Recovery of Fabrics: Appearance Method	AATCC 128	I
Weather Resistance: Xenon Lamp Exposure	AATCC 169	I
Microstructure of Graphite	ASTM A247	I
Salt Spray	ASTM B117, GM 4298	I
Adhesion of Metallic Coating	ASTM B571	I
Degree of Cracking of Exterior Paints	ASTM D661	I
Degree of Blistering of Paints	ASTM D714	I
Effects of Household chemicals on Organic Finishes	ASTM D1308	I
Visual Appraisal of Color (MacBeth)	ASTM D1729, AATCC 16	I
Conditioning Textiles for Testing	ASTM D1776	I
Water Fog Humidity Test	ASTM D2247, GM 4464P	I
Grading Spun Yarns for Appearance	ASTM D2255	I
Tape Adhesion	ASTM D3359, GM 9071	I
Pencil Hardness	ASTM D3363	I
Pilling Resistance, Brush Method	ASTM D3511	I
Pilling Resistance, Random Tumble	ASTM D3512	I
Abrasion Resistance, Flex	ASTM D3885	I
Abrasion Resistance, Inflated Diaphragm	ASTM D3886	I
Snagging Resistance Mace Method	ASTM D3939	I
Wyzenbeek Wear Resistance	GM 9082P	I
Abrasion Resistance, Uniform	ASTM D4158	I
Degree of Chalking	ASTM D4214	I
Abrasion Resistance, Martindale	ASTM D4966	I
Visual Inspection of Inflatable Restraint Fabric	ASTM D5426	I
Accelerated Aging of Inflatable Restraint Fabric	ASTM D5427	I
Seat Belt Durability	FMVSS 209	I
Impact Strength	GM 9032P	I
Hydrogen Sulfide Staining	GM 9069P	I
Resistance to Marring & Scuffing	GM 9150P	I
Automotive Environmental Cycles	GM 9505P	I
Dime Scrape	GM 9506P	I
Accelerated Corrosion	GM 9507P	I
Thumbnail Hardness	GM 9507P	I
Xenon Arc Exposure	SAE J1885 and J1960	I
Chip resistance (gravelometer)	SAE J400	I
Dimensional Change in Home Laundry	AATCC 135	II
Dimensional Change in Home Laundry	AATCC 150	II

<b>Test Method</b>	<b>Standard(s)</b>	<b>Category (I through V)</b>
Skewness Changes in Fabric	AATCC 179	II
Quantitative Fiber Analysis	AATCC 20A	II
pH of Water-Extract	AATCC 81	II
Dimensional Changes in Commercial Laundry	AATCC 96	II
Extractable Content in Textiles	AATCC 97	II
Slippage of Yarn in Seam	ASTM D434	II
Quantitative Analysis of Textiles	ASTM D629	II
Air Permeability of Fabrics	ASTM D737	II
Testing Tire Cord and Fabric	ASTM D885	II
Testing Nonwoven Fabrics	ASTM D1117	II
Flammability of Apparel Textiles	ASTM D1230	II
Stiffness of Fabric, Cantilever	ASTM D1388	II
Twist in Single Yarn Untwist-Retwist	ASTM D1422	II
Twist in Yarn by Direct Counting	ASTM D1423	II
Tear Resistance Elmendorf Method	ASTM D1424	II
Breaking Strength Yarn, Skein Method	ASTM D1578	II
Thickness of Textiles	ASTM D1777	II
Yarn Number by Skein Method	ASTM D1907	II
Adhesion Between Steel Tire Cord	ASTM D2229	II
Tensile Properties of Yarn Single Strand	ASTM D2256	II
Extractable Matter in Textiles	ASTM D2257	II
Shrinkage of Yarn (Boiling Water)	ASTM D2259	II
Tear Strength Fabrics Tongue Method	ASTM D2261	II
Length of Woven Fabric	ASTM D3773	II
Width of Woven Fabric	ASTM D3774	II
Fabric Count of Woven Fabric	ASTM D3775	II
Mass per Unit Area (Weight) Woven Fabric	ASTM D3776	II
Bow and Skewness in Woven and Knitted Fabric	ASTM D3882	II
Yarn Crimp/Take-up in Woven Fabric	ASTM D3883	II
Bulk Properties of Textured Yarn	ASTM D4031	II
Stiffness by Circular Bend	ASTM D4032	II
Filament Yarn Entanglement by Needle Insertion	ASTM D4724	II
Surface Water Absorption of Terry Fabrics	ASTM D4772	II
Adhesion of Tire Cord to Rubber	ASTM D4776	II
Tension and Elongation of Elastic Fabrics	ASTM D4964	II
Strength/Elongation Grab Method	ASTM D5034	II
Strength/Elongation Strip Method	ASTM D5035	II
Extension Force of Partially Oriented Yarn	ASTM D5344	II
Visually Inspecting and Grading Fabric	ASTM D5430	II
Physical Properties of Fabrics and Yarns Used in Inflatable Restraints	ASTM D5446	II
Tear Strength Trapezoid Method	ASTM D5587	II
Thermal Shrinkage of Yarn (Testrite)	ASTM D5591	II
Thickness of Nonwoven Fabric	ASTM D5729	II
Stiffness of Nonwoven Fabric, Cantilever	ASTM D5732	II
Tear Strength Nonwoven, Trapezoid	ASTM D5733	II
Tear Strength Nonwoven, Elmendorf	ASTM D5734	II
Thickness of Highloft Nonwoven Fabric	ASTM D5736	II
Seam Strength in Inflatable Restraint Cushions	ASTM D5822	II
Mass/Unit Area Nonwoven	ASTM D6242	II

<b>Test Method</b>	<b>Standard(s)</b>	<b>Category (I through V)</b>
Flame Resistance of Textiles (Vertical Test)	ASTM D6413	II
H/R Rearward Displacement	ECE-17 Para. 6.4	II
H/R Energy Dissipation	ECE-17 Para. 6.8	II
Automotive fogging	Ford BO 166-03 & SAE J1756	II
Coating Thickness	ASTM B487	IV
Dimensional Inspection		
CMM		V
Micrometer- Inside		V
Micrometer- Outside		V
Depth		V
Calip Inside/Out/Depth		V
Comparators Linear/Angle		V
Indicators		V

## **Metals**

<b>Test Method</b>	<b>Standard(s)</b>	<b>Category (I through V)</b>
Intergranular Corrosion	ASTM A262	I
Magnetic Permeability	ASTM A342	I
Salt Spray	ASTM B117	I
Inclusion Content	ASTM E45	I
Grain Size	ASTM E112	I
Microetching and Macroetching	(comparison) ASTM E340, E407	I
General Alloy Sorting	ASTM E977	I
	ASTM E1476	I
Degree of Banding or Orientation of Microstructures	ASTM E1268	I
Compression	ASTM F606	I
Cone Stripping	ASTM F606	I
Embrittlement	ASTM F606	I
	NASM 1312-105	I
	NASM 1312-5	I
	NASM 1312-14	I
	ASTM A194	I
Surface Discontinuities of Fasteners	ASTM F788, F812	I
Bend	AWS D1.1,2&5	I
	ASME Sec IX	I
Surface Mercury Contamination	Mil-Std-767	I
Carburization/Decarburization	SAE J121	I
Hardenability of Steel (Jominy test)	ASTM A255	II
Impact U & V	ASTM A370	II
	ASTM E23	II
Plating thickness	ASTM B499	II
Shear	ASTM B565	II
	ASTM B769	II
	Mil-P-10971	II

<b>Test Method</b>	<b>Standard(s)</b>	<b>Category (I through V)</b>
Tension & Proof	SAE J496	II
	ASTM E8; E8M	II
	ASTM F606;	II
	ASTM F606M	
	ASTM A370	II
	SAE J429	II
	ASTM A574	II
Compression	ASTM E9	II
Hardness		
Brinell	ASTM E10	II
Vickers	ASTM E92	II
Vickers	ASTM E384	II
Knoop	ASTM E384	II
Stress Rupture	ASTM E139	II
R value testing	ASTM E517	II
N value testing	ASTM A646	II
Carburization/Decarburization	SAE J423	II
Plating thickness	NASM-1312-2	IV
Tension & Proof	NASM 1312-8	IV
Grain Size	ASTM E112 (Intercept)	IV

### **Plastics and Rubber**

<b>Test Method</b>	<b>Standard(s)</b>	<b>Category (I through V)</b>
Chemical Resistance	ASTM D543	I
Rubber- Deterioration in an Air Oven (Heat Aging)	ASTM D573	I
Rubber- Deterioration by Heating in Air (Test Tube)	ASTM D865	I
Xenon Arc	SAE J1885	I
Instrumented Impact	ASTM D3763	I or II
Gardner Impact	ASTM D5420; Chrysler LP- 463DB-14-01	I or II
Melt Flow	ASTM D1238	II
Particle Size Distribution	ASTM D3451	II
Transition Temperatures of Polymers by Thermal Analysis (DSC)	ASTM D3418	II
Compression Set	ASTM D395	II
Moisture Content	ASTM D4019	II
Effects of Liquids	ASTM D471	II
Tensile (Rubber)	ASTM D412	II
Impact Resistance	ASTM D4226	II
Dynamic Mechanical Properties	ASTM D5024	II
Water Absorption	ASTM D570	II
Tensile (Plastics)	ASTM D638	II
Deflection Temperature of Plastics Under Flexural Load (HDT)	ASTM D648	II
Tear Strength	ASTM D624	II
Shear Strength	ASTM D732	II

<b>Test Method</b>	<b>Standard(s)</b>	<b>Category (I through V)</b>
Rockwell Hardness (Plastics)	ASTM D785	II
Relative Viscosity, Melting Point, Moisture Content	ASTM D789	II
Flexural Properties	ASTM D790	II
Density and Specific Gravity	ASTM D792	II
Tear Resistance	ASTM D1004	II
Vicat Softening Temperature	ASTM D1525	II
Mooney Viscosity	ASTM D1646	II
Apparent Density, Bulk Factor, Pourability	ASTM D1895	II
Vulcanization Using Oscillating Disk Cure Meter (ODR)	ASTM D2084	II
Izod Pendulum Impact Resistance of Notched Specimens of Plastic	ASTM D256	II
Rheological Properties by Rotational (Brookfield) Viscometer	ASTM D2196	II
Durometer Hardness	ASTM D2240	II
Yellowness Index	ASTM E313	II
Fogging	SAE J1756	II

### **Nondestructive**

<b>Test Method</b>	<b>Standard(s)</b>	<b>Category (I through V)</b>
Acoustic Emission	E751	I
Electromagnetic (Eddy-Current)	E243	I
	E309	I
	E426	I
	E571	I
	E690	I
	E376	II
Leak Testing	E498	I
	E499	I
	E515	I
	E1003	I
	E427	II
Liquid Penetrant	E165	I
	E1208	I
	E1209	I
	E1210	I
	E1219	I
	E1220	I
	E1417	I
	E1418	I
Magnetic Particle	E709	I
	E1444	I
Metals Sorting and Identification	E566	I

Test Method	Standard(s)	Category (I through V)
Radiography	E977	I
	E94	I
	E142	I
	E1030	I
	E1032	I
	E1416	I
	E1255	I
	E1734	I
	E1742	I
Ultrasonic	E1441	II
	E114	I for flaw detection, II for thickness measurements
	E164	I
	E213	I
	E214	I
	E273	I
	E1001	I
	E127	II
	E797	II
	E494	IV

### Environmental/Biological

#### Category I

Qualitative Microbiology Tests  
Qualitative Animal Drug Tests  
Ignitability

#### Category II

Flash Point

#### Category III

Turbidity  
Animal Drug Testing (Quantitative / Cut-off limit)  
Modified Reference and Consensus Methods

#### Category IV

PBMS  
Research and Development Analyses (one-off tests)

#### Category V

Reference Material value assignment

## **Electromagnetic Compatibility**

1. Quantitative tests listed below are Category IV
2. All others are generally category I or II
3. For Category IV tests, only require procedure and identification of influence factors
4. Guidance documents: NIS 81 (LAB 34), ETSI 300 series, LAB 12, CISPR 16-4

### *Category IV Electromagnetic Compatibility tests:*

#### Emissions

Radiated  
Conducted  
Current Harmonics

#### Immunity

Radiated  
Conducted  
Magnetic Field

### *Category IV Product Safety tests (ex. UL 950, IEC 1950.):*

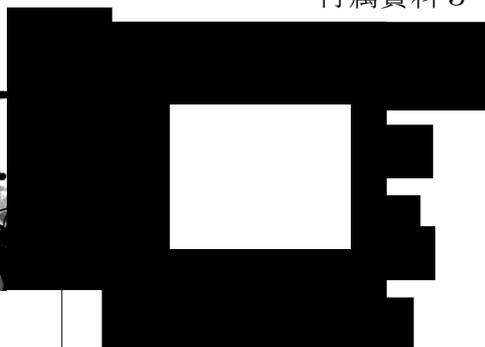
Temperature Rise  
Leakage Current  
Volt/Current/Frequency  
Dielectric Withstand  
Flame Propagation

© 2002 by A2LA

All rights reserved. No part of this document may be reproduced in any form or by any means without the prior written permission of A2LA.

# 3

**NATA  
TECHNICAL  
CIRCULAR**  
February  
2004



National Association of Testing Authorities, Australia

## Uncertainty Of Measurement In Construction Materials Testing

### 1. POLICY OUTLINE

Technical Circular No 3 is applicable from 15 March 2004 to all laboratories accredited in the field of Construction Materials Testing.

Good laboratory practice has always required laboratory staff to have a sound understanding of the equipment and test processes that significantly affect the accuracy of the test results. ISO/IEC 17025 (1999), clause 5.4.6 requires a disciplined and formalised approach to the estimation of measurement uncertainty (MU).

NATA recognises the effort required by laboratories to meet this ISO/IEC 17025 requirement. Laboratories will be given time to comply with the requirements. Assistance to laboratories will be provided by NATA in the form of worked examples and a 'helpdesk'. An introductory web based training course is also available from our web site.

### 2. HOW DOES MU HELP ME?

Clients of laboratories, whether they are internal or outside of the organisation, are under increasing pressure to perform better. As a consequence, so are laboratories. In summary:

- ◆ Higher standards are being demanded by industry.
- ◆ Laboratories are being held more accountable.
- ◆ Clients require better levels of service.

In order to satisfy clients, laboratories need to be able to:

- ◆ Provide information that enables clients to determine compliance to specifications.
- ◆ Demonstrate the validity of their testing when results are challenged.
- ◆ Perform testing more economically.

MU assists laboratories to deal with these challenges. In particular MU helps laboratories in the following areas:

*Proficiency testing evaluation* - I have an outlier. Does this mean my MU is too large? Is my MU too small with respect to the PT results?

*Repeatability of testing* - How close should the results from testing performed under the same conditions be?

Published by the National Association of Testing Authorities, Australia (NATA). Copyright National Association of Testing Authorities, Australia 2004.

### Contents

1. Policy Outline
  2. How Does MU Help Me?
  3. Policy Implementation
  4. MU Requirements
  5. Estimation of MU
  6. Reporting MU
  7. Helpdesk
  8. Queries About This Policy
  9. Technical Circulars
  10. References
  11. Notes
- Appendix.: Common Accredited Tests

### Distribution

CMT Authorised Representatives  
CMT Assessors  
CMT Accreditation Advisory Committee Members  
Relevant NATA staff

A copy of this circular can be found on the NATA website at [www.nata.asn.au](http://www.nata.asn.au) in the Publications section under *Policy and Technical Circulars* or by contacting NATA Member Services and Communications on (02) 9736 8222

### Amendment History

Issued February 2004

*Staff training* - Are the results produced by the new person acceptable?

*Conformance to specification* - The result is close to the limit. Does it pass?

*Dispute resolution* - How accurate are the results? Are the results different? Whose results are more acceptable?

*Reduce costs* - Do we need to calibrate this item as accurately as we do? Do we need to spend as much time as we do on this part of the test?

*Reproducibility of testing* - What is an acceptable range of results between a group of laboratories?

*Improve testing* - What parts of the test process should we improve? How much improvement is needed?

*Pinpoint critical areas of testing* - Of all the tests we do which one has the greatest potential for error?

If you hesitated over any of the above areas then MU will be of help to you and assist in giving a better service to your clients.

MU provides clients and other stakeholders within the industry with:

- ◆ Greater confidence in the testing performed.
- ◆ Easier dispute resolution.
- ◆ The ability to set more realistic specification limits.
- ◆ Improve the ability to determine conformance to specification.
- ◆ A tool to drive productivity improvements.

### 3. POLICY IMPLEMENTATION

#### A) Applicants

Organisations seeking accreditation are required to estimate MU for all tests as defined in this policy.

#### B) Accredited Laboratories

The progressive implementation of this policy, the timeframe for its introduction and the obligations of accredited laboratories are outlined below. However, laboratories are strongly urged to meet MU obligations sooner.

#### ◆ 15 March 2004

Technical Circular No 3 effective.

#### ◆ 30 April 2004

Each laboratory to review its scope of accreditation to determine those test methods (see appendix) that comply with ISO/IEC 17025, clause 5.4.6.2, Note 2.

#### ◆ 1 September 2004

Determine and document, for quantitative test methods that do not comply with ISO/IEC 17025, clause 5.4.6.2, Note 2, the major sources of error.

#### ◆ First reassessment after 15 March 2004

Provide a schedule detailing the plan to complete all MU estimates by 30 April 2005 for accredited test methods not compliant with ISO/IEC 17025, clause 5.4.6.2, Note 2.

#### ◆ 15 March 2004

MU estimate to be submitted with each new request for accreditation of an in-house test method.

#### ◆ 30 April 2005

Complete MU estimates for all accredited in-house methods, and methods not compliant with ISO/IEC 17025, clause 5.4.6.2, Note 2.

### 4. MU REQUIREMENTS

ISO/IEC 17025, clause 5.4.6 requires laboratories to determine MU for all testing undertaken and for its in-house calibrations.

#### Sampling

MU is specific to the test performed. Allowance for the effects associated with sampling (see note 1) does not normally form part of the MU estimate. Accordingly, unless required by the contract, a laboratory does not need to consider the MU associated with sampling at this time.

#### Qualitative tests

Tests where numerical data are not derived are qualitative tests (eg AS 1141 34 & 35). They often rely on operator skill to give a pass/fail result.

While laboratories should have an understanding of those aspects that affect the variability of qualitative tests, they are not currently required to estimate the measurement uncertainty.

## Quantitative tests

ISO/IEC 17025, clause 5.4.6.2, Note 2 allows the use of a 'well recognised test method' that specifies limits to the major sources of uncertainty and specifies the form of reporting (see note 2). A laboratory is considered to have satisfied the MU requirements for those test methods compliant with ISO/IEC 17025, clause 5.4.6.2, Note 2, provided the method is followed and the results are reported in accordance with the test methods.

Laboratories will need to estimate MU for quantitative test methods that do not comply with ISO/IEC 17025, clause 5.4.6.2, Note 2.

## In-house calibrations

Policy Circular No 12 and Technical Note 28 provide further information and the requirements applicable to laboratories carrying out their own calibrations in-house. This does not apply to checks performed on testing equipment.

## 5. ESTIMATION OF MU

Guidance is available in the form of a NATA publication *Assessment of Uncertainties of Measurement for Calibration and Testing Laboratories*. Additional worked examples relating to Construction Materials Testing will be made available on NATA's web site. The "Meas. Uncert." pages can be accessed from the left hand side of the screen from any page in the web site.

## 6. REPORTING MU

ISO/IEC 17025 (1999) Clause 5.10.3.1 requires that laboratories report uncertainty of measurement when:

- ♦ it is relevant to the validity, application or interpretation of the test results;
- ♦ a client's instruction so requires;
- ♦ the uncertainty affects compliance to a specification limit.

## 7. HELPDESK

Laboratories that require further information concerning MU may contact any NATA office or alternatively the CMT Field Manager, Peter Young in the Melbourne office (03) 9329 1633.

## 8. QUERIES ABOUT THIS POLICY

Queries regarding this policy should be directed to Peter Young, Manager, Construction Materials Testing on email: Peter.Young@nata.asn.au or Phone: (03) 9329 1633

## 9. TECHNICAL CIRCULARS

As more familiarity is developed in applying MU to testing, there may be a need to revise this policy. Updates to this Technical Circular will be found at the NATA website, [www.nata.asn.au](http://www.nata.asn.au) in the Publications area under 'Policy & Technical Circulars'.

## 10. REFERENCES

- ♦ APLAC TC 005 *Interpretation and Guidance on the Estimation of uncertainty of measurement in Testing* (Issue 1, March 2003) [www.aplac.org](http://www.aplac.org)
- ♦ APLAC TC 004 *Method of Stating Test Results and Compliance with Specification* [www.aplac.org](http://www.aplac.org)
- ♦ COOK RR, *Assessment of Uncertainties of Measurement for Calibration and Testing Laboratories* (2<sup>nd</sup> Edition 2002) [www.nata.asn.au/fs\\_publications.htm](http://www.nata.asn.au/fs_publications.htm)
- ♦ NATA Policy Circular 12 *NATA Requirements for the Performance of Calibrations In-house* (June 2003) [www.nata.asn.au/fs\\_publications.htm](http://www.nata.asn.au/fs_publications.htm)
- ♦ NATA Technical Note 28 *In-house Calibrations and Measurement Uncertainty* (June 2003) [www.nata.asn.au/fs\\_publications.htm](http://www.nata.asn.au/fs_publications.htm)
- ♦ *NATA Accreditation Requirements (NAR) for Construction Materials Testing* (2002 Version 1). [www.nata.asn.au/fs\\_publications.htm](http://www.nata.asn.au/fs_publications.htm)

## 11. NOTES

**Note 1:** The assessment of MU associated with sampling is often complex and difficult to ascertain. Cost and 'fit for purpose' considerations often negate the need to consider MU associated with sampling. If MU is to be reported and the test report shows that the laboratory has undertaken the sampling, it is recommended that the following statement (or similar) be included on the report: "The uncertainty of measurement value shown does not include any estimate of the effects associated with sampling"

**Note 2:** While some Australian Standard, AustRoads and Road Authority methods are compliant with the requirements of ISO/IEC 17025, clause 5.4.6.2, Note 2, not all methods adequately specify limits to sources of uncertainty nor have a reporting format consistent with the overall MU of the test. NATA is encouraging bodies responsible for these methods to revise them to be compliant with ISO/IEC 17025, clause 5.4.6.2, Note 2.

**APPENDIX: COMMON ACCREDITED TESTS**

Standard Number	Part	Meets Note 2	Doesn't Meet Note 2	Qualitative	Standard Number	Part	Meets Note 2	Doesn't Meet Note 2	Qualitative
AS 1012	3.1	X			AS 1141	41	X		
AS 1012	3.2		X		AS 1141	42	X		
AS 1012	3.3	X			AS 1141	50			X
AS 1012	3.4	X			AS 1141	51	X		
AS 1012	4.1	X			AS 1141	52	X		
AS 1012	4.2	X			AS 1141	53	X		
AS 1012	4.3	X			AS 1141	65			X
AS 1012	5	X			AS 1141	70	X		
AS 1012	6	X			AS 1141	71	X		
AS 1012	9	X			AS 1141	72	X		
AS 1012	10	X							
AS 1012	12.1	X			AS 1289	2.1.1	X		
AS 1012	12.2	X			AS 1289	2.1.2	X		
AS 1012	13	X			AS 1289	2.1.4	X		
AS 1012	16		X		AS 1289	2.1.5	X		
AS 1012	17	X			AS 1289	2.1.6	X		
AS 1012	20	X			AS 1289	3.1.1			X
AS 1012	21	X			AS 1289	3.1.2			X
					AS 1289	3.2.1			X
					AS 1289	3.3.1			X
AS 1141	4	X			AS 1289	3.3.2			X
AS 1141	5	X			AS 1289	3.4.1			X
AS 1141	6.1	X			AS 1289	3.5.1	X		
AS 1141	6.2	X			AS 1289	3.5.2	X		
AS 1141	7	X			AS 1289	3.6.1	X		
AS 1141	8	X			AS 1289	3.6.2	X		
AS 1141	11	X			AS 1289	3.6.3	X		
AS 1141	12	X			AS 1289	3.7.1	X		
AS 1141	13	X			AS 1289	3.8.1			X
AS 1141	14	X			AS 1289	3.8.2	X		
AS 1141	15	X			AS 1289	3.8.3			X
AS 1141	16	X			AS 1289	3.9.1	X		
AS 1141	17	X			AS 1289	4.1.1	X		
AS 1141	18			X	AS 1289	4.2.1	X		
AS 1141	19	X			AS 1289	4.3.1	X		
AS 1141	20.1	X			AS 1289	4.4.1	X		
AS 1141	20.2	X			AS 1289	5.1.1	X		
AS 1141	20.3	X			AS 1289	5.2.1	X		
AS 1141	21	X			AS 1289	5.3.1	X		
AS 1141	22	X			AS 1289	5.3.2	X		
AS 1141	23	X			AS 1289	5.3.5	X		
AS 1141	24	X			AS 1289	5.4.1	X		
AS 1141	25.1	X			AS 1289	5.4.2	X		
AS 1141	25.2	X			AS 1289	5.5.1	X		
AS 1141	25.3	X			AS 1289	5.6.1	X		
AS 1141	26			X	AS 1289	5.7.1	X		
AS 1141	27	X			AS 1289	5.8.1	X		
AS 1141	28	X			AS 1289	6.1.1	X		
AS 1141	29	X			AS 1289	6.1.2	X		
AS 1141	30			X	AS 1289	6.1.3	X		
AS 1141	31	X			AS 1289	6.2.1	X		
AS 1141	32			X	AS 1289	6.2.2		X	
AS 1141	33	X			AS 1289	6.3.1		X	
AS 1141	34			X	AS 1289	6.3.2	X		
AS 1141	35			X	AS 1289	6.3.3	X		
AS 1141	36	X			AS 1289	6.4.1		X	
AS 1141	37			X	AS 1289	6.4.2		X	
AS 1141	40	X			AS 1289	6.5.1		X	

Standard Number	Part	Meets Note 2	Doesn't Meet Note 2	Qualitative	Standard Number	Part	Meets Note 2	Doesn't Meet Note 2	Qualitative
AS 1289	6.6.1		X		AS 2341	29			X
AS 1289	6.7.1	X			AS 2341	30	X		
AS 1289	6.7.2	X			AS 2891	3.1	X		
AS 1289	6.7.3	X			AS 2891	3.2	X		
AS 1289	6.8.1	X			AS 2891	3.3	X		
AS 1289	6.9.1	X			AS 2891	5	X		
AS 1289	7.1.1	X			AS 2891	6	X		
AS 1289	7.1.2	X			AS 2891	7.1	X		
AS 1289	7.1.3	X			AS 2891	7.3	X		
AS 2341	2	X			AS 2891	8	X		
AS 2341	3	X			AS 2891	9.1	X		
AS 2341	4	X			AS 2891	9.2	X		
AS 2341	5	X			AS 2891	9.3	X		
AS 2341	6	X			AS 2891	10	X		
AS 2341	7	X			AS 2891	11			X
AS 2341	8	X			AS 2891	12.1	X		
AS 2341	9	X			AS 2891	13.1	X		
AS 2341	10	X			AS 2891	14.1.1	X		
AS 2341	11	X			AS 2891	14.1.2	X		
AS 2341	12	X			AS 2891	14.2	X		
AS 2341	13	X			AS 2891	14.5	X		
AS 2341	14			X	AS 4133	1.1.1	X		
AS 2341	15	X			AS 4133	2.1.1	X		
AS 2341	16			X	AS 4133	2.1.2	X		
AS 2341	18	X			AS 4133	3.1		X	
AS 2341	20		X		AS 4133	3.2		X	
AS 2341	22			X	AS 4133	3.3		X	
AS 2341	23	X			AS 4133	3.4	X		
AS 2341	24	X			AS 4133	4.1		X	
AS 2341	25	X			AS 4133	4.2	X		
AS 2341	26	X			AS 4133	4.3	X		
AS 2341	27	X							
AS 2341	28			X					