

平成16年度独立行政法人製品評価技術基盤機構委託

工業標準化法 J N L A 制度における測定の不確か
さの推定及び技能試験用試料開発に係る調査
委託業務成果報告書

平成17年3月

財団法人 建材試験センター 中央試験所

目 次

1. 調査の目的	3
2. 調査方法及び調査成果	3
2.1 調査方法	3
a) 実施体制	3
b) 調査担当者氏名	3
2.2 調査研究成果	
2.2.1 試験における測定の不確かさについて	4
a) JNLA における測定の不確かさの考え方	4
b) JIS A 5308 の試験における測定の不確かさ推定の考え方	6
c) JIS A 5308 の試験における測定の不確かさについて（調査研究の概要）	9
2.2.2 コンクリートのスランプ試験における測定の不確かさ	15
a) スランプ試験における測定の不確かさの推定	15
b) 実験及び既往のデータからの解析	29
c) スランプ試験における測定の不確かさの問題点	48
2.2.3 コンクリートの空気量試験における測定の不確かさ	50
a) 空気量試験における測定の不確かさの推定	50
b) 実験及び既往のデータからの解析	63
c) 空気量試験における測定の不確かさの問題点	83
2.2.4 コンクリートの塩化物含有量試験における測定の不確かさ	86
2.2.4.1 塩化物含有量試験における測定の不確かさ	86
a) コンクリートの塩化物含有量の試験方法	86
b) 塩化物含有量測定器	86
c) コンクリートの塩化物含有量試験における測定の不確かさ	86
2.2.4.2 技能試験(塩化物含有量測定器による塩化物イオン濃度試験)用試料の開発	88
a) 技能試験用試料の作製方法の提案	88
2.2.4.3 技能試験用試料の塩化物イオン濃度の不確かに関する実験	91
a) 実験の目的	91
b) 塩化物イオン濃度の試験方法の種類と分類	91
c) 技能試験用試料の作製方法	91
d) 実験の内容	92
1) イオンクロマトグラフ法	92
1.1) 試験手順	92
1.2) 不確かさの推定手順	92

1.3) 不確かさの算出	93
1.3.1) 検量線から算出した塩化物イオン濃度の不確かさ $u_c(A)$	94
1.3.1.1) 塩化物イオン標準液の不確かさ $u_c(C)$	94
1.3.1.2) 検量線の不確かさ $u_c(y)$	96
1.3.1.3) 不確かさの合成	98
1.3.2) 技能試験用試料の定容による不確かさ $u(Vw)$	98
1.3.3) 技能試験用試料の採取による不確かさ $u(Vs)$	99
1.3.4) イオンクロマトグラフ装置の不確かさ $u(S)$	99
1.3.5) 不確かさの合成	100
2) 電位差滴定法	102
2.1) 試験方法	102
2.2) 不確かさの推定手順	103
2.3) 不確かさの算出	103
2.3.1) 0.1mol/l 硝酸銀溶液の不確かさ $u_c(A)$	104
2.3.1.1) 硝酸銀溶液の消費量の不確かさ $u(A_1)$	104
2.3.1.2) 電位差滴定装置の精度 $u(A_2)$	105
2.3.1.3) 0.1mol/l 硝酸銀溶液の不確かさ $u_c(A)$ の算出	105
2.3.2) 硝酸銀溶液のファクターの不確かさ $u_c(f)$	105
2.3.2.1) 塩化ナトリウム秤量の不確かさ $u(b)$	106
2.3.2.2) 塩化ナトリウム標準物質の不確かさ $u(c)$	106
2.3.2.3) ホールピペットの不確かさ $u(Vs)$	106
2.3.2.4) 全量フラスコの不確かさ $u(Vw)$	107
2.3.2.5) 0.1mol/l 硝酸銀溶液の不確かさ $u(x)$	107
2.3.2.6) 硝酸銀溶液のファクターの不確かさ $u_c(f)$ の算出	108
2.3.3) 技能試験用試料の定容による不確かさ $u(Vw)$	108
2.3.4) 技能試験用試料の採取による不確かさ $u(Vs)$	108
2.3.5) 不確かさの合成	109
e) 参考実験 I	111
f) 参考実験 II	112
3. 調査結果のまとめと今後の課題	113
3.1 調査結果のまとめ	113
a) スランプ試験	113
b) 空気量試験	113
c) 塩化物含有量	113
3.2 今後の課題	114
附属書 (参考) 不確かさの推定手順	115

1. 調査の目的

本調査は、JIS A 5308(レディーミクストコンクリート)の9.3(スランプ)、9.5(空気量)及び9.6(塩化物量含有量)の測定の不確かさについて調査するとともに、塩化物含有量の技能試験に用いることが可能な技能試験用試料の開発調査を併せて行うことを目的とする。

2. 調査方法及び調査成果

2.1 調査方法

a) 実施体制

財団法人建材試験センター中央試験所(試験所)は、委託業務を推進するため、試験所内に「不確かさ等調査委員会」(委員会)を設置した。委員会(委員長:財団法人建材試験センター理事 試験所副所長 斉藤元司)は、学識者、コンクリート又は塩分測定 of 専門家等で構成されており、調査計画の決定、報告内容の審議承認を行った。また、調査に伴う実験については、委員会委員の他に試験所品質性能部材料グループ等の技術職員が行った。

b) 調査担当者氏名

区 分	氏 名	勤務先及び役職名
委員長	斎藤 元司	(財)建材試験センター中央試験所 副所長
委 員	伊藤 康司	全国生コンクリート工業組合連合会 中央技術研究所 主席研究員
委 員	長井 義徳	太平洋マテリアル(株) 開発研究所 研究員
委 員	上園 正義	(財)建材試験センター本部事務局 標準管理課 課長
委 員	柳 啓	(財)建材試験センター中央試験所 品質管理室長
委 員	熊原 進	(財)建材試験センター中央試験所 品質性能部材料グループ 統括リーダー
委 員	真野 孝次	(財)建材試験センター中央試験所 品質性能部材料グループ
委 員	鈴木 澄江	(財)建材試験センター中央試験所 品質性能部材料グループ
委 員	西脇 清晴	(財)建材試験センター中央試験所 工事材料部管理室
技術職員	鈴木 敏夫	(財)建材試験センター中央試験所 品質性能部材料グループ
技術職員	志村 明春	(財)建材試験センター中央試験所 品質性能部材料グループ
技術職員	藤巻 敏之	(財)建材試験センター中央試験所 品質性能部材料グループ
技術職員	中里 侑司	(財)建材試験センター中央試験所 品質性能部材料グループ
技術職員	宮下 雄磨	(財)建材試験センター中央試験所 品質性能部材料グループ
技術職員	高橋 喜義	(財)建材試験センター中央試験所 工事材料部三鷹試験室
技術職員	室星 しおり	(財)建材試験センター中央試験所 品質管理室
事務局	鵜沢 久雄	(財)建材試験センター中央試験所 品質管理室

2.2 調査研究成果

2.2.1 試験における測定の不確かさについて

ここでは、JNLA の不確かさ推定の考え方及び JIS A 5308 の試験における測定の不確かさの考え方を紹介し、JIS A 5308（レディーミクストコンクリート）の 9.3（スランプ）、9.5（空気量）及び 9.6（塩化物含有量）の測定の不確かさに関する調査内容の概要を示す。また、不確かさ推定手順を参考として附属書に示した。

a) JNLA における測定の不確かさの考え方

1) はじめに

IA Japan は、「測定の不確かさ」の評価の過程や最終目標を明確に定め、これらの業務に関与する認定機関のスタッフ、審査員及び認定試験事業者の共通認識を構築することを目的として、不確かさの見積もりの考え方を提示している。

この事例で述べられている試験における測定の不確かさ評価の方法は、測定結果の表現のルールを示す国際文書（Guide to the expression of uncertainty in measurement GUM 計測における不確かさの表現ガイド）に基づいている。

以下に、IA Japan が、「測定の不確かさ」の評価の事例に提示している方法を一部変更して引用する。

2) 不確かさの評価を必要とする場合

2003 年 4 月 1 日に発行された「JNLA の試験における測定の不確かさの適用に関する方針(第 1 版)」では、試験方法の内容によって次のようにカテゴリー一分類している。

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試験。不確かさの評価は不要。

II. 定量試験 A

試験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 参考 2 に該当するもの。JIS に記載されている内容から不確かさが推定できるものについては、不確かさの評価が不要。

III. 定量試験 B

試験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 参考 2 に該当しないもの。不確かさの評価が必要。

カテゴリー II において、不確かさの評価が不要とあるが、これは、JIS に記載されている不確かさに関する事項から不確かさを推定できる。

3) 試験における不確かさの要因

試験における不確かさの要因には次のようなものがあり、これらは必ずしも独立でなく相互に依存している。これらの要因のほかに認識されない系統的効果が存在し、その不確かさを評価することができない場合がある。

次に示す内容は、想定される多くの原因を網羅的に示したものであるが、実際には思考や経験の段階で省略できるものが少なくない。

- ①試験の定義の不完全さ
- ②試験手順の実現の不完全さ
- ③サンプル
- ④測定過程における環境条件の効果についての不十分な知識，環境条件の不完全な測定。
- ⑤アナログ計測器の読み
- ⑥測定器の分解能，目盛りの誤差
- ⑦測定標準の参照値の不確かさ
- ⑧測定機器の特性
- ⑨データの解析に用いる定数やパラメータ
- ⑩測定方法の仮定や近似に起因するもの
- ⑪同一の条件で行う繰り返し測定の変動

4) 不確かさの評価

- 4.1) 試験に含まれる測定ごとに、全体の不確かさに寄与するすべての要因を特定する。
- 4.2) Aタイプの評価（統計的方法）又はBタイプの評価（統計的方法以外）によって不確かさ成分を定量化する。ある成分の不確かさの大きさが最大の成分の1/3から1/5未満であれば、その要因は無視できる。
 - 4.2.1) Aタイプ評価は次の点に留意する。
 - ①算出方程式（理論式，実験式）を吟味する。
 - ②測定環境条件（4W1H）を確認する。
 - ③実験計画を立てる。
 - ・実験計画法（多元は配置と要因分析）の利用
 - ・直交配列の利用
 - ・枝分かれ実験の利用
 - ・回帰分析の利用
 - ・多変量解析の利用
 - 4.2.2) Bタイプ評価は次の情報の蓄積による。
 - ①過去の蓄積された信頼できるデータ
 - ②著名な文献（ハンドブックなど）
 - ③メーカーの仕様書記載のデータ
 - ④校正証明書のデータ
 - ⑤継続性のある管理データ
- 4.3) 標準不確かさ
標準不確かさを標準偏差の1倍の値として求める。校正証明書又は機器の仕様書から確率分布に基づく除数を用いて求める。
- 4.4) 合成標準不確かさ

要素間に相関がない場合，すべての要素の標準不確かさの平方和の平方根によって合成する。

要素間に完全な相互依存関係がある場合には，代数的に加えることで合成する。

4.5) 拡張不確かさ

合成標準不確かさの確率分布が正規分布と仮定して，約95%の信頼レベルを与えるものとして包含係数 $k = 2$ を用いる。

5) 結果の表示方法

5.1) 試験結果とその不確かさを評価するとき，次の記録を残す。

- ①再計算が可能となるようなデータ解析の手順と計算内容の記述。
- ②解析に用いたすべてのデータと定数。
- ③不確かさが計算された手順を示す十分な記述。

5.2) 試験結果とその不確かさを示す場合は，多くの場合，2桁以上で報告する必要はない。

ただし，丸めの誤差を最小にするために，不確かさの計算過程では，一つ以上大きな桁数で計算する。

5.3) 測定結果は，95%の信頼水準を適用し拡張不確かさとともに報告する。

(例)

- ・測定値： 100.1 mm
- ・測定の拡張不確かさ：±0.1 mm
- ・備考 拡張不確かさは，合成標準不確かさに約95%の信頼水準を与える包含係数 $k = 2$ を乗じて求めた。

5.4) 特定の要因が結果に影響するが，その大きさの測定も合理的な評価もできないときは，その事実を引用して説明する。

(例)

- ・備考 拡張不確かさは，合成標準不確かさに約95%の信頼水準を与える包含係数 $k = 2$ を乗じて求めた。しかし，(引用する事実)の理由により○○○の効果は除外している。

6) 不確かさの推定手順

不確かさの推定手順を附属書（参考）に示す。

b) JIS A 5308 の試験における測定の不確かさ推定の考え方

試験における不確かさの評価の問題点について，平成13年にコンクリートの圧縮試験について報告書をまとめた。その中で，産業技術基盤機構の榎原研正氏が整理しているのでそれを引用して今回の取り組みについて課題を整理する。

1) 試験における測定の不確かさ評価

試験は、一般に、試料の(1)採取、(2)前処理、(3)測定、の3ステップで作業が進められ、各ステップでの不確かさが試験の不確かさに寄与する。そのため単なる測定の不確かさ評価と比べると、試験における不確かさ評価は一般に複雑である。また、試験に関わる物理量については校正することが可能でも、最終的な試験結果を直接校正したりチェックしたりするための測定標準が存在しないことが多く、単なる測定の不確かさ評価では生じないような問題が、試験での不確かさ評価には生じてくる。

2) 試料のばらつき

本調査研究で対象にするレディーミクストコンクリート（以下レミコンという）の場合、工場で配合、練り混ぜを行い、工事現場まで運搬し荷卸し地点で運搬車から試料を採取し試験を行う。

試験の不確かさは、試料採取、試料の前処理、測定の各段階で発生し得る。レミコンの場合、材料の選択、材料の配合、練り混ぜ、運搬、荷卸し地点までは、試料に付随する要素である。試料採取から試験の前処理以降が試験に伴う要素となるが、それらの操作を完全に行っても試料の不確かさは存在している。

試料の不確かさを「測定の不確かさ」の成分として含めるべきかどうか、必ずしも明解ではない。しかし「測定結果に付随した合理的に測定量に結びつけられ得る値のばらつきを特徴づけるパラメータ」というGUMによる不確かさの定義からすると、最終的な試験結果の不確かさには、すべての不確かさ成分を含めることになる。

通常、レミコン工場においては、製品の品質管理が行われており、試料（製品）のばらつきと試験方法に起因するばらつきを区別した方が都合のよい場合があり得る。これらを区別するときには、以下のような形で不確かさを報告することが考えられる。

$$\text{合成標準不確かさ} : u_c \quad (\text{ただし, } u_c^2 = u_t^2 + u_s^2)$$

この内、試験方法に起因する不確かさ : u_t

試料のばらつきに起因する不確かさ : u_s

3) 標準材料を用いた試験の不確かさ

レミコンは、主にセメント、骨材に水を加えて練り混ぜたものであり、時間が経過すると水和熱反応を起こして固まる。スランプや、空気量測定は、まだ固まらない状態で測定するため、試験の過程で、試料が何らかの変化を起こす。また、圧縮強度試験においても破壊試験になるため、全く同一状態の試料について繰り返し測定をすることができない。レミコンの試験は、試験に起因するばらつきと試料に起因するばらつきを分離して評価することが容易ではない。

試験のばらつきと試料のばらつきを分離して評価するには、技術的に考え得る範囲で試料のばらつきが最も小さくできると考えられる不確かさ評価用試料を準備する。この試料は、現実の試験材料でなくとも良い。レミコンの場合、

JIS A 6204 の基準コンクリートが考えられる。

しかし、評価用試料を用いたとしても、試料によるばらつきは含まれるが、実現し得る最も小さいばらつきがこのようにして得られるならば、これを便宜上、試験に起因するものとみなす。

校正事業において、校正能力を表す指標として「最高測定能力 (Best Measurement Capability; BMC)」という概念があり、試験方法起源の不確かさについての最高測定能力に相当するものと考えることができる。

このような不確かさ評価用試料を用いた繰返し試験のばらつきからAタイプ評価した標準不確かさ u_e と、その他の要因による標準不確かさ (試験者や試験機によるばらつき, 試験条件や環境条件の変動に伴うばらつき等)を合成した \tilde{u}_t を、試験方法に起因する不確かさ u_t とみなす。

一方、実際の試験においては、1台の試験器で1人の担当者が N 回の測定を行う。これら N 個のデータの実験分散 V には、試験の繰返しのばらつき (分散: u_e^2) と試料のばらつき (分散: u_s^2) は含まれるが、それ以外の \tilde{u}_t^2 は含まれない。

従って、試料のばらつき u_s^2 は、

$$u_s^2 = V - u_e^2 \quad (1)$$

と計算できる。以上を用いて、個々のデータ y_1, y_2, \dots, y_N の合成標準不確かさは

$$u_c^2(y_i) = \tilde{u}_t^2 + u_e^2 + u_s^2 \quad (2)$$

また、 N 回測定の平均値 \bar{y} の合成標準不確かさは

$$u_c^2(\bar{y}) = \tilde{u}_t^2 + \frac{u_e^2}{N} + \frac{u_s^2}{N} \quad (3)$$

となる。

4) 原因追求型評価と原因不問型評価

榎原氏は、不確かさの評価方法を次のように分類している。

(I) 原因追求型評価

試料が経時変化をしたり、温度の影響を受けたりする場合に、人為的に経時変化や温度変化を制御しその影響を実験的に求め実験式から感度係数を求める。また温度や時間の不確かさをAタイプ又はBタイプで求め、感度係数を乗じて測定量単位の標準不確かさを求める。

例えば、レミコンは工場出荷から荷卸し地点まで90分以内で運搬することになっている。年間の温度変動を、 $20 \pm 15^\circ\text{C}$ 程度の正弦波とする。運搬時間の変動は矩形分布、年間の温度変動はU字分布と仮定すると、運搬時間標準不確かさは、 $45/\sqrt{3}$ (分)、年間の温度の標準不確かさは、 $15/\sqrt{2}$ ($^\circ\text{C}$) とすることでBタイプ評価ができる。冬季に限定す

る場合には、地域によるが、 $5 \pm 10^{\circ}\text{C}$ と経験的に仮定することができる。

(II) 原因不問型 (要因が分解できる場合)

例えば、試験者、試験機、試験日の違いなどによって測定値がばらつくことはわかっているが、ばらつきの真の物理的原因が何か追求しない (あるいは追求してもわからない) という立場で評価する。ばらつきに寄与する可能性がある要因をできるだけ広くとりあげ、統計的な実験計画にもとづく実験を行い、分散分析を行って成分毎の不確かさを分離して評価する。

(III) 原因不問型 (要因が分解できない場合)

レミコンの特性の時間変化の影響をできるだけ避けるためにバッチごとに複数の試験者が一斉に試料を採取して試験を行う。この場合、試料の採取、器具、試料の処理 (レミコンの充填、突き方)、試験者、試験操作等がばらつきの要因となり得るが、ばらつきの要因毎に不確かさを分解しない。さらに「原因不問」に徹した方法といえる。バッチ間及び試験者間については標準偏差を計算することで標準不確かさが求まるが、その他の要因はすべて不問に伏すやり方で、スランプや空気量の測定の不確かさ推定はこの部類になる。

c) JIS A 5308 の試験における測定の不確かさについて (調査研究の概要)

1) はじめに

JIS A 5308 (レディーミクストコンクリート) に規定されるコンクリートは、工場生産され、所定の地点まで規定時間内 (1.5 時間) に運搬され、荷卸しされる。このコンクリートの品質は、荷卸し地点での強度、スランプ又はスランプフロー、空気量及び塩化物含有量を試験してその結果から判断している。

これらのコンクリートの試験が荷卸し地点でどの程度の「測定の不確かさ」を有するかを調査することは、コンクリートの品質を判断する上で重要なことと考えられる。

JIS A 5308 (レディーミクストコンクリート) によれば、レディーミクストコンクリートの種類は、「普通コンクリート、軽量コンクリート、舗装コンクリート及び高強度コンクリート」に区分し、粗骨材の最大寸法、スランプ又はスランプフロー、及び呼び強度を組み合わせた表 2.2.1-1 に示す○印とする。なお、購入者は、生産者と協議のうえ下記に示す a) ~d) の事項を指定する。また、e) ~q) の事項を必要に応じて指定することができる。ただし、a) ~h) については、この規格で規定している範囲で指定する。」と規定している。

表 2.2. 1-1 レディーミクストコンクリートの種類

コンクリートの種類	粗骨材の最大寸法 mm	スランブ又はスランブフロー ⁽³⁾ cm	呼び強度														
			18	21	24	27	30	33	36	40	42	45	50	55	60	曲げ 4.5	
普通コンクリート	20,25	8,10,12,15,18	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	-	-	-	-
		21	-	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	-	-	-	-
	40	5,8,10,12,15	○	○	○	○	○	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
軽量コンクリート	15	8,10,12,15,18,21	○	○	○	○	○	○	○	○	-	-	-	-	-	-	
舗装コンクリート	20,25,40	2.5,6.5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	○	
高強度コンクリート	20,25	10,15,18	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	○	-	-	-	
		50,60	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	○	○	○	-	

- a) セメントの種類
- b) 骨材の種類
- c) 粗骨材の最大寸法
- d) アルカリシリカ反応抑制対策の方法
- e) 骨材のアルカリシリカ反応性による区分
- f) 水の区分
- g) 混和材料の種類及び使用量
- h) 塩化物含有量が塩化物イオン量として上限値(0.30kg/m³以下)と異なる場合は、その上限値
- i) 呼び強度を保証する材齢
- j) 表4に定める空気量と異なる場合は、その上限値
- k) 軽量コンクリートの場合は、軽量コンクリートの単位容積質量
- l) コンクリートの最高又は最低温度
- m) 水セメント比の上限値
- n) 単位水量の上限値
- o) 単位セメント量の下限值又は上限値
- p) 流動化コンクリートの場合は、流動化する前のレディーミクストコンクリートからのスランブの増大量
- q) その他必要な事項

以上のように、レディーミクストコンクリートの種類は非常に多い。

このようなレディーミクストコンクリートの「測定の不確かさ」を考える場合、レディーミクストコンクリートの種類の他に、使用材料の品質、コンクリートの調合、コンクリートの製造方法、製造時・運搬時の環境条件、試験時の環境条件等も考慮する必要があると考えられる。

図 2.2. 1-1 及び図 2.2. 1-2 にスランブ及び空気量試験の測定の不確かさに影響する特性要因図を示した。これらの試験項目の測定の不確かさを求めるためには、①「装置・器具」、②「試験環境条件」、③「試料の特性」、④「試験方

法」, ⑤「試験者」⑥「繰り返し」の影響を明らかにしなければならない。更に詳しく, スランプ試験における要因を取り上げてみれば①「装置・器具」に関しては, スランプコーンの寸法, 突き棒の寸法, 水平台の水平度, 平板の寸法, スランプゲージの分解能等が挙げられる。また, ④「試験方法」に関しては, 試料のサンプリング, 試料の詰め方, 突き棒の突き方, スランプコーンの引き上げ方等が挙げられる。

これらの要因を全て取り上げて「測定の不確かさ」を算出するには, 「コンクリートの標準試料の開発」と「標準試料を用いた膨大な実験データ」が必要となるが現実には, コンクリートの標準試料は未開発であり, これを用いた実験データを得ることは現在のところ不可能である。

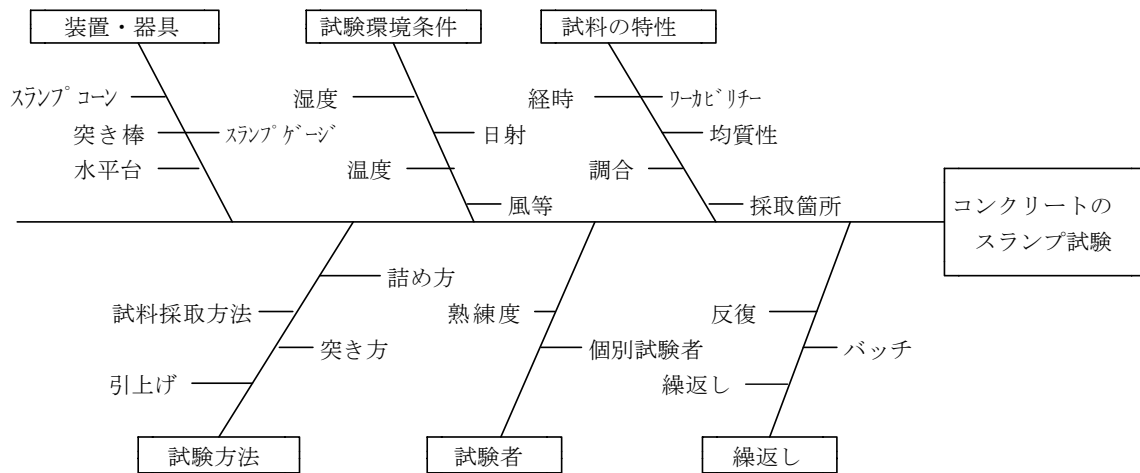


図 2.2.1-1 コンクリートのスランプ試験における特性要因図

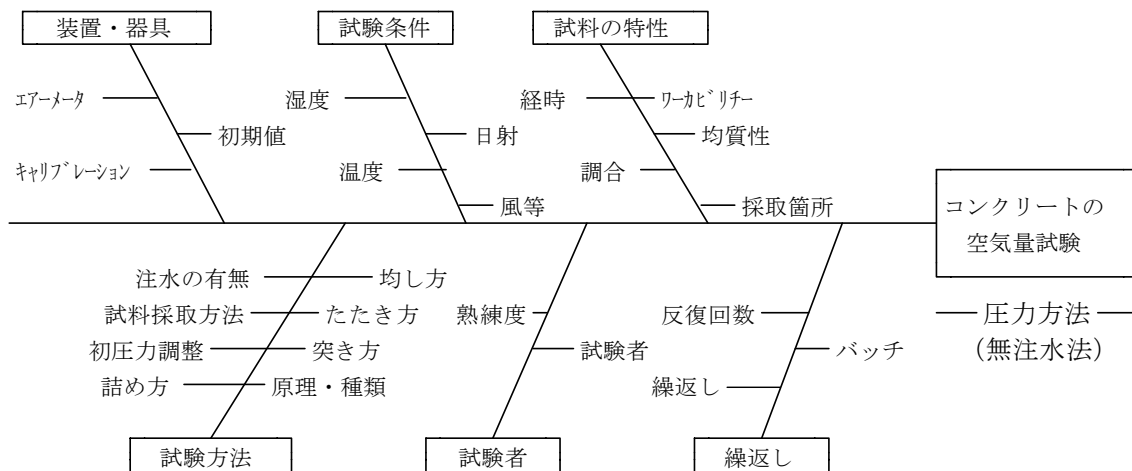


図 2.2.1-2 コンクリートの空気量試験における特性要因図

2) 今回の調査内容

JIS A 5308 に規定されたレディーミクストの測定の不確かさ検討する場合、考慮すべき要因は、沢山あり、これらを全て考慮した実験検討は不可能であると考えられることから、本調査では、下記事項を方針として掲げ、実験検討等を実施することとした。

- ①調査対象試験項目としては、スランプ、空気量及び塩化物含有量とする。
- ②スランプ及び空気量については、不確かさ算出を目的とした実験検討を行う。
- ③塩化物含有量については、技能試験試料の開発を目的とした実験検討を行う。
- ④上記の実験検討は、実験室実験を対象として行う。
- ⑤スランプ及び空気量に関しては、関連する実験データを用いた統計解析を参考として実施する。

2.1) スランプ及び空気量試験

コンクリートのスランプ試験及び空気量試験は、その調査対象として JIS A 5308 (レディーミクストコンクリート) 9.3 スランプ及び 9.5 空気量の測定の不確かさに関する考え方(測定に及ぼす要因, 不確かさの要因として判定, タイプ別等) を纏める。

試験方法は、JIS A 1101 (コンクリートのスランプ試験方法) 及び JIS A 1128 (フレッシュコンクリートの空気量の圧力による試験方法 (空気室圧力方法)) を対象とする。

また、JIS A 6204 (コンクリート用化学混和剤) に規定する基準コンクリートを対象としてスランプ試験及び空気量試験を実施した結果を報告する。

ここで、基準コンクリートを用いた理由を記すと次のようである。

JIS A 5308 (レディーミクストコンクリート) の空気量は、特に指定がない場合、4.5%又は5.0%とするのが一般的である。コンクリートに空気を連行するためには、化学混和剤を添加する必要があるが、化学混和剤には種類が多く、且つ、種類銘柄によって品質性能が異なることから、これらの影響を排除してより均質性の高いコンクリートということから基準コンクリート (空気量は1%程度) を使用することとした。

2.2) 塩化物量試験における技能試験用試料の開発調査

JIS A 5308 (レディーミクストコンクリート) 9.6 に規定されている塩化物含有量試験 (制度が確認された塩分含有量測定器) について、測定の不確かさに影響を及ぼす要因を抽出する。

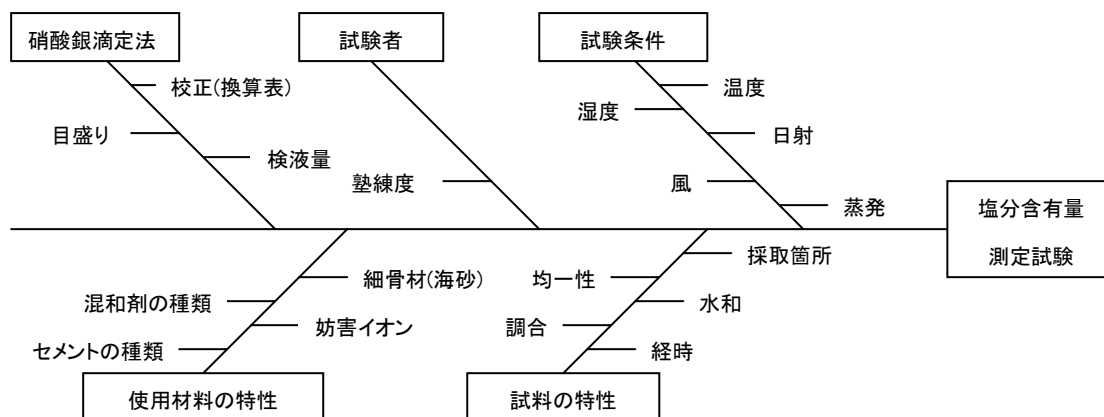


図 2.2.1-3 塩化物含有量試験における特性要因図
(硝酸銀滴定法の場合)

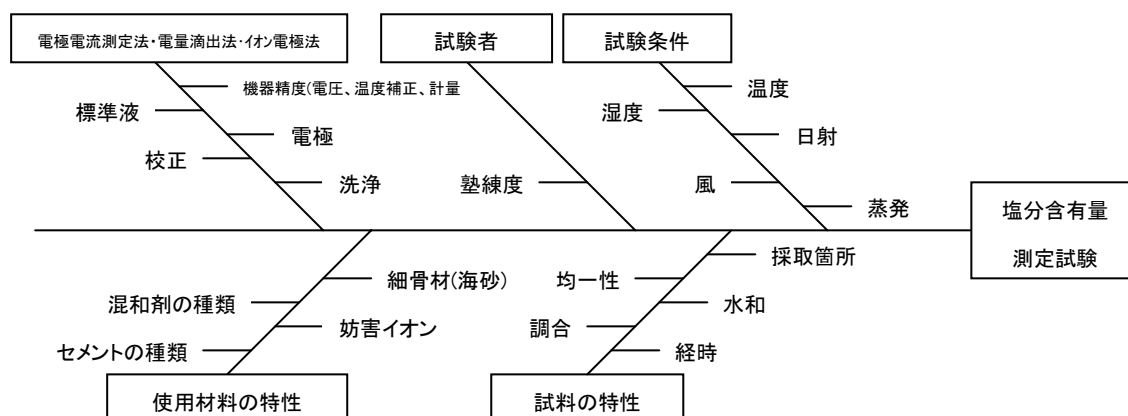


図 2.2.1-4 塩化物含有量試験における特性要因図
(電極電流測定法，電量滴定法，イオン電極法の場合)

- ①精度が確認された塩分含有量測定器を用いる方法（通常，荷下ろし現場等で実施されている方法）
- ②技能試験用試料の開発方法の提案及び技能試験用試料の不確かさに関する実験を行い，具体的な不確かさの見積もりを行う。

ZKT-301（塩分含有量測定器の検査方法）に従って作製した塩化物含有量測定器の検査用試料溶液について，JIS A 1144（フレッシュコンクリート中の水の塩化物イオン濃度試験方法）に規定される試験方法に従って塩化物イオン濃度を測定する際の不確かさを求める実験を行う。なお，塩化物イオン濃度の分析方法は JIS A 1144 に規定されているイオンクロマトグラフ法（JIS K 0127），電位差滴定方法（JIS K 0101）の 2 方法とした。

3) 既往のデータに関する調査

2002年1月から2004年2月までに開催された「一般コンクリート採取技能者検定」における試験データ（コンクリートの種類：普通コンクリート）対象に以下の解析を行った。

- ①スランプ及び空気量の偏差の分布
- ②スランプ及び空気量の偏差の変動
- ③スランプ及び空気量の経時変化について

2.2.2 コンクリートのスランプ試験における測定の不確かさ

a) スランプ試験における測定の不確かさの推定

1) 測定の不確かさの要因について

コンクリートのスランプ試験における測定結果（スランプ値）に影響する要因は様々なものがある。コンクリートのスランプ試験における特性要因を図 2.2.2-1 に示す。

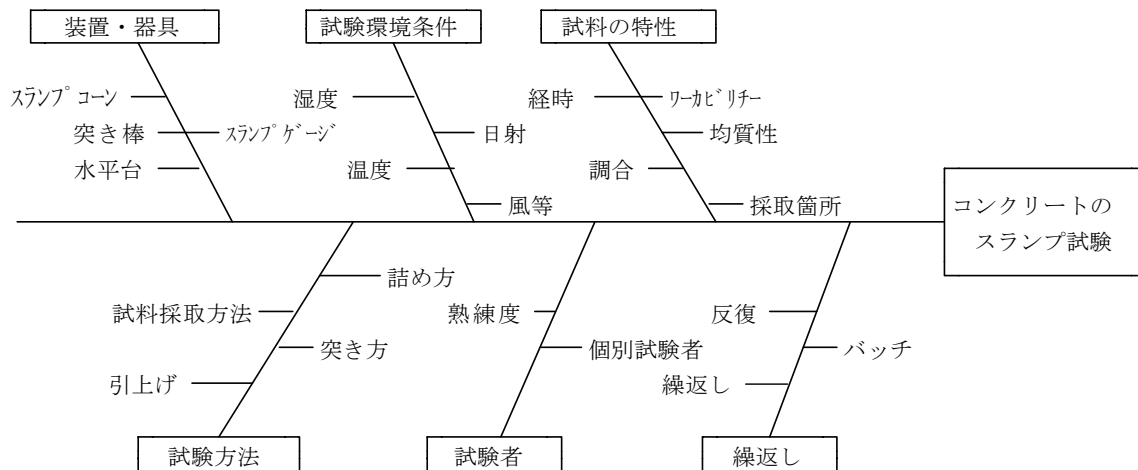


図 2.2.2-1 コンクリートのスランプ試験における特性要因図

特性要因図から、一見、Aタイプ評価（統計的方法）により不確かさ成分を簡単に定量化することができるように見えるが、様々な要因を実験的に検証することは、膨大な実験の組合せが必要となり時間及び費用がかかることもさることながら、フレッシュコンクリートという物理的特性からも非常に困難である。また、推定を行う対象は「スランプ値（製造なども含む）の不確かさ」ではなく、「スランプ試験における測定の不確かさ」であり、要因の特定に注意をしなければ不確かさの値が過大となる恐れがある。これは破壊試験等における不確かさ推定時の「試料のばらつき」の考慮と同じ問題である。

さらに、「試験環境条件」や「試料の特性」は、コンクリートの打設時期、現場の状況、コンクリート工場の特性及びコンクリートの種類などスランプ値に大きく影響を及ぼす因子であることは間違いないが、測定の不確かさの要因とすることが適切であるとは言い難い。特にフレッシュコンクリートは、練り混ぜ後、日射・温度上昇による水分の蒸発・硬化促進などの環境の影響や時間の経過とともにそのフレッシュ性状が変化（経時変化）する。これは、測定値そのものが変わることになり、言い換えると、測定値の誤差を遙かに超える値になることは経験上予想できる。

そこで、本調査研究での「スランプ試験における測定の不確かさ」の推定では、「試験環境条件」及び「試料の特性」を不確かさの要因の対象から除外し、別項目で検討することとした。

2) 測定の不確かさの推定手法

スランプ試験における測定の不確かさの要因，評価タイプ及び推定手法を表 2.2.2-1 に示す。また，表 2.2.2-1 に示した各区分①～⑥について以下にその内容と推定手法を述べる。

表 2.2.2-1 スランプ試験における測定の不確かさの要因・評価タイプ及び推定手法

スランプ試験に影響する要因				評 価 タイプ	推 定 手 法	
番号	区 分	要 因	内 容			
①	装置・器具	スランプ°コーン	材質，寸法，抵抗性	A	実験の結果から分散分析を行い，標準不確かさを求める（⑤試験者の要因に含め評価する）。	
		突 き 棒	寸法（径），形状			
		水 平 台	水平度			
		平 板	寸法（厚さ），抵抗性			
		スランプ°ゲージ	標準器	A・B		スランプゲージの校正による標準不確かさとして実験等により求める。
			目盛りの分解能	B		
校正者，繰返し	A					
②	試験環境条件	温 度	水分の蒸発，経時変化	—	推定対象要因から除外する。 （別項目で検討）	
		湿 度				
		日 射				
		風 等				
③	試料の特性	ワーカビリティー	作業性，均一性， 経時変化	—	推定対象要因から除外する。 （別項目で検討）	
		均 質 性				
		採 取 箇 所				
		経 時				
		調 合				
④	試験方法	試料採取	サンプリング	A	実験の結果から分散分析を行い，標準不確かさを求める（⑤試験者の要因に含め評価する）。	
		詰 め 方	スランプの形状に影響 が大きい。			
		突 き 方				
		均 し 方				
		コーンの引き上げ				
		数値の丸め方	分解能	B	矩形分布	
⑤	試験者	熟 練 度	経験年数，技術力	A	実験の結果から分散分析を行い，標準不確かさを求める。	
		試 験 者	測定者（人）			
⑥	繰 返 し	反 復 誤 差	バッチ	A	実験の結果から分散分析を行い，標準不確かさを求める。	
		繰 返 し 誤 差	—	A		

①装置・器具

a. 試験器具（スランプコーン，平板，突き棒など）

コンクリートのスランプ試験に用いる試験器具は，その仕様や寸法が JIS A 1101（コンクリートのスランプ試験方法）により定められているが，許容差・精度の規定はない。試験器具の中でもスランプコーン（図 2.2.2-2）や突き棒は使用頻度により摩耗などで寸法が変わりスランプ値に影響をあたえると考えられる。試験器具の精度等においてスランプ値に影響を与えると考えられるものを以下に示す。

- ・スランプコーンの高さの精度，コーン内側の摩擦抵抗
- ・平板の平面度や摩擦抵抗の違い
- ・突き棒の直径

しかし，これらの個々の不確かさの推定は，フレッシュコンクリートの性質から大変難しいと考えられること，また，経験上それらの器具が測定の結果に大きく影響するとは考えられないため，器具について個別に不確かさの推定を行わないこととした。そこで，「試験器具の違い」という要因としてひとくくりに考え，複数の試験器具を用意して実験を行い，後述の試験方法や試験者とそれら器具を含めて測定の不確かさを求めることとした。

また，スランプコーンの高さの精度は，定期点検あるいは日常使用時の点検内容により確認できるため，定期点検でスランプコーンの高さをノギスで測定し，取り決めた許容差（ISO では $\pm 2\text{mm}$ ，JIS には規定値がない）を超えたら廃棄する等の管理を行えば，Bタイプ評価とすることが可能である。

b. 測定器（スランプゲージ）

コンクリートのスランプ測定にはスランプゲージ（写真 2.2.2-1）を使用するのが一般的である。しかし，JIS A 1101（コンクリートのスランプ試験方法）には，仕様及び精度について何ら規定がない。これも試験器具のように定期点検あるいは日常使用時の点検内容を具体的に定め，ゲージの精度が測定値に



写真 2.2.2-1 スランプゲージの1例

影響ない範囲の許容差を定めることによりBタイプ評価が可能であると考えられる。本調査研究では，ある一定の高さを持つ標準試料（テストピース）を用いて，スランプゲージの校正を行い，「スランプゲージの標準不確かさ」

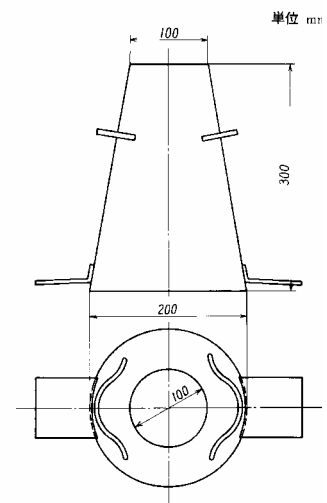


図 2.2.2-2 スランプコーン

を実験的に求めることとした。(Aタイプ評価)

②試験環境条件(湿度, 温度, 日射, 風等)

環境条件はスランプの測定値に大きな影響を与える要因ではあるが, 前項(1)測定の不確かさの要因について)で述べたように本調査研究においては「測定の不確かさ」の要因から除外することとした。

③試料の特性(ワーカビリティ, 均質性, 採取箇所, 経時, 調合)

試料の特性についても, 使用材料の物性等によりスランプ値に大きな影響を与える要因ではあるが, ②と同様に「測定の不確かさ」の要因から除外することとした。

④試験方法

a. 試料の採取方法(採取箇所, 均質性, 量)

レディーミクストコンクリートの試料を採取する場合, 採取箇所によりバラツキが生じないように試料を採取する必要がある。試料の採取方法としては, JIS A 1115(フレッシュコンクリートの試料採取方法)に, コンクリートミキサ, トラックアジテータ, コンクリートポンプ, ホッパなどからの分取試料の採取方法が個別に定められている。

しかし, トラックアジテータ内のコンクリートにおいても, 必ずしも品質が均一でない場合もあり, 採取箇所, 均質性が測定時の試験結果に及ぼす影響を実験により検証する必要がある。また, 試料の量が結果に影響を与える場合も考えられる。トラックアジテータからの採取方法による標準不確かさを求める際の因子[水準]を以下に示す。

- ・トラックアジテータ[大型車, 小型車]
- ・分取方法[3回採り, 高速かくはん後の1回採り]
- ・採取箇所(上記をどのタイミングで採るか)[試験者]
- ・試料の量[$20\text{ l} \leq \text{試料の量} \leq \text{必要量} + (5\text{ l} \sim 20\text{ l})$]

なお, ミキサ及びアジテータにおける均質性・練り混ぜ性能の確認は, JIS A 1119(ミキサで混ぜたコンクリート中のモルタルの差及び粗骨材量の差の試験方法)及びJIS A 8603(コンクリートミキサ)に従って行うことができる。

しかし, 本調査研究においては, これらサンプリングについての影響要因の検証は, 膨大な組合せを要するため行わなかった。尚, 共通試験では, 1バッチのコンクリート(100l)が均一であると仮定し, ⑤試験者の要因に含めて測定の不確かさを求めることとした。

b. 試験作業(コンクリートの詰め方, 突き方, 均し方, コーンの引き上げ)

JIS A 1101(コンクリートのスランプ試験方法)に従って実施したとしても, 試験者の熟練度や技量にスランプの値は大きく影響される。試験作業においてスランプ値に影響を与えると考えられる要因を以下に示す。()内はJISの規定である。

- ・詰め方[各層の量の違い(各層等しい量), 時間]
- ・突き方[突き数(25回), 強さ, 深さ, 早さ, 角度]

- ・均し方 [度合い]
- ・コーンの引き上げ [引き上げ時間(2~3秒), 角度, 力加減]
- ・試験作業時間 [詰め始めから引き上げまでの時間による経時変化(3分以内)]

これらの項目も独立した個々の要因として分離して不確かさを求めることは現実的ではないため、後述の⑤試験者の要因に含め測定の不確かさを求めることとした。

c. 数値の丸め方

有効数字の丸め方による標準不確かさを推定する。

JIS A 1101 では、スランプの値は 0.5cm 単位で表示することになっている。通常、スランプゲージは 0.1cm 刻みの目盛りがついており、0.1cm 単位で読みとった値を二捨三入及び七捨八入により 0.5cm に丸める。この丸めは、切り上げ及び切り捨てがおおよそ 1/2 の確率となり、測定値幅 0.5cm (±0.25cm) の範囲の一様分布(矩形分布)と仮定できることから、計算により標準不確かさを求めることとした。(Bタイプ評価)

⑤試験者(熟練度, 個別試験者)

測定の不確かさにおいて測定者(本調査研究では個別試験者)の要因は必然である。スランプ試験においては、試験作業の違いだけでなく、試験器具及び測定器の扱い方や、スランプの測定位置の判断(図 2.2.2-3)など試験者による要因が及ぼす影響はかなり大きいことが予想される。経験年数の違う試験者及び試験器具及び測定器を複数集めて、同時に共通試験を行い、実験結果から「①装置・器具の a. 試験器具」及び「④試験方法の b. 試験作業」を試験者に含めた「試験者の違いによる標準不確かさ」を求めることとした。(Aタイプ評価)

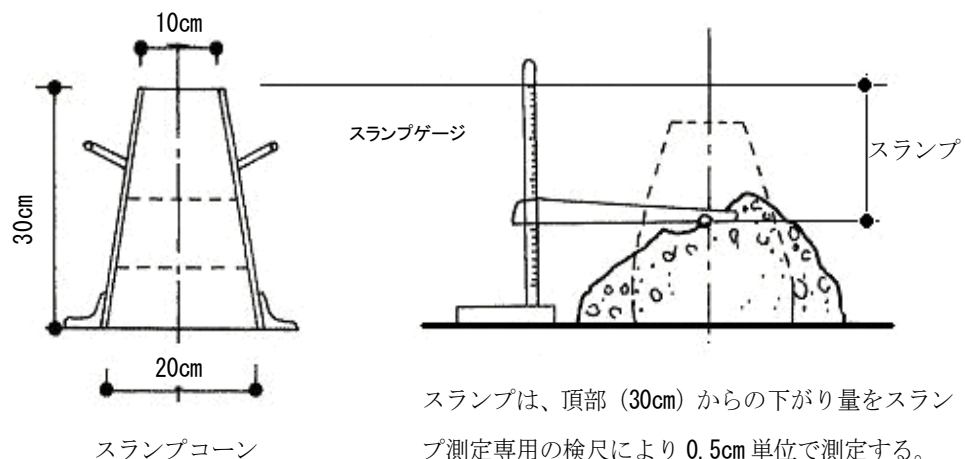


図 2.2.2-3 スランプの測定

⑥反復(バッチ, 反復誤差, 繰返し誤差)

測定の不確かさには、ロットやバッチの違い、また、同一試料から複数回測

定を実施する等の反復（各条件の交互作用を含んだ再現性）あるいは繰返し誤差の成分も含まれる。しかし、コンクリートのスランプ試験においては、フレッシュコンクリートの物理特性により、また経時変化等による品質の変化が生じるため、通常の物理状態が変化しない試料のように同一試料で繰返し・反復試験を行い、測定値（数値）を検証することはできない。例えば、同バッチの試料を同一試料と仮定し、同一試験者・試験器具で繰返し試験を行っても、試料の違い（サンプリング時の誤差）や経時変化により、純粋な繰返し測定とは異なる。

本調査研究では、同一の調合・練混ぜ方法により作製された試料を、複数のバッチ、複数の試験者により各バッチ1回のみの測定として実験を行い、その結果から、バッチ間による要因を反復誤差要因として求めた。（Aタイプ評価）

3) 標準不確かさの推定

スランプ試験の測定における標準不確かさの推定を、2)で記した推定要因の中から次の項目について実験検討を行い、要因の抽出、分散分析を行い、標準不確かさを推定した。

- ・装置及び器具（スランプゲージ）〔区分①〕
- ・試験者〔区分⑤〕
- ・反復及び繰返し〔区分⑥〕
- ・数値の丸め方〔区分④〕

装置及び器具については、スランプゲージの校正による不確かさに係わる要因を抽出し、実験検討を行った。スランプゲージの校正実験の結果から各要因の標準不確かさを求め、スランプゲージの標準不確かさとした。スランプゲージの標準不確かさの詳細は、3.1)スランプゲージの標準不確かさに記した。

また、試験者、反復及び数値の丸め方についての標準不確かさの推定については、JIS A 6204 の基準コンクリートを用いて実験を行い、その結果から各要因の標準不確かさを推定した。これらの要因についての標準不確かさの詳細は、3.2)試験者、反復及び数値の丸め方の標準不確かさに記した。

3.1) スランプゲージの標準不確かさ

①要因の特定

スランプゲージの不確かさに係わる要因、確率分布及び評価タイプを表 2.2.2-2 に示す。

表 2.2.2-2 要因, 確率分布及び評価タイプ

番号	区 分	要 因	記号	確率分布	評 価タイプ
①	装置・器具 (スランプゲージ)	標準器の校正	u_{sg1}	矩形	A・B
		分解能	u_{sg2}	矩形	B
		ゲージの種類	u_{sg3}	正規	A
		校正者	u_{sg4}	正規	A
		反復・交互作用	u_{sg5}	正規	A
		繰返し	u_{sge}	正規	A

②実験内容

ア) 標準器

スランプゲージの不確かさを求めるにあたり、まず、スランプゲージを校正する為の標準器を用意する必要がある。この標準器を、10×10×15cmの直方体のコンクリートブロックとした。これは、JIS A 1132（コンクリートの強度試験用供試体の作り方）に従って作製された曲げ強度試験のための供試体（10×10×40cm）を、長さ方向に15cmにカット及び整形したものである。さらに、校正されているノギスにより、長さ方

向の両端面の中心点の距離を測定して、この値を標準器の長さとした。

この標準器を20回測定した結果、平均は15.00cm、標準偏差は0.002cmとなり、この標準偏差をノギスの測定の標準不確かさとする。また、使用したノギスは、校正証明書の拡張不確かさ(k=2)の値が0.007cmとなっていることから、ノギスの標準不確かさを求め、ノギスの測定の標準不確かさと合成して標準器の標準不確かさを求めることができる。

標準器の標準不確かさを計算すると0.004cmとなるが、このような小さな値はスランプ試験の有効数字等から考えると無視できる値である。しかし、標準器の端面の精度やノギスの精度によっては、標準不確かさが大きくなる場合もあるので注意しなければならない。

イ) 分解能

通常、スランプゲージの目盛りは、0.1cm刻みであるため、測定幅0.1cm(±0.05cm)の範囲の一様分布(矩形分布)と仮定し、計算により標準不確かさを求めることとした。(Bタイプ評価)

ウ) スランプゲージの校正

実験は、標準器をスランプ板(水平で水密性の高い鋼製の板)の上に長さ方向が垂直となるようにセットし、スランプゲージを2台、測定者3人及び繰返し回数を10回として測定を行った。

実験の因子及び水準を表2.2.2-3に示す。

表 2.2.2-3 実験の因子及び水準

因子	水準	水準数
ゲージの種類	a, b	2
校正者	A, B, C	3

③スランプゲージの校正結果

校正結果を表 2.2.2-4 に示す。

表 2.2.2-4 スランプゲージの校正結果

項目		校正者			平均
		A	B	C	
スランプゲージ	a	15.0	15.1	15.1	15.07
		15.0	15.1	15.1	
		15.0	15.1	15.1	
		15.0	15.1	15.1	
		15.0	15.1	15.1	
		15.0	15.1	15.1	
		15.1	15.1	15.0	
		15.0	15.1	15.1	
		15.1	15.1	15.1	
		15.0	15.1	15.1	
	b	14.7	15.0	15.1	14.94
		14.8	15.0	15.1	
		14.8	14.8	15.1	
		14.8	15.0	15.1	
		14.8	15.0	15.1	
		14.7	15.0	15.1	
		14.7	15.0	15.1	
		14.7	14.9	15.1	
		14.8	15.0	15.0	
14.8	15.0	15.1			
平均	14.89	15.04	15.09	15.01	

④分散分析

分散分析結果を表 2.2.2-5.1 に示す。

表 2.2.2-5.1 分散分析表

変動要因	変動	自由度	分散	分散比	分散の期待値
ゲージの種類	0.253	1	0.253	138.27	$\sigma_{sge}^2 + 30 \sigma_{sg3}^2$
校正者	0.427	2	0.213	116.45	$\sigma_{sge}^2 + 20 \sigma_{sg4}^2$
反復・交互作用	0.169	2	0.084	46.09	$\sigma_{sge}^2 + 10 \sigma_{sg5}^2$
繰返し誤差	0.099	54	0.002		σ_{sge}^2
合計	0.948	59			

ここでいう反復・交互作用とは、ゲージや校正者などの条件が替わる際の変化に生じるバラツキの成分である。表 2.2.2-5.1 から、反復・交互作用の分散値は、繰返し誤差（残差）に対して有意ではあるが、他の要因に比べると小さいため、繰返し誤差と一緒にして評価することとした。

反復・交互作用要因を繰返し誤差要因にプーリングした分散分析結果を表 2.2.2-5.2 に示す。

表 2.2.2-5.2 分散分析表(プーリング後)

変動要因	変動	自由度	分散	分散比	分散の期待値
ゲージの種類	0.253	1	0.253	52.97	$\sigma_{sge}^2 + 30 \sigma_{sg3}^2$
校正者	0.427	2	0.213	44.61	$\sigma_{sge}^2 + 20 \sigma_{sg4}^2$
繰返し誤差	0.268	56	0.005		σ_{sge}^2
合計	0.948	59			

分散の期待値から標準不確かさ ($u_{sg3} = \sigma_{sg3}$, $u_{sg4} = \sigma_{sg4}$, $u_{sge} = \sigma_{sge}$) を求める。

分散の期待値から σ の求め方の一例（ゲージの種類の要因の場合）

$$V_{sg3} = \sigma_{sge}^2 + 30 \sigma_{sg3}^2$$

$$\sigma_{sg3} = \sqrt{(V_{sg3} - \sigma_{sge}^2) / 30} = \sqrt{(0.253 - 0.005) / 30} = 0.09$$

⑤標準不確かさ

スランプゲージの校正の結果から求められた標準不確かさを表 2.2.2-6 に示す。

表 2.2.2-6 標準不確かさ(スランプゲージ)

記号	不確かさの要因	値 (cm)	確率 分布	除数	標準不確かさ (cm)	評価 タイプ
u_{sg1}	標準器の校正	0.004	正規	1	0.004	A・B
u_{sg2}	分解能	0.1	矩形	$2\sqrt{3}$	0.03	B
u_{sg3}	スランプゲージの種類 (σ_{sg3})	0.09	正規	1	0.09	A
u_{sg4}	校正者 (σ_{sg4})	0.10	正規	1	0.10	A
u_{sge}	繰返し誤差 (σ_{sge})	0.07	正規	1	0.07	A

3.2) 試験者，反復及び数値の丸め方の標準不確かさ

①要因の特定

この実験では，試験者の違いによる要因，反復による要因及び数値の丸め方による要因の標準不確かさを求めた。各区分における要因，確率分布及び評価タイプを表 2.2.2-7 に示す。

表 2.2.2-7 要因，確率分布及び評価タイプ

番号	区 分	要 因	記号	確率分布	評価タイプ
⑤	試 験 者	スランプリーン	u_{sm}	正規	A
		突き棒			
		水平台			
		平板			
		試料採取			
		詰め方			
		突き方			
		均し方			
		コーンの引き上げ			
		熟練度			
		試験者			
⑥	繰 返 し	反復・バッチ	u_{sb}	正規	A
		繰返し誤差	u_{se}	正規	A
④	試験方法	数値の丸め方	u_{sa}	矩形	B

注) 番号は，2) 測定の不確かさの推定手法で示した区分番号とした。

②実験内容

実験の因子及び水準を表 2.2.2-8 に示す。

実験は，JIS A 6204 (コンクリート用化学混和剤) の基準コンクリート (単位セメント量：320kg/m³，目標スランプ 18cm) を対象として，コンクリートのスランプ試験を行った。

1 バッチのコンクリートの練混ぜ量は，100ℓとし，8名 (試験器具・測定器も8セット) の試験者が同時にスランプ試験を行い，これを10バッチ実施した (10回の反復)。試験者は，コンクリートの試験業務に従事している年数が5年以上の技術者を対象とした。なお，試験者の違いによる要因と数値の丸め方による要因の標準不確かさを分離するため，スランプの測定は0.1cm単位とした。

表 2.2.2-8 実験の因子及び水準

因 子	水 準	水準数
試 験 者	A~H	8
バ ッ チ	1~10	10

③スランプの測定結果

JIS A 6204 の基準コンクリートを用いてスランプを測定した結果を表 2.2.2-9 に示す。

表 2.2.2-9 スランプの測定結果 (cm)

バッチ	試験者								平均	標準 偏差	変動 係数 (%)
	A	B	C	D	E	F	G	H			
1	16.0	18.0	16.6	16.5	17.5	18.0	16.5	17.0	17.01	0.747	4.39
2	16.5	18.2	17.3	18.5	17.8	16.0	18.7	17.5	17.56	0.947	5.39
3	18.0	18.9	17.9	18.0	18.0	18.0	17.2	18.5	18.06	0.490	2.71
4	18.1	18.6	17.0	17.7	16.5	18.5	18.0	18.0	17.80	0.721	4.05
5	17.5	19.2	18.5	18.3	18.1	18.0	19.6	19.0	18.53	0.696	3.76
6	17.6	19.3	17.7	18.7	18.9	17.7	18.0	18.0	18.24	0.641	3.52
7	17.5	19.2	18.2	19.0	17.9	18.6	20.3	19.0	18.71	0.872	4.66
8	16.3	18.9	18.6	16.0	16.1	18.1	20.1	18.5	17.83	1.516	8.51
9	17.8	19.8	19.3	18.4	18.1	20.0	17.6	19.5	18.81	0.946	5.03
10	18.0	20.1	19.8	18.1	17.8	17.5	19.6	18.5	18.68	1.008	5.40
平均	17.33	19.02	18.09	17.92	17.67	18.04	18.56	18.35	18.12	-	-
標準偏差	0.772	0.653	1.003	0.959	0.812	0.997	1.301	0.747	-	1.012	-
変動係数 (%)	4.45	3.43	5.54	5.35	4.60	5.53	7.01	4.07	-	-	5.59

④分散分析

分散分析結果を表 2.2.2-10 に示す。

表 2.2.2-10 分散分析表

変動要因	変動	自由度	分散	分散比	分散の期待値
反復(バッチ間)	24.372	9	2.708	4.58	$\sigma_e^2 + 8\sigma_b^2$
試験者間	19.304	7	2.758	4.66	$\sigma_e^2 + 10\sigma_m^2$
繰返し誤差	37.284	63	0.592		σ_e^2
合計	80.960	79			

分散の期待値から標準不確かさ ($u_{sm} = \sigma_m$, $u_{sb} = \sigma_b$, $u_{se} = \sigma_e$) を求める。

分散の期待値から σ の求め方の一例 (試験者間の要因の場合)

$$V_m = \sigma_e^2 + 10\sigma_m^2$$

$$\sigma_m = \sqrt{(V_m - \sigma_e^2)/10} = \sqrt{(2.758 - 0.592)/10} = 0.47$$

⑤標準不確かさ

要因ごとの標準不確かさを表 2.2.2-11 に示す。

表 2.2.2-11 要因ごとの標準不確かさ

記号	不確かさの要因	値 (cm)	確率 分布	除数	標準 不確かさ (cm)	評価 タイプ
u_{sm}	試験者の違い (σ_m)	0.47	正規	1	0.47	A
u_{sb}	反復・バッチ間 (σ_b)	0.51	正規	1	0.51	A
u_{se}	繰返し誤差 (σ_e)	0.77	正規	1	0.77	A
u_{sa}	数値の丸め方	0.5	矩形	$2\sqrt{3}$	0.14	B

4) バジェットシート

3) で求めた各要因の標準不確かさから、合成標準不確かさ u_s 及び拡張不確かさ U_s を求め、バジェットシートにまとめたものを表 2.2.2-12 に示す。

合成標準不確かさ

$$u_s = \sqrt{(u_{sg1}^2 + u_{sg2}^2 + u_{sg3}^2 + u_{sg4}^2 + u_{sge}^2 + u_{sm}^2 + u_{sb}^2 + u_{se}^2 + u_{sa}^2)}$$

拡張標準不確かさ (包含係数 k を 2 とする。)

$$U_s = u_s \times k$$

表 2.2.2-12 バジェットシート(スランブ試験)

不確かさの要因		記号	値 (cm)	確率 分布	除数	標準不確かさ (cm)	評価 タイプ
スランブゲージ	標準器の校正	u_{sg1}	0.004	正規	1	0.004	A・B
	分解能	u_{sg2}	0.1	矩形	$2\sqrt{3}$	0.03	B
	ゲージの種類	u_{sg3}	0.09	正規	1	0.09	A
	校正者	u_{sg4}	0.10	正規	1	0.10	A
	繰返し誤差	u_{sge}	0.07	正規	1	0.07	A
試験者の違い	採取方法	—	—	—	—	(検証せず)	—
	装置・器具	u_{sm}	0.47	正規	1	0.47	A
	試験方法						
	試験者						
反復(バッチ間)	u_{sb}	0.51	正規	1	0.51	A	
繰返し誤差	u_{se}	0.77	正規	1	0.77	A	
数値の丸め方	u_{sa}	0.5	矩形	$2\sqrt{3}$	0.14	B	
合成標準不確かさ	u_s	—	—	—	1.06	—	
拡張不確かさ ($k=2$)	U_s	—	—	—	2.12	—	

b) 実験及び既往のデータからの解析

スランプ試験における測定の不確かさを推定するための要因として取り上げたもので、その影響要因が大きい項目は、試験者及びバッチによる繰返し（反復）である。測定の不確かさの推定方法でも記したように、要因の中には本調査研究で推定対象から除外した要因もある。これらの除外した推定要因は、コンクリートのフレッシュ性状に及ぼす影響が大きく、また、コンクリートの特性であるフレッシュコンクリート時の物理的状态（セメントの水和に伴い、状態が変化するためポテンシャルの状態を定められない）が変化することに大きく寄与しているものである。

本項においては、それらの要因がコンクリートに及ぼす影響を明らかにし、さらに定量的に示すことにより測定の不確かさとこれらの影響要因の関係を明示することとした。

解析の対象は、本調査研究において実施した実験結果ならびに既往のデータであり、これらを統計的に解析し、スランプの偏差の分布及び変動、試料のバラツキ及びフレッシュコンクリートの経時変化に及ぼす影響を定量的に示した。

1) JIS A 6204 の基準コンクリートを用いた実験結果の解析

JIS A 6204 の基準コンクリート（単位セメント量：320kg/m³，目標スランプ18cm）を対象としてコンクリートのスランプ試験を実施した。1バッチのコンクリート練混ぜ量は100ℓとし、1日10バッチを練混ぜた。1バッチあたり8名の試験者が同時にスランプの測定を行った80データ（8名×10バッチ）について①～④の項目について解析を行った。

スランプ測定結果は、表 2.2.2-9 に示したとおりであるが、JIS A 1101 に従い0.5cm 単位に丸めている。

- ①スランプの偏差とその分布
- ②スランプの偏差の変動
- ③各バッチにおける試験者のバラツキ
- ④各試験者のバッチ間のバラツキ

①スランプの偏差とその分布

各試験者の測定値とそのロット（1バッチに同時に試料採取した試験者間）の平均値との差（偏差）を求め、全数（ $n=80$ ）を対象としてヒストグラムを作成した。

図 2.2.2-4 にスランプの偏差のヒストグラムを示す。偏差の分布を見ると、 $\pm 1.0\text{cm}$ に約 85%、 $\pm 2.0\text{cm}$ に 100% 収まる結果となった。平均値から $\pm 2.0\text{cm}$ の範囲にほぼ均等に分布する正規分布の形を示した。なお、この実験では、8名の試験者が 10バッチのコンクリートに対して各 1回（計 10回 / 1試験者）試験を行ったものであるため、試験器具の違い、試験方法（コンクリートの詰め方、突き方、均し方）の違い[JIS A 1101 の試験方法に従っているものの、個人差有り]、試験者の違い及び反復（バッチ）の違いの要因が複合した形で含まれている。

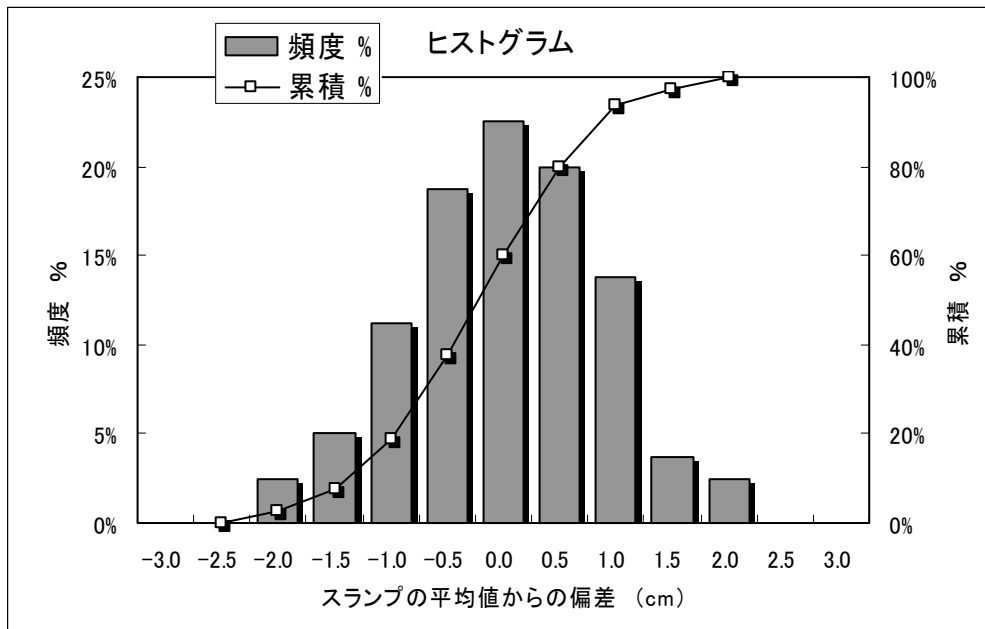


図 2.2.2-4 スランプの偏差の分布

②スランプの偏差の変動

各試験者の測定値とそのロット（1バッチに同時に試料採取した試験者間）の平均値との差（偏差）をそのロットの標本標準偏差で除した比を求め、全数（n=80）を対象としてヒストグラムを作成した。

図 2.2.2-5 に、スランプの偏差を標本標準偏差で除した比のヒストグラムを示す。スランプの変動幅は、-2.5 から+2.5 の範囲で、その分布も+側あるいは-側のどちらかに偏ることもなく平均的に分布していることが確認された。

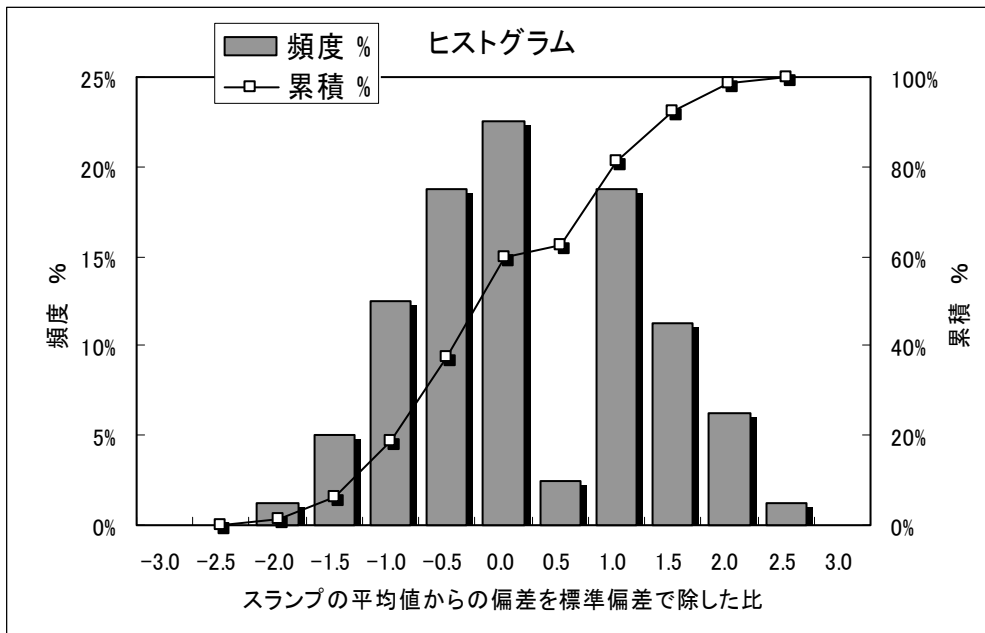


図 2.2.2-5 スランプの偏差の変動分布

③各バッチにおける試験者のバラツキ

各バッチ（1～10バッチ）における8名の試験者のスランプ試験における測定バラツキを図2.2.2-6に示した。同一の調合で10バッチ練り混ぜた場合においても、この図で分るように、各バッチのコンクリートはスランプの変動があるため、スランプの実測値をプロットして、各バッチの変動及び試験者のバラツキを確認したものである。

10バッチのコンクリートのスランプ測定結果の総平均は18.0cmであった。本実験における測定値の最大は20.5cm、最小は16.0cmであり、バッチ及び試験者によるバラツキの複合により、測定結果は総平均から+2.5cm、-2.0cmの4.5cmの範囲に分布する結果となった。

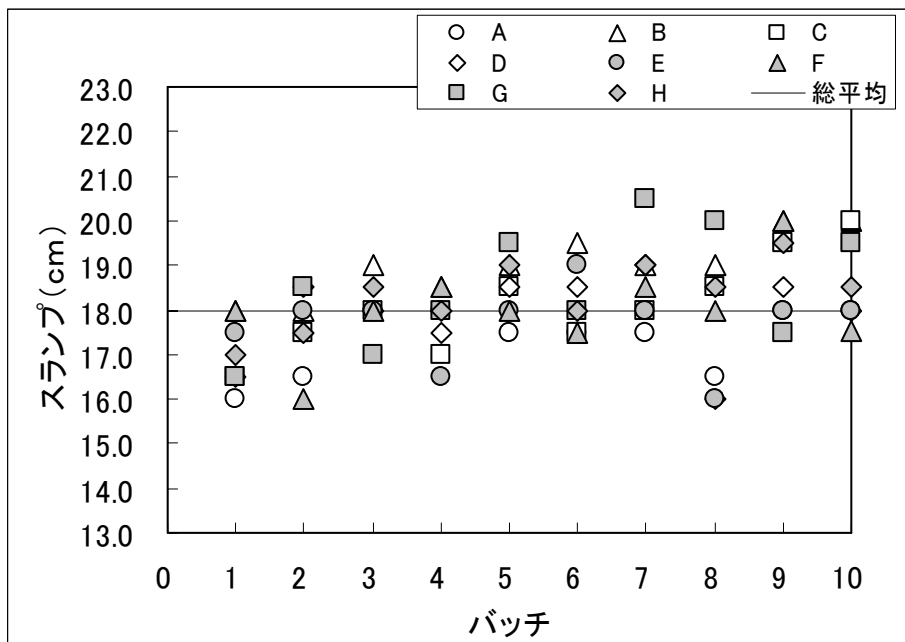


図 2.2.2-6 バッチごとのスランプ測定結果

④各試験者のバッチ間のバラツキ

各試験者（8名）が実施したバッチ間のスランプ試験における測定のバラツキを図2.2.2-7に示した。試験者Aは、全ての測定結果が平均値よりも小さく、試験者Bは全ての測定結果が平均値よりも大きい結果となった。その他の試験者については、平均値の両側に測定結果が分布する結果を示した。各個別試験者のスランプ測定結果の分布幅は2.0cm～4.5cmとなったが、JIS A 5308（レディーミクストコンクリート）に定められている目標スランプ18cmの許容値は、 $\pm 2.5\text{cm}$ であり、本実験結果においては、全ての測定結果がこの許容幅を満足する結果となった。

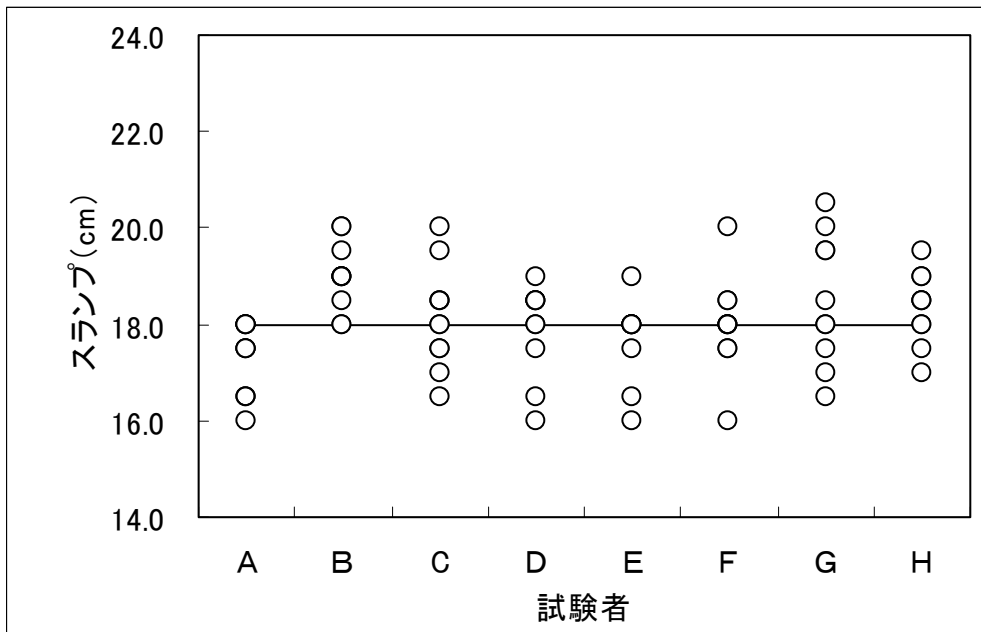


図 2.2.2-7 試験者ごとのスランプ測定結果

2) 既往のデータに関する調査及び解析

「コンクリートの現場品質管理に伴う採取試験技能者認定制度」^(注)の認定委員会の協力により、2002年1月から2004年2月までに実施した採取技能者検定試験の試験データ（コンクリートの種類：普通コンクリート，スランプ試験結果）を表 2.2.2-13 に示す。試験データはロット数88ロット，個別試験者総数520名（520個）である。試験データについて検討した項目は以下のとおりである。

- ① スランプの偏差とその分布
- ② スランプの偏差の変動
- ③ スランプの経時変化
- ④ 1ロット内の試験者のバラツキ

(注) 「コンクリートの現場品質管理に伴う採取試験技能者認定制度」

財団法人建材試験センターは、工事現場でのフレッシュコンクリートの検査・試験を行う試験者の技能の評価として、「コンクリートの現場品質管理に伴う採取試験技能者認定制度」を平成13年度に制定した。この制度は、試験者を技能資格者として位置付けるとともに、試験技能の向上によるコンクリートの品質の確保を図ることを目的としている。

検定試験及び認定審査は、学識経験者、行政機関及び関連業界等の委員で構成する第三者性を有した「認定委員会」（委員長＝梶田佳寛・宇都宮大学教授）を設置して行っている。

また、認定登録機関として財団法人建材試験センターは、合格者への認定登録証の発行や、技能者名簿の公表を行っている。

表 2.2.2-13 検定試験の試験データ(スランプ試験)

試験 年 月日	スランプ試験結果 (c m)															
	トラックアジテータ 1 台目 (AM)								トラックアジテータ 2 台目 (PM)							
	30分後		50分後		70分後		90分後		30分後		50分後		70分後		90分後	
2002/ 1/12	19.5	18.5	17.0	18.5	18.0	19.5	18.0	17.5	20.0	17.5	18.5	18.0	17.5	18.5	17.5	17.5
	18.5	18.5	17.5	19.0	17.0	17.5	16.5	17.0	20.5	18.5	17.5	17.5	18.5	18.0	19.0	18.0
	16.5	-	18.0	-	17.5	-	15.0	-	19.5	-	19.0	-	18.5	-	16.5	-
	19.5	-	21.0	-	18.0	-	16.5	-	18.0	-	18.5	-	18.5	-	18.5	-
2002 1/26	17.5	-	19.0	-	19.0	17.5	16.0	19.0	20.0	19.5	19.0	19.5	17.0	18.0	17.0	18.0
	17.0	-	18.0	-	18.5	18.5	17.0	16.5	19.5	18.5	19.0	18.0	18.5	18.5	17.0	16.5
	18.0	-	18.0	-	18.5	-	18.5	-	19.0	-	16.5	-	19.0	-	15.0	-
	19.0	-	19.0	-	16.5	-	17.0	-	18.0	-	16.0	-	18.5	-	17.0	-
2002/ 2/9	17.0	16.5	14.5	13.5	16.0	14.5	13.5	14.5	20.0	19.5	18.5	19.0	20.0	19.0	16.5	17.5
	17.0	17.0	14.5	17.5	16.0	16.0	14.5	14.0	18.5	19.0	20.0	17.5	18.0	19.0	17.0	18.5
	16.5	17.5	14.5	-	16.0	15.0	14.0	-	18.5	19.5	19.0	19.5	19.0	20.0	18.5	17.5
	17.0	-	15.0	-	17.0	-	12.5	-	20.0	-	18.5	-	19.5	-	17.5	-
2002/ 2/23	19.0	19.5	18.0	17.5	19.0	20.0	17.0	18.5	19.5	18.0	17.5	18.0	18.5	18.5	18.0	19.0
	19.5	18.0	19.5	17.5	19.0	18.5	18.0	19.0	18.5	20.5	17.5	19.5	18.5	19.5	18.0	18.0
	18.0	18.5	18.5	21.0	18.0	20.5	18.0	18.0	18.0	20.0	18.5	-	18.5	17.0	17.0	20.0
	19.0	-	19.0	-	18.5	-	18.0	-	17.5	-	19.0	-	18.5	-	18.5	-
2003/ 1/11	18.5	20.0	19.0	16.0	19.5	17.5	17.5	18.5	19.5	21.5	20.0	19.5	18.5	-	19.5	20.0
	18.0	19.0	17.0	17.5	17.0	-	17.5	-	19.5	19.5	18.5	20.0	16.5	-	18.0	18.0
	17.5	-	15.5	-	16.5	-	15.5	-	20.0	-	18.0	-	18.5	-	17.5	-
	17.0	-	18.0	-	16.0	-	16.5	-	20.0	-	19.6	-	21.5	-	19.5	-
2003/ 1/25	19.0	19.0	19.0	18.0	17.5	-	16.0	18.0	18.0	20.0	19.0	19.0	16.5	18.5	16.5	16.5
	19.0	18.0	17.5	19.5	18.0	-	18.0	18.0	19.0	19.0	17.0	18.0	15.0	19.0	17.5	18.0
	18.5	-	18.5	-	17.5	-	18.5	-	18.0	-	18.0	-	14.5	-	17.0	-
	18.0	-	17.0	-	18.5	-	16.0	-	18.0	-	19.0	-	17.5	-	18.0	-
2003/ 2/8	19.0	18.5	17.5	18.5	18.0	18.0	15.0	16.5	18.0	17.0	17.0	17.0	16.0	17.5	16.5	15.5
	17.0	18.5	17.5	17.0	15.0	17.5	15.0	15.0	16.0	17.0	16.0	17.5	17.5	17.0	15.5	18.5
	19.5	18.0	17.5	-	15.0	16.0	14.0	-	19.0	16.5	15.5	16.0	17.0	16.5	15.5	-
	19.0	-	16.5	-	16.0	-	15.0	-	19.0	-	16.5	-	18.5	-	17.0	-
2003/ 2/22	18.0	17.0	17.5	19.0	16.0	15.5	15.5	14.0	16.5	17.0	15.5	17.0	13.5	16.5	16.5	17.5
	19.0	17.5	15.5	17.0	17.0	15.5	17.0	14.5	17.5	17.5	15.5	17.5	14.5	16.0	16.5	-
	16.5	17.5	15.0	-	15.5	16.5	14.0	14.5	17.0	-	14.0	-	15.5	17.5	16.0	-
	17.5	-	16.5	-	16.0	-	14.0	-	15.5	-	16.5	-	16.5	-	13.0	-
2004/ 2/7	18.0	17.0	15.5	15.5	16.0	15.0	14.0	13.5	16.0	14.5	12.5	15.5	14.5	-	15.0	-
	17.0	17.0	16.5	-	15.0	-	13.0	12.5	15.0	-	13.0	-	14.5	-	13.0	-
	17.5	-	17.0	-	13.0	-	14.5	-	17.5	-	15.0	-	15.0	-	15.5	-
	17.0	-	15.0	-	15.0	-	14.5	-	15.0	-	15.5	-	15.5	-	15.0	-
2004/ 2/14	19.5	19.0	18.5	19.5	17.5	19.0	18.5	18.0	16.0	17.0	14.5	16.0	14.0	16.5	15.0	13.5
	18.5	-	18.5	19.5	18.0	18.0	20.0	17.0	15.5	16.5	14.5	16.0	15.0	14.5	14.5	15.0
	19.0	-	19.0	-	18.0	-	18.0	-	14.5	-	16.0	-	15.5	-	13.5	-
	20.0	-	19.0	-	18.5	-	18.0	-	17.0	-	16.5	-	15.0	-	13.0	-
2004/ 2/28	16.6	16.0	13.5	15.0	16.0	-	15.0	15.5	16.0	-	16.0	14.0	17.0	14.5	14.0	-
	15.5	-	15.0	16.5	14.5	-	14.0	-	16.0	-	15.0	-	16.5	-	15.5	-
	16.0	-	16.0	-	15.5	-	16.0	-	17.5	-	17.0	-	15.5	-	15.5	-
	17.5	-	17.0	-	16.0	-	15.5	-	18.0	-	16.5	-	16.5	-	15.0	-

①スランプの偏差とその分布

各試験者の測定値とそのロット（1回に同時に試料採取した試験者間[最大7名]）の平均値との差（偏差）を求め、全数（n=520）を対象としてヒストグラムを作成した。

図 2.2.2-8 にスランプの偏差のヒストグラムを示す。解析の対象とした測定結果は、測定日が異なることによる変動、1台のトラックアジテータから4回試験を実施するため、経時変化に伴うスランプロスによる変動等複合的に変動する要因が混在している。よって、スランプの絶対値での評価はせず、各試験者の測定値と各試験時（試験者数は最大で7名）の平均値との差（偏差）を求め、全数を対象としてヒストグラムを作成した。偏差の分布を見ると平均値±1.0cm に約 85%，±2.0cm に 98%，±2.5cm に 99.6%，±3.0cm に 100%が収まる結果となった。

また、偏差の分布は、平均値から最頻値が若干大きくなるものの正規分布の形状を示した。

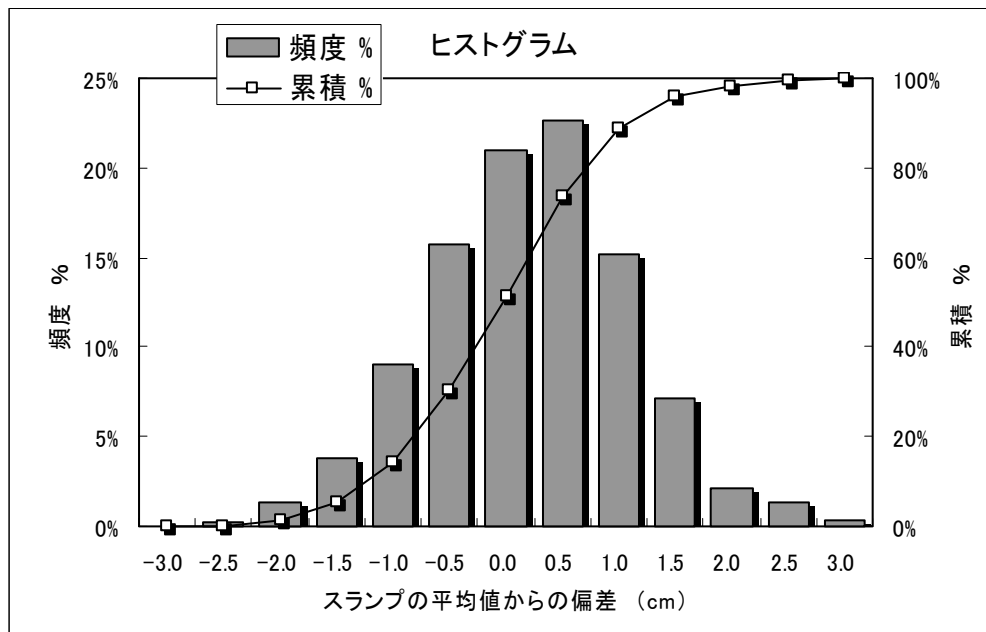


図 2.2.2-8 スランプの偏差の分布

② スランプの偏差の変動

各試験者の測定値とそのロット（1回に同時に試料採取した試験者間[最大7名]）の平均値との差（偏差）をそのロットの標本標準偏差で除した比を求め、全数（n=520）を対象としてヒストグラムを作成した。

図 2.2.2-9 にスランプの偏差の変動分布（スランプの偏差を標本標準偏差で除した比のヒストグラム）を示す。平均値に対して、 ± 2.0 の範囲で平均的に分布しており、平均値に対してスランプ値が大幅に大きく（または小さく）なる試験者はほとんどいないことが確認できた。

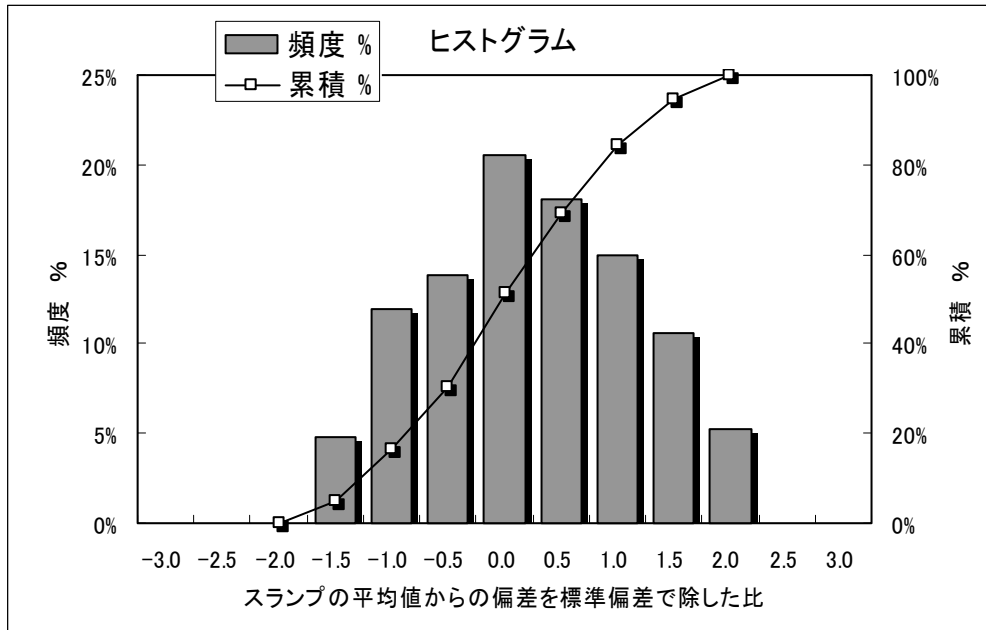


図 2.2.2-9 スランプの偏差の変動分布

③ スランプの経時変化

1 アジテータ車から採取したコンクリートについてスランプの経時変化を図 2.2.2-10 に示す。スランプ試験は，出荷後 30 分～90 分までの 60 分間に 20 分ごと（30 分，50 分，70 分及び 90 分）に 4 回の試料を採取して，スランプ試験を実施した。トラックアジテータ 22 台分の平均として，荷卸し開始から 60 分間（出荷後 30～90 分）で平均 1.5cm，最大で約 4.0cm のスランプロス（変動）があることが確認された。本結果は，荷卸し地点の目標スランプ 18cm のコンクリートを冬期に計測した結果であるため，コンクリートのコンシステンシーや採取時期が異なった場合，さらにロス（変動）値は大きくなる可能性がある。また，各測定個々のデータについても図 2.2.2-11～図 2.2.2-14（詳細図）として添付する。

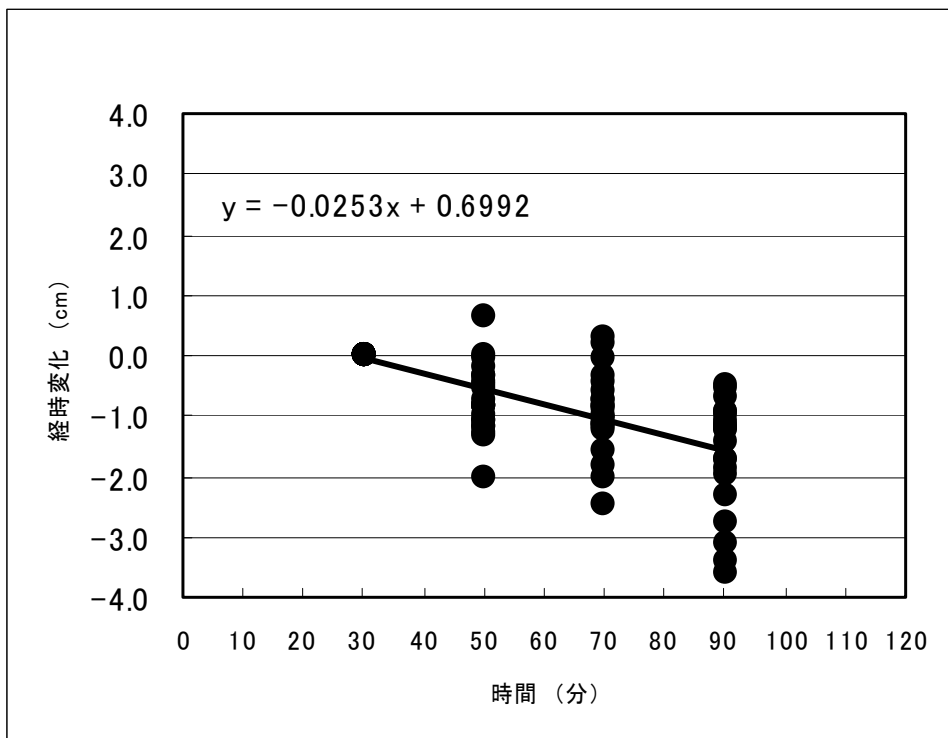


図 2.2.2-10 スランプの経時変化の一例

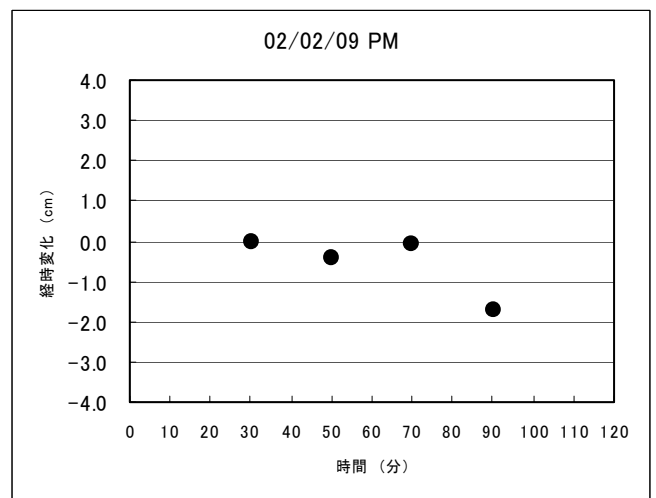
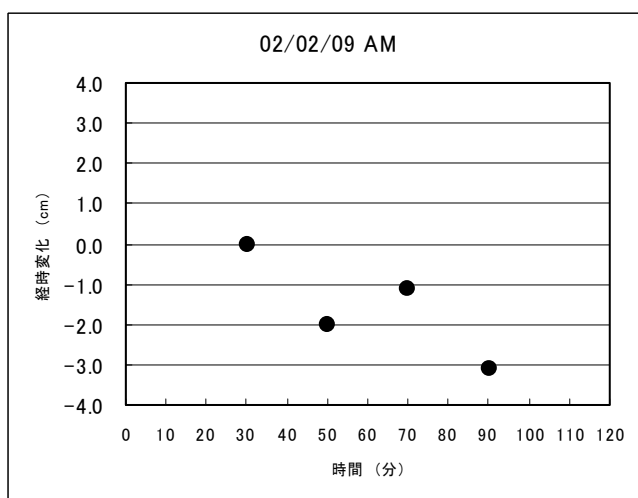
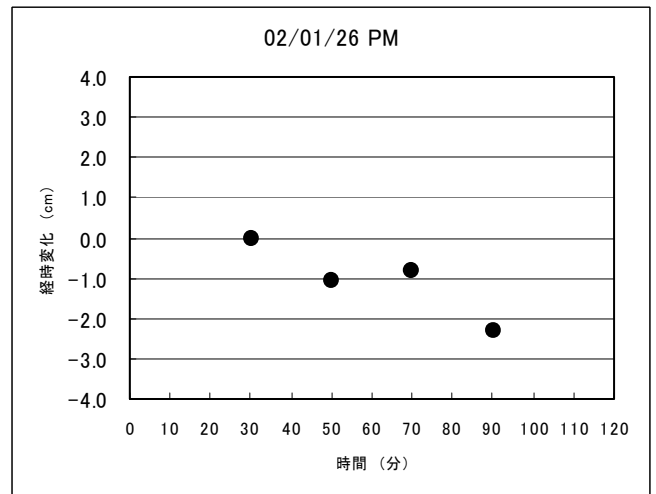
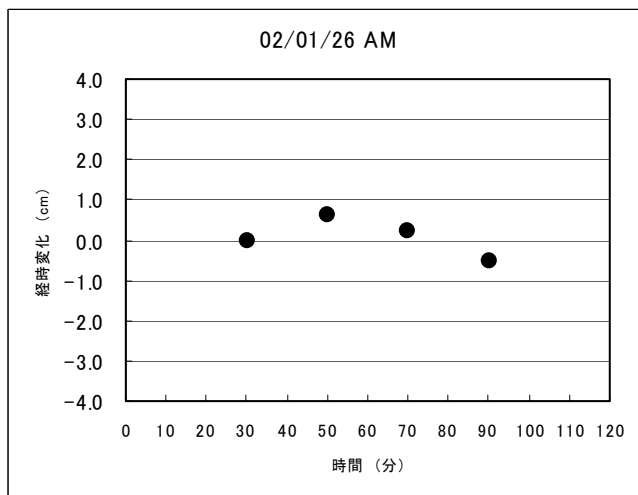
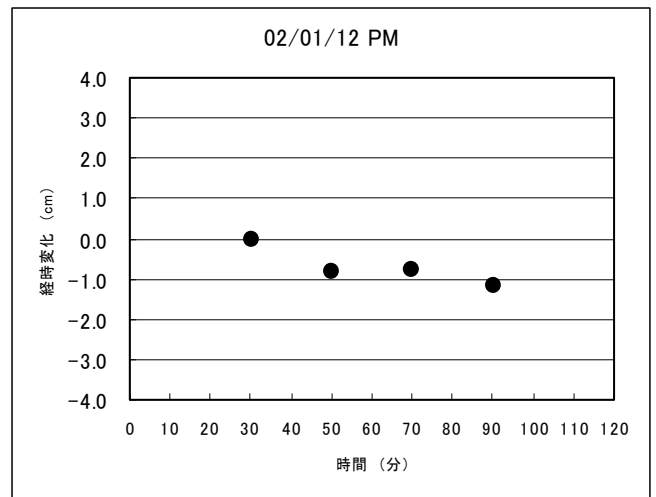
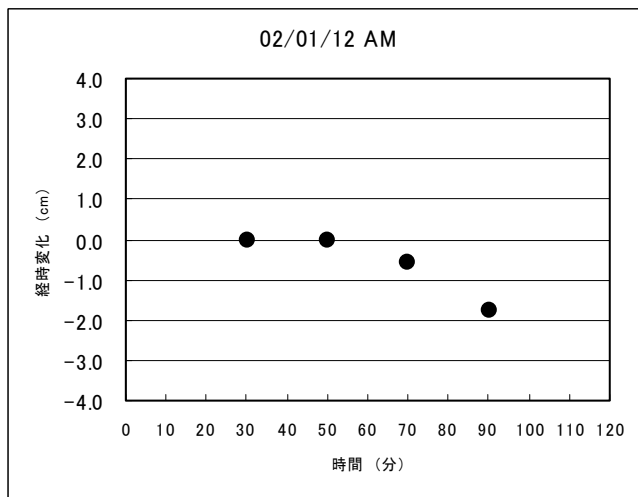


図 2.2.2-11 トラックアジテータ別の経過時間と1ロット内の個別試験者の偏差(1)

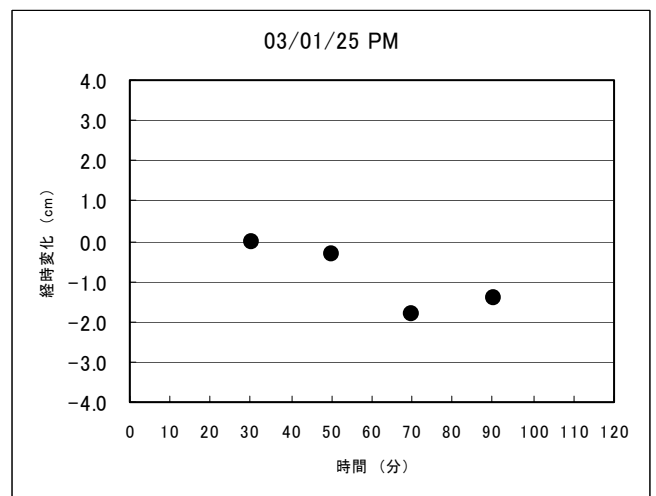
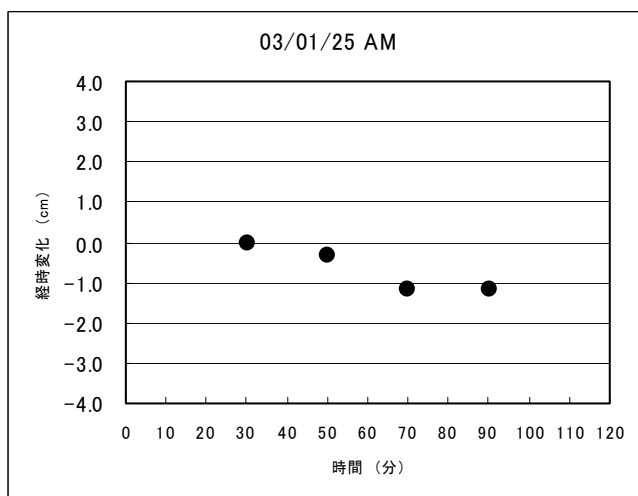
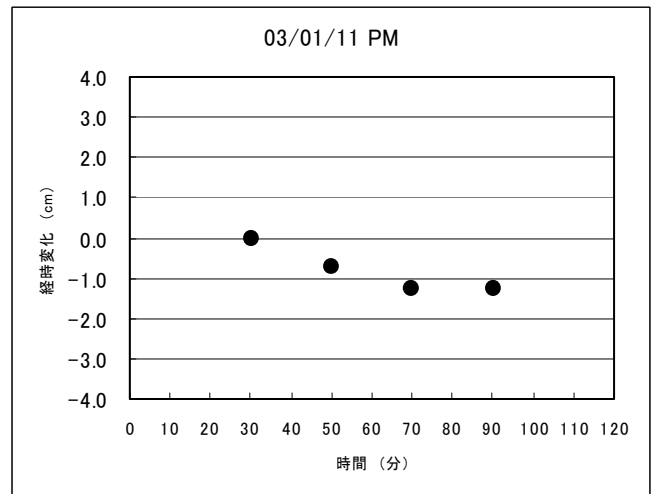
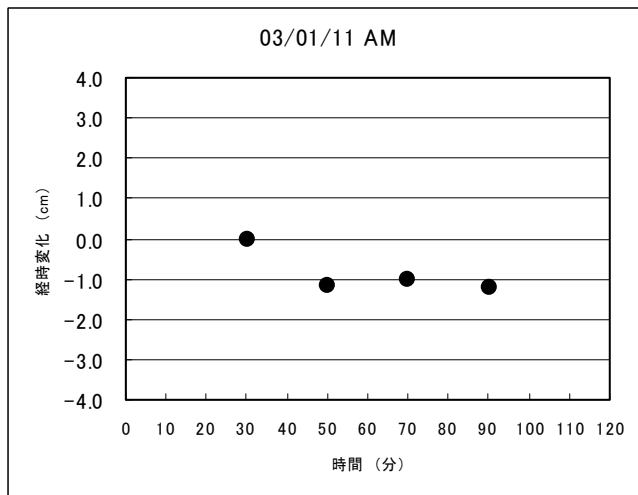
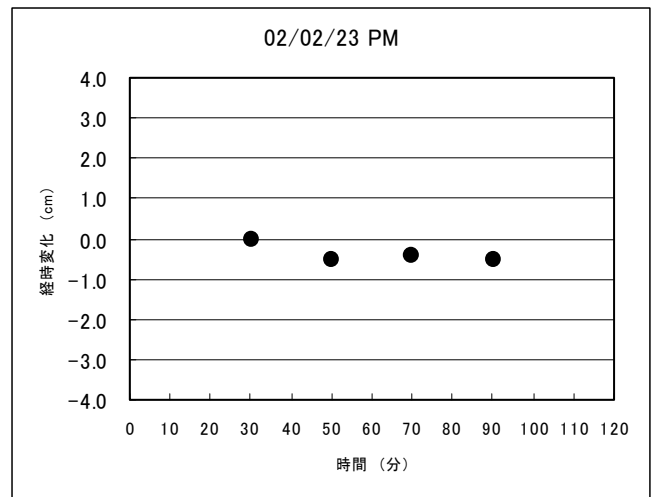
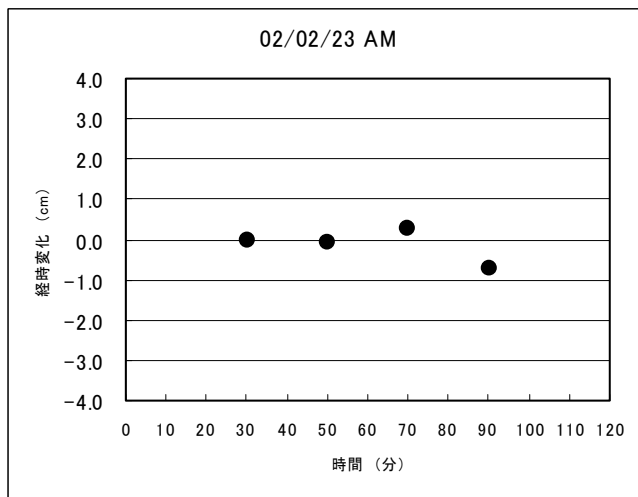


図 2.2.2-12 トラックアジテータ別の経過時間と1ロット内の個別試験者の偏差(2)

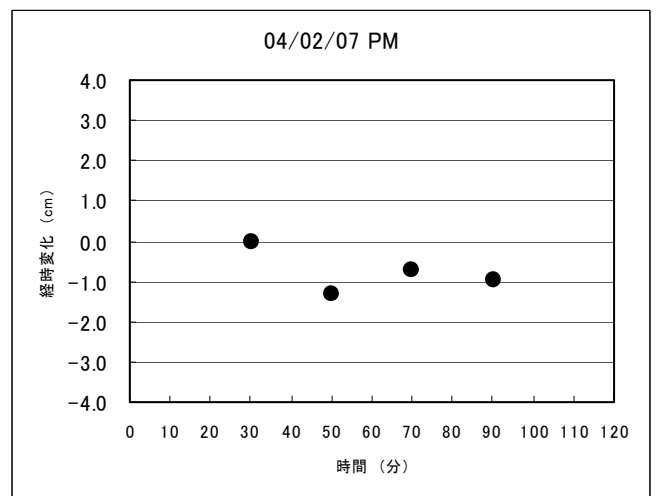
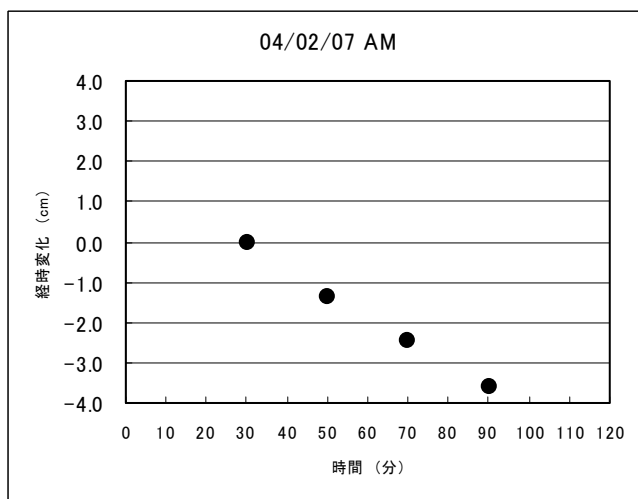
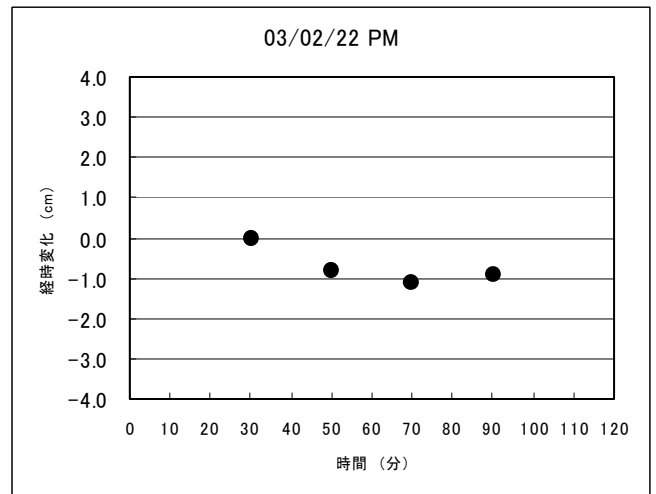
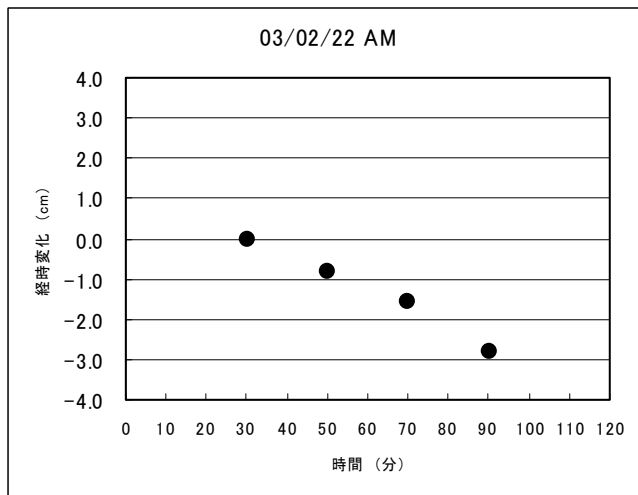
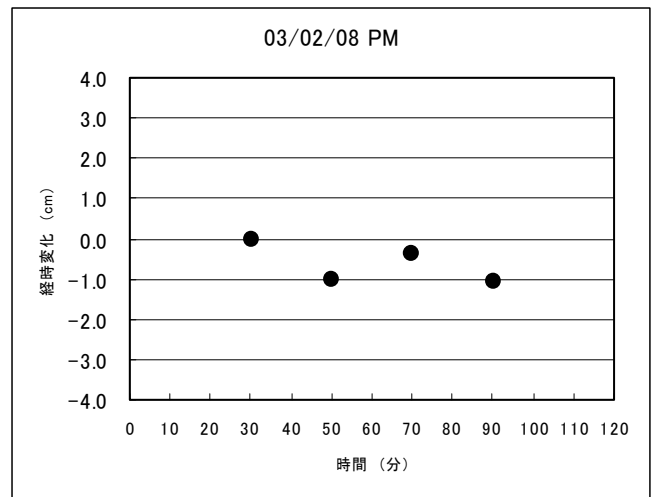
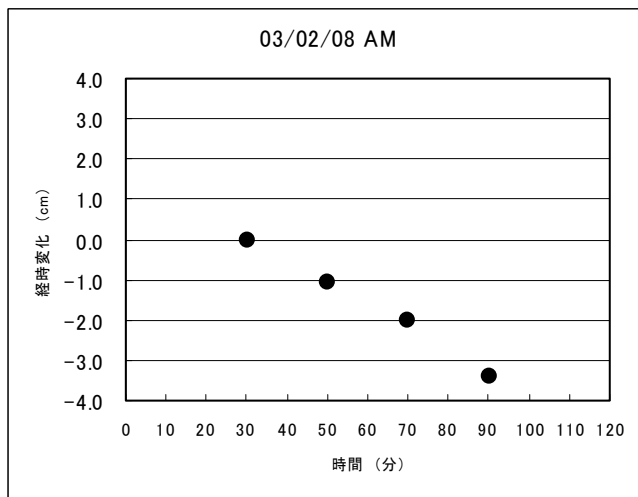


図 2.2.2-13 トラックアジテータ別の経過時間と1ロット内の個別試験者の偏差(3)

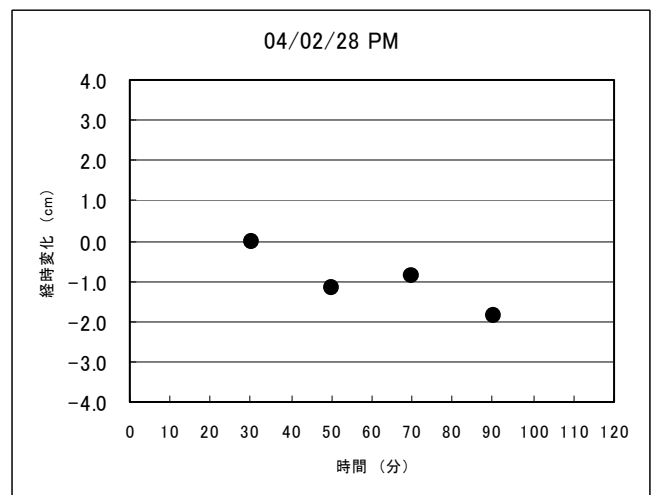
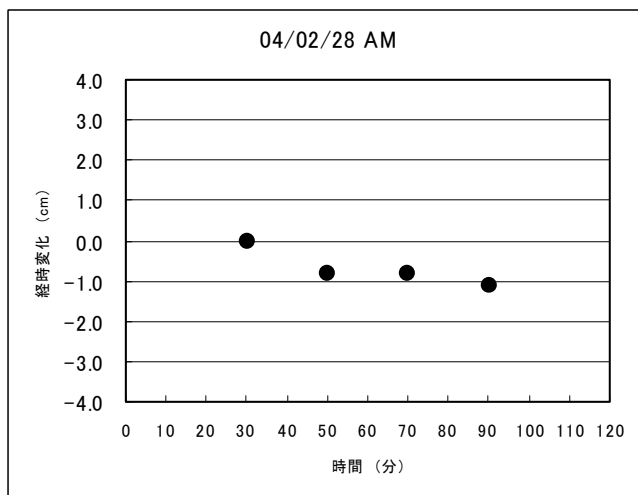
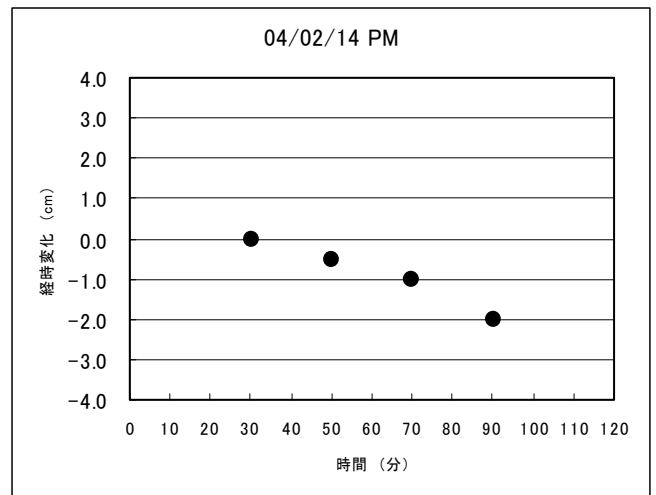
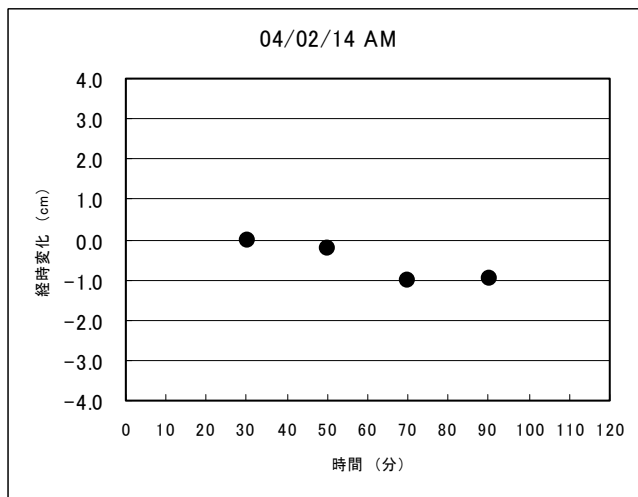


図 2.2.2-14 トラックアジテータ別の経過時間と1ロット内の個別試験者の偏差(4)

④ 1ロット内の試験者のバラツキ

1回の試料採取を1ロットとみなした場合に、同時にスランプの測定を行った試験者（最大で7名）のバラツキについて検討した。

検討を行ったデータは、コンクリートの経時変化があること（1台のトラックアジテータから4回の試料採取のため）や、試験の日時が異なることなどからスランプの実測値で21.5cm(最大)～12.5cm(最小)となっている。図2.2.2-15に実測値のデータを示したが、経時変化と試験者のバラツキが複合した状態で、フレッシュコンクリートにおいては、ポテンシャルの状態を定めることはできない。

よって、1ロット内での試験者のバラツキは、1ロットに実施した各試験者のスランプ測定値から平均値を求め、個別試験者の測定値からその値の差を求め、偏差とし、経過時間との関係で検討した。図2.2.2-16～図2.2.2-19に試験日及びアジテータトラック別の、1台のアジテータトラックから採取した4回の試料について経過時間と1ロット内の個別試験者の偏差を示した。

図2.2.2-8にスランプの偏差のヒストグラムで既に解析したとおり、偏差の分布は平均値±1.0cmに約85%の試験者が、±1.5cmの範囲に約95%の試験者が、±2.0cmの範囲に98%の試験者が、±2.0cmに98%の試験者が、±2.5cmに99.6%の試験者が、±3.0cmの範囲に100%の試験者が収まる結果となった。

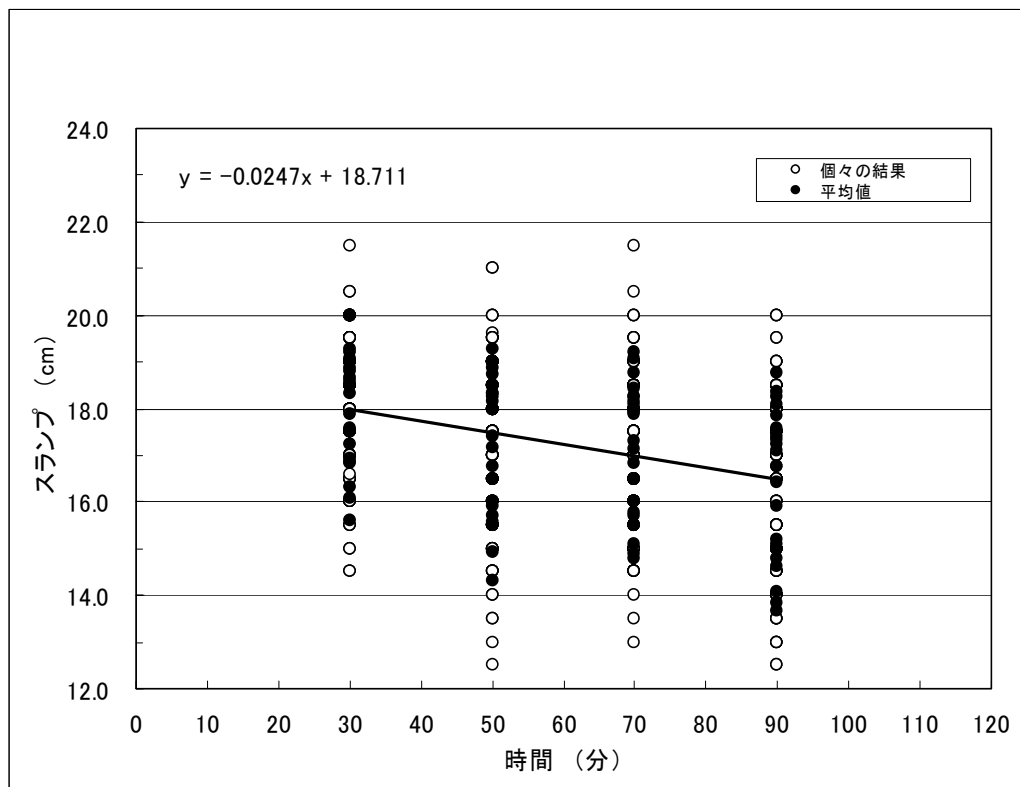


図 2.2.2-15 スランプの測定時間と個別試験者のスランプ測定値及び平均値の分布

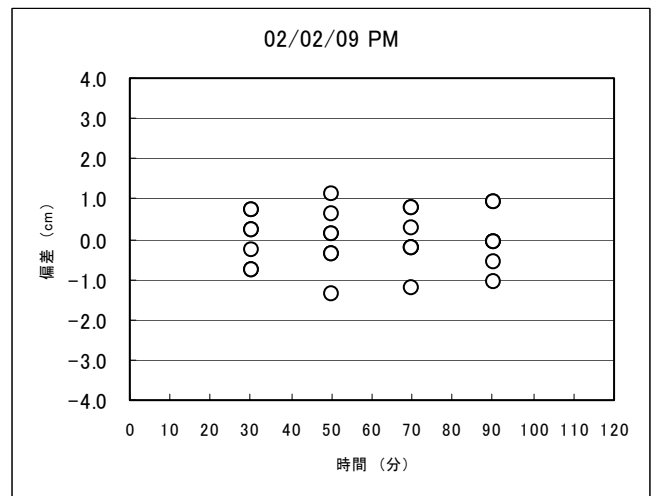
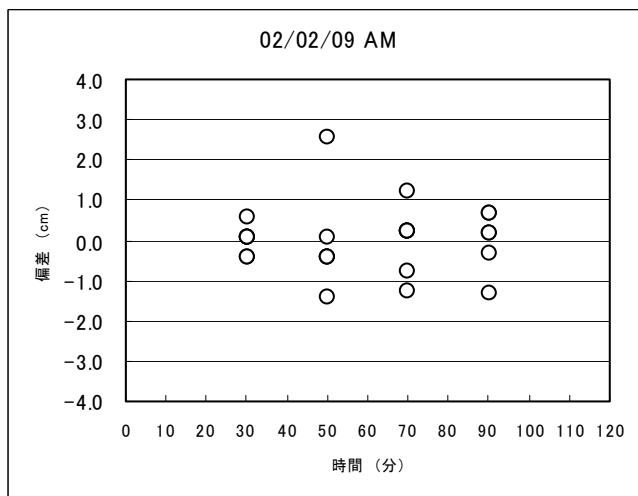
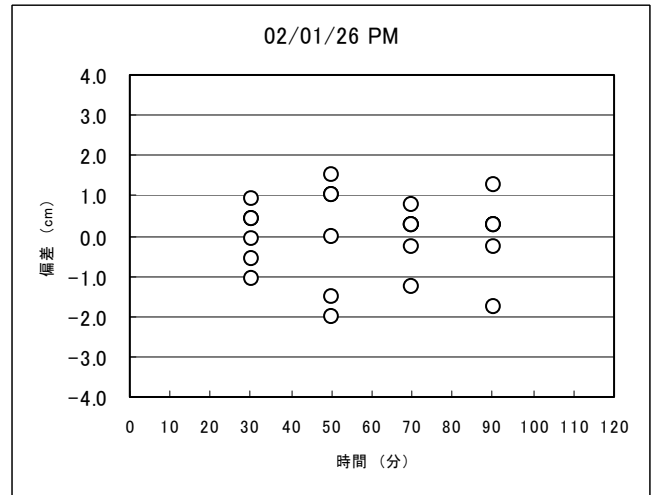
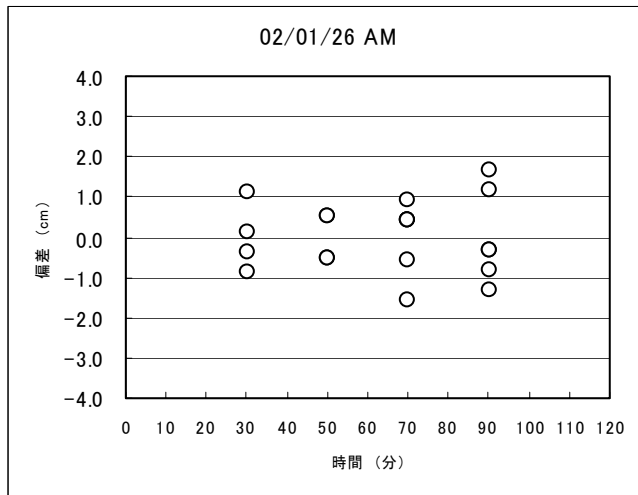
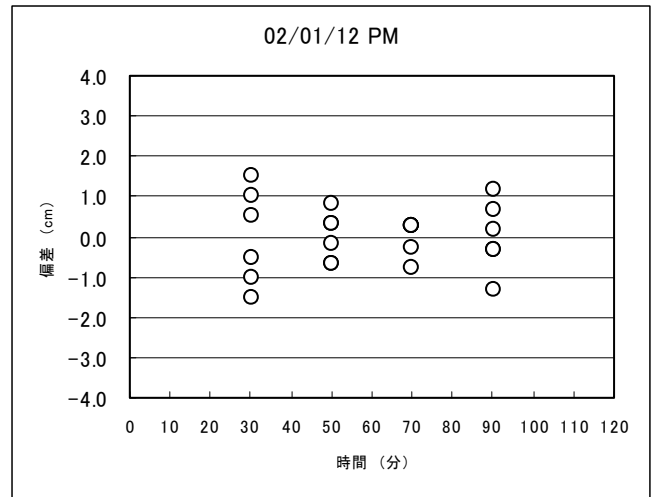
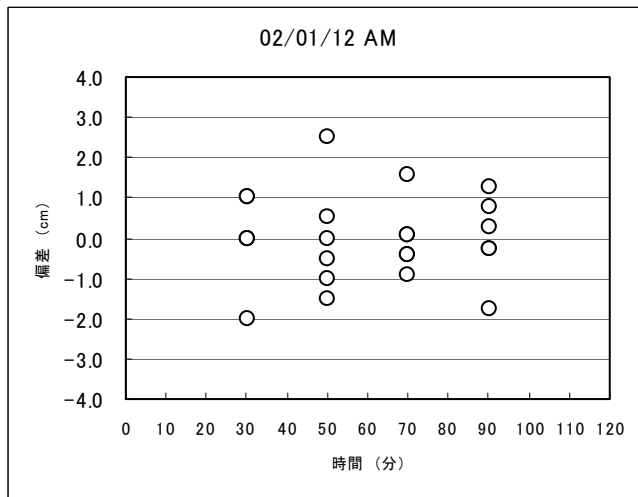


図 2.2.2-17 試験者のバラツキ(1)

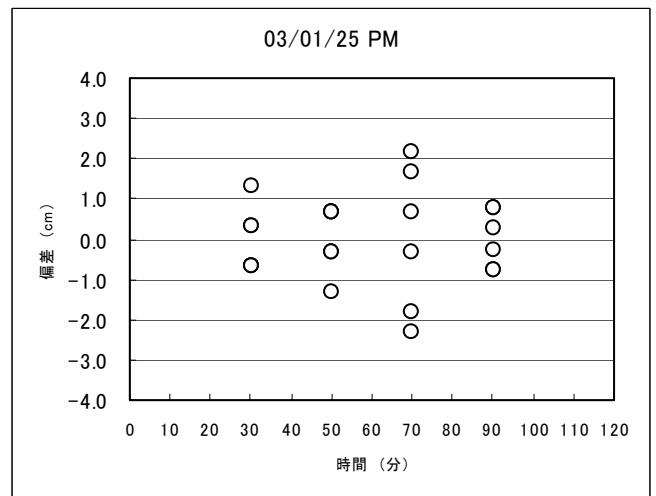
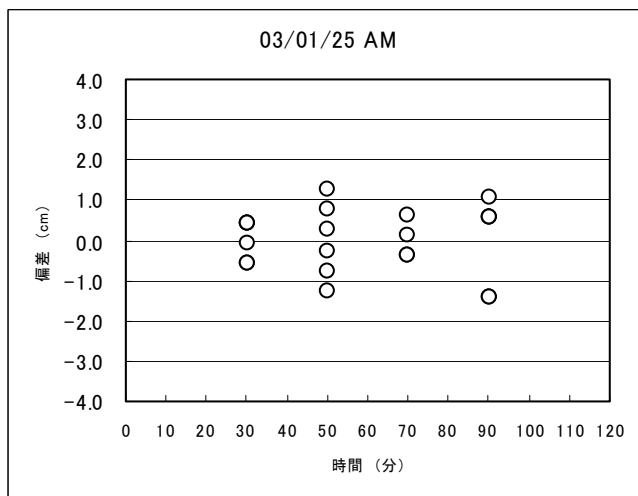
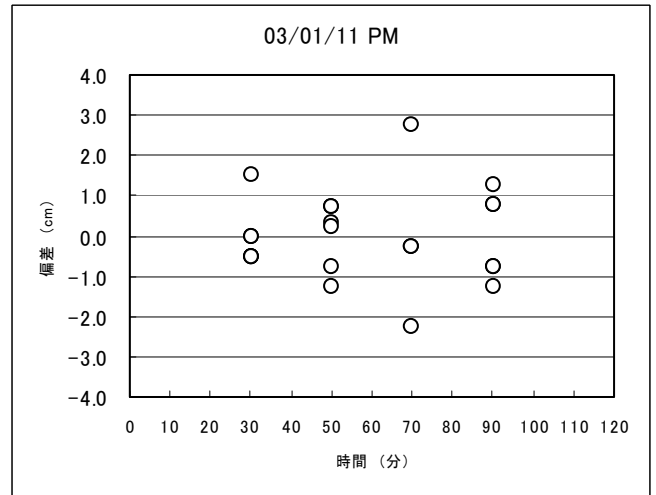
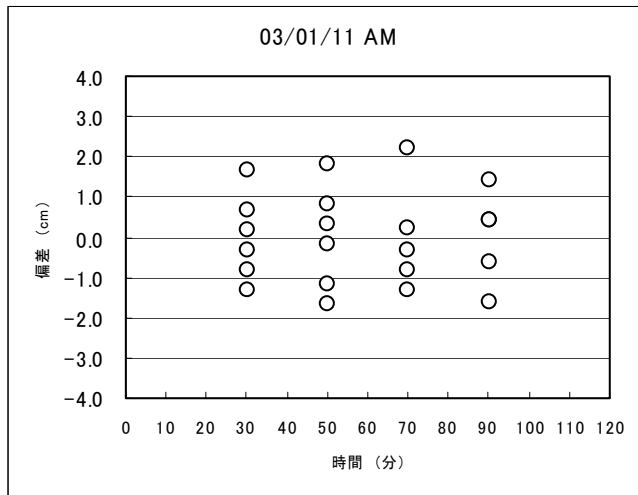
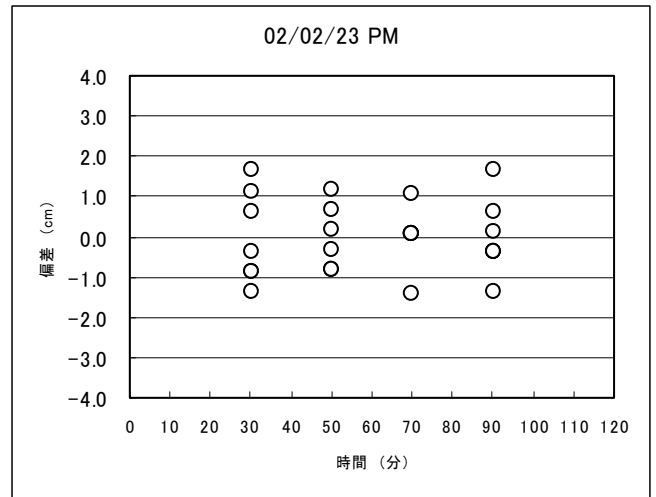
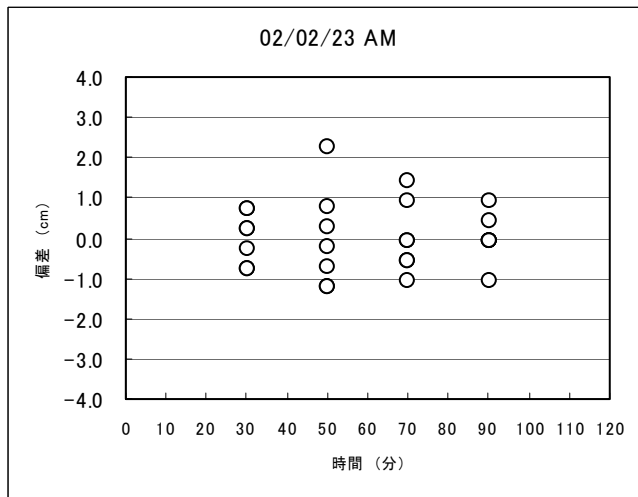


図 2.2.2-18 試験者のバラツキ(2)

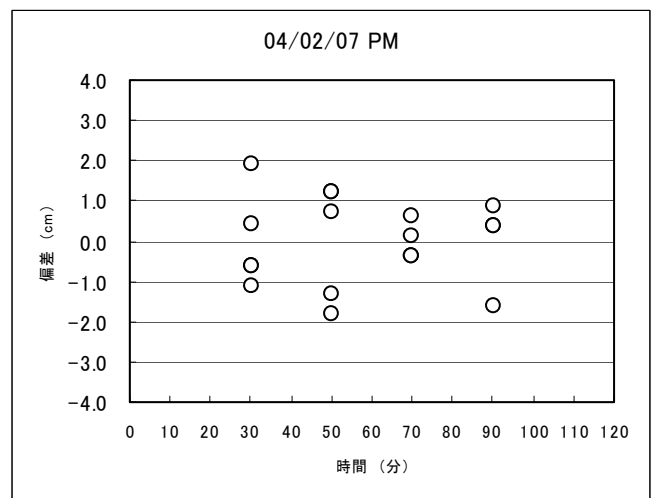
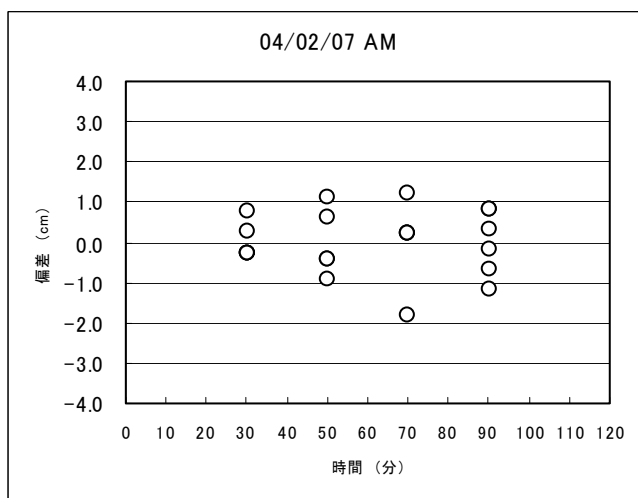
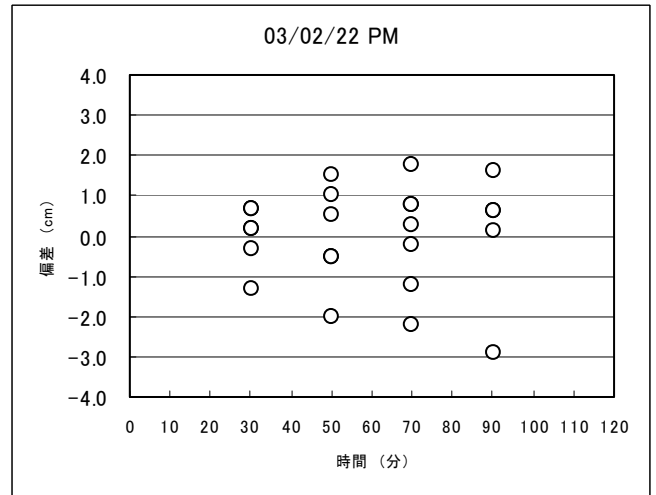
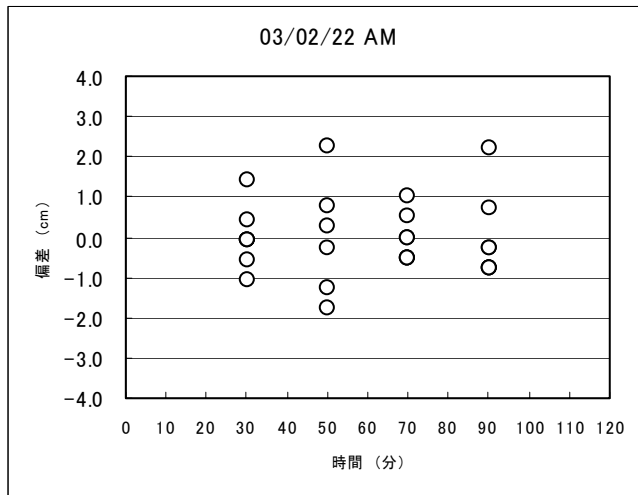
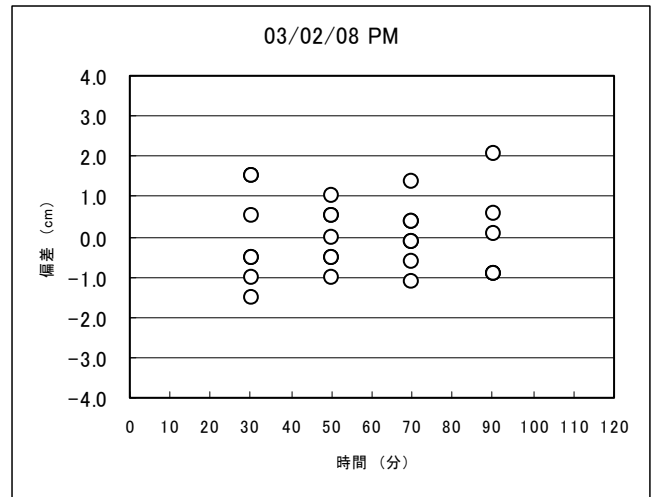
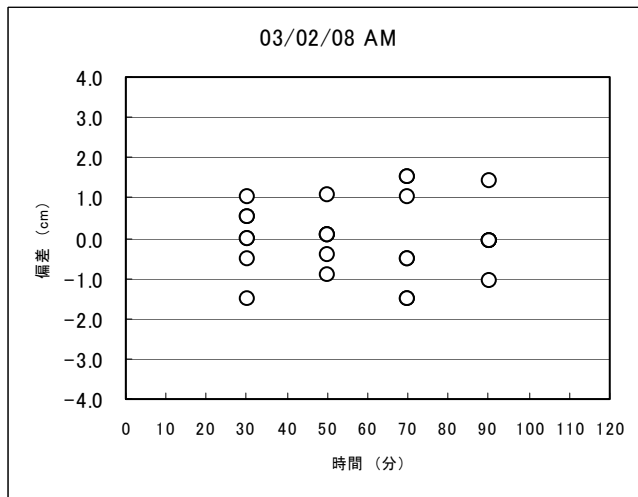


図 2.2.2-19 試験者のバラツキ(3)

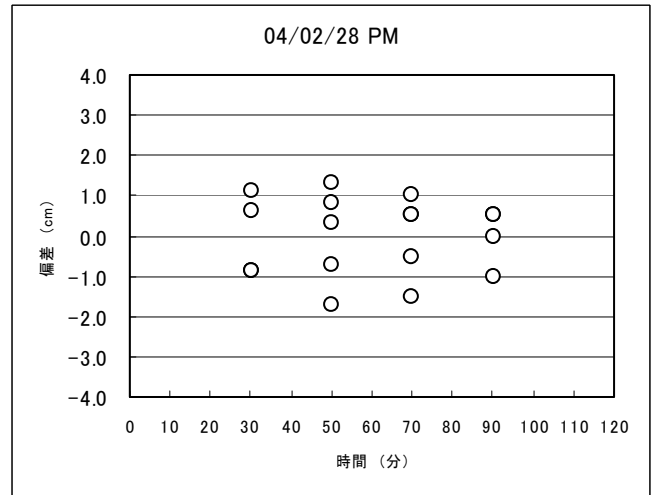
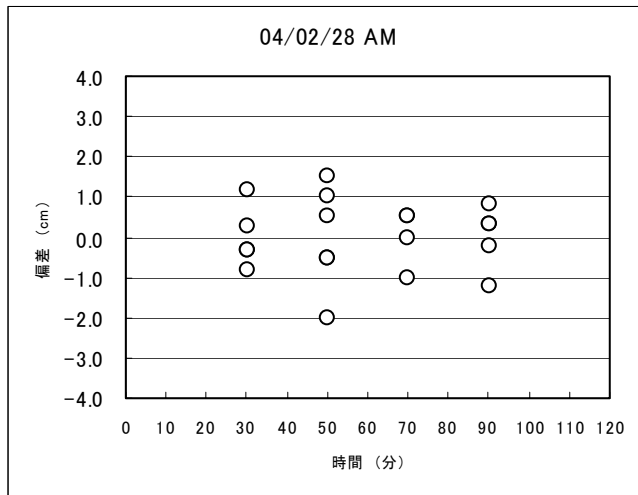
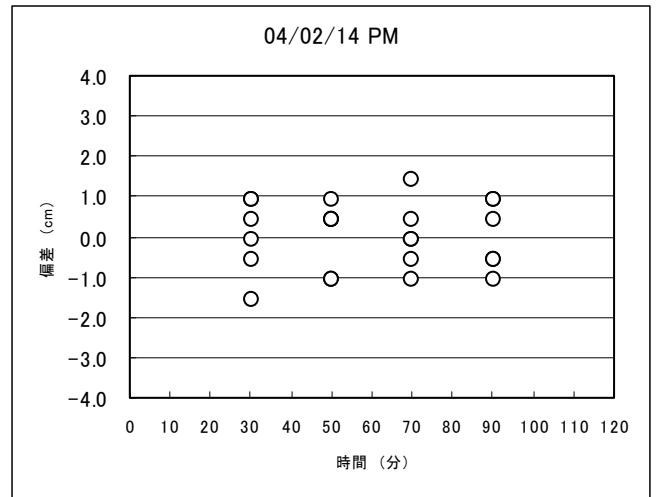
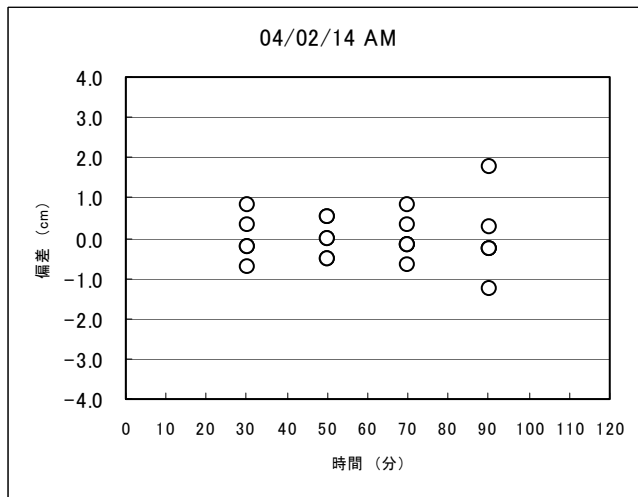


図 2.2.2-20 試験者のバラツキ(4)

c) スランプ試験における測定の不確かさの問題点

スランプ試験における測定の不確かさを推定するにあたり、①～③に示した問題点が考えられる。

- ①要因の採否と測定の不確かさについて
- ②試料のバラツキについて
- ③スランプの許容差について

①及び②の項目については a) 及び b) の項で具体的に概説しているが、その要旨及び③スランプの許容差について要点をまとめると次のとおりである。

①要因の採否と測定の不確かさについて

スランプ試験における測定の不確かさを推定した結果、合成標準不確かさが 1.06cm、拡張不確かさ (k=2) が 2.12cm という値を得た。ここで推定したスランプ試験における測定の不確かさは、測定の不確かさの要因及び推定方法でも記したとおり、不確かさの要因としなければならない因子の一部（試験環境条件、試料の特性）が推定対象から除外されて求められているものである。これらの除外した要因は、その水準が膨大であり、実験検討から各因子に係る標準不確かさを求めることが実質的に困難であること、また、フレッシュコンクリートが有する「セメントの水和に伴う性状変化」という特性からポテンシャルな状態を定めることができないという理由に寄与している。しかし、これらの要因が測定の不確かさに及ぼす影響の割合は、必ずしも少なくないことから、本来は要因として含め、検討を行い、不確かさを求める必要があるものと考えられる。

ただし、これらの要因を含めて測定の不確かさを求めた場合、その値が現行の数値より大きくなることは否めないといえる。

②試料のバラツキについて

本調査研究のために実施した実験データならびに既往のデータを解析した結果から、その偏差がいずれも $\pm 2.0\text{cm}$ （母集団の 95%以上が満足する範囲）となっていることが確認された。JIS A 6204 の基準コンクリートを用いた実験では、目標スランプを 18cm とし練混ぜを行ったが、バッチ及び個別試験者のバラツキとして、スランプの測定結果の範囲は 16.0～20.5cm であった。

また、既往のデータからスランプの経時変化を測定したところ、加水後 30分～90分までの 60分間で最大が約 4cm、平均で 1.5cm のスランプロスが確認された。しかし、この測定結果は、限定された調合における、限られた時期（冬期）のデータであり、使用材料や調合、環境温度等の環境条件が変化した場合には、その物性値は大きく異なるため、本データからのみでは、物性に影響する程度を定量的に定めることは不可能である。しかし、フレッシュコンクリートの試料としてその物性変化が測定においてはバラツキとなることを認識し、測定の不確かさとどのように取扱っていくかを考慮する必要がある。

③スランプの許容差について

JIS A 5308 では、スランプの許容差が表 2.2.2-14 のとおり定められている。ここでは、目標とする製品のスランプ値によってスランプの許容差が異なるが、本調査研究の実験で対象とした目標スランプ 18cm のコンクリートについては、

スランプの許容差が±2.5cm と定められている。

表 2.2.2-14 荷卸し地点でのスランプの許容差(cm)

スランプ	スランプの許容差
2.5	±1
5 及び 6.5	±1.5
8 以上 18 以下	±2.5
21	±1.5

以上のことから、本調査研究において求めたコンクリートのスランプ試験における測定の不確かさ（拡張不確かさ）と実験データあるいは既往のデータを統計的に解析したスランプ値の偏差（試料のバラツキ）ならびにスランプの許容差を比較してみると、拡張不確かさ及び偏差がスランプ値に対して±2.0～2.5cm というほぼスランプの許容差と同様の値となることがわかる。よって、実際に測定の不確かさを測定値に対して表示する場合、拡張不確かさとこれらの値（偏差、許容差）をどのように扱うか十分考慮し、運用しなければならない。

2.2.3 コンクリートの空気量試験における測定の不確かさ

a) 空気量試験における測定の不確かさの推定

1) 測定の不確かさの要因について

コンクリートの空気量試験に及ぼす要因は、スランプ試験と同様に様々なものがある。

コンクリートの空気量試験における特性要因を図 2.2.3-1 に示す。

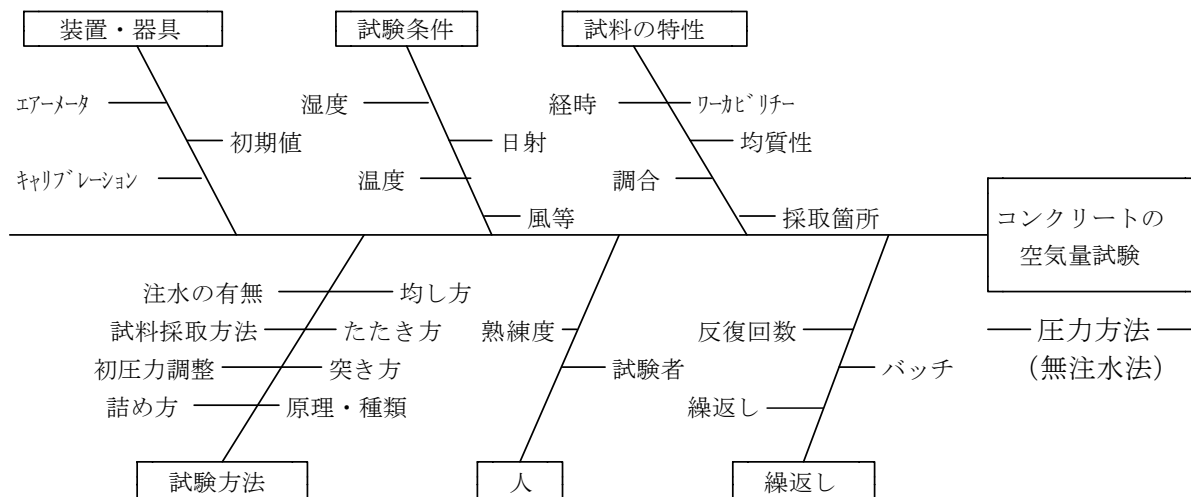


図 2.2.3-1 コンクリートの空気量試験における特性要因図
(空気量圧力方法[無注水法])

特性要因図を見ると、空気量試験の測定結果に影響する要因については、「装置・器具」及び「試験方法」を除けば、前項のスランプ試験と同じである。また、スランプ試験ほど経時変化等のコンクリートの特性による影響が少ないことも経験から予想することができる。しかし、スランプ試験の項と同様に推定を行う対象は「空気量値の不確かさ」ではなく、「空気量試験による測定の不確かさ」であるため、前項と同様に「試験環境条件」及び「試料の特性」を不確かさの要因の対象から除外し、別項目で検討することとした。

なお、図 2.2.3-1 の要因図は、コンクリートの空気量を圧力方法（無注水法）で行った場合の要因であり、コンクリートの空気量を測定する方法は複数の試験方法があるため、これらの方法を用いて試験を行う場合についての考慮はしていない。主な空気量試験方法の規格を以下に示す。

- JIS A 1116 フレッシュコンクリートの単位容積質量試験方法及び空気量の質量による試験方法（質量方法）
- JIS A 1118 フレッシュコンクリートの空気量の容積による試験方法（容積方法）
- JIS A 1128 フレッシュコンクリートの空気量の圧力による試験方法（空気室圧力方法）

- ・ JSCE-F513 高流動コンクリートの空気量の圧力による試験方法（空気室圧力方法）（案）

通常，建設現場の受け入れ検査等で使用される方法は，JIS A 1128（フレッシュコンクリートの空気量の圧力による試験方法（空気室圧力方法））の無注水法である。よって，本調査研究においては，この JIS A 1128 に規定されている無注水法の試験方法に限定し，推定を行った。

2) 測定の不確かさの推定手法

空気量試験における測定の不確かさの要因，評価タイプ及び推定手法をまとめたものを表 2.2.3-1 に示す。また，表 2.2.3-1 に示した各区分①～⑥について以下にその内容と推定手法を述べる。

表 2.2.3-1 空気量試験における測定の不確かさの要因・評価タイプ及び推定手法

番号	区 分	空気量試験に影響する要因		評 価 タイプ	推 定 手 法
		要 因	内 容		
①	装置・器具	突 き 棒	寸法（径），形状	A	実験の結果から分散分析を行い，標準不確かさを求める（⑤試験者の要因に含め評価する）。
		木づち・定規	堅さ，摩耗		
		水 平 台	水平度		
		エ ア メ ー タ	校正（圧力・容積・補正） 目盛りの分解能	B B	
②	試験環境条件	温 度	水分の蒸発，経時変化	—	推定対象要因から除外する。 （別項目で検討）
		湿 度			
		日 射			
		風 等			
③	試料の特性	ワ-カビ ^レ リティー	作業性，均一性， 経時変化	—	推定対象要因から除外する。 （別項目で検討）
		均 質 性			
		採 取 箇 所			
		経 時			
		調 合			
	骨材修正係数	0.1～0.3%と仮定	B	矩形分布	
④	試験方法	試 料 採 取	サンプリング	A	実験の結果から分散分析を行い，標準不確かさを求める（⑤試験者の要因に含め評価する）。
		詰 め 方	特にたたき方・均し方・ 初圧力の合わせ方の影 響が大きい。		
		突 き 方			
		た た き 方			
		均 し 方			
		初 圧 力 調 整			
		注 水 の 有 無	・注水法（注水量など） ・無注水法（試料の量）	—	注水の有無については，今回「無」 のみとし，検証は実施している。
原 理 ・ 種 類	質量法，容積法，圧力法	—	圧力法のみ検証		
⑤	試 験 者	熟 練 度	経験年数，技術力	A	実験の結果から分散分析を行い，標準不確かさを求める。
		試 験 者	測定者（人）		
⑥	繰 返 し	反 復 誤 差	バッチ	A	実験の結果から分散分析を行い，標準不確かさを求める。
		繰 返 し 誤 差	—	A	

①装置・器具

a. 試験器具（突き棒，木づち，定規，水平台など）

JIS A 1128（フレッシュコンクリートの空気量の圧力による試験方法（空気室圧力方法））によると，これらの器具の仕様や寸法等は定められていない。これは，使用する「物」よりも使用する「者」の影響が大きいためであることが推察される。よって，これらは後述の試験者の要因に含め求めることとした。

b. 測定器（エアメータ）

ア) エアメータの構造

空気量測定器には，一般的にエアメータが用いられている。コンクリートの空気量を測定する一般的なエアメータの概要を以下に記す。

エアメータは，圧力計がついているふたと容器で構成されている。図 2.2.3-2 に示すように，コンクリートとふたとの間の空間に注水して試験するように造られている。容器は，フランジ付きの円筒状容器で，その材質はセメントペーストに容易に侵されないものとし，水密で十分強固なもの，容器の直径は，高さの 0.75～1.25 倍に等しく，その容積は通常 7ℓ程度以上となっている。ふたもフランジ付きでその材質は容器と同様であり，注水口及び排水（気）口を備えている。ふたの下面及びフランジの下面は，平滑に機械仕上げされている。

ふたの上部には，容器の約 5% の内容量をもつ空気室があり，圧力調整弁を備え，空気ハンドポンプ及び圧力計に連絡している。また，ふたと容器とを組み立てた後，空気室内の高圧の空気を容器に噴出できる作動弁があり，空気室に水が侵入しないような構造となっている。さらに，ふたと容器を組み立てた場合，100kPa の圧力で空気及び水が漏れないような構造であり，通常の使用圧力下で空気量の目盛で 0.1% 以下の膨張に抑えられる剛性をもっている。

エアメータに設置されている圧力計は，図 2.2.3-2 に示すように初圧力及び容器中の空気量に相当する圧力の点に空気量の百分率を通常 10% までの目盛りが明示されている。圧力計には初圧力及び空気量の目盛りは 2 種類明示されていて，黒字が注水法，赤字が無注水法になっている。感度は，容量約 100kPa で 1kPa 程度である。

以上のような構造のエアメータにより，試料を容器に入れて密閉し，圧力をかけてコンクリート中の空気の体積が収縮するのを利用（ボイルの法則）して測定が行われる。

エアメータの構造から不確かさの要因としては，容器及び圧力計の校正を除くと容器の大きさ・剛性や圧力具合などである。また，これらは測定器（製造業者）の違いとして置き換えることができる。しかし，共通試験等を行って標準不確かさを求めようとしても，他の要因の影響に比べると非常に少ない（検出できない）ことが考えられるため，本調査研究では，a. 試験器具と同様の扱いとして評価することとした。

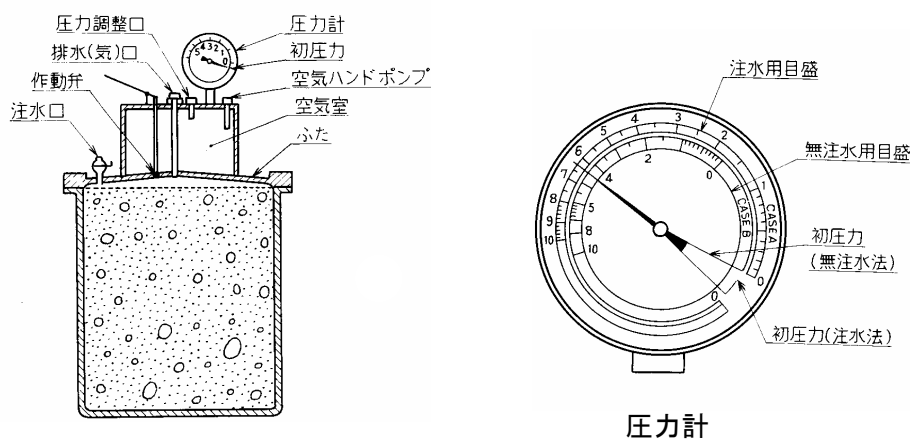


図 2.2.3-2 エアメータ

イ) エアメータの校正・補正 (校正, キャリブレーション)

エアメータのキャリブレーションは, JIS A 1128 に定められた方法に従って行う。キャリブレーションには, 容器のキャリブレーション, 初圧力の決定及び空気量の目盛りのキャリブレーションがある。また, 注水法と無注水法では, 原理は同じだが少し方法は違う。ここでは, 無注水法のキャリブレーションの概要 (図 2.2.3-3) を簡単に説明する。

容器のキャリブレーションは, ガラス板などを利用して容器に水を満たし, 満たした水の質量を目量または感量 10g のはかりで測定する。これは, エアメータのキャリブレーションの基本となる容器の容積となる。ただし, 水の密度は $1.00\text{g}/\text{cm}^3$ として計算している。

初圧力の決定は, 仮に容器の容積が 7000ml の場合には, 7000 ml の水をエアメータに入れ (図 2.2.3-3), 空気量 0% の状態と想定して測定を行う。圧力計の読みが 0% からずれた場合には, 初圧力位置 (線) をずらすことになっているが, 簡単には行うことができないため, 製造業者に整備・校正として依頼するか, 空気量 0% の補正值として使用することが一般的である。

空気量の目盛りのキャリブレーションは, エアメータ内に満たした水からキャリブレーションの対象となる空気量相当分だけ水を抜き, 実際に空気量を測定して誤差を求める。初圧力の決定と同様に容器の容積が 7000 ml の場合には, 1% の空気量の目盛りをキャリブレーションするためには, 70 ml の水を抜いて測定を行う。圧力計の読みが 1.1% だった場合は 0.1% が誤差となり, 補正值として使用する。このキャリブレーションを, 0% ~ 10% の間で 1% または 2% ピッチで行うことが一般的である。

このことから, エアメータの校正・補正を要因とする標準不確かさには, 容器の容積, すなわち, 水や容器の質量を測定するためのはかり及びその測定業務などに起因するものと, 実際にかかる圧力及び圧力計に

起因するものが考えられる。

本調査研究において、空気量の測定の不確かさを求めるための実験を実施したが、その際に使用したエアメータについては、これらのキャリブレーションを実施した装置を用いて行った。また、キャリブレーションの許容値として、(財) 建材試験センターでは、初圧力および空気量の目盛り各目盛りに対して $\pm 0.2\%$ 以下の精度を定めており、エアメータの校正・補正による不確かさはこの許容値を一様分布(矩形分布)と見なして標準不確かさを求めることとした。(Bタイプ評価)

なお、キャリブレーションを実施した際に、この許容値を超える値が計測された装置については、製造業者において整備・校正を依頼することを規定している。

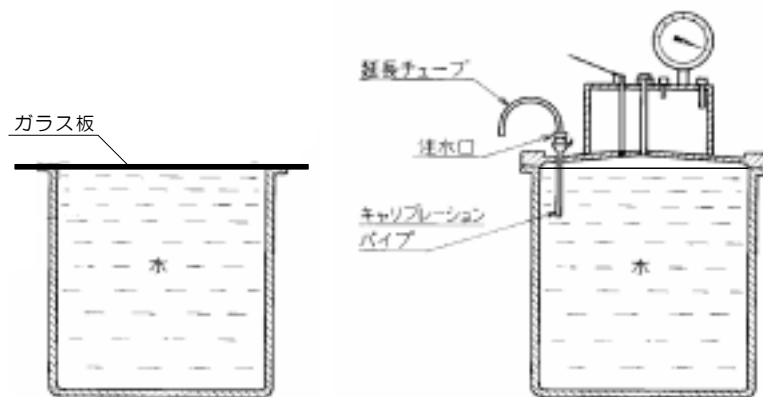


図 2.2.3-3 エアメータのキャリブレーション(無注水法)

ウ) エアメータの目盛りの分解能

通常、エアメータの目盛りは、 0.1% 刻み(部分的に 0.2%)であるため、測定幅 0.1% ($\pm 0.05\%$)の範囲の一様分布(矩形分布)と仮定し、計算により標準不確かさを求めることとした。(Bタイプ評価)

②試験環境条件(湿度、温度、日射、風等)

本調査研究においては「測定の不確かさ」の要因から除外した。

③試料の特性(ワーカビリティ、均質性、採取箇所、経時、調合)

コンクリート中の空気量を圧力法で求める際に、コンクリートの使用材料として用いる骨材(細骨材及び粗骨材)の気泡中の空気量も同時に測定してしまうため、この骨材の気泡中の空気量を骨材修正係数として実測値から差し引く必要がある。骨材修正係数は、コンクリートの調合を決定した際に、使用する骨材を準備して JIS A 1128 に定められた方法で測定する。測定は、エアメータによって行う。エアメータの容器の容積と各骨材の比率が調合同じになるように粗骨材と細骨材を入れる。骨材のまわりには水を充填させてから測定を行い、この空気量の値を骨材修正係数としている。必要があれば、骨材修正係数にて補正を行うことになっている。骨材修正係数は骨材が異なると変わるの

は当然だが、通常、同一のロットの骨材では一定としてよいとされている。

普通コンクリートに用いる天然骨材の場合、その品質により骨材修正係数は異なるが、おおむね0.1~0.3%と言われている。本調査研究においては、骨材修正係数の幅を0.1~0.3%と仮定し、その値が $0.2 \pm 0.1\%$ の一様分布（矩形分布）になるものとして、標準不確かさを求めることとした。使用する材料等によっては骨材修正係数が大きくなる可能性があり、これらの場合においては、骨材修正係数を実測した値から標準不確かさを求める必要がある。

また、骨材修正係数以外については、②と同様に「測定の不確かさ」の要因から除外した。

④試験方法

a. 試料の採取方法（採取箇所、均質性、量）

前項のスランブ試験同様であり、本調査研究では、これらの要因についての検証は行わなかった。

b. 試験作業（コンクリートの詰め方、突き方、たたき方、均し方、初圧力の調整）

ここでは、JIS A 1128の無注水法による不確かさの要因の推定を行う。

JIS A 1128に従って実施したとしても、試験者の熟練度や技量に空気量の値は影響される。以下に試験作業において空気量値に影響を与えると考えられる要因を示す。（ ）内はJISの規定である。

- ・詰め方 [各層の量の違い（各層等しい量）、時間]
- ・突き方 [突き数（25回）、強さ、深さ、早さ、角度]
- ・たたき方 [回数（10回~15回）、強さ [エントラップエア]]
- ・均し方 [平たんの度合い [見かけ上、凸の場合空気量値が少、凹の場合は大となる。]]
- ・初圧力の調整 [指針の合わせ方]
- ・試験作業時間 [詰め始めから測定までの時間による経時変化（時間の規定なし）]

これらの項目も独立した個々の要因として分離して不確かさを求めることは現実的ではないため、後述の試験者の要因に含め不確かさを求めることとした。

⑤試験者（熟練度、個別試験者）

前項のスランブ試験同様に測定の不確かさにおいて測定者（本調査研究では個別試験者）の要因は必然である。空気量試験においても、試験作業の違いだけでなく、試験器具及び測定器の扱い方や、圧力計を読む体勢（目線）や時間など試験者による不確かさの要因が予想される。よって、空気量試験も経験年数の違う試験者及び試験器具及び測定器を複数集めて、同時に共通試験を行い、実験結果から「①装置・器具の a. 試験器具」及び「④試験方法の b. 試験作業」を試験者に含めた「試験者の違いによる標準不確かさ」を求めることとした。（Aタイプ評価）

⑥繰返し（バッチ、反復誤差、繰返し誤差）

前項のスランプ試験同様に、測定の不確かさには、ロットやバッチの違い、また、同一試料から複数回測定を実施する等の反復（各条件の交互作用を含んだ再現性）あるいは繰返し誤差の成分も含まれる。コンクリートの空気量試験試験においても、フレッシュコンクリートの物理特性により、また経時変化等による品質の変化が生じるため、通常物理状態が変化しない試料のように同一試料で繰返し・反復試験を行い、測定値（数値）を検証することはできない。これもまた、同バッチの試料を同一試料と仮定し、同一試験者・試験器具で繰返し試験を行っても、試料の違い（サンプリング時の誤差）や経時変化により、純粋な繰返し測定とは異なる。

本調査研究では、同一の調合・練混ぜ方法により作製された試料を、複数のバッチ、複数の試験者により各バッチ1回のみの測定として実験を行い、その結果から、バッチ間による要因を反復誤差要因として求めた。（Aタイプ評価）

3) 標準不確かさの推定

空気量試験の測定における標準不確かさの推定を、2)で記した推定要因の中から次の項目について検討を行い、標準不確かさを推定した。

- ・装置及び器具（エアメータ）〔区分①〕
- ・試料の特性（骨材修正係数）〔区分③〕
- ・試験者〔区分⑤〕
- ・繰返し〔区分⑥〕

装置及び器具についてはエアメータの校正・補正の不確かさに係わる要因を、試料の特性については骨材修正係数による不確かさに係わる要因を抽出し、計算により標準不確かさを求めた。詳細は3.1) エアメータ及び骨材修正係数による標準不確かさに記した。

また、試験者、繰返しについての標準不確かさの推定については、JIS A 6204の基準コンクリートを用いて実験を行い、その結果から各要因の標準不確かさを推定した。これらの要因についての標準不確かさの詳細は、3.2)試験者及び繰返しの標準不確かさに記した。

3.1) エアメータ及び骨材修正係数の標準不確かさ

①要因の特定

エアメータ及び骨材修正係数の不確かさに係わる要因、確率分布及び評価タイプを表2.2.3-2に示す。

表 2.2.3-2 要因, 確率分布及び評価タイプ

番号	区 分	要 因	記号	確率分布	評価タイプ
①	装 置 ・ 器 具 (エアメータ)	校 正 ・ 補 正	u_{a1}	矩形	B
		分 解 能	u_{a2}	矩形	B
③	試 料 の 特 性	骨材修正係数	u_{a3}	矩形	B

②標準不確かさ

標準不確かさを表2.2.3-3に示す。

表 2.2.3-3 標準不確かさ(エアメータ及び骨材修正係数)

記号	不確かさの要因	値 (%)	確率 分布	除数	標準不確かさ (%)	評 価 タイプ
u_{a1}	校正・補正	0.2	矩形	$2\sqrt{3}$	0.06	B
u_{a2}	分解能	0.1	矩形	$2\sqrt{3}$	0.03	B
u_{a3}	骨材修正係数	0.1	矩形	$\sqrt{3}$	0.06	B

3.2) 試験者及び繰返しの標準不確かさ

①要因の特定

この実験では、試験者の違いによる要因及び繰り返しによる要因の標準不確かさを求める。各区分における要因、確率分布及び評価タイプを表 2.2.3-4 に示す。

表 2.2.3-4 要因、確率分布及び評価タイプ

番号	区 分	要 因	記号	確率分布	評価タイプ
⑤	試 験 者	突 き 棒	u_{am}	正規	A
		木 づ ち ・ 定 規			
		水 平 台			
		試 料 採 取			
		詰 め 方			
		突 き 方			
		た た き 方			
		均 し 方			
		初 圧 力 調 整			
		熟 練 度			
		試 験 者			
⑥	繰 返 し	バ ッ チ	u_{ab}	正規	A
		繰 返 し 誤 差	u_{ae}	正規	A

②実験内容

実験の因子及び水準を表 2.2.3-5 に示す。

JIS A 6204 (コンクリート用化学混和剤) の基準コンクリート (単位セメント量: 320kg/m^3 , 目標空気量 18cm^3) を対象として、コンクリートの空気量試験を実施した。

1 バッチのコンクリート練混ぜ量は、 100l とし、7名 (試験器具・測定器も7セット) の試験者が同時に空気量試験を行い、これを10バッチ繰り返した。試験者は、コンクリートの試験業務に従事している年数が5年以上の技術者を対象とした。なお、空気量の測定は0.1%単位とした。

表 2.2.3-5 実験の因子及び水準

因 子	水 準	計
試 験 者	A~H	8
バ ッ チ	1~10	10

③空気量の測定結果

JIS A 6204 の基準コンクリートを用いて空気量を測定した結果（エアメータの読み値）を表 2.2.3-6 に示す。

表 2.2.3-6 空気量の測定結果 (%)

バッチ	試験者							平均	標準 偏差	変動 係数 (%)
	A	B	C	D	E	F	G			
1	1.7	1.3	1.0	1.3	0.8	1.4	1.3	1.26	0.288	22.90
2	1.7	1.2	1.0	1.3	0.9	1.1	1.0	1.17	0.269	22.97
3	1.6	1.2	1.0	1.4	0.8	1.4	1.2	1.23	0.269	21.90
4	1.5	1.4	0.9	1.3	0.6	1.4	0.9	1.14	0.341	29.83
5	1.7	1.3	1.0	1.5	0.9	1.5	1.0	1.27	0.309	24.33
6	1.6	1.3	0.9	1.3	0.6	1.3	0.9	1.13	0.340	30.14
7	1.6	1.2	1.0	1.3	0.8	1.4	0.9	1.17	0.287	24.50
8	1.4	1.6	1.2	1.2	0.9	1.3	1.3	1.27	0.214	16.82
9	1.4	1.4	0.9	1.2	0.9	1.2	1.0	1.14	0.215	18.81
10	1.5	1.4	1.1	1.2	0.9	1.2	1.2	1.21	0.195	16.07
平均	1.57	1.33	1.00	1.30	0.81	1.32	1.07	1.20	-	-
標準偏差	0.116	0.125	0.094	0.094	0.120	0.123	0.164	-	0.264	-
変動係数 (%)	7.39	9.41	9.43	7.25	14.78	9.31	15.29	-	-	21.98

④分散分析

分散分析結果を表 2.2.3-7 に示す。

表 2.2.3-7 分散分析表

変動要因	変動	自由度	分散	分散比	分散の期待値
反復(バッチ間)	0.194	9	0.022	1.59	$\sigma_e^2 + 7\sigma_b^2$
試験者間	3.872	6	0.645	47.50	$\sigma_e^2 + 10\sigma_m^2$
誤差	0.734	54	0.014		σ_e^2
合計	4.800	69			

分散の期待値から標準不確かさ ($u_{am} = \sigma_m$, $u_{ab} = \sigma_b$, $u_{ae} = \sigma_e$) を求める。

分散の期待値から σ の求め方の一例 (試験者間の要因の場合)

$$V_m = \sigma_e^2 + 10\sigma_m^2$$

$$\sigma_m = \sqrt{(V_m - \sigma_e^2)/10} = \sqrt{(0.645 - 0.014)/10} = 0.25$$

⑤標準不確かさ

要因ごとの標準不確かさを表 2.2.3-8 に示す。

表 2.2.3-8 要因ごとの標準不確かさ

記号	不確かさの要因	値 (%)	確率分布	除数	標準不確かさ (%)	評価タイプ
u_{am}	試験者の違い σ_m	0.25	正規	1	0.25	A
u_{ab}	反復(バッチ間) σ_b	0.03	正規	1	0.03	A
u_{ae}	繰返し σ_e	0.12	正規	1	0.12	A

4) バジェットシート

3)で求めた各要因の標準不確かさから、合成標準不確かさ u_a 及び拡張不確かさ U_a を求め、バジェットシートにまとめたものを表 2.2.3-9 に示す。

合成標準不確かさ

$$u_a = \sqrt{(u_{a1}^2 + u_{a2}^2 + u_{a3}^2 + u_{am}^2 + u_{ab}^2 + u_{ae}^2)}$$

拡張標準不確かさ (包含係数 k を 2 とする。)

$$U_a = u_a \times k$$

表 2.2.3-9 バジェットシート(空気量試験)

不確かさの要因		記号	値 (%)	確率分布	除数	標準不確かさ (%)	評価タイプ
エアメータ	校正・補正	u_{a1}	0.2	矩形	$2\sqrt{3}$	0.06	B
	分解能	u_{a2}	0.1	矩形	$2\sqrt{3}$	0.03	B
試料の特性	骨材修正係数	u_{a3}	0.1	矩形	$\sqrt{3}$	0.06	B
試験者の違い	採取方法	—	—	—	—	(検証せず)	—
	装置・器具	u_{am}	0.25	正規	1	0.25	A
	試験方法						
	試験者						
反復(バッチ間)	u_{ab}	0.03	正規	1	0.03	A	
繰返し	u_{ae}	0.12	正規	1	0.12	A	
合成標準不確かさ		u_s	—	—	—	0.29	—
拡張不確かさ(k=2)		U_s	—	—	—	0.58	—

b) 実験及び既往のデータからの解析

空気量試験における測定の不確かさを推定するための要因として取り上げたもので、その影響が大きい項目は、試験者及びバッチによる繰返し（反復）である。測定の不確かさの推定方法でも記したように、要因の中には本調査研究で推定対象から除外した要因もある。これらの除外した推定要因は、フレッシュコンクリートの性状に及ぼす影響が大きく、また、コンクリートの特性であるフレッシュコンクリートの物理的性状（セメントの水和や化学混和剤の種類・性状に伴い、コンクリートの状態が変化するため、ポテンシャルの状態を定められない）が変化することに大きく寄与している。

本項においては、これらの要因がコンクリートに及ぼす影響を明らかにし、さらに影響量を定量的に示すことにより測定の不確かさとこれらの影響要因の関係を明らかとすることを目的としてデータの解析を行った。

解析の対象は、本調査研究において実施した実験結果ならびに既往のデータであり、これらを統計的に解析し、空気量の偏差の分布及び変動、試料のバラツキ及びフレッシュコンクリートの経時変化に及ぼす影響を定量的に示した。

1) JIS A 6204 の基準コンクリートを用いた実験結果の解析

JIS A 6204 の基準コンクリート（単位セメント量：320kg/m³，目標スランブ18cm）を対象としてコンクリートの空気量試験を実施した。1バッチのコンクリート練混ぜ量は100ℓとし、1日10バッチを練混ぜた。1バッチあたり7名の試験者が同時に空気量の測定を行った70データ（7名×10バッチ）について①～④の項目について解析を行った。

なお、解析に用いた空気量測定結果は、表2.2.3-6に示した値からキャリブレーションによる校正值（0.0～0.1%）及び骨材修正係数（0.2%）を考慮した（差し引いた）値となっている。

- ①空気量の偏差とその分布
- ②空気量の偏差の変動
- ③各バッチにおける試験者のバラツキ
- ④各試験者のバッチ間のバラツキ

①空気量の偏差とその分布

各試験者の測定値とそのロット（1バッチに同時に試料採取した試験者間）の平均値との差（偏差）を求め、全数（ $n=70$ ）を対象としてヒストグラムを作成した。

図 2.2.3-4 に空気量の偏差のヒストグラムを示す。平均値からの偏差は、 $\pm 0.2\%$ の範囲に約 70%、 $\pm 0.4\%$ の範囲に約 90%、 $\pm 0.6\%$ の範囲に 100%収まる結果となった。試験結果は 7名の試験者が 10バッチのコンクリートに対して各 1回（計 10回 / 1試験者）試験を行ったものであるため、試験者、バッチ、繰り返しの要因が複合したバラツキを含むものである。

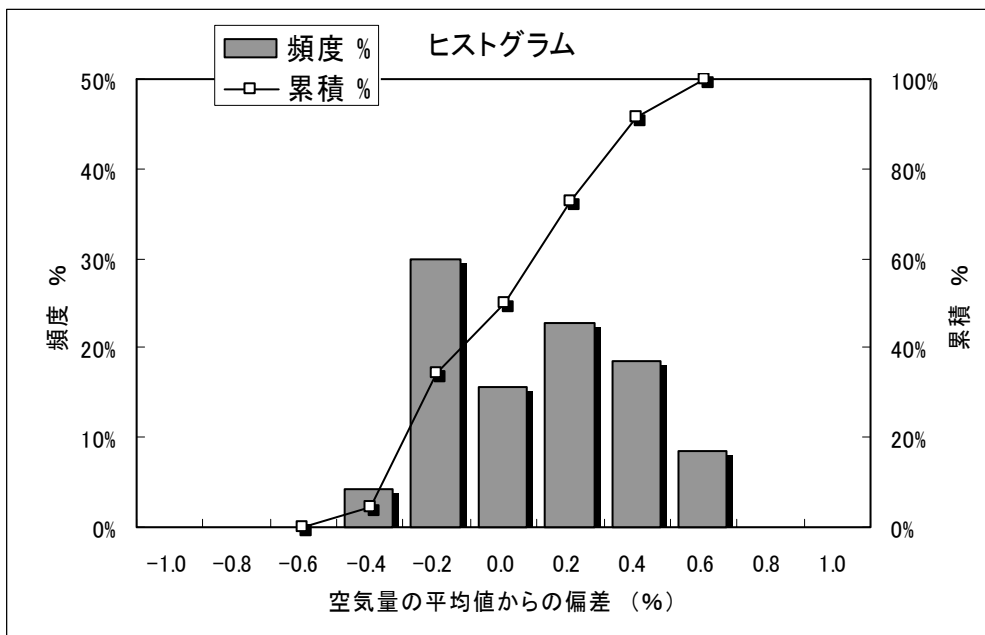


図 2.2.3-4 空気量の偏差の分布

②空気量の偏差の変動

各試験者の測定値とそのロット（1バッチに同時に試料採取した試験者間）の平均値との差（偏差）をそのロットの標本標準偏差で除した比を求め、全数（n=70）を対象としてヒストグラムを作成した。

図 2.2.3-5 に、空気量の偏差を標本標準偏差で除した比のヒストグラムを示す。空気量の変動幅は、-1.5 から+2.0 の範囲で、若干+側に偏る傾向が認められた。

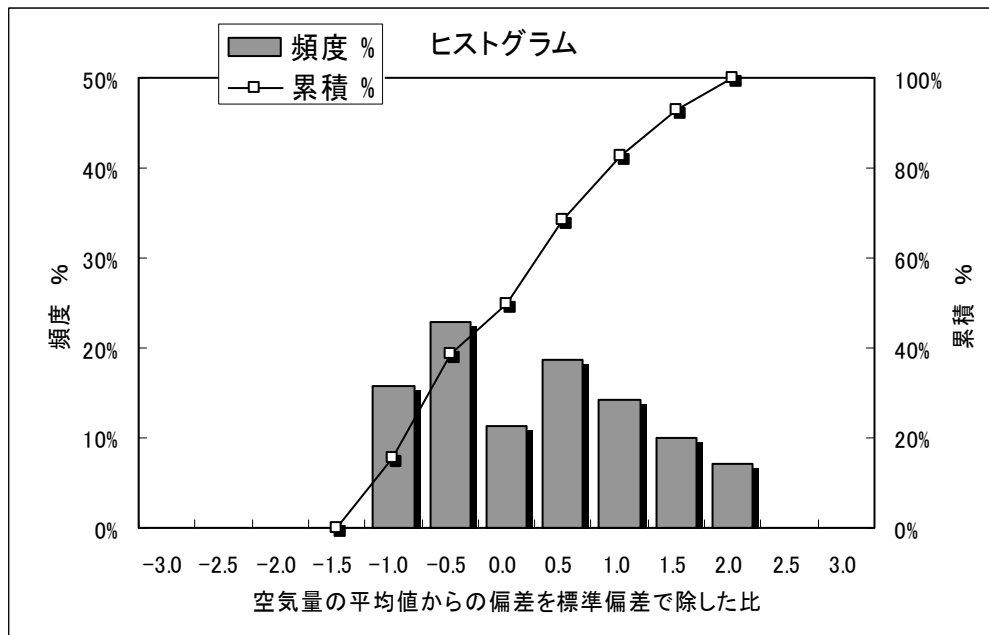


図 2.2.3-5 空気量の偏差の変動分布

③各バッチにおける試験者のバラツキ

各バッチ（1～10バッチ）における7名の試験者の空気量試験における測定バラツキを図2.2.3-6に示した。ここでは空気量を実測値でプロットしているため、各バッチのコンクリートのバラツキ及び試験者間のバラツキを確認できる。

本実験における10バッチのコンクリートの空気量試験結果の総平均は、1.0%であり、試験値の最大値は1.5%、最小値は0.4%であった。バッチ及び試験者によるバラツキの複合により、試験結果は総平均+0.5%、-0.6%の1.1%の範囲に分布する結果となった。

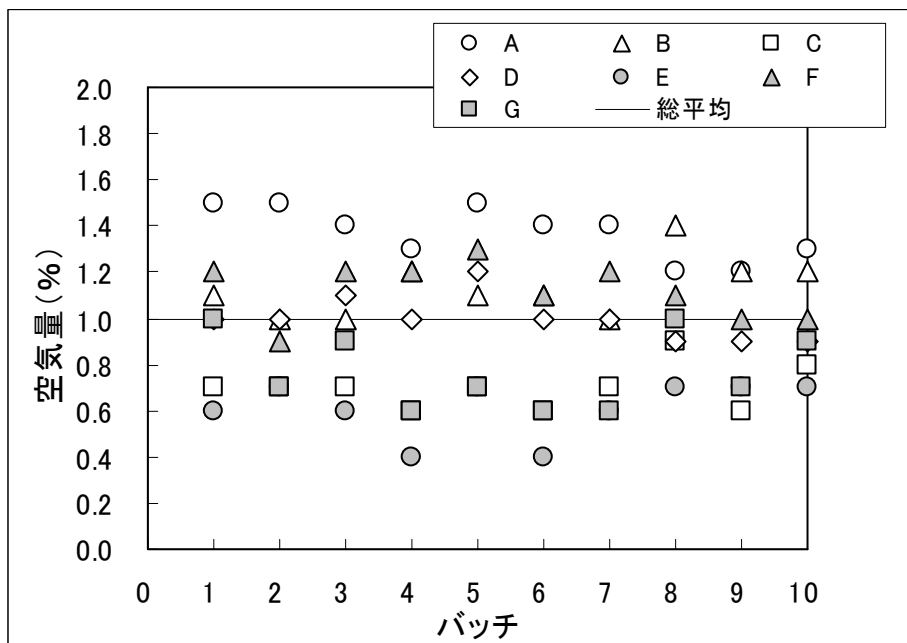


図 2.2.3-6 バッチごとの空気量測定結果

④各試験者のバッチ間のバラツキ

各試験者（7名）が実施したバッチ間の空気量試験における測定のバラツキを図 2.2.3-7 に示した。試験者 A 及び B は、全ての試験結果が平均値よりも大きく、試験者 C, E, G は全ての試験結果が平均値よりも小さい結果を示した。それ以外の試験者（D, F）については、平均値の両側に試験結果が分布する結果を示した。各試験者の空気量試験結果の分布幅は 0.4%~0.6%であった。

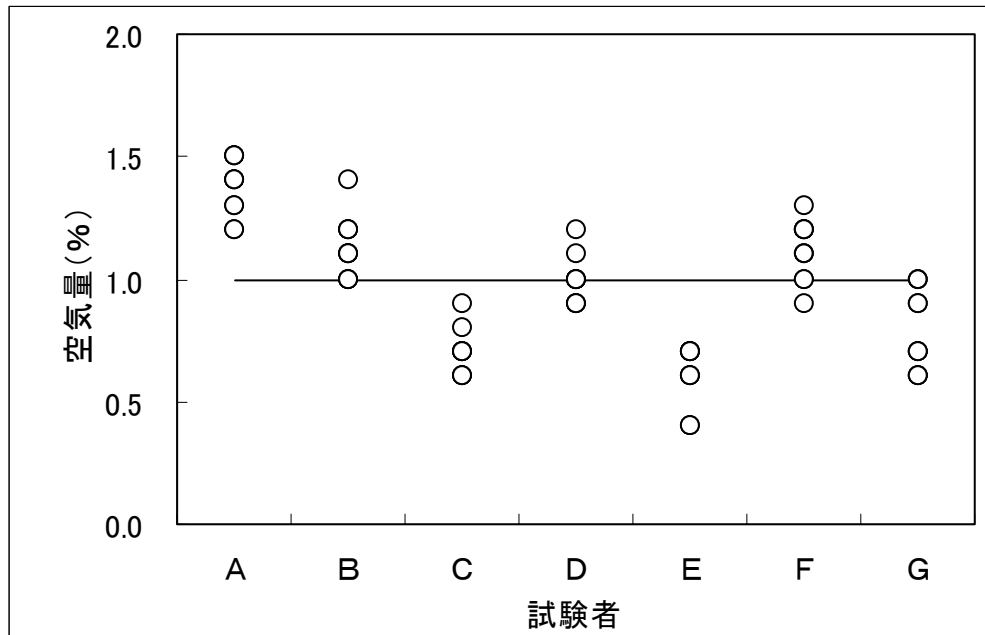


図 2.2.3-7 試験者ごとの空気量測定結果

2) 既往のデータに関する調査及び解析

「コンクリートの現場品質管理に伴う採取試験技能者認定制度」^(注)の認定委員会の協力により、2002年1月から2004年2月までに実施した採取試験技能者検定試験の試験データ（コンクリートの種類：普通コンクリート，スランプ試験結果）を表 2.2.2-10 に示す。試験データはロット数88ロット，個別試験者総数508名（508個）である。試験データについて検討した項目は以下のとおりである。

- ① 空気量の偏差とその分布
- ② 空気量の偏差の変動
- ③ 空気量の経時変化
- ④ 1ロット内の試験者のバラツキ

(注) 「コンクリートの現場品質管理に伴う採取試験技能者認定制度」

財団法人建材試験センターは、工事現場でのフレッシュコンクリートの検査・試験を行う試験者の技能の評価として、「コンクリートの現場品質管理に伴う採取試験技能者認定制度」を平成13年度に制定した。この制度は、試験者を技能資格者として位置付けるとともに、試験技能の向上によるコンクリートの品質の確保を図ることを目的としている。

検定試験及び認定審査は、学識経験者、行政機関及び関連業界等の委員で構成する第三者性を有した「認定委員会」（委員長＝梶田佳寛・宇都宮大学教授）を設置して行っている。

また、認定登録機関として財団法人建材試験センターは、合格者への認定登録証の発行や、技能者名簿の公表を行っている。

表 2.2.3-10 検定試験の試験データ(空気量試験)

試験 年 月日	空気量試験結果 (%)															
	トラックアジテータ 1 台目 (AM)				トラックアジテータ 2 台目 (PM)											
	30分後		50分後		70分後		90分後		30分後		50分後		70分後		90分後	
2002 /1/12	5.0	6.0	5.3	5.4	4.8	4.7	5.9	6.2	5.9	6.0	5.8	5.6	5.6	5.9	6.5	5.5
	5.0	5.4	5.5	5.5	4.4	5.0	5.3	5.5	5.7	5.5	5.9	5.6	6.0	6.5	5.8	5.7
	5.2	-	5.5	-	5.1	-	6.3	-	6.0	-	5.9	-	5.8	-	5.2	-
	5.3	-	4.9	-	4.3	-	6.0	-	5.6	-	5.4	-	5.7	-	6.0	-
2002/ 1/26	4.6	-	4.7	-	3.8	4.0	4.6	4.9	5.3	6.2	5.0	5.7	5.5	5.6	4.8	5.5
	4.3	-	3.9	-	3.7	4.5	4.0	3.4	5.6	3.9	5.0	5.9	5.4	-	5.8	5.6
	4.0	-	5.0	-	4.5	-	5.6	-	5.7	-	5.8	-	5.5	-	5.9	-
	5.1	-	4.5	-	4.2	-	4.7	-	6.0	-	5.7	-	5.1	-	4.6	-
2002/ 2/9	5.6	5.3	5.2	4.6	4.9	5.7	5.1	4.9	6.2	6.0	6.2	6.6	6.5	6.0	6.5	6.3
	4.9	4.8	5.4	5.2	5.9	5.0	5.1	5.4	5.6	5.8	6.6	6.0	4.8	6.1	5.6	5.9
	4.7	5.7	5.0	-	5.3	-	5.0	-	5.5	6.7	6.6	6.5	6.7	-	5.1	6.0
	6.0	-	4.6	-	5.6	-	4.9	-	6.2	-	6.4	-	5.9	-	5.6	-
2002/ 2/23	6.1	5.9	6.0	5.4	6.3	6.0	5.8	8.0	5.2	5.0	5.5	6.0	5.6	6.5	5.5	6.5
	6.5	5.6	6.5	5.5	6.0	6.1	5.8	6.2	5.1	5.5	6.1	-	6.0	5.7	6.3	6.8
	5.2	6.5	5.2	5.9	6.6	5.9	6.2	-	4.9	5.1	6.0	-	5.8	7.2	6.0	6.4
	5.9	-	6.0	-	6.6	-	6.3	-	5.1	-	5.2	-	5.3	-	5.4	-
2003/ 1/11	6.1	5.6	5.2	6.0	5.8	-	4.5	-	5.3	5.0	4.9	5.0	5.1	-	4.9	5.7
	5.8	-	5.4	5.5	5.3	-	5.3	-	5.1	5.1	4.6	5.1	4.3	-	5.5	5.5
	6.0	-	5.1	-	5.0	-	5.8	-	5.2	-	5.0	-	4.8	-	5.0	-
	5.8	-	5.5	-	5.5	-	5.1	-	4.5	-	4.9	-	5.2	-	5.7	-
2003/ 1/25	5.9	5.5	6.1	5.7	6.0	-	5.8	6.0	4.9	5.8	5.2	5.0	5.0	5.5	5.3	5.2
	5.1	5.8	6.4	-	5.9	-	5.2	4.7	4.3	5.6	4.9	-	4.9	5.4	4.3	4.4
	5.2	-	6.0	-	4.7	-	4.0	-	4.5	-	5.5	-	5.2	-	4.6	-
	5.0	-	5.7	-	5.8	-	6.1	-	5.1	-	5.4	-	5.0	-	5.4	-
2003/ 2/8	5.0	5.0	5.0	5.1	5.4	5.4	5.4	3.9	6.1	5.8	5.3	5.6	5.9	5.5	4.4	4.5
	6.0	5.1	6.2	5.3	4.7	4.8	4.2	4.4	6.1	5.7	4.9	6.0	5.4	5.4	4.4	4.5
	5.3	5.7	4.5	-	4.6	4.6	4.2	-	6.7	6.4	5.6	4.4	4.8	5.0	4.9	-
	4.7	-	5.5	-	5.6	-	4.8	-	6.1	-	5.9	-	5.9	-	5.3	-
2003/ 2/22	4.0	4.5	3.2	4.6	2.9	4.3	3.5	3.0	4.0	4.0	5.0	4.8	3.7	3.5	4.6	3.2
	3.6	3.9	3.2	3.6	3.7	3.4	3.4	3.5	5.5	3.9	4.2	4.3	3.7	4.5	3.7	-
	3.9	4.2	3.5	-	3.4	4.0	3.1	3.5	3.7	-	4.3	-	4.4	4.5	4.1	-
	3.7	-	4.3	-	3.8	-	3.2	-	3.9	-	5.4	-	3.0	-	3.6	-
2004/ 2/7	6.7	6.0	6.0	5.3	5.0	5.3	5.0	5.2	4.9	-	4.2	4.1	4.6	-	4.1	4.2
	5.4	-	5.4	5.8	5.3	-	5.3	-	4.4	-	4.0	-	5.0	-	4.7	-
	6.4	-	5.8	-	5.1	-	4.9	-	4.6	-	3.9	-	4.5	-	4.1	-
	7.2	-	5.3	-	5.5	-	4.8	-	5.0	-	4.1	-	4.8	-	4.5	-
2004/ 2/14	4.8	5.6	5.0	4.3	5.9	4.8	5.5	5.0	4.0	3.9	3.9	3.7	4.4	3.3	3.3	3.6
	4.6	-	4.3	4.0	5.4	5.6	5.1	5.3	3.8	4.4	3.5	3.6	4.3	4.5	4.5	4.2
	4.7	-	4.7	-	5.3	-	5.8	-	3.9	-	4.0	-	4.5	-	3.7	-
	4.1	-	4.5	-	4.8	-	5.5	-	4.0	-	4.1	-	4.9	-	4.1	-
2004 /2/28	5.8	-	5.7	5.6	6.1	-	4.8	5.5	5.0	5.5	5.4	5.4	7.0	-	4.9	-
	5.8	-	6.0	6.0	6.6	-	5.7	-	4.6	-	4.9	-	5.3	-	4.5	-
	6.9	-	5.8	-	6.0	-	5.5	-	5.8	-	4.1	-	5.5	-	5.6	-
	5.9	-	5.7	-	6.9	-	5.7	-	6.5	-	4.9	-	2.4	-	4.4	-

①空気量の偏差とその分布

各試験者の測定値とそのロット（1回に同時に試料採取した試験者間[最大7名]）の平均値との差（偏差）を求め、全数（n=508）を対象としてヒストグラムを作成した。

図 2.2.3-8 に空気量の偏差のヒストグラムを示す。偏差の分布を見ると、 $\pm 0.5\%$ に 88%， $\pm 1.0\%$ に 98%， $\pm 1.5\%$ に 99.4%， $\pm 2.5\%$ にほぼ 100%収まる結果となった。解析の対象とした測定結果は、測定日が異なることによる変動、1台のアジテータ車から4回試験を実施するため、経時変化に伴う空気量の変動等複合的に変動する要因が混在している。よって、空気量の絶対値での評価はせず、各試験者の測定値と各試験時（試験者数は最大で7名）の平均値との差（偏差）を求め、全数を対象としてヒストグラムを作成した。

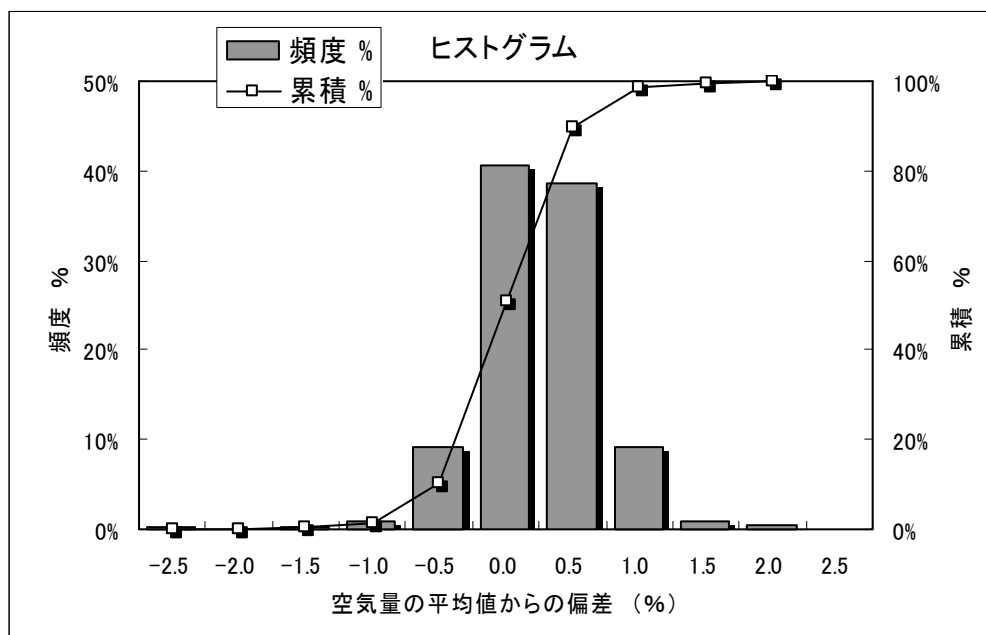


図 2.2.3-8 空気量の偏差の分布

②空気量の偏差の変動

各試験者の測定値とそのロット（1回に同時に試料採取した試験者間[最大7名]）の平均値との差（偏差）をそのロットの標本標準偏差で除した比を求め、全数（n=508）を対象としてヒストグラムを作成した。

図 2.2.3-9 に空気量の偏差の変動（空気量の偏差を標本標準偏差で除した比のヒストグラム）を示す。平均値に対して、ほぼ±2.0の範囲で平均的に分布しており、平均値に対して空気量の値が大幅に大きく（又は小さく）なる試験者はほとんどいないことが確認できた。

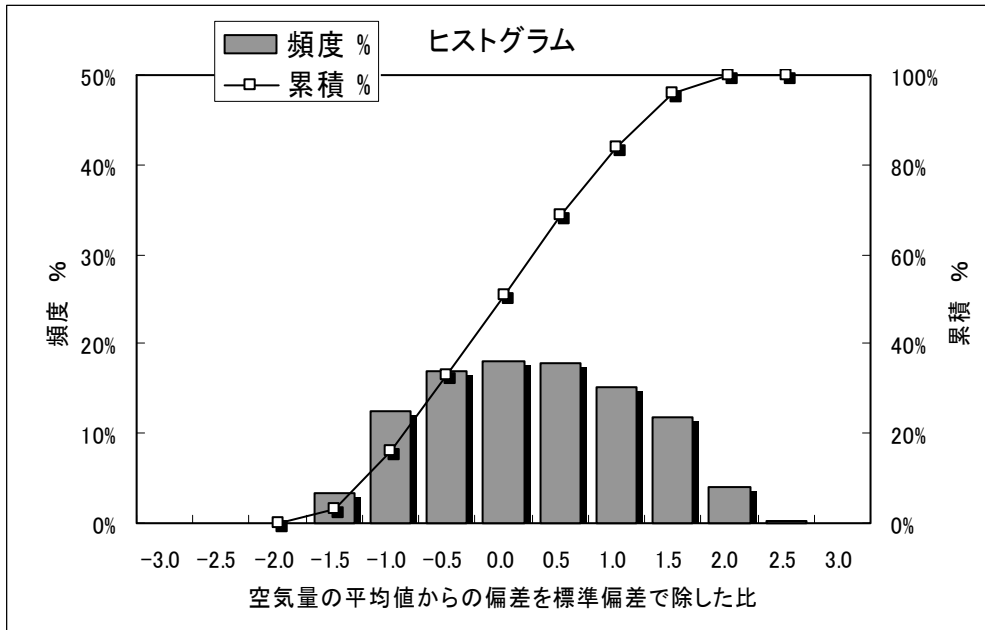


図 2.2.3-9 空気量の偏差の変動分布

③空気量の経時変化

1 アジテータ車から採取したコンクリートの空気量の経時変化を図 2.2.3-10 に示す。空気量試験は、加水後 30 分～90 分迄の 20 分ごとに試料を採取し、実施した。荷卸し開始から 60 分間で平均 -0.5%，最大で +1.0%～-1.5%（幅 2.5%）の空気量の変動があることが確認された。本結果は、荷卸し地点の目標空気量 4.5%のコンクリートのデータを冬期に計測した結果であるため、コンクリートの空気量の設定値、採取時期、化学混和剤の種類等が異なった場合、さらに変動値が大きくなる可能性がある。また、各測定の間々のデータについても図 2.2.3-11～図 2.2.3-14（詳細図）として添付する。

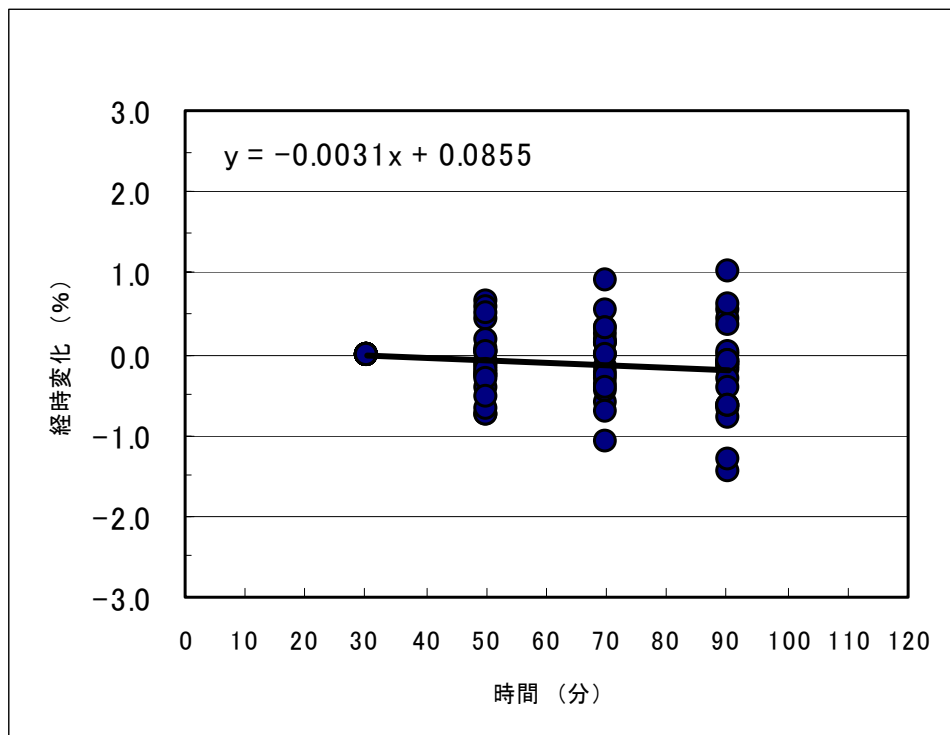


図 2.2.3-10 空気量の経時変化

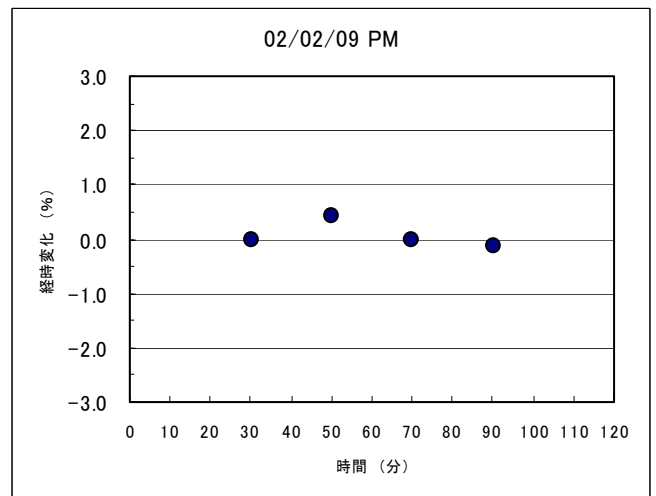
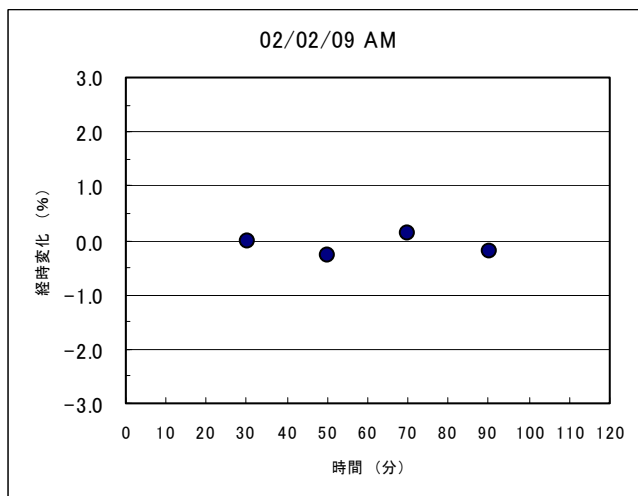
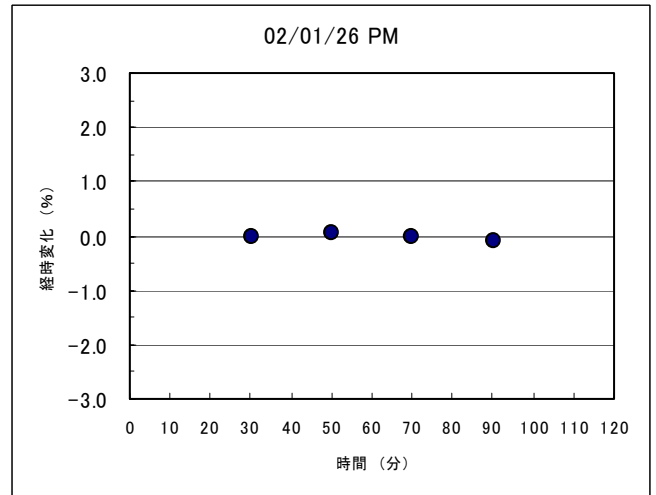
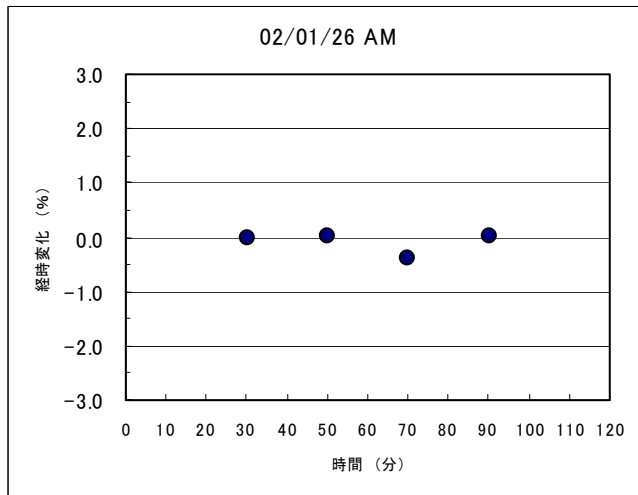
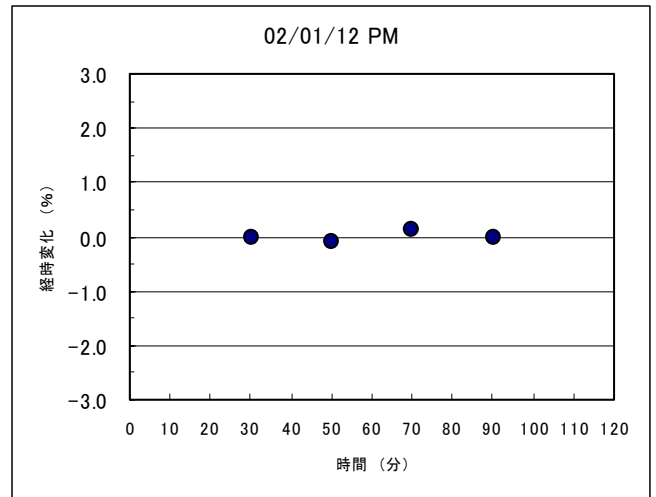
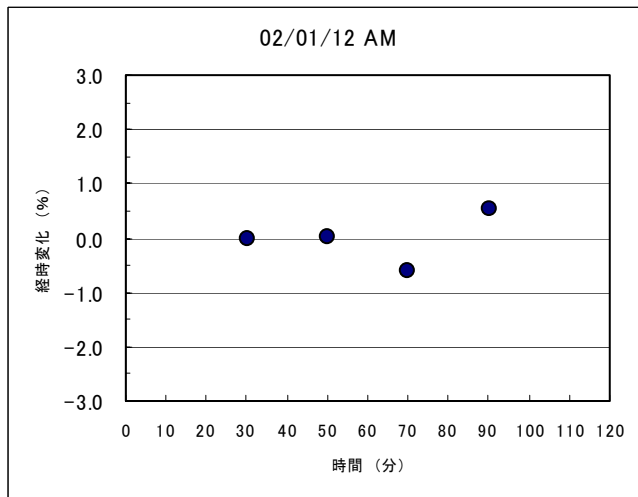


図 2.2.3-11 トラックアジテータ別の経過時間と1ロット内の個別試験者の偏差(1)

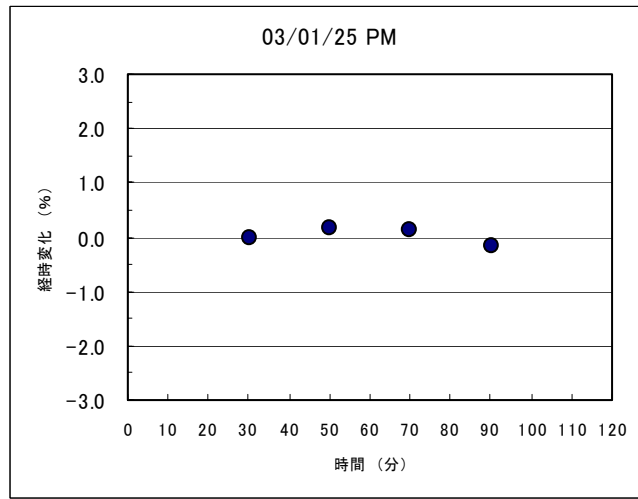
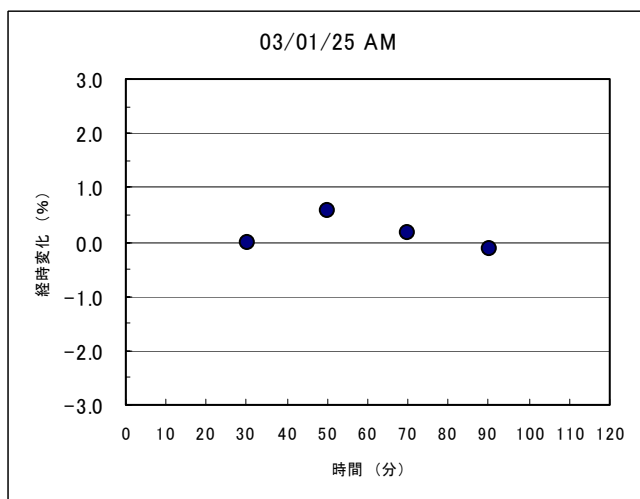
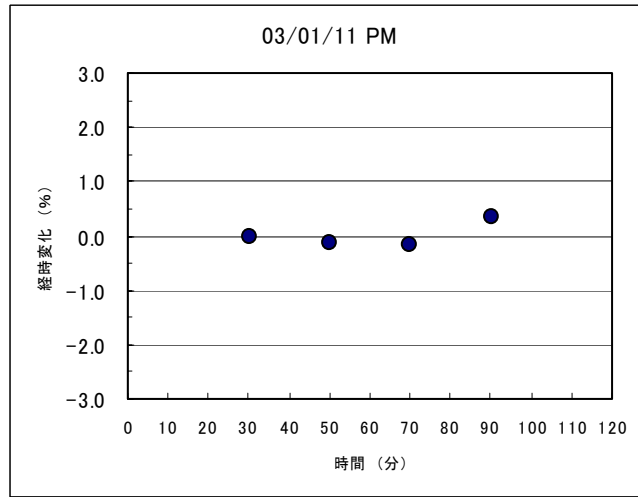
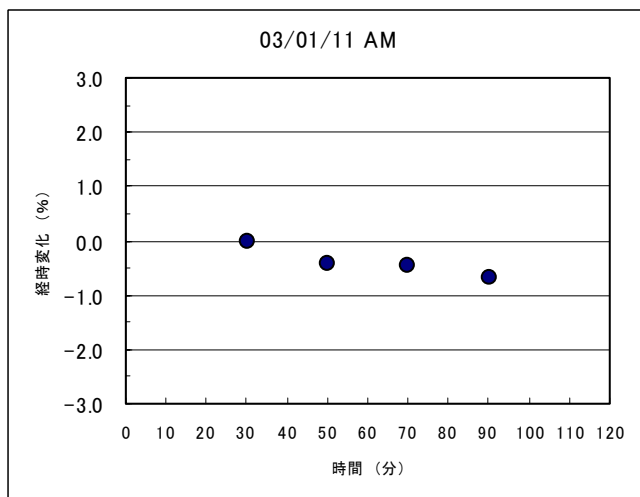
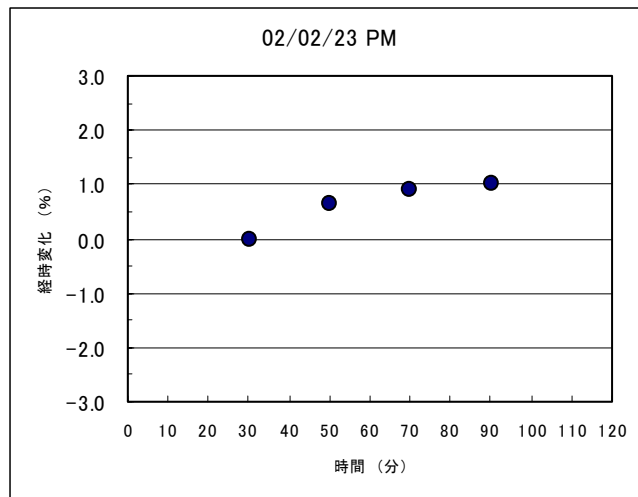
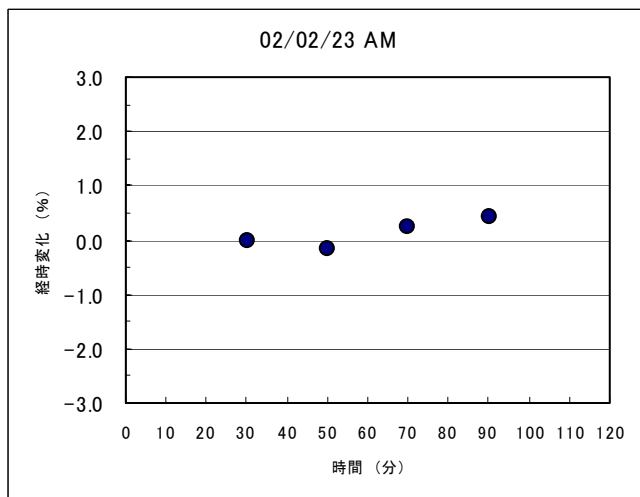


図 2.2.3-12 トラックアジテータ別の経過時間と1ロット内の個別試験者の偏差(2)

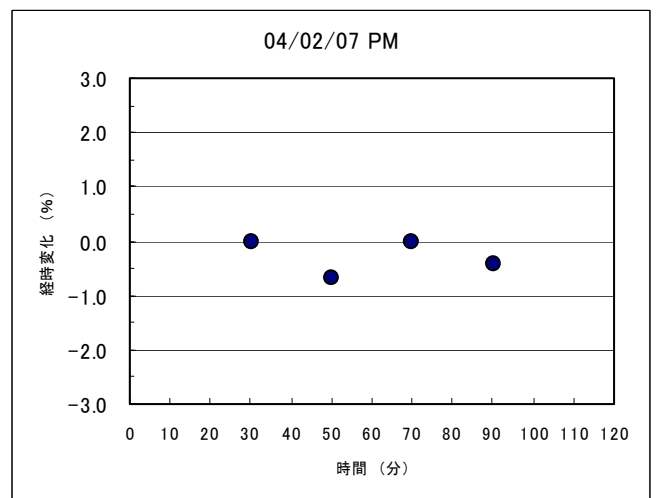
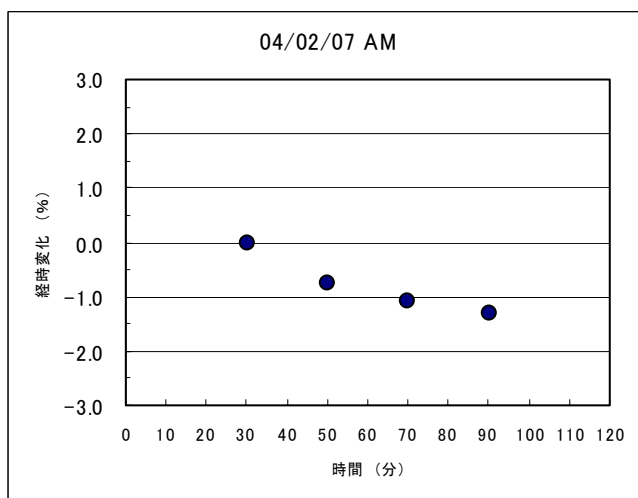
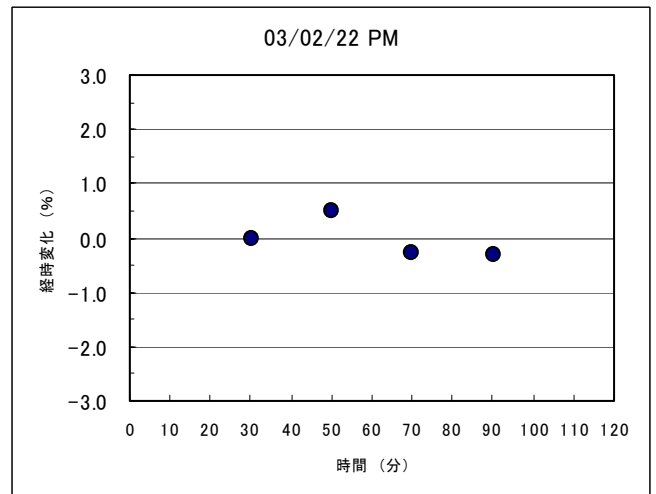
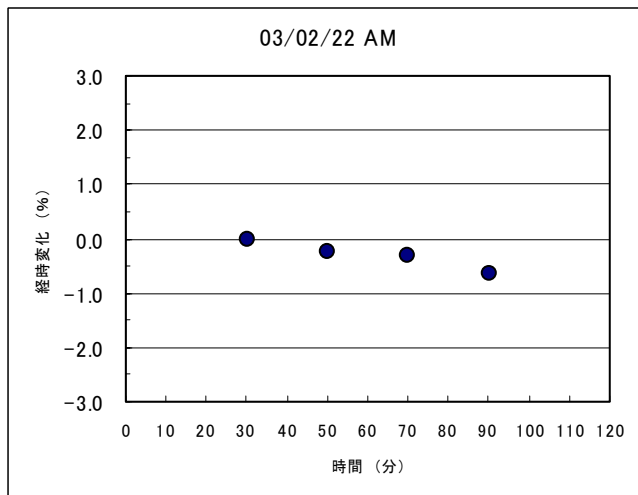
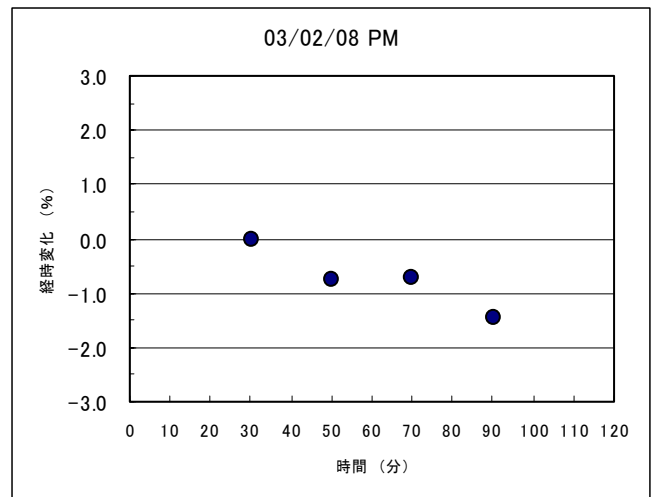
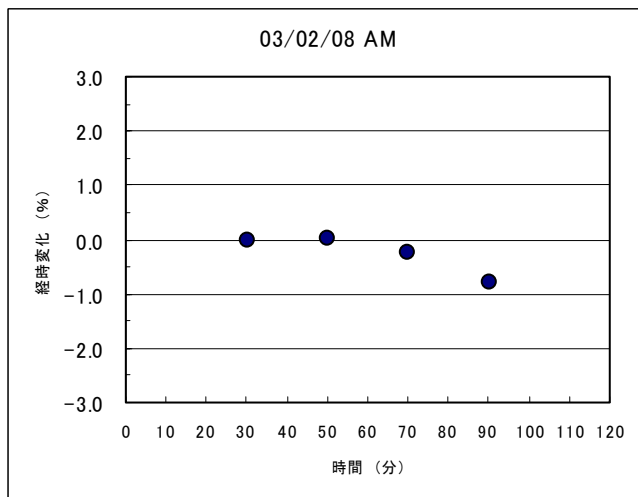


図 2.2.3-13 トラックアジテータ別の経過時間と1ロット内の個別試験者の偏差(3)

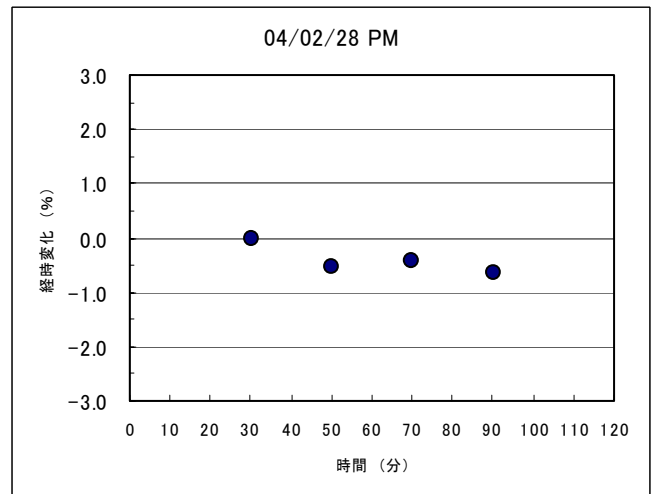
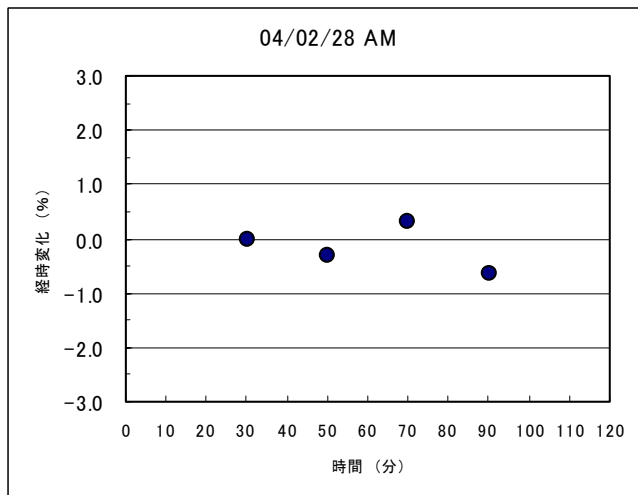
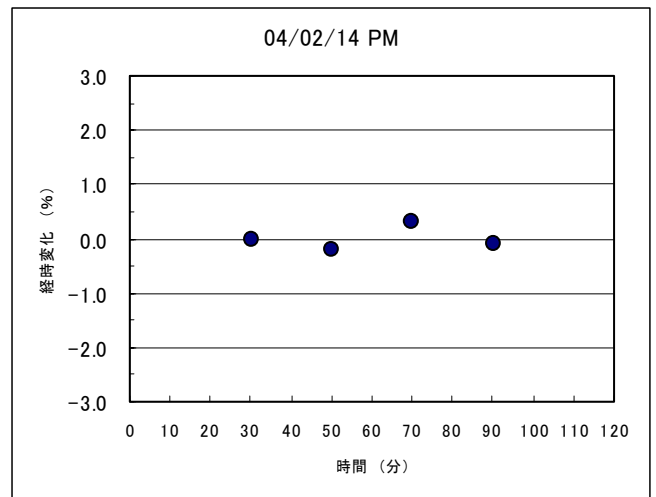
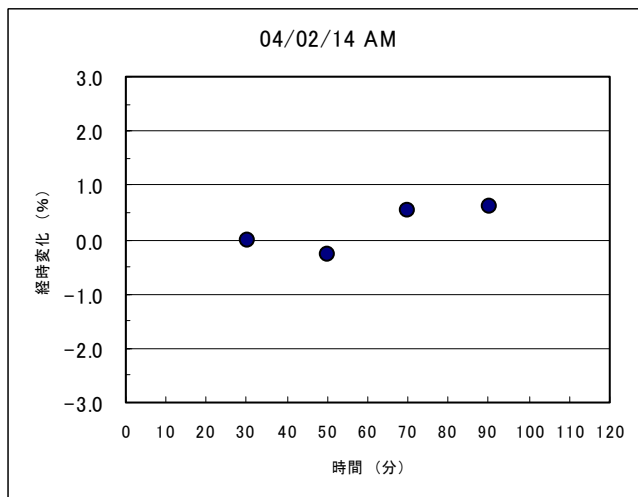


図 2.2.3-14 トラックアジテータ別の経過時間と1ロット内の個別試験者の偏差(4)

④ 1 ロット内の試験者のバラツキ

1 ロット内で同時に測定を行う試験者（最大で6名）のバラツキを図 2.2.3-15 ～図 2.2.3-18 に示す。1 アジテータ車において4回の測定を実施するため、経時変化に伴う空気量の変動がある。よって1回ごとの平均値からの各試験者の差(偏差)で示した。この結果、試験者間のバラツキは最大で+2.0%、-2.5% (幅 4.5%) であった。また、参考に空気量の経時変化と試験者のバラツキを複合させた場合、1時間の測定で空気量の絶対値として最大 5.6%の差が生じる結果となった(空気量の最大値：8.0%、最小値 2.4%)。空気量の経時変化と個別試験者のバラツキを図 2.2.3-19 に示す。

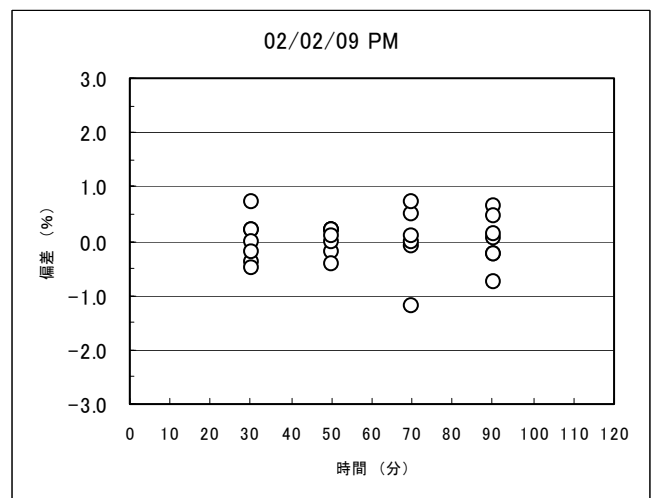
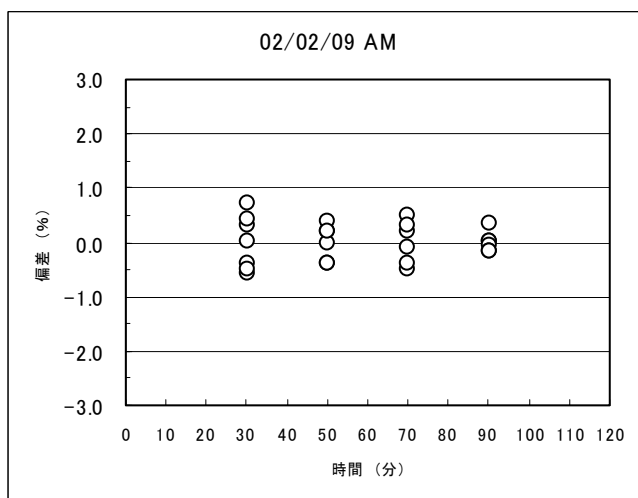
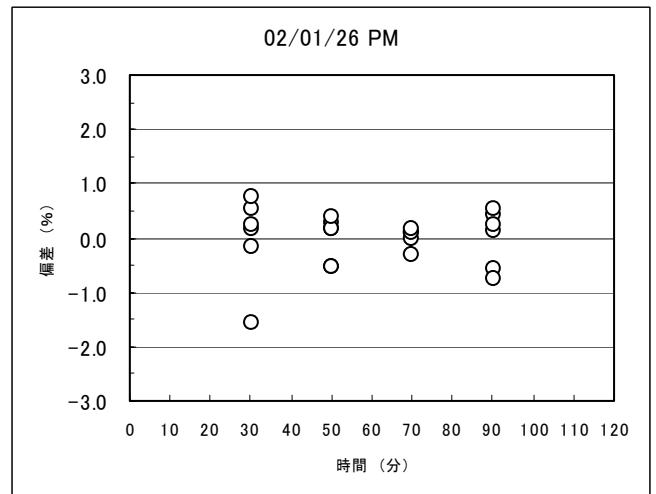
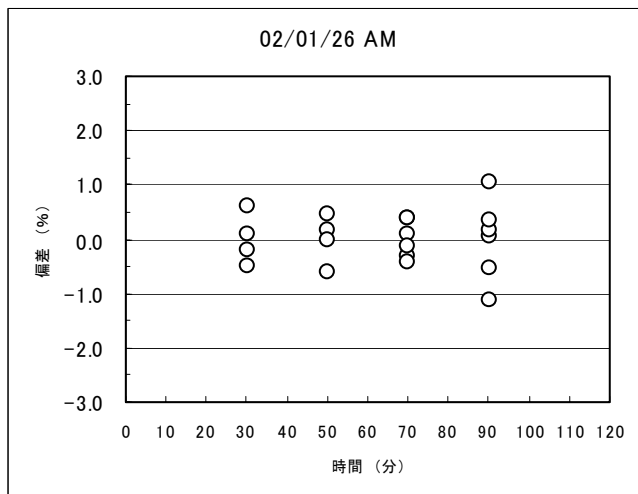
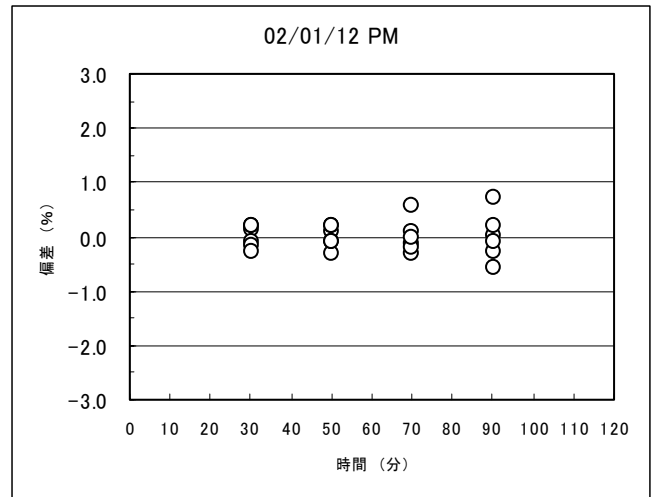
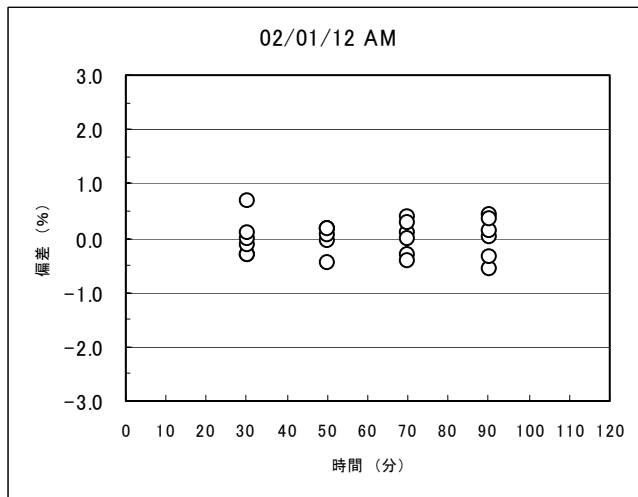


図 2.2.3-15 試験者のバラツキ(1)

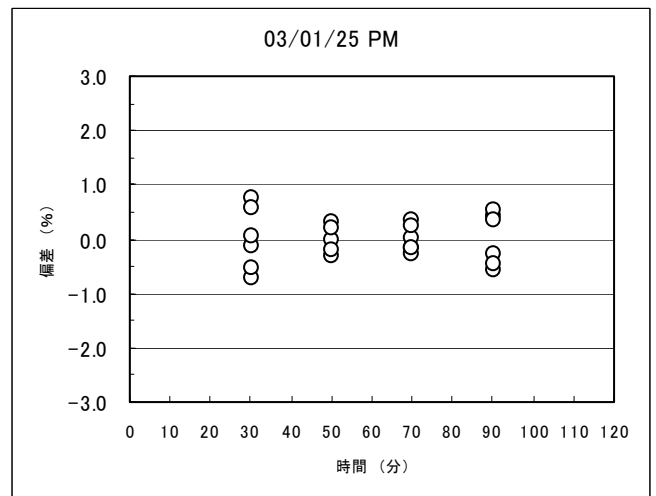
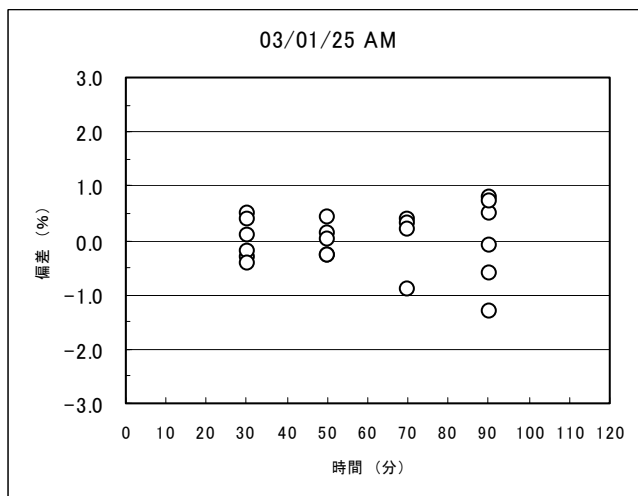
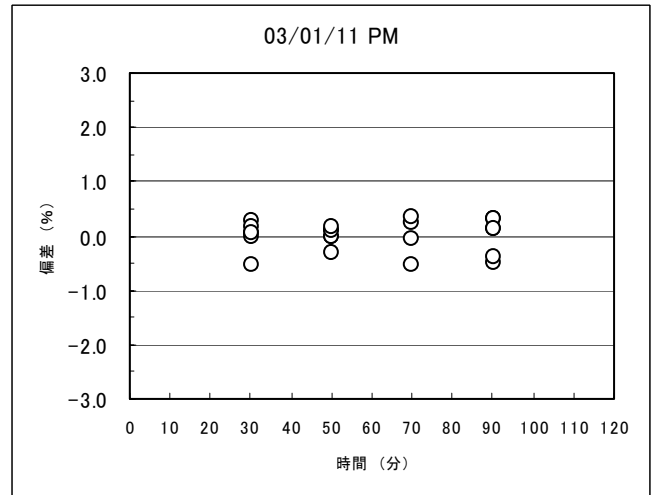
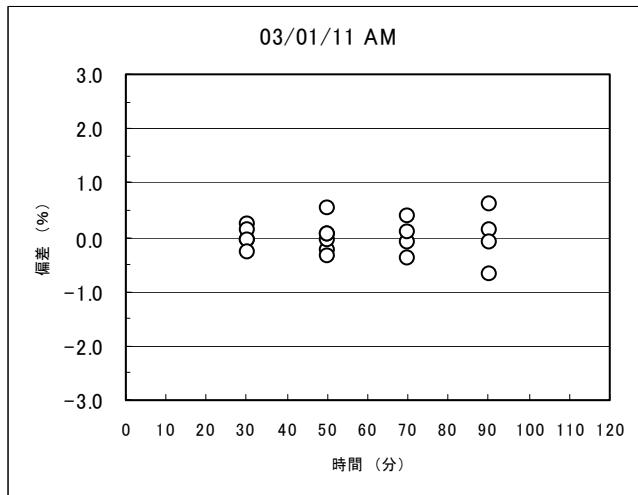
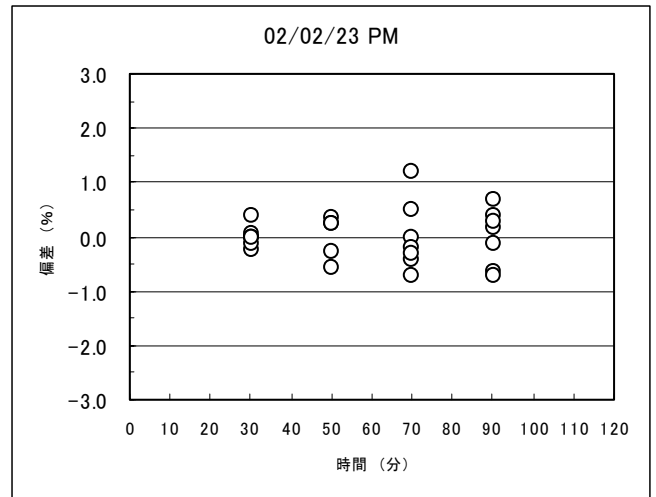
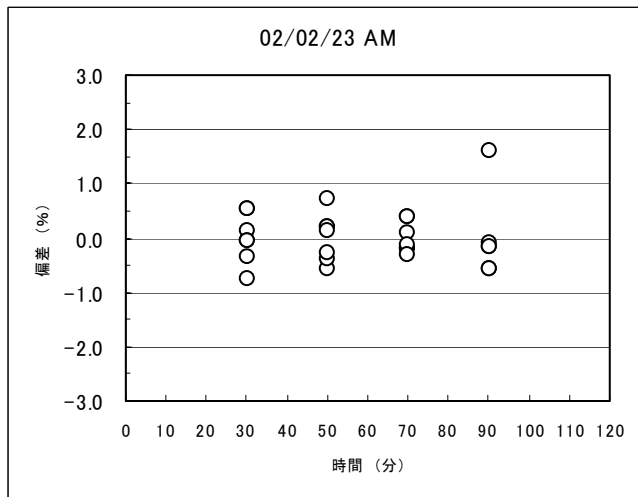


図 2.2.3-16 試験者のバラツキ(2)

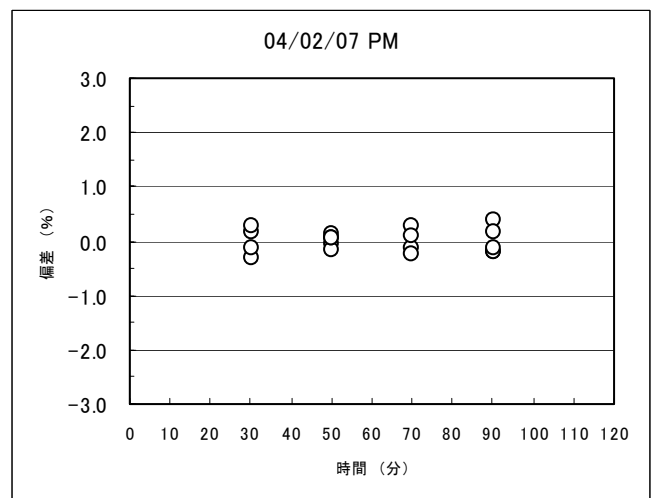
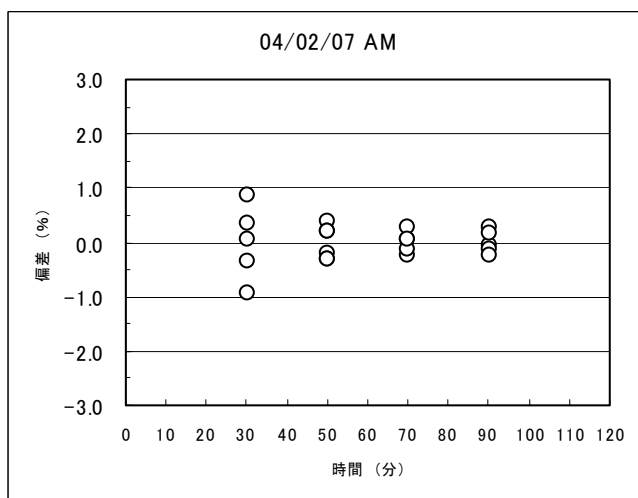
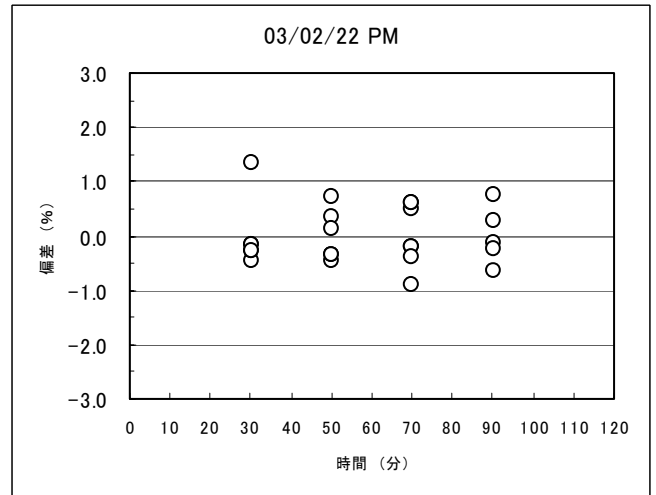
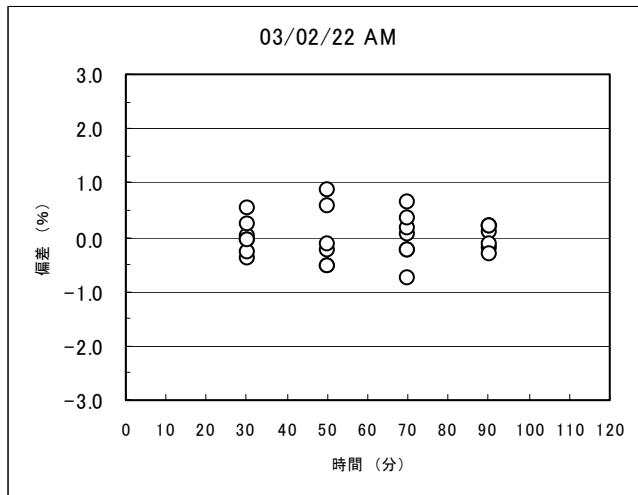
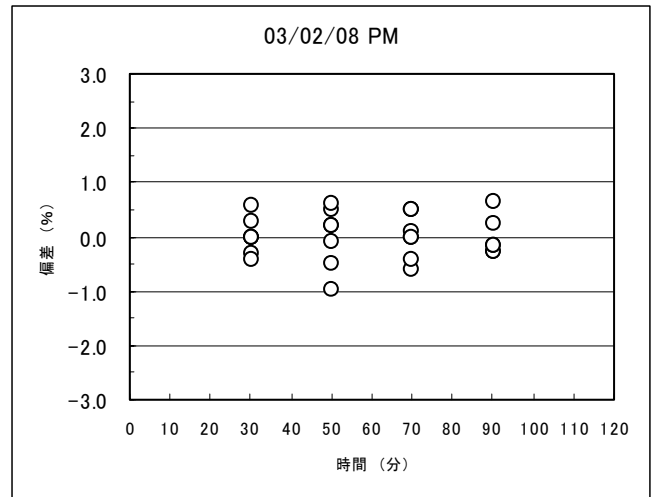
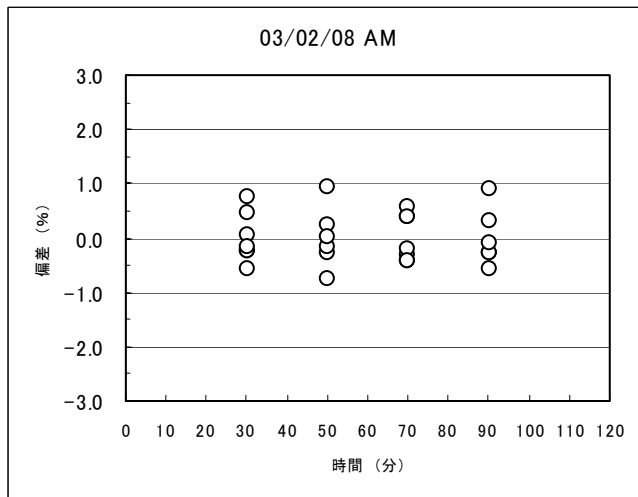


図 2.2.3-17 試験者のバラツキ(3)

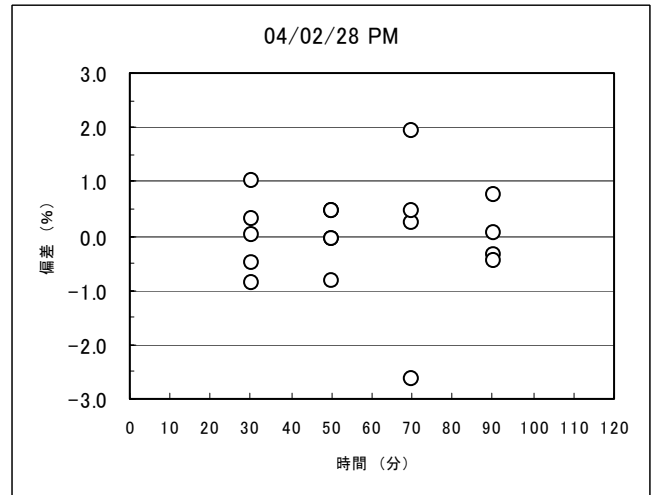
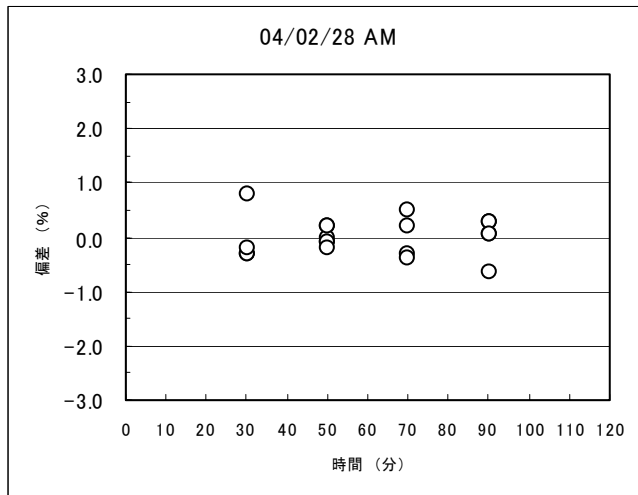
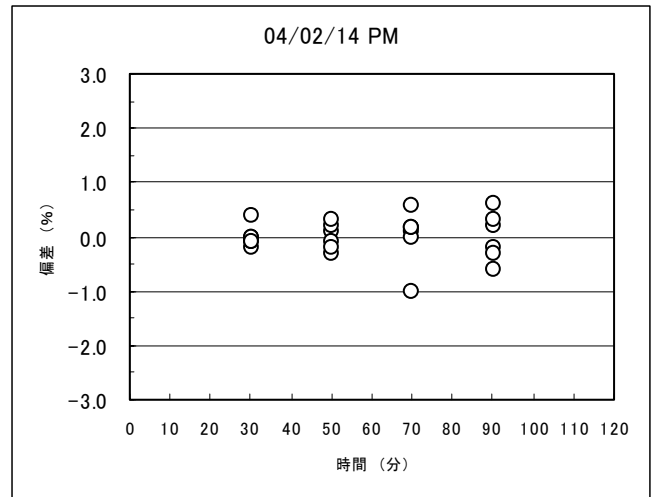
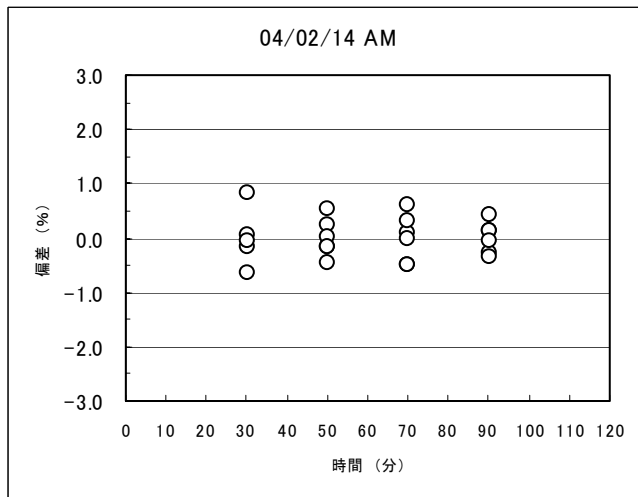


図 2.2.3-18 試験者のバラツキ(4)

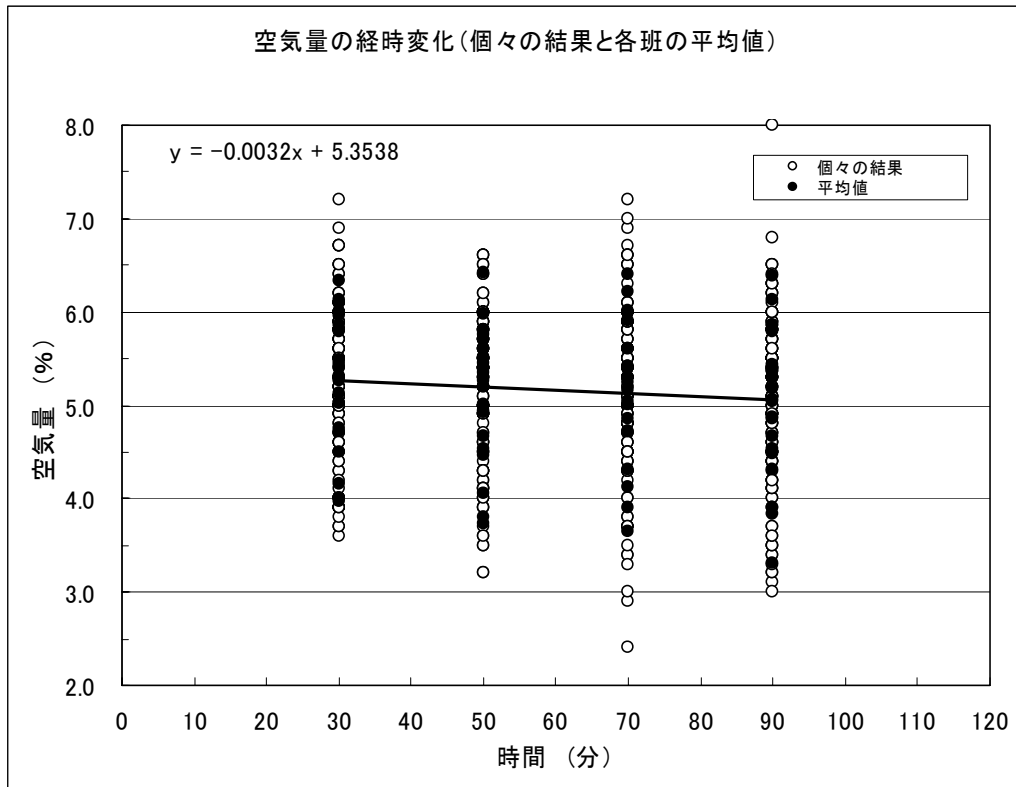


図 2.2.3-19 空気量の経時変化と個別試験者のバラツキ

図 2.2.3-19 で示した空気量の測定結果は、目標空気量 4.5% (製品としての空気量の許容範囲 : 3.0~6.0%) のコンクリートを出荷後 90 分以内に荷卸し (受入れ検査) するという条件のもとで試験しているものである。また、測定に用いたエアメータは、試験実施前にキャリブレーションを実施したことを必ずしも確認していないため、装置の検定差が測定結果に含まれている可能性がある。このように、試料の許容値 (目標値±1.5%)、経時変化及び装置の検定による差が含まれたことから非常に大きいバラツキを表す結果となったものである。

c) 空気量試験における測定の不確かさの問題点

空気量試験における測定の不確かさを推定するにあたり、①～⑤に示した問題点が考えられる。

- ①要因の採否と測定の不確かさについて
- ②試料のバラツキについて
- ③測定器のキャリブレーションについて
- ④骨材修正係数について
- ⑤空気量の許容差について

①～④の項目については a) 及び b) の項で具体的に概説しているが、その要旨及び⑤空気量の許容差について要点をまとめると次のとおりである。

①要因の採否と測定の不確かさについて

空気量試験における測定の不確かさを推定した結果、合成標準不確かさが 0.29%、拡張不確かさが 0.58% という値を得た。ここで推定した空気量試験における測定の不確かさは、測定の不確かさの要因及び推定方法でも記したとおり、不確かさの要因としなければならない因子の一部（試験環境条件、試料の特性）が推定対象から除外されて求められているものである。これらの除外した要因は、その水準が膨大であり、実験検討から各因子に係る標準不確かさを求めることが実質的に困難であること、また、コンクリートに使用する化学混和剤の種類や性能によりフレッシュコンクリート中に連行された空気量は、時間やアジテータ車の中で変化する特性を有しており、フレッシュコンクリートに含まれる空気量をポテンシャルな状態を定めることができないという理由に寄与している。しかし、これらの要因が測定の不確かさに寄与する割合は、必ずしも少なくないことから、本来は要因として含め、検討を行い、不確かさを求める必要があるものとする。

②試料のバラツキについて

本調査研究のために実施した実験データならびに既往のデータを解析した結果から、その偏差が $\pm 0.6\sim\pm 1.0\%$ （母集団の 98% が満足する範囲）の範囲に入ることが確認された。JIS A 6204 の基準コンクリートを用いた実験では、目標空気量を 1% としての練混ぜを行ったが、バッチ及び個別試験者のバラツキとして、空気量の測定結果の範囲は 0.4～1.5% であった。また、既往のデータから空気量の経時変化を測定したところ、加水後 30 分～90 分までの 60 分間で最大で +1.0%～-1.5%、平均で -0.5% の変化が確認された。しかしこの測定結果は、限定された調合における、冬期のデータであり、使用材料や調合、化学混和剤の種類や性能、練混ぜ方法、アジテータ車の性能、環境温度等の環境条件が変化した場合には、その物性値は大きく異なるため、本データからのみでは、物性に影響する程度を定量的に定めることは不可能である。

③測定器のキャリブレーションについて

エアメータのキャリブレーションには、容器のキャリブレーション、初圧力の決定及び空気量の目盛りのキャリブレーションがある旨は先に記述したとおりである。本調査研究において使用したエアメータについては、これらのキャリブレーションを実施した装置を用いて行ったが、（財）建材試験センターではキャ

リブレーションの許容値として、初圧力および空気量の目盛りの各目盛りに対して0.2%以下の精度を定めている。本報告では、この許容値を矩形分布と見なし標準不確かさを求めているが、キャリブレーションの許容値の扱いについても今後検討が必要であると考えます。

④骨材修正係数について

コンクリートの空気量を求める際には、使用材料として用いる骨材（細骨材及び粗骨材）の気泡中に含まれる空気量を骨材修正係数として実測値から差し引く必要がある。骨材修正係数は、コンクリートの調合を決定した際に、使用する骨材を準備して JIS A 1128 に定められた方法で測定するものであるが、この際にもその手順の中に測定の不確かさ含まれることは必至である。本来は、骨材修正係数を求める際の測定の不確かさについても検証を行い、各因子ごとに標準不確かさを求め、コンクリートの空気量の測定の不確かさに見積もる必要がある。

⑤空気量の許容差について

JIS A 5308 では、荷卸し地点での空気量及びその許容差が表 2.2.3-11 のとおり定められている。いずれのコンクリートの種類においても目標とする空気量に対してその許容差は±1.5%と定められている。

表 2.2.3-11 荷卸し地点での空気量の許容差(%)

コンクリートの種類	空気量	空気量の許容差
普通コンクリート	4.5	±1.5
軽量コンクリート	5.0	
舗装コンクリート	4.5	
高強度コンクリート	4.5	

以上のことから、本調査研究において求めたコンクリートの空気量試験における測定の不確かさ（拡張不確かさ）と実験データあるいは既往のデータを統計的に解析した空気量の値の偏差（試料のバラツキ）ならびに空気量の許容差を比較してみると求めた不確かさの値は、許容値の約 1/3 であり、統計的に求めた偏差の約半分程度となった。

不確かさの算出に用いた実験検討データは、JIS A 6204 の基準コンクリートを対象に実験を実施したものである。ここで規定している基準コンクリートとは、プレーンコンクリートを意味し、通常 JIS A 5308 で規定されている製品（空気量の目標値 4.5%）とは異なるコンクリートの空気量となる。統計解析に用いたデータでは、空気量の目標値が 4.5%であったため、その経時変化や許容される空気量の値は非常に大きく、その結果バラツキが大きいものとなった。プレーンコンクリートに用いた空気量の目標値 1.0%のコンクリートでは、コンクリートの特性として、また、絶対値が小さいこともあり、そのバラツキが小さく、その結果、算定した拡張不確かさが小さい数値になったものと考えられる。しかし、約 0.5%の拡張不確かさは、相対的にとらえると空気量 1.0%に対し、半分の 50%である。仮に空気量 4.5%においても同率の相対不確かさが生じると想定すると

約 2%の拡張不確かさとなり，空気量の許容差±1.5%を超えてしまう。今後の実験検討の課題の一つとして，空気量の目標値 4.5%のコンクリートを対象として測定の不確かさを求める必要がある。

なお，実際に測定の不確かさを測定値に対して表示する場合，拡張不確かさとこれらの値（偏差，許容差）を，どのように扱うか十分考慮し，運用しなければならない。

2.2.4 コンクリートの塩化物含有量試験における測定の不確かさ

2.2.4.1 塩化物含有量試験における測定の不確かさ

a) コンクリートの塩化物含有量の試験方法

JIS A 5308（レディーミクストコンクリート）では、レディーミクストコンクリートの塩化物含有量は、表 2.2.4-1 に示す方法で行うことが規定されている。

表 2.2.4-1 に示すように、JIS では JIS A 1144 によることを基本としているが、JIS A 1144 に規定された試験方法は、精密機器を使用し試験室内で行うことを前提としている。従って、レディーミクストコンクリートの荷卸し地点（又は、工場出発時）における塩化物含有量の試験は、購入者の承認を得たうえで、精度が確認された塩分含有量測定器を用いる方法が一般的である。

表 2.2.4-1 コンクリートの塩化物含有量の測定方法（JIS A 5308 から抜粋）

9.6 塩化物含有量 レディーミクストコンクリートの塩化物含有量は、フレッシュコンクリート中の水の塩化物イオン濃度と配合設計に用いた単位水量⁽¹⁵⁾の積として求める。フレッシュコンクリート中の水の塩化物イオン濃度は、JIS A 1144（フレッシュコンクリート中の水の塩化物イオン濃度試験方法）による。ただし、塩化物イオン濃度は、購入者の承認を得て、精度が確認された塩分含有量測定器によることができる。
注⁽¹⁵⁾ 表 9（省略）の配合報告書に示された値とする。

b) 塩化物含有量測定器

塩化物含有量測定器は、表 2.2.4-1 に示したように、精度が確認されていることが前提である。JIS A 5308 や同 JIS の個別審査事項では、具体的な精度や性能に関する規定はないが、通常は日本建築学会 JASS5T-502（フレッシュコンクリート中の塩化物量の簡易試験方法）を参考にして、財団法人国土開発技術研究センター（現：国土開発技術センター）で精度、再現性、取扱いの簡便性、通常の使用に対する耐久性などの評価を受けた塩分含有量測定器が使用されている。

表 2.2.4-2 は、これまでに財団法人国土開発技術研究センターから技術評価書が交付された塩分含有量測定器の測定原理、測定器の名称及び開発メーカーを示したものである。この表によると、これまでに技術評価書が交付された塩分含有量測定器は、測定原理で区分しても 6 種類と多岐にわたり、測定器の種類は合計 17 機種となっている。

c) コンクリートの塩化物含有量試験における測定の不確かさ

コンクリートの塩化物含有量試験における測定の不確かさは、以下に示す理由によって見積もることが不可能である。

1) 測定原理及び測定器の機種に関する事項

コンクリート中の水の塩化物イオン濃度試験における測定の不確かさの特性要因図は、2.2.1.2 に示したとおりであり、測定の不確かさは、特性要因図の中から試験結果に影響を及ぼす主要な要因を取上げ、不確かさを求めて合成すれば見積もることが可能である。しかし、前述したように、精度が確認された塩分含有量測定器は、測定原理が多岐にわたり試験結果に影響を及ぼす主要

な要因が大きく異なる。また、塩化物含有量測定器は、それぞれの機種によって試験方法の詳細（試験用液の採取方法、薬剤による前処理方法、操作方法、測定時間等）が大きく異なる。従って、コンクリート中の水の塩化物イオン濃度試験における測定の不確かさは、使用する測定器毎に大がかりな系統的な実験的検討が必要不可欠であり、今回実施することはできない。

表 2.2.4-2 技術評価書が交付された塩分含有量測定器

測定原理	塩分含有量測定器	開発メーカー
イオン電極法	塩分濃度計CS-10A	株式会社東亜電波工業
イオン電極法	塩分濃度計U-7CL	株式会社堀場製作所
イオン電極法	塩分濃度計SALT-99	株式会社東興化学研究所
イオン電極法	塩分濃度計SALT-9 II	株式会社東興化学研究所
イオン電極法	塩分濃度計PCL-1型	株式会社電気化学計器
イオン電極法	塩分濃度計CL-1A	株式会社理研計器
イオン電極法	塩分濃度計CL-1B	株式会社理研計器
イオン電極法	塩分濃度計CL-203型	笹原理化学工業株式会社
イオン電極法	塩分濃度計AG-100	株式会社ケット科学研究所
イオン電極法	塩分濃度計HS-5	株式会社間組
イオン電極法	塩分濃度計EM-250	新コスモス電機株式会社
モール法	北川式塩分検知管SL型	光明理化学工業株式会社
モール法	塩分量測定計カンタブ	株式会社小野田
電極電流測定法	塩分濃度計ソルターC-6	吉川産業株式会社
電量滴定法	塩分濃度計ソルメイト100型	朝日ライフサイエンス株式会社
硝酸銀滴定法	検知管ソルテック	株式会社ガステック
銀電極法	塩分濃度計AD-4721	株式会社タケダメディカル

2) フレッシュコンクリートの単位水量に関する事項

表 2.2.4-1 に示したように、JIS A 5308 では、レディーミクストコンクリートの塩化物含有量は、フレッシュコンクリート中の水の塩化物イオン濃度と配合設計に用いた単位水量（配合報告書に示された値）の積として求めることが規定されている。しかし、フレッシュコンクリートの単位水量は、練混ぜ開始直後から水和反応に伴って刻一刻と変化し、その変化の割合は、コンクリートの調合条件、コンクリート温度、外気温、経過時間、その他の要因によって複雑に変化する。従って、荷卸し時における単位水量と配合報告書に記載された単位水量は必ずしも一致しないのが現状である。また、配合報告書に記載された単位水量は、標準配合表に基づく値であるが、レディーミクストコンクリート工場では、日々の工程検査結果（細骨材の粗粒率、粗骨材の実積率、フレッシュコンクリートの性状等）に基づいて配合条件を修正するため、配合報告書と異なる単位水量のコンクリートが製造される場合が少なくない。

上記の事項を考慮すると、コンクリートの単位水量の真値は常に変動しており、真値を求めることは極めて難しい。従って、フレッシュコンクリート中の水の塩化物イオン濃度と単位水量の積として求めるコンクリートの塩化物含有量の真値も定かではなく、真値が求められない試験の不確かさを見積もることは不可能である。

2.2.4.2 技能試験（塩化物含有量測定器による塩化物イオン濃度試験）用試料の開発

a) 技能試験用試料の作製方法の提案

1) 塩化物含有量測定器の検定方法

レディーミクストコンクリートの塩化物含有量は、前述したように、単位水量の真値を求めることが不可能なため、技能試験を実施することはできない。しかし、前段階であるフレッシュコンクリート中の塩化物イオン濃度の試験に限定すれば、塩化物イオン濃度が既知のアルカリ水溶液を提供することによって技能試験を実施することが可能である。

フレッシュコンクリート中の塩化物イオン濃度の試験は、精度の確認された塩化物含有量測定器を用いる方法が一般的であり、JIS A 5308 の個別審査事項では、塩化物含有量測定器の管理方法として表 2.2.4-3 に示す内容を規定している。この規定を考慮して、全国生コンクリート工業組合連合会では、[全生工組連試験方法 ZKT-301:2001（塩分含有量測定器の検定方法）] を制定し塩化物含有量測定器の検定を実施している。また、(財) 建材試験センターをはじめとする試験機関でも、概ね同様な方法で塩化物含有量測定器の精度検査又は検査を行っている。

表 2.2.4-3 塩化物含有量測定器の管理方法（JIS A 5308 の個別審査事項から抜粋）

b. 塩化物含有量測定器具又は装置

購入者の承認を得た簡便な塩化物含有量測定器の場合は、その精度が国公立又は民法34条によって設立が許可された試験機関によって確認されており、1回/12か月以上前記試験機関又は共同試験場で精度を確認していること

2) 技能試験用試料の作製方法

技能試験用試料は、試験の対象をフレッシュコンクリート中の塩化物イオン濃度の試験に限定し、セメントペーストから抽出したアルカリ水溶液とした。また、技能試験用試料の作製方法は、現在、一般的に行われている塩化物含有量測定器の検定方法との整合性を考慮して提案することにした。

具体的には、全生工組連試験方法「ZKT-301:2001」を基本とし、技能試験用試料に不確かさを付記することを考慮して提案した。ただし、技能試験用試料であるため、判定基準は削除した。また、書式は JIS Z 8301（規格票の様式）を参考にした。

なお、「ZKT-301:2001」が制定されて以降、関連する JIS が一部改正されているため、その点については一部修正を加えた。

塩化物含有量測定器を用いたフレッシュコンクリート中の塩化物イオン濃度試験を対象とした技能試験用試料の具体的な作製方法を次に示す。

塩化物含有量測定器を用いたフレッシュコンクリート中の 塩化物イオン濃度試験を対象とした技能試験用試料の作製方法

1. 適用範囲 この規格は、塩化物含有量測定器を用いたフレッシュコンクリート中の塩化物イオン濃度試験を対象とした技能試験用試料を作製する方法について規定する。

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

- JIS A 1144** フレッシュコンクリート中の水の塩化物イオン濃度試験方法
- JIS K 0101** 工業用水試験方法
- JIS K 0113** 電位差・電流・電量・カールフィッシャー滴定方法通則
- JIS K 0127** イオンクロマトグラフ分析通則
- JIS K 0029** 塩化物イオン標準液
- JIS K 8005** 容量分析用標準物質
- JIS R 3503** 化学分析用ガラス器具
- JIS R 3505** ガラス製体積計
- JIS R 5201** セメントの物理試験
- JIS R 5210** ポルトランドセメント

3. 試薬及び使用材料 試験に用いる試薬及び使用材料は次による。

- a) 塩化ナトリウムは、**JIS K 8005** に規定するものとする。
- b) 塩化物イオン標準液は、**JIS K 0029** に規定する種類：Cl⁻1000 とする。
- c) セメントは、**JIS R 5210** に規定する普通ポルトランドセメントとする。

4. 試験用器具

- a) はかりは、ひょう量 2 kg 以上で、目量が 0.1 g 又はこれより良いものとする。
- b) ガラス器具（ビーカー、三角フラスコ等）は、**JIS R 3503** に規定するものとする。
- c) ガラス製体積計（メスシリンダー、全量ピペット、全容フラスコ、ビューレット等）は、**JIS R 3505** に規定するものとする。
- d) セメントペースト練混ぜ用の器具は、**JIS R 5201** に規定するものとする。

5. 試験方法

5.1 練混ぜ水の調整 蒸留水又は精製水に塩化ナトリウムを加え、塩化物イオン濃度で 0.1% 及び 0.3%、又は 0.1% 及び 0.5% 程度の濃度の練混ぜ水を作製する。

5.2 セメントペーストの練混ぜ及び技能試験用試料の採取

- a) **配合** セメントペーストの配合は、普通ポルトランドセメントと 5.1 に従ってそれぞれ調整した練混ぜ水を質量比で、セメント：水＝100：65 の割合とする。
- b) **練混ぜ方法** 機械練りによる方法とする。練り鉢に規定量の水を入れ、次にセメントを入れる。直ちに練混ぜ機を低速（自転速度：毎分 140±5 回転、公転速度：毎分 62±5 回転）で始動させ、30 秒間練り混ぜる。90 秒間練混ぜを休止し、休止の最初の 15 秒間にかき落としを行う。休止が終わったら再び低速で始動させ 60 秒間練り混ぜる。

なお、練混ぜ時間は休止時間を含めて 3 分である。

- c) **技能試験用試料の採取** 練混ぜが終了した後、セメントペーストを 7 分間静置する。セ

メントペーストから吸引ろ過又は遠心分離によって、ろ液を採取するか、セメントペーストの上面に浮き出たブリーディング水を採取して技能試験用試料とする。

なお、練混ぜ開始から試料の採取開始までの時間は10分間である。

5.3 技能試験用試料の塩化物イオン濃度の測定 5.2で採取した技能試験用試料について、以下の何れかの方法で塩化物イオン濃度(%)を測定する。ただし、塩化物イオン濃度を測定する際の技能試験用試料の希釈倍率及び使用する器具は表1を標準とする。

- a) JIS K 0101 の 32.1 チオシアン酸水銀(Ⅱ)吸光光度法
- b) JIS K 0101 の 32.3 (硝酸銀滴定法)
- c) JIS K 0113 の 5 (電位差滴定法) に準拠した塩化物イオン電極を用いた電位差滴定法
- d) JIS K 0127

備考 硝酸銀滴定法、チオシアン酸水銀(Ⅱ)吸光光度法及び電位差滴定法による場合、臭化物イオン、よう化イオン、シアン化物イオン等の妨害イオンの影響について考慮する必要がある。また、チオ硫酸イオン、硫化物イオン及び亜硫酸イオンも妨害するので、技能試験用試料をあらかじめ酸化しておく。

表1 技能試験用試料の希釈倍率及び使用器具の標準

試験方法	濃度(概略値)	希釈倍率	全量ピペット	全量フラスコ
吸光光度法及び イオンクロマトグラフ法	0.1%	10倍	呼び容量：10ml	呼び容量：100ml
	0.3%	40倍	呼び容量：5ml	呼び容量：200ml
	0.5%	50倍	呼び容量：2ml	呼び容量：100ml
硝酸銀滴定法及び 電位差滴定法	0.1%	5倍	呼び容量：20ml	呼び容量：100ml
	0.3%	5倍	呼び容量：20ml	呼び容量：100ml
	0.5%	10倍	呼び容量：10ml	呼び容量：100ml

6. 技能試験用試料の塩化物イオン濃度の不確かさ 塩化物イオン濃度の測定方法に応じて試験結果に影響を及ぼす要因を抽出し不確かさを算出する。

参考として、イオンクロマトグラフ法及び電位差滴定法により技能試験用試料の塩化物イオン濃度を求める際の不確かさの算出例を2.2.4.3に示す。

7. 技能試験用試料の有効期限 技能試験用試料は、セメントペーストから抽出した後、10日間以内に技能試験に供さなければならぬ。また、技能試験用試料の塩化物イオン量の測定は、技能試験と同一日に実施することが望ましい。

8. 技能試験用試料の保管及び送付 技能試験用試料を保管する場合は、試料中の塩化物イオンが空气中に逸散しないように、試料を容器に密閉し、温度20℃の暗所に保管しなければならない。また、技能試験用試料を送付する場合は、密閉容器に封印し、温度変化が少なく、更に、直射日光が当たらないようにして送付しなければならない。

9. 報告 報告は次の事項について行う。

- a) 技能試験用試料の作製日
- b) 技能試験用試料の塩化物イオン濃度(仮の真値)
- c) 技能試験用試料の塩化物イオン濃度の不確かさ[拡張不確かさ(k=2)]

*参考資料：[全生工組連試験方法 ZKT-301:2001 (塩分含有量測定器の検定方法)]

2.2.4.3 技能試験用試料の塩化物イオン濃度の不確かに関する実験

a) 実験の目的

今回の実験は、塩化物含有量測定器を用いたフレッシュコンクリート中の塩化物イオン濃度試験を対象とした技能試験用試料について、JIS A 1144 に規定される試験方法に従って塩化物イオン濃度を測定する際の不確かさを求めることを目的とした。

b) 塩化物イオン濃度の試験方法の種類と分類

JIS A 1144 では、塩化物イオン濃度の試験方法として4種類の方法が規定されている。また、これらの試験方法は、試験内容を考慮して大別すると以下の2種類に分類できる。今回の実験は、①を代表して「イオンクロマトグラフ法」、②を代表して「電位差滴定法」について検討した。

[JIS A 1144 に規定される試験方法]

- ・チオシアン酸水銀（Ⅱ）吸光光度法
- ・電位差滴定法
- ・硝酸銀滴定法
- ・イオンクロマトグラフ法

[試験工程を考慮した試験方法の分類]

①標準液より検量線を作成し、塩化物イオン濃度を求める方法

- ・チオシアン酸水銀（Ⅱ）吸光光度法
- ・イオンクロマトグラフ法

②滴定に要する硝酸銀溶液の消費量から塩化物イオン濃度を求める方法

- ・硝酸銀滴定法
- ・電位差滴定法

c) 技能試験用試料の作製方法

技能試験用試料は、2.2.4.2「塩化物含有量測定器を用いたフレッシュコンクリート中の塩化物イオン濃度試験を対象とした技能試験用試料の作製方法」に従って作製した。ただし、塩化物イオン濃度を測定する際の試料の希釈倍率は、表2.2.4-4に示す値とした。

なお、技能試験用試料の作製及び塩化物イオン濃度の測定は、すべて同じ測定者が行い、使用したガラス製体積計は、一定の許容範囲内に管理された同一ロットのものを使用した。

表 2.2.4-4 実験に供した技能試験用試料の希釈倍率及び使用器具

試験方法	濃度(概略値)	希釈倍率	全量ピペット	全量フラスコ
イオンクロマトグラフ法	0.1%	20倍	呼び容量：10ml	呼び容量：200ml
	0.3%	40倍	呼び容量：5ml	呼び容量：200ml
	0.5%	50倍	呼び容量：2ml	呼び容量：100ml
電位差滴定法	0.1%	5倍	呼び容量：20ml	呼び容量：100ml
	0.3%	5倍	呼び容量：20ml	呼び容量：100ml
	0.5%	10倍	呼び容量：10ml	呼び容量：100ml

d) 実験の内容

1) イオンクロマトグラフ法

1.1) 試験手順

イオンクロマトグラフ法の試験手順を以下に、試験のフローを図 2.2.4-1 に示す。

- ・ J C S S, M R A で証明された塩化物イオン標準液を準備する。
- ・ 技能試験用試料の塩化物イオン濃度を考慮して、塩化物イオン標準液を所定の濃度に調整する。
- ・ イオンクロマトグラフ装置で塩化物イオン標準液を測定し、検量線を作製する。
- ・ イオンクロマトグラフ装置で技能試験用試料を測定し、作製した検量線より式②によって塩化物イオン濃度 (%) を算出する。

$$A = \beta \times x + b \dots \text{式①}$$

$$Cl(\%) = A \times \frac{V_w}{V_s} \times 10^{-6} \times 10^2 \dots \text{式②}$$

Cl : 塩化物イオン濃度 (%)

V_w : 技能試験用試料の定容 (ml)

S : 検量線の傾き

b : 検量線の切片

A : 検量線より算出した塩化物イオン (mg/l)

V_s : 技能試験用試料の採取量 (ml)

x : ピーク面積値

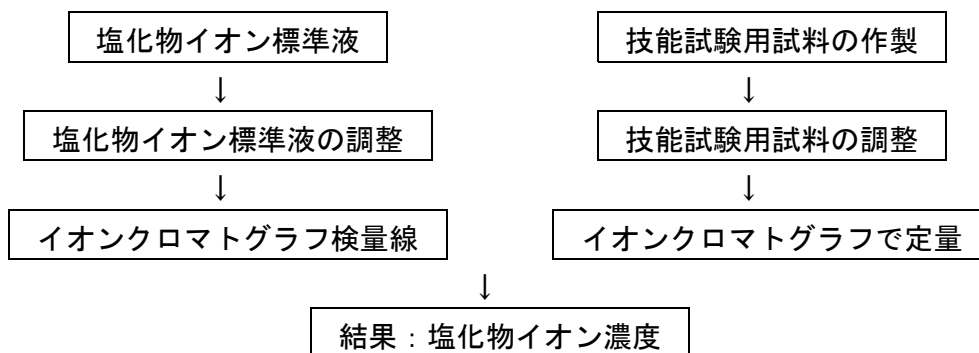


図 2.2.4-1 イオンクロマトグラフ法の試験フロー

1.2) 不確かさの推定手順

式②に伝播則を適用すると、不確かさの推定式は式③によって表すことができる。

$$\frac{u_c^2(Cl)}{Cl^2} = \frac{u^2(A)}{A^2} + \frac{u^2(V_w)}{V_w^2} + \frac{u^2(V_s)}{V_s^2} \dots \text{式③}$$

イオンクロマトグラフ法による塩化物イオン濃度の不確かさは、式③にイオンクロマトグラフ装置の不確かさ $u(S)$ を合成した式④によって算出される。

$$\frac{u_c^2(Cl)}{Cl^2} = \frac{u^2(A)}{A^2} + \frac{u^2(V_w)}{V_w^2} + \frac{u^2(V_s)}{V_s^2} + \frac{u^2(S)}{S^2} \dots \text{式④}$$

ここで、 $u(A), u(V_w), u(V_s), u(S)$ について考えられる不確かさの要因を表 2.2.4-5 に示す。

表 2.2.4-5 イオンクロマトグラフ法における不確かさの要因

不確かさの項目 (記号)	不確かさの要因	内 容
A	標準液 (原液)	メーカー測定値
	標準液 (調整)	ホールピペット, 定容フラスコの許容誤差
	検量線	回帰分析, 繰り返し測定
V_w	技能試験用試料の定容	定容フラスコの許容誤差
V_s	技能試験用試料の採取	ホールピペットの許容誤差
S	イオンクロマトグラフ装置	繰り返し測定

1.3) 不確かさの算出

イオンクロマトグラフ法における塩化物イオン濃度の不確かさは、表 2.2.4-5 に示した各項目について、各要因別の不確かさを合成することによって求めることができる。各種要因別の不確かさ[1.3)の構成]を表 2.2.4-6 に、各項目の不確かさの算出方法を以下に示す。

表 2.2.4-6 各種要因別の不確かさ[1.3)の構成]

1) 塩化物イオン濃度 $u_c(A)$	a) 標準液 $u_c(C)$	ア) 標準液 (原液) $u(C_s)$ イ) 標準液採取時 $u(V_1)$ ウ) 標準液定容時 $u(V_2)$	エ) 不確かさの算出
	b) 検量線 $u_c(y)$	ア) 回帰分析 $u(\beta)$ イ) ピーク面積値 x ウ) 面積値の平均 \bar{x} エ) 面積のばらつき $u(x)$ オ) 平均の分散 $u(\bar{y})$	カ) 不確かさの算出
	c) 不確かさの合成	—	—
2) 技能試験用試料の定容	$u(V_w)$	—	—
3) 技能試験用試料の採取	$u(V_s)$	—	—
4) イオンクロマトグラフ装置	$u(S)$	—	—
5) 不確かさの合成		—	—

1.3.1) 検量線から算出した塩化物イオン濃度の不確かさ $u_c(A)$

検量線から算出した塩化物イオン濃度の不確かさ $u_c(A)$ は、塩化物イオン標準液の不確かさ $u_c(C)$ と検量線の不確かさ $u_c(y)$ を加えたもので、式⑤によって表すことができる。

$$\frac{u_c^2(A)}{A^2} = \frac{u_c^2(C)}{C^2} + \frac{u_c^2(y)}{y^2} \dots \text{式⑤}$$

なお、式⑤に示した各項の不確かさの算出方法は以下による。

1.3.1.1) 塩化物イオン標準液の不確かさ $u_c(C)$

塩化物イオン標準液 (40, 80, 120mg/l) は、ホールピペットで採取した標準液 (原液) に、精製水を加えて調整した。塩化物イオン標準液の濃度の計算式を式⑥に示す。

$$C = \frac{C_s \times V_1}{V_2} \dots \text{式⑥}$$

C : 標準液 (調整) の濃度 (mg/l) C_s : 標準液 (原液) の濃度 (mg/l)
 V_1 : 標準液の採取量 (ml) V_2 : 標準液の定容 (ml)

式⑥に伝播則を適用すると塩化物イオン標準液の不確かさの算出式は、式⑦で表すことができる。

$$\frac{u_c^2(C)}{C^2} = \frac{u^2(C_s)}{C_s^2} + \frac{u^2(V_1)}{V_1^2} + \frac{u^2(V_2)}{V_2^2} \dots \text{式⑦}$$

ここで、式⑦に示す各項の不確かさを算出する。算出方法は、以下 [ア)~エ)] による。

ア) 標準液 (原液) の不確かさ $u(C_s)$

標準液 (原液) は、濃度 1002mg/l で不確かさは $\pm 0.6\%$ ($k = 2$) と表示されている。従って、塩化物イオン標準液 (濃度 : 1000mg/l) の相対標準不確かさは次のようになる。

$$u(C_s) = 0.006 / 2 = 0.003$$

イ) 標準液採取時の不確かさ $u(V_1)$

標準液 (原液) は、所定の呼び容量のホールピペットを用いて採取した。今回の実験では、一定の許容誤差に管理された同一ロットのガラス製体積計を使用している。従って、それらの許容範囲が矩形分布と仮定すると、標準不確かさ及び相対標準不確かさは表 2.2.4-7 のようになる。

表 2.2.4-7 塩化物イオン標準液を希釈する際に使用した体積計の不確かさ

呼び容量	許容誤差	標準不確かさ ($\times 1/\sqrt{3}$)	相対標準不確かさ $u(V_1)$
2ml ピペット	$\pm 0.01\text{ml}$	0.0058ml	0.0029
4ml ピペット	$\pm 0.015\text{ml}$	0.0087ml	0.0022
6ml ピペット	$\pm 0.02\text{ml}$	0.0115ml	0.0019

ウ) 標準液定容時の不確かさ $u(V_2)$

今回の実験では、ホールピペットで標準液（原液）を採取し、定容フラスコ（50ml）で定容した。この定容フラスコは、メーカー保証の許容誤差が $\pm 0.06\text{ml}$ となっている。従って、許容誤差が矩形分布と仮定すると、標準不確かさは次のようになる。

$$u(V_2) = 0.06/\sqrt{3} = 0.035$$

また、相対標準不確かさは、標準不確かさを呼び容量で除して次の値となる。

$$0.035/50 = 0.0007$$

エ) 塩化物イオン標準液の不確かさ $u_c(C)$ の算出

塩化物イオン標準液の相対標準不確かさは、上記で求めた各要因の不確かさ (C_s , V_1 , V_2) を式⑦に代入して標準液の濃度毎に算出した。

$C_{40} = 40\text{mg/l}$ の場合（ホールピペット 2ml, 定容フラスコ 50ml 使用）

$$u_c(C_{40}) = \sqrt{0.003^2 + 0.0029^2 + 0.0007^2} = 0.0042$$

$C_{80} = 80\text{mg/l}$ の場合（ホールピペット 4ml, 定容フラスコ 50ml 使用）

$$u_c(C_{80}) = \sqrt{0.003^2 + 0.0022^2 + 0.0007^2} = 0.0038$$

$C_{120} = 120\text{mg/l}$ の場合（ホールピペット 6ml, 定容フラスコ 50ml 使用）

$$u_c(C_{120}) = \sqrt{0.003^2 + 0.0019^2 + 0.0007^2} = 0.0036$$

なお、塩化物イオン標準液の相対標準不確かさは、塩化物イオン標準液の濃度毎に上記の値が得られたが、今回は、その中の最大値である「0.0042」を塩化物イオン標準液の相対標準不確かさとして採用した。

1.3.1.2) 検量線の不確かさ $u_c(y)$

検量線の不確かさ $u_c(y)$ は、塩化物イオン標準液を測定し、ピーク面積と塩化物イオン濃度の関係を回帰分析することによって求めた。算出手順を以下に示す。

- JCSS, MRA で証明された塩化物イオン標準液(1000mg/l)を所定の濃度(40, 80, 120mg/l)に調整し、イオンクロマトグラフ装置を用いて指示値を求めた。
- この操作を10回繰り返し、合計30点の指示値を用いて最小二乗法による回帰分析を行った。塩化物イオン標準液の測定結果を表2.2.4-8に示す。

表 2.2.4-8 標準液のピーク面積値

繰返し	ピーク面積値		
	40 mg/l	80 mg/l	120 mg/l
1	503227	1007931	1534761
2	504106	1013939	1531785
3	506189	1012924	1509269
4	504186	1004300	1511484
5	505624	1019266	1517463
6	506057	1007457	1526066
7	507136	1023276	1533671
8	493433	1020460	1507720
9	514372	1019822	1533882
10	507684	1020823	1518358
平均値	505201	1015020	1522446
標準偏差	5170	6670	10857
変動係数 (%)	1.0233	0.6572	0.7132

表 2.2.4-7 の実験結果を用いて、塩化物イオン濃度とピーク面積値の関係を回帰分析すると、図 2.2.4-2 及び表 2.2.4-9 のような結果となる。ここで、回帰で求められた式は以下のように表わすことができる。

$$y = \beta(x - \bar{x}) + \bar{y} \quad \text{式⑧}$$

ここで、 \bar{x} : x の平均値

\bar{y} : y の平均値

β : 傾き β の推定値

式⑧に伝播則を適用すると、不確かさの推定式は式⑨によって表すことができる。

$$u_c^2(y) = \left[\frac{\partial y}{\partial \beta} \right]^2 u^2(\beta) + \left[\frac{\partial y}{\partial x} \right]^2 u^2(x) + \left[\frac{\partial y}{\partial \bar{y}} \right]^2 u^2(\bar{y}) \quad \text{式⑨}$$

ここで、 $\frac{\partial y}{\partial \beta} = (x - \bar{x})$ $\frac{\partial y}{\partial x} = \beta$ $\frac{\partial y}{\partial x} = 1$ であるので、式

⑨を置き換えると検量線の不確かさの算出式は、式⑩で表すことができる。

$$u_c^2(y) = (x - \bar{x})^2 u^2(\beta) + \beta^2 u^2(x) + u^2(\bar{y}) \dots \text{式⑩}$$

ここで、式⑩に示す各項の不確かさを算出する。算出方法は、以下 [ア)～カ)] による。

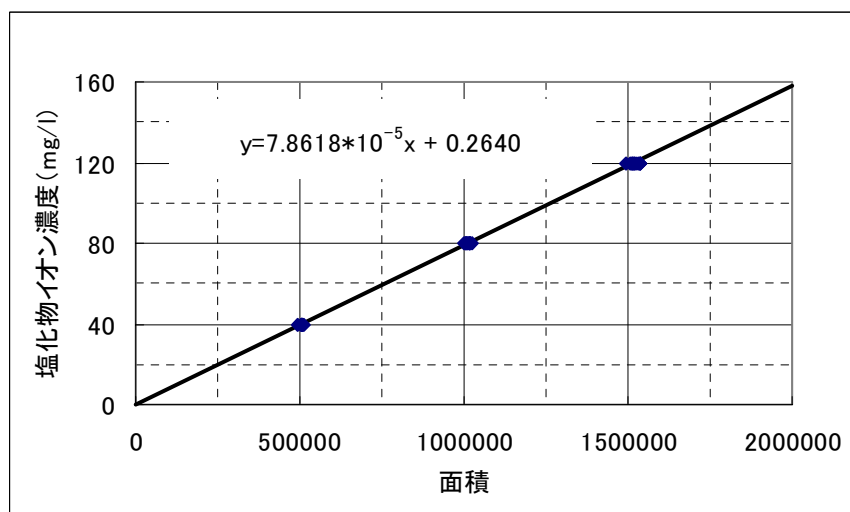


図 2.2.4-2 検量線の回帰式

表 2.2.4-9 検量線の回帰分析

	自由度	変動	分散
回帰	1	31989.42	31989.42
残差	28	10.58	0.3779
合計	29	32000	-

	係数	標準誤差	t
切片	0.2640	0.2962	0.8916
傾き	7.8618×10^{-5}	2.7×10^{-7}	290.94

ア) 検量線の回帰分析結果 β , $u(\beta)$

図 2.2.4-2 及び表 2.2.4-9 から、 β は分散分析表の傾きの係数、 $u(\beta)$ は標準誤差から求められ、それぞれ 7.8618×10^{-5} 、 2.7×10^{-7} である。

イ) ピーク面積値 x

ピーク面積値 x は、塩化物イオン濃度 (mg/l) の中央値である 80 (mg/l) を回帰で求めた式に代入し算出した。

$$x = \frac{80 - 0.2640}{7.8618 \times 10^{-5}} = 1014323$$

ウ) ピーク面積値の平均 \bar{x}

ピーク面積値の平均 \bar{x} は、表 2.2.4-8 に示す 30 点のピーク面積の平均である。

$$\bar{x} = 1014222 \text{ となる。}$$

エ) ピーク面積のばらつき $u(x)$

ピーク面積のばらつき $u(x)$ は、表 2.2.4-8 の実験結果より、今回は簡易的に最大値である 40mg/l の変動係数「1.0233%」を採用した。

オ) y の平均の分散 $u(\bar{y})$

$u(\bar{y})$ は、 y の平均の分散であるから残差（回帰式からのデータのばらつき）の分散をデータ個数で割ったもので次のようになる。

$$u(\bar{y}) = \sqrt{0.3779/30} = 0.1122$$

カ) 検量線の相対標準不確かさ $u_c(y)$ の算出

検量線の相対標準不確かさは、上記で求めた各要因を式⑩に代入して算出した。

$$\begin{aligned} u_c^2(y) &= \sqrt{(1014323 - 1014222)^2 \times 2.7 \times 10^{-7} + (7.8618 \times 10^{-5})^2 \times 0.010233 + 0.1122^2} \\ &= 0.0126 \end{aligned}$$

$$u_c(y) = \sqrt{0.0126/120} = 0.0102$$

1.3.1.3) 不確かさの合成

検量線から算出した塩化物イオン濃度の不確かさ $u_c A$ は、上記で算出した各項の不確かさを式⑤によって合成して求める。

$$u_c A = \sqrt{0.0042^2 + 0.0102^2} = 0.0110$$

1.3.2) 技能試験用試料の定容による不確かさ $u(V_w)$

技能試験用試料は、所定の呼び容量の全量フラスコを用いて定容した。今回の実験では、一定の許容誤差に管理された同一ロットのガラス体積計を使用した。従って、それらの許容範囲が矩形分布と仮定すると、標準不確かさ及び相対標準不確かさは表 2.2.4-10 のようになる。

表 2.2.4-10 技能試験用試料を採取する際に使用した定容フラスコの不確かさ

濃度 %	呼び容量	許容誤差	標準不確かさ ($\times 1/\sqrt{3}$)	相対標準不確かさ $u(V_w)$
0.1	200ml	$\pm 0.15\text{ml}$	0.0866ml	0.0004
0.3	200ml	$\pm 0.15\text{ml}$	0.0866ml	0.0004
0.5	100ml	$\pm 0.10\text{ml}$	0.0577ml	0.0006

1.3.3) 技能試験用試料の採取による不確かさ $u(V_s)$

技能試験用試料は、所定の呼び容量のホールピペットで採取した。今回の実験では、一定の許容誤差に管理された同一ロットのガラス体積計を使用した。従って、それらの許容範囲が矩形分布と仮定すると、標準不確かさ及び相対標準不確かさは表 2.2.4-11 のようになる。

表 2.2.4-11 技能試験用試料を採取する際に使用したホールピペットの不確かさ

濃度 %	呼び容量	許容誤差	標準不確かさ ($\times 1/\sqrt{3}$)	相対標準不確かさ $u(V_s)$
0.1	10ml	$\pm 0.02\text{ml}$	0.0115ml	0.0012
0.3	5 ml	$\pm 0.015\text{ml}$	0.0087ml	0.0017
0.5	2 ml	$\pm 0.01\text{ml}$	0.0058ml	0.0029

1.3.4) イオンクロマトグラフ装置の不確かさ $u(S)$

イオンクロマトグラフ装置の不確かさ $u(S)$ は、技能試験用試料を濃度別に 3 種類（概略値：0.1%、0.3%、0.5%）各 1 試料ずつ準備し、イオンクロマトグラフ装置を用いてピーク面積値を同一試料につき 10 回繰り返し測定し、濃度毎に塩化物イオン濃度(%)の平均値、標準偏差及び変動係数を算出して求めた。

繰り返し試験における塩化物イオン濃度の測定結果を表 2.2.4-12 に示す。

表 2.2.4-12 繰り返し試験における塩化物イオン濃度(%)

繰り返し	塩化物イオン濃度(%)		
	0.1%	0.3%	0.5%
1	0.1011	0.2988	0.5003
2	0.1004	0.2981	0.5000
3	0.1003	0.2947	0.5023
4	0.0965	0.3008	0.5043
5	0.1013	0.2999	0.5035
6	0.0994	0.2962	0.5027
7	0.0990	0.2970	0.5041
8	0.1011	0.2978	0.5023
9	0.1017	0.2990	0.5036
10	0.1019	0.2991	0.5054
平均値	0.1003	0.2981	0.5029
標準偏差	0.0016	0.0018	0.0017
変動係数 (%)	1.5952	0.6038	0.3380

表 2.2.4-12 より、各濃度における変動係数をイオンクロマトグラフ装置の標準不確かさ $u(S)$ とした。

1.3.5) 不確かさの合成

イオンクロマト法による塩化物イオン濃度測定時の不確かさの要因と相対標準不確かさを項目毎にまとめて表 2.2.4-13 に示す。

表 2.2.4-13 イオンクロマト法の不確かさの要因と不確かさ

不確かさの項目 (記号)	相対標準不確かさ	
<i>A</i>	0.1122	
<i>V_w</i>	0.1%	0.0004
	0.3%	0.0004
	0.5%	0.0006
<i>V_s</i>	0.1%	0.0012
	0.3%	0.0017
	0.5%	0.0029
<i>S</i>	0.1%	0.0160
	0.3%	0.0060
	0.5%	0.0033

表 2.2.4-12 に示した要因毎の相対標準不確かさを式④に代入して、イオンクロマトグラフ法における相対標準不確かさを濃度毎に算出すると以下のようなになる。

- 技能試験用試料 0.1% (概略値) の場合

$$\frac{u_c(cl_{0.1})}{cl_{0.1}} = \sqrt{0.0110^2 + 0.0004^2 + 0.0012^2 + 0.0160^2} = 0.0161$$

- 技能試験用試料 0.3% (概略値) の場合

$$\frac{u_c(cl_{0.3})}{cl_{0.3}} = \sqrt{0.0110^2 + 0.0004^2 + 0.0017^2 + 0.0060^2} = 0.0127$$

- 技能試験用試料 0.5% (概略値) の場合

$$\frac{u_c(cl_{0.5})}{cl_{0.5}} = \sqrt{0.0110^2 + 0.0006^2 + 0.0029^2 + 0.0033^2} = 0.0119$$

ただし、ここでは、塩化物イオン濃度(%)毎の標準不確かさを求める必要がある。そこで、表 2.2.4-11 測定したピーク面積の平均値を濃度毎に算出し、式①及び式②によって、技能試験用試料の塩化物イオン濃度(%)の仮の真値を算出し、上記の値を乗じて塩化物イオン濃度(%)の合成標準不確かさ $u_c(Cl)$ を濃度毎に求めた。

「技能試験用試料の塩化物イオン濃度 (%) の仮の真値」

- 技能試験用試料 0.1% (概略値) の場合

$$Cl_{0.1} = (7.8618 \times 10^{-5} \times 630247 + 0.2640) \times \frac{200}{10} \times 10^{-4} = 0.0996\%$$

- 技能試験用試料 0.3% (概略値) の場合

$$Cl_{0.3} = (7.8618 \times 10^{-5} \times 9318805 + 0.2640) \times \frac{200}{5} \times 10^{-4} = 0.2941\%$$

- 技能試験用試料 0.5% (概略値) の場合

$$Cl_{0.5} = (7.8618 \times 10^{-5} \times 1253660 + 0.2640) \times \frac{100}{2} \times 10^{-4} = 0.4941\%$$

「塩化物イオン濃度の不確かさ (%)」

- 技能試験用試料濃度 0.0939% の場合

$$u_c(Cl_{0.1}) = 0.0996 \times 0.0161 = 0.0016\%$$

- 技能試験用試料濃度 0.2881% の場合

$$u_c(Cl_{0.3}) = 0.2941 \times 0.0127 = 0.0037\%$$

- 技能試験用試料濃度 0.4824% の場合

$$u_c(Cl_{0.5}) = 0.4941 \times 0.0119 = 0.0059\%$$

「塩化物イオン濃度の拡張不確かさ (%)」

拡張不確かさ $U(Cl)$ は、合成標準不確かさに包含係数 ($k = 2$) を乗じて求めた。

- 技能試験用試料濃度 0.0996% の場合

$$U(Cl_{0.1}) = 0.0016 \times 2 = 0.0032\%$$

- 技能試験用試料濃度 0.2941% の場合

$$U(Cl_{0.3}) = 0.0037 \times 2 = 0.0074\%$$

- 技能試験用試料濃度 0.4941% の場合

$$U(Cl_{0.5}) = 0.0059 \times 2 = 0.0118\%$$

2) 電位差滴定法

2.1) 試験方法

電位差滴定法の試験手順を以下に、試験のフローを図 2.2.4-3 に示す。

- JIS K 8005 に規定されている容量分析用標準物質の塩化ナトリウムを準備する。
- 容量分析用標準物質の塩化ナトリウムを精製水で溶解し、塩化ナトリウム標準液 (0.1mol/l) を作製する。
- 0.1mol/l 硝酸銀溶液を用いて電位差測定装置で塩化ナトリウム標準液 (0.1mol/l) を標定し、硝酸銀溶液のファクターを求める。
- 0.1mol/l 硝酸銀溶液を用いて電位差測定装置で技能試験用試料を標定し、硝酸銀溶液の消費量を求める。
- 硝酸銀溶液の消費量と硝酸銀溶液のファクターから、技能試験用試料の塩化物イオン濃度 (%) を算出する。

なお、電位差滴定法における塩化物イオン濃度 (%) は、式⑩によって算出される。

$$Cl = (A - a) \times f \times \frac{V_w}{V_s} \times \frac{0.003545}{V} \times 100 \dots \text{式⑩}$$

ここに、 Cl : 塩化物イオン濃度 (%)

A : 標定に要した 0.1mol/l 硝酸銀溶液 (ml)

a : 空試験に要した 0.1mol/l 硝酸銀溶液 (ml)

f : 0.1mol/l の硝酸銀溶液のファクター

V_w : 技能試験用試料の定容 (ml)

V_s : 技能試験用試料の採取量 (ml)

V : 技能試験用試料の量 (ml)

0.003545 : 0.1mol/l 硝酸銀溶液 1 ml の塩化物イオン相当量 (g)

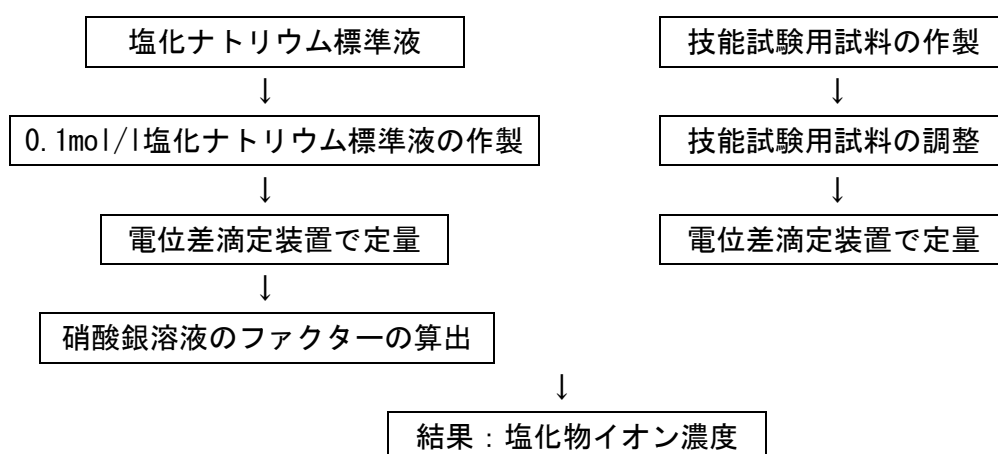


図 2.2.4-3 電位差滴定法の試験フロー

2.2) 不確かさの推定手順

電位差滴定法による塩化物イオン濃度試験における不確かさは、それぞれの変数に相関がないと仮定すると、不確かさの伝播則より、式⑫によって表すことができる。

$$\frac{u_c^2(Cl)}{Cl^2} = \frac{u^2(A)}{A^2} + \frac{u^2(f)}{f^2} + \frac{u^2(Vw)}{Vw^2} + \frac{u^2(Vs)}{Vs^2} + \frac{u^2(V)}{V^2} \dots \text{式⑫}$$

$u(A), u(f), u(Vw), u(Vs), u(V)$ について考えられる不確かさの要因を表 2.2.4-13 に示す。

表 2.2.4-13 電位差滴定法における不確かさの要因

不確かさの項目 (記号)	不確かさの要因	内容
A	硝酸銀溶液の消費量	繰り返し測定
	電位差滴定装置の精度	メーカー測定値
f	はかりの精度	最少目量
	標準物質	メーカー測定値
	試料の調整	ホールピペット, 定容フラスコの許容誤差
	硝酸銀溶液の消費量	繰り返し測定
Vw	技能試験用試料の定容	定容フラスコの許容誤差
Vs	技能試験用試料の採取量	ホールピペットの許容誤差
V	技能試験用試料の容量	定容フラスコの許容誤差

2.3) 不確かさの算出

電位差滴定法における不確かさは、表 2.2.4-13 に示した各項目について、各要因別の不確かさを合成することによって求めることができる。各種要因別の不確かさ (4.2.3 節の構成) を表 2.2.4-14 に、各項目の不確かさの算出方法を以下に示す。

表 2.2.4-14 各種要因別の不確かさ (4.2.3 節の構成)

1) 0.1mol/l 硝酸銀溶液 $u_c(A)$	a) 消費量 $u(A_1)$ b) 電位差滴定装置 $u(A_2)$	c) 不確かさの算出
2) 硝酸銀溶液のファクター $u_c(f)$	a) 塩化ナトリウム秤量 $u(b)$ b) 塩化ナトリウム標準物質 $u(c)$ c) ホールピペット $u(Vs)$ d) 全量フラスコ $u_c(Vw)$ e) 0.1mol/l 硝酸銀溶液 $u(x)$	f) 不確かさの算出
3) 技能試験用試料の定容	$u(Vw)$	—
4) 技能試験用試料の採取	$u(Vs)$	—
5) 不確かさの合成		—

2.3.1) 0.1mol/l 硝酸銀溶液の不確かさ $u_c(A)$

0.1mol/l 硝酸銀溶液の不確かさ $u_c(A)$ は、硝酸銀溶液の消費量の不確かさ $u(A_1)$ と電位差滴定装置の精度 $u(A_2)$ を加えたものであり、式⑬によって表すことができる。

$$\frac{u_c^2(A)}{A^2} = \frac{u^2(A_1)}{A_1^2} + \frac{u^2(A_2)}{A_2^2} \dots \text{式⑬}$$

なお、式⑬に示した各項の不確かさの算出方法は以下による。

2.3.1.1) 硝酸銀溶液の消費量の不確かさ $u(A_1)$

硝酸銀溶液の消費量の不確かさ $u(A_1)$ は、繰り返し測定によって求めた。算出手順を以下に示す。

- ・ 技能試験用試料を 3 種類（概略値：0.1%，0.3%，0.5%）準備した。
- ・ 3 種類の技能試験用試料を所定の濃度に調整したのち、電位差滴定装置での 0.1mol/l 硝酸銀溶液の消費量及び空試験として、精製水を用いて 0.1mol/l 硝酸銀溶液の消費量を求めた。
- ・ 上記の操作を 10 回繰り返した。
- ・ 技能試験用試料の濃度（概略値）毎に硝酸銀溶液の消費量の平均値、標準偏差及び変動係数を求めた。

表 2.2.4-15 0.1mol/l 硝酸銀溶液の消費量

繰り返し	0.1mol/l 硝酸銀溶液の消費量 (ml)		
	0.1%	0.3%	0.5%
1	5.635	16.834	13.894
2	5.602	16.797	13.888
3	5.614	16.884	13.848
4	5.628	16.745	13.883
5	5.613	16.791	13.856
6	5.626	16.785	13.795
7	5.602	16.787	13.835
8	5.589	16.980	13.870
9	5.614	16.840	13.885
10	5.626	17.082	13.872
平均値	5.1058	15.3299	12.6051
標準偏差	0.0143	0.1042	0.0303
変動係数 (%)	0.2794	0.6796	0.2406

表 2.2.4-15 に示した各濃度における変動係数を硝酸銀溶液の消費量の標準不確かさ $u(A_1)$ とした。

2.3.1.2) 電位差滴定装置の精度 $u(A_2)$

電位差滴定装置の精度 $u(A_2)$ は、メーカー測定値によると $\pm 0.1\%$ である。これが矩形分布と仮定すると、標準不確かさは次のようになる。

$$u(A_2) = 0.001/\sqrt{3} = 0.00058$$

また、相対標準不確かさは標準不確かさを呼び容量で除して次の値となる。

$$0.00058/20 = 0.00003$$

2.3.1.3) 0.1mol/l 硝酸銀溶液の不確かさ $u_c(A)$ の算出

0.1mol/l 硝酸銀溶液の相対標準不確かさ $u_c(A)$ は、上記で求めた各要因の不確かさ $u(A_1, A_2)$ を式⑬に代入して技能試験用試料の濃度毎に算出した。

- 技能試験用試料 0.1% (概略値) の場合

$$\frac{u_c(A_{0.1})}{A_{0.1}} = \sqrt{0.002794^2 + 0.00003^2} = 0.0028$$

- 技能試験用試料 0.3% (概略値) の場合

$$\frac{u_c(A_{0.3})}{A_{0.3}} = \sqrt{0.006796^2 + 0.00003^2} = 0.0068$$

- 技能試験用試料 0.5% (概略値) の場合

$$\frac{u_c(A_{0.5})}{A_{0.5}} = \sqrt{0.002406^2 + 0.00003^2} = 0.0024$$

2.3.2) 硝酸銀溶液のファクターの不確かさ $u_c(f)$

硝酸銀溶液のファクターは、JIS K 8005 に規定される容量分析用標準物質の塩化ナトリウムを用いて塩化ナトリウム標準液を作製し、0.1mol/l 硝酸銀溶液を用いて電位差滴定装置で標定し、0.1mol/l 硝酸銀溶液の消費量を用いて式⑭によって算出する。

$$f = b \times \frac{c}{100} \times \frac{20}{200} \times \frac{1}{x \times 0.005844} \dots \text{式⑭}$$

ここに、 f : 0.1mol/l 硝酸銀溶液のファクター

b : 塩化ナトリウムの秤量 (g)

c : 塩化ナトリウムの純度 (%)

20: 塩化ナトリウム標準液の採取量(ml) (ホールピペットを使用)

200: 塩化ナトリウム標準液の全容(ml) (全容フラスコを使用)

x : 標定に要した 0.1mol/l 硝酸銀溶液 (ml)

0.005844 : 0.1mol/l 硝酸銀溶液 1 ml の塩化ナトリウム相当量 (g)

従って、硝酸銀溶液のファクターの不確かさの算出式は、式⑮で表すことができる。

$$\frac{u_c^2(f)}{f^2} = \frac{u^2(b)}{b^2} + \frac{u^2(c)}{c^2} + \frac{u^2(V_s)}{V_s^2} + \frac{u^2(V_w)}{V_w^2} + \frac{u^2(x)}{x^2} \dots \text{式⑮}$$

ここに、 V_s : 塩化ナトリウム標準液の採取に使用したホールピペット (ml)

V_w : 塩化ナトリウム標準液の全容に使用した全容フラスコ (ml)

なお、式⑮に示した各項の不確かさの算出方法は以下による。

2.3.2.1) 塩化ナトリウム秤量の不確かさ $u(b)$

塩化ナトリウム秤量に用いるはかりの最小目盛は 0.001 g であり、0.001 g が矩形分布と仮定すると、塩化ナトリウム秤量の不確かさは次のようになる。

$$u(b) = 0.001 / \sqrt{3} = 0.0006 \text{ g}$$

また、相対標準不確かさは、標準不確かさを量り取る塩化ナトリウムの質量で除して次の値となる。

$$0.0006 / 1.169 = 0.00051$$

2.3.2.2) 塩化ナトリウム標準物質の不確かさ $u(c)$

塩化ナトリウム標準物質は、 $99.98 \pm 0.002\%$ と表示されている。この不確かさが矩形分布と仮定すると、標準不確かさは次のようになる。

$$u(c) = 0.00002 / \sqrt{3} = 0.000012$$

2.3.2.3) ホールピペットの不確かさ $u(V_s)$

塩化ナトリウム標準液の採取に使用したホールピペットは、呼び容量 20ml で許容誤差 $\pm 0.03\text{ml}$ と記載されている。この不確かさが矩形分布と仮定すると、標準不確かさは次のようになる。

$$u(V_s) = 0.03 / \sqrt{3} = 0.0173 \text{ ml}$$

また、相対標準不確かさは標準不確かさを呼び容量で除して次の値となる。

$$0.0173 / 20 = 0.00087$$

2.3.2.4) 全量フラスコの不確かさ $u(V_w)$

塩化ナトリウム標準液の定容に使用した全量フラスコは、呼び容量 200ml で許容誤差 $\pm 0.15\text{ml}$ と記載されている。この不確かさが矩形分布と仮定すると、標準不確かさは次のようになる。

$$u(V_w) = 0.15 / \sqrt{3} = 0.0866\text{ml}$$

また、相対標準不確かさは標準不確かさを呼び容量で除して次の値となる。

$$0.0866 / 200 = 0.00043$$

2.3.2.5) 0.1mol/l 硝酸銀溶液の不確かさ $u(x)$

0.1mol/l 硝酸銀溶液の不確かさは、繰り返し測定によって求めた。算出の手順を以下に示す。

- ・ JIS A 1154 (硬化コンクリート中に含まれる塩化物イオンの試験方法) 9. 塩化物イオン電極を用いた電位差滴定法に従って 0.1mol/l 塩化物イオン標準液を 1 個作製する。
- ・ 電位差滴定装置で 0.1mol/l 塩化物イオン標準液を 10 回繰り返して標定し 0.1mol/l 硝酸銀溶液の消費量を求め、消費量の平均値、標準偏差及び変動係数を求める。

表 2.2.4-16 0.1mol/l 硝酸銀溶液の消費量

繰返し	0.1mol/l 硝酸銀溶液の消費量 (ml)
1	19.947
2	19.940
3	19.861
4	19.852
5	19.948
6	19.947
7	19.864
8	19.861
9	19.930
10	19.876
平均値	19.903
標準偏差	0.0427
変動係数 (%)	0.0021

表 2.2.4-16 より変動係数を 0.1mol/l 硝酸銀溶液の標準不確かさ $u(x)$ とした。

2.3.2.6) 硝酸銀溶液のファクターの不確かさ $u_c(f)$ の算出

硝酸銀溶液のファクターの相対標準不確かさ $u_c(f)$ は、上記で求めた各要因の不確かさ $u_c(b, c, V_s, V_w, x)$ を式⑮に代入して算出した。

$$\frac{u_c(f)}{f} = \sqrt{0.00051^2 + 0.000012^2 + 0.00087^2 + 0.00043^2 + 0.000021^2} = 0.0011$$

2.3.3) 技能試験用試料の定容による不確かさ $u(V_w)$

技能試験用試料の定容に使用した全容フラスコは、呼び容量 100ml で許容誤差 $\pm 0.10\text{ml}$ 又は呼び容量 200ml で許容誤差 $\pm 0.15\text{ml}$ と記載されている。

これらの不確かさが矩形分布と仮定すると、標準不確かさは次のようになる。

「呼び容量 100ml で許容誤差 $\pm 0.10\text{ml}$ の場合」

$$u(V_w) = 0.10 / \sqrt{3} = 0.0577\text{ml}$$

また、相対標準不確かさは標準不確かさを呼び容量で除して次の値となる。

$$0.0577 / 100 = 0.0006$$

「呼び容量 200ml で許容誤差 $\pm 0.15\text{ml}$ の場合」

$$u(V_w) = 0.15 / \sqrt{3} = 0.0866\text{ml}$$

また、相対標準不確かさは標準不確かさを呼び容量で除して次の値となる。

$$0.0866 / 200 = 0.0004$$

2.3.4) 技能試験用試料の採取による不確かさ $u(V_s)$

技能試験用試料は、所定の呼び容量のホールピペットで採取した。今回の実験では、一定の許容誤差に管理された同一ロットのガラス製体積計を使用した。従って、それらの許容範囲が矩形分布と仮定すると、標準不確かさ及び相対標準不確かさは表 2.2.4-17 のようになる。

表 2.2.4-17 技能試験用試料を採取する際に使用したホールピペットの不確かさ

濃度 %	呼び容量	許容誤差	標準不確かさ ($\times 1/\sqrt{3}$)	相対標準不確かさ $u(V_s)$
0.1	20ml	$\pm 0.03\text{ml}$	0.0173ml	0.0009
0.3	20ml	$\pm 0.03\text{ml}$	0.0173ml	0.0009
0.5	10ml	$\pm 0.02\text{ml}$	0.0115ml	0.0012

2.3.5) 不確かさの合成

電位差滴定法による塩化物イオン濃度測定時の不確かさの要因と相対標準不確かさを項目毎にまとめて表 2.2.4-18 に示す。

なお、硝酸銀溶液の消費量は、各濃度における測定値の平均値とした。また、 V_w, V_s, V は、使用したガラス製体積計の呼び容量である。

表 2.2.4-18 電位差滴定法の不確かさの要因と不確かさ

不確かさの項目 (記号)	測定値		相対標準不確かさ
A	0.1%	5.1058	0.0028
	0.3%	15.3299	0.0068
	0.5%	12.6051	0.0024
f	1.0048		0.0011
V_w	100		0.0006
V_s	0.1%	20	0.0009
	0.3%	20	0.0009
	0.5%	10	0.0012
V	100		0.0006

表 2.2.4-18 に示した要因毎の相対標準不確かさを式⑫に代入して、電位差滴定法における相対標準不確かさを濃度毎に算出すると以下のようになる。

- ・技能試験用試料 0.1% (概略値) の場合

$$\frac{u_c(cl_{0.1})}{cl_{0.1}} = \sqrt{0.0028^2 + 0.0011^2 + 0.0006^2 + 0.0009^2 + 0.0006^2} = 0.0033$$

- ・技能試験用試料 0.3% (概略値) の場合

$$\frac{u_c(cl_{0.3})}{cl_{0.3}} = \sqrt{0.0068^2 + 0.0011^2 + 0.0006^2 + 0.0009^2 + 0.0006^2} = 0.0070$$

- ・技能試験用試料 0.5% (概略値) の場合

$$\frac{u_c(cl_{0.5})}{cl_{0.5}} = \sqrt{0.0024^2 + 0.0011^2 + 0.0006^2 + 0.0012^2 + 0.0006^2} = 0.0030$$

ただし、ここでは、塩化物イオン濃度 (%) 毎の標準不確かさを求める必要がある。そこで、表 2.2.4-15 に示した測定値を式⑪に代入し、技能試験用試料の塩化物イオン濃度 (%) の仮の真値を算出し、上記の値を乗じて塩化物イオン濃度 (%) の合成標準不確かさ $u_c(Cl)$ を濃度毎に求めた。

「技能試験用試料の塩化物イオン濃度（％）の仮の真値」

- ・技能試験用試料 0.1％（概略値）の場合

$$Cl_{0.1} = 5.1058 \times 1.0048 \times \frac{100}{20} \times \frac{0.003545}{100} \times 100 = 0.0909\%$$

- ・技能試験用試料 0.3％（概略値）の場合

$$Cl_{0.3} = 15.3299 \times 1.0048 \times \frac{100}{20} \times \frac{0.003545}{100} \times 100 = 0.2730\%$$

- ・技能試験用試料 0.5％（概略値）の場合

$$Cl_{0.5} = 12.6051 \times 1.0048 \times \frac{100}{10} \times \frac{0.003545}{100} \times 100 = 0.4490\%$$

「塩化物イオン濃度の不確かさ（％）」

- ・技能試験用試料濃度 0.0909％の場合

$$u_c(Cl_{0.1}) = 0.0909 \times 0.0033 = 0.0003\%$$

- ・技能試験用試料濃度 0.2730％の場合

$$u_c(Cl_{0.3}) = 0.2730 \times 0.0070 = 0.0019\%$$

- ・技能試験用試料濃度 0.4490％の場合

$$u_c(Cl_{0.5}) = 0.4490 \times 0.0030 = 0.0013\%$$

「塩化物イオン濃度の拡張不確かさ（％）」

拡張不確かさ $U(Cl)$ は、合成標準不確かさに包含係数（ $k = 2$ ）を乗して求めた。

- ・技能試験用試料濃度 0.0909％の場合

$$U(Cl_{0.1}) = 0.0003 \times 2 = 0.0006\%$$

- ・技能試験用試料濃度 0.2730％の場合

$$U(Cl_{0.3}) = 0.0019 \times 2 = 0.0038\%$$

- ・技能試験用試料濃度 0.4490％の場合

$$U(Cl_{0.5}) = 0.0013 \times 2 = 0.0026\%$$

e) 参考実験 I

イオンクロマトグラフ法では、試験用試料（技能試験用試料）の希釈倍率は、検量線との関係を考慮して任意に設定することが可能である。一般に、試験用試料（技能試験用試料）の希釈倍率が高いほど、試験結果の変動は大きくなり、特に、技能試験用試料の濃度が薄い場合、その傾向は顕著である。

前述の全生工組連試験方法 ZKT-301:2001（塩分含有量測定器の検定方法）によると、塩化物含有量測定器を検定する際の判定基準は、基準値に対して±10%以内と規定されている。従って、試験試料の測定に関する不確かさは、可能なかぎり小さくする必要がある。そこで、ここでは、参考実験として、濃度 0.1%（概略値）の技能試験用試料を対象とし、希釈倍率と試験結果の変動状況の関係について比較実験を行った。

実験は、参考表－1 に示す 2 種類の希釈倍率に調整した技能試験用試料を各 10 試料準備し、イオンクロマトグラフ法によって、塩化物イオン濃度及び 10 試料の変動係数を求めた。参考実験結果を参考表－2 に示す。

参考表－2 によると、技能試験用試料の希釈倍率によって変動係数（不確かさ）は異なり、希釈倍率を 20 倍から 10 倍にすると、塩化物イオン濃度（%）の変動係数は約 1/17 に低減している。この点を考慮して、「技能試験用試料の作製方法」では、濃度 0.1%（概略値）については、希釈倍率の標準を 10 倍（表 1 参照）と規定した。

なお、不確かさに関する一連の実験は、希釈倍率 20 倍の溶液を対象として行った。

参考表－1 技能試験用試料の希釈倍率

	濃度 % (概略値)	分取量 ml	定容量 ml	希釈倍率	備考
ケース 1	0.1	10	100	10倍	—
ケース 2	0.1	10	200	20倍	2.2.4.3で採用

参考表－2 希釈倍率と塩化物イオン濃度及び標準偏差の関係

測定回数	ケース 1 (10倍希釈)	ケース 2 (20倍希釈)
	ピーク面積値	ピーク面積値
1	1305314	603989
2	1302199	627510
3	1300971	558445
4	1304525	627079
5	1302669	569508
6	1297151	563312
7	1294998	562021
8	1299317	588885
9	1304820	634959
10	1299683	601963
標準偏差	3415	29650
変動係数 (%)	0.2887	4.9935

F) 参考実験Ⅱ

塩化物含有量試験は、荷卸し地点ではなく、通常は工場出荷時に試料を採取し試験が実施されている。そこで、参考実験として、試験時期（試料の採取時期）が試験結果に及ぼす影響について検討した。

実験方法は、附属書2「塩化物含有量測定器を用いたフレッシュコンクリート中の塩化物イオン濃度試験を対象とした技能試験用試料の作製方法」に従ってセメントペーストを練り混ぜ、練混ぜ開始から10分、30分、60分経過後に試料を採取（吸引ろ過の開始）し、経過時間と塩化物イオン濃度の関係を確認した。

試験方法の詳細を以下に示す。

- ①塩化物イオンの検量線は、4.1.3 2) bのものを使用する。
- ②セメントペーストを練混ぜ、練混ぜ開始から10分、30分、60分経過後に試料を採取（吸引ろ過の開始）し、これを参考実験用の技能試験用試料とする。
- ③9種類（濃度3水準、採取時間3水準）の技能試験用試料を参考表-3に示す方法で希釈する。
- ④イオンクロマトグラフ装置で希釈した技能試験用試料の指示値を求め、式②によって塩化物イオン濃度（%）を算出する。

実験結果は、参考表-4に示すとおりであり、今回の実験の範囲では、塩化物イオン濃度は、経過時間に伴って著しい差は認められない。

参考表-3 参考実験用の技能試験用試料の希釈倍率

濃度 % (概略値)	分取量 ml	定容量 ml	希釈倍率
0.1	10	200	20倍
0.3	5	200	40倍
0.5	2	100	50倍

参考表-4 経過時間と塩化物イオン濃度の関係

濃度 % (概略値)	経過時間 (分)	塩化物イオン濃度 mg/l	塩化物イオン濃度 %
0.1	10	44.5821	0.0852
	30	44.7884	0.0896
	60	45.4286	0.0909
0.3	10	72.7354	0.2909
	30	73.7877	0.2952
	60	71.8854	0.2875
0.5	10	98.2445	0.4912
	30	96.5655	0.4828
	60	98.2504	0.4913

3. 調査結果のまとめと今後の課題

JIS A 5308 (レディーミクストコンクリート) の「測定の不確かさ」を考える場合、コンクリートの種類、使用材料の品質、コンクリートの調合、コンクリートの製造方法、製造時・運搬時の環境条件、試験時の環境条件等も考慮する必要があるが、これらの要因を全て取り上げて「測定の不確かさ」を算出するには、「コンクリートの標準試料の開発」と「標準試料を用いた膨大な実験データ」が必要となる。しかしながら、現在は、コンクリートの標準試料は未開発であり、これを用いた実験データを得ることは不可能なことから本調査では、スランプ及び空気量については、試料として JIS A 6402 (コンクリート用化学混和剤) に規定する基準コンクリートを使用し、不確かさに影響すると考えられる要因のうち一部を取り上げた場合についての不確かさ算出を目的とした調査・検討を行った。また、塩化物含有量については、技能試験用試料の開発を目的とした調査・検討を行った。以下にその概要を示す。

3.1 調査結果のまとめ

a) スランプ試験

スランプ試験については、①測定の不確かさの要因を明らかにし、②測定の不確かさの推定方法を提示するとともに、③標準不確かさの推定 (実験) を行った。更に、④実験及び既往のデータからの解析を行い、スランプの偏差とその分布、スランプの偏差の変動、各バッチにおける試験者のバラツキ、各試験者のバッチ間のバラツキ、スランプの経時変化等を求めた。

これらの結果から、限られた要因を取り上げた場合ではあるが、コンクリートのスランプ試験における測定の不確かさ (拡張不確かさ) を推定すると、拡張不確かさは、約 ± 2.0 cm、既往のデータから求めたスランプ値に対する偏差は、 $\pm 2.0 \sim 2.5$ cm となった。これらの値は、JIS A 5308 に規定するスランプの許容差とほぼ同様の値である。

b) 空気量試験

空気量試験については、①測定の不確かさの要因を明らかにし、②測定の不確かさの推定手法を提示するとともに、③標準不確かさの推定 (実験) を行った。更に、④実験及び既往のデータからの解析を行い、空気量の偏差とその分布、空気量の偏差の変動、各バッチにおける試験者のバラツキ、各試験者のバッチ間のバラツキ、空気量の経時変化量等を求めた。

これらの結果から、スランプ試験の場合と同様に、限られた要因を取り上げた場合ではあるが、コンクリートの空気量試験における測定の不確かさ (拡張不確かさ) を推定すると、拡張不確かさは $\pm 0.6\%$ となった。また、既往のデータから求めた空気量に対する偏差は $\pm 1.0\%$ (母集団の98%が満足する範囲) となった。これらの値は JIS A 5308 に規定する空気量の許容差 $\pm 1.5\%$ に近い値である。

c) 塩化物含有量

塩化物含有量については、先ず、①塩化物含有量試験における測定の不確かさ

に関係する事項，すなわち，コンクリートの塩化物量の試験方法，塩化物含有量試験器，コンクリートの塩化物含有量試験における測定の不確かさ及びフレッシュコンクリートの単位水量に関する事項を紹介した。次いで，②技能試験（塩化物含有量測定器による塩化物イオン濃度試験用）用試料の開発について，塩化物含有量測定器の検定方法と技能試験用試料の作製方法を含めた提案を行った。更に，③技能試験用試料の塩化物イオン濃度の不確かさに関する実験として，JIS A 1144 に規定される試験方法に従って，塩化物イオン濃度を測定する際の不確かさを求めるために，イオンクロマトグラフと電位差滴定法を対象とした，測定に伴う不確かさについて実験調査を行った。

その結果，技能試験用試料の濃度（概略値），0.1，0.3 及び 0.5%毎に各，拡張不確かさ（ $k=2$ ）を求めた。

また，参考実験として，塩化物含有量試験は，荷下ろし地点でなく，通常は工場出荷時に試料を採取し試験が実施されていることから，試験時期（試料の採取時期；練混ぜ開始から 10, 30, 60 分経過後）が試験結果に及ぼす影響についても実験検討を行い，採取時期が試験結果に特に影響を及ぼさないことを明らかにした。

以上の調査・検討の結果から，2.2.4 の「塩化物含有量測定器を用いたフレッシュコンクリート中の塩化物イオン濃度を対象とした技能試験用試料の作製方法」を提案した。

3.2 今後の課題

以上，JIS A 5308（レディーミクストコンクリート）の試験項目のうち，スランプ，空気量及び塩化物量に関する調査結果について述べた。これらの調査結果は，スランプ及び空気量試験については，JIS A 6204（コンクリート用化学混和剤）に規定する基準コンクリート（スランプが 18cm，空気量は化学混和剤を使用しない 1%程度）のコンクリートを対象とした場合であり，塩化物量にあつては，技能試験用試料の開発調査ということである。このように，今回の調査は，あくまでも，JIS A 5308（レディーミクストコンクリート）の「測定の不確かさ」を考える上で必要な要因の一部を取り上げて検討を行ったものである。

今後は，今回の調査で対象としなかった要因について，その要因の採否も含めて調査・検討を行うことが必要である。特に，スランプ試験については，固練り（例えば，スランプ 8cm）コンクリートの場合どうなるのか，空気量試験については，空気量の目標値 4.5%のコンクリートを対象として測定の不確かさを求める必要がある。また，JIS A 5308 ではスランプ及び空気量ともに許容差が規定されているが，実際に測定の不確かさを測定値に対して表示する場合，拡張不確かさとこれらの値（偏差，許容差）をどのように扱うか十分考慮し，運用しなければならない。

塩化物含有量については，技能試験用の作製方法を提案したが，提案内容の妥当性の確認をはじめとして，これを用いた技能試験等の実施，ひいては，塩化物量の測定の不確かさを求めるための調査研究を行うことが必要である。

- (1) J N L Aの不確かさ適用方針に基づいて、次のステップを踏んで不確かさの推定（見積もり）を行う。

ステップ 0

0. 測定量(measurand)の決定

ステップ 1

1. 測定モデル化

測定量 Y を他の N 個の量 X_1, X_2, \dots, X_N から次の関係関数 f により決定する。

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N) \quad (1)$$

※この関係関数は理論式、実験式及び経験則等から求める。

ステップ 2

2. 不確かさ要因のリスト及び補正の有無（ある場合には、その根拠を記述）

ステップ 3

3. 標準不確かさのBタイプの評価

繰返し観測から求めたものではない入力量 X_i の推定値 x_i の標準不確かさ $u(x_i)$ を、 X_i の起こり得る変動について入手できる、次のような情報に基づき科学的判断によって評価する。

- －以前の測定データ
- －当該材料や機器の挙動及び特性についての一般的知識又は経験
- －製造者の仕様
- －校正その他の成績書に記載されたデータ

- 1) X_i の確率分布が矩形分布の場合、

$$u(x_i) = \frac{a_i}{\sqrt{3}} \quad (2)$$

- 2) X_i の確率分布が三角分布の場合、

$$u(x_i) = \frac{a_i}{\sqrt{6}} \quad (3)$$

3) X_i の確率分布が正規分布の場合,

$$u(x_i) = \frac{\text{拡張不確かさ}}{k} \quad (4)$$

4) 想定される確率分布がこれ以外の場合には他の出典を参照する。

ステップ 4

4. 標準不確かさの A タイプの評価

1) 独立な n 個の繰返し観測値の「相加平均 \bar{X}_i 」を入力推定値 x_i とする

場合, その A タイプの標準不確かさ $u(x_i)$ を「平均の実験標準偏差 $s(\bar{X}_i)$ 」から求める。

$$\bar{X}_i = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n X_{i,k} \quad (5)$$

$$x_i = \bar{X}_i \quad (6)$$

$$s(X_i) = \sqrt{\frac{1}{(n-1)} \sum_{k=1}^n (X_{i,k} - \bar{X}_i)^2} \quad (7)$$

$$s(\bar{X}_i) = \frac{s(X_i)}{\sqrt{n}} \quad (8)$$

$$u(x_i) = s(\bar{X}_i) \quad (9)$$

ただし、試験報告において、試験片 n 個の平均の実験標準偏差は、(8)式に代えて、(16)式で求めることがある。

2) 独立な n 個の繰返し観測値の「個々の値 $X_{i,k}$ 」を入力推定値 x_i とする場合,

その A タイプの標準不確かさ $u(x_i)$ を $s(X_i)$ から求める。

$$x_i = X_{i,k} \quad (10)$$

$$u(x_i) = s(X_i) \quad (11)$$

3) $u(x_i)$ の自由度 v_i は独立な n 個の繰返し観測値から計算される場合には、 $n - 1$ に等しい。

※「データの取得方法 (実験の概要)」、「取得したデータ」及び「個々の標準不確かさの計算」を明確に記す。

ステップ 5

5. 合成標準不確かさの決定

入力量間に相関がないと仮定できる場合、次式より合成標準不確かさ求める。

$$u_c(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^N c_i^2 u^2(x_i)} \quad (12)$$

c_i は偏導関数 $\partial f / \partial x_i$ 又は既知の感度係数

ステップ 6

6. 拡張不確かさの決定

1) 次式より拡張不確かさを求める。

$$U = k u_c(y), \quad (13)$$

2) 通常、確率分布は正規分布とみなして包含係数 $k_{95}=2$ を採用する。(5) 参照

ステップ 7

7. 測定量の値における拡張不確かさの報告

正規分布の場合には、

「報告された拡張不確かさは、標準不確かさに、約 95% 信頼水準を与える包含係数 $k_{95}=2$ を乗じて求められた。」

(2) 不確かさの見積もり結果を整理しまとめた、次のようなバジェットシートを作成する。

不確かさ要因	値	確率分布	除数	感度係数	標準不確かさ	備考
合成標準不確かさ	X		X	X		
拡張不確かさ	X		X	X		

- (3) Aタイプ評価において、一元配置、二元配置及び多元配置実験による要因分析を行う場合にはステップ4として次のような分散分析を行い、標準不確かさを求める。

ステップ4 標準不確かさのAタイプの評価（繰り返しのある二元配置実験の場合）

- 1) 二つの因子（A, B）の水準の各組み合わせ（ $a \times b$ とおりの）を r 回ずつ繰り返して実験する場合、各平方和を求め、次のような分散分析表にまとめる。

（分散分析表）

要因	平方和	自由度	平均平方	分散比	平均平方の期待値
主効果 A	S_A	$\phi_A = a - 1$	V_A	V_A / V_e	$\sigma_e^2 + br \sigma_A^2$
主効果 B	S_B	$\phi_B = b - 1$	V_B	V_B / V_e	$\sigma_e^2 + ar \sigma_B^2$
交互作用 A*B	S_{A*B}	$\phi_{A*B} = (a - 1) * (b - 1)$	V_{A*B}	V_{A*B} / V_e	$\sigma_e^2 + r \sigma_{A*B}^2$
残差 e	S_e	$\phi_e = ab(r - 1)$	V_e	-	σ_e^2
計 T	S_T	$\phi_T = abr - 1$	-	-	-

- 2) 主効果 A, B 及び交互作用 A*B の有意検定を行う。有意と判定された要因は残し、有意と判定されなかった要因は誤差にプールする。

- 3) 実験標準偏差 $s(X_i)$ は式(15)から求める。

$$s(X_i) = \sqrt{\sigma_A^2 + \sigma_B^2 + \sigma_{A*B}^2 + \sigma_e^2} \quad (15)$$

- 4) 独立な n 個の繰り返し観測値の「相加平均 \bar{X}_i 」を入力推定値 x_i とする場合、

その A タイプの標準不確かさ $u(x_i)$ を「平均の実験標準偏差 $s(\bar{X}_i)$ 」から求める。

（試験方法において、要因 A, B の個数が 1 で、試験片 n 個の平均値を求める場合）

$$s(\bar{X}_i) = \sqrt{\sigma_A^2 + \sigma_B^2 + \sigma_{A*B}^2 + \frac{\sigma_e^2}{n}} \quad (16)$$

$$u(x_i) = s(\bar{X}_i) \quad (17)$$

- 5) 独立な n 個の繰返し観測値の「個々の値 $X_{i,k}$ 」を入力推定値 x_i とする場合、
その A タイプの標準不確かさ $u(x_i)$ を $s(X_i)$ から求める。

$$x_i = X_{i,k} \quad (18)$$

$$u(x_i) = s(X_i) \quad (19)$$

- 6) $u(x_i)$ の自由度 ν_i は ϕ_r に等しい。

- (4) コントロールサンプルを使用した A タイプ評価のみによる不確かさの評価を行う場合には、コントロールサンプルのバラツキを考慮する必要はない。(サンプルの不確かさは繰返し測定の不確かさに含まれるが、その要因を考慮する必要はない。)
- (5) ステップ 6 において、厳密には次の 3 条件のいずれも満たす場合に、正規分布と見なすことができる。

条件 1 $\frac{\text{合成標準不確かさ}}{\text{A タイプの標準不確かさ}} > 2$

条件 2 $n > 2$

条件 3 B タイプの不確かさ要因の自由度がいずれも無限大と見なすことができる。

3 条件のいずれかが満たされない場合には、合成標準不確かさの有効自由度を次式で求め、t 分布表からこの有効自由度に対応する包含係数 k_{95} の値を求める。

$$\nu_{eff} = \frac{u_c^4(y)}{\sum_{i=1}^N \frac{u_i^4(y)}{\nu_i}} \quad (14)$$

建築材料の試験分野においては、測定の不確かさを推定するための均一な標準的材料を入手することが容易でなく、3 条件を満たせないことが多いと予想される。このような場合は、試験材料のばらつきが評価されているのであり、「測定の不確かさの推定は不能」として扱い、計測機器等の不確かさのみで表現する。