

1. 制定/改正の別

制定 改正 (委員会席上にて修正)

2. 産業標準案の番号及び名称

規格番号 JIS M8709

規格名称 鉄鉱石—サンプリングの偏りを調査する実験方法

3. 主務大臣

経済産業大臣

4. 制定・改正の内容等に関する事項

(1) 制定改正の必要性及び期待効果

【必要性】

・本規格は、JIS M 8702に規定する方法によって鉄鉱石をサンプリングするときに、停止ベルトサンプリング方法を基準として、その他のサンプリング方法での偏りを調査するための実験方法を規定するが、積地と揚地とで採取した同一ロットの試料から得た結果の有意差を調査する場合などにも有用で、商取引上も重要である。適切なサンプリング方法を確保するための基本要件として、当該実験方法が定められており、対応国際規格であるISO/DIS 3086:2005を基に、2006年に制定された。2006年4月に、ISO 3086:2006(第4版)が発行されたため、再度、規格全体の内容を比較吟味し、最近の実態を反映した規定へ見直す。本JISの改正によって、鉄鉱石購入者の更なる利便性を図るものである。

【期待効果】

・この改正によって、国際規格との整合が図られるとともに、実験方法の確度が向上することから、使用者の利便性及び国際商取引の公正かつ円滑化に寄与することが期待できる。

(2) 制定の場合は規定する項目を、改正の場合は改正点

主な改正点は、次のとおり。

・6.1 サンプリング

「最大粒度の3倍又は30 mmのいずれか大きい方を超えた長さで、」の記載に変更する。

「鉱石の流れの全幅・全層厚からインクリメントを採取する、」の記載に変更する。

「方法Bの例として、運転中のベルトコンベアからの機械式サンプリング、船若しくは貨車への、又は船若しくは貨車からの鉱石の移動中に行うサンプリングなどがある、」の記載に変更する。

・7.3 異常値の検定—グラブス検定

7.3.5 注記1

「また、異常値が複数個検出された場合、個々の異常値の原因を調査し、7.4の処置に従うことがある。」の記載を追加した。

(3) 制定・改正の主旨

①利点がある場合にその項目(コード等一覧参照)

ア、イ

②欠点があるとする項目に該当しないことを確認(コード等一覧参照)

確認

③国が主体的に取り組む分野に該当しているか、又は市場適合性を有しているか。

市場適合性を有する分野

④国が主体的に取り組む分野に該当する場合の内容

⑤市場適合性を有している場合の内容

国際標準をJIS化するなどの場合

⑥市場適合性を明らかにする根拠、理由等(定量的なデータ等)

対応国際規格ISO3086が存在する。

コード等一覧

産業標準化の利点があると認める場合

- ア. 品質の改善若しくは明確化、生産性の向上又は産業の合理化に寄与する。
- イ. 取引の単純公正化又は使用若しくは消費の合理化に寄与する。
- ウ. 相互理解の促進、互換性の確保に寄与する。
- エ. 効率的な産業活動又は研究開発活動の基盤形成に特に寄与する。
- オ. 技術の普及発達又は国際産業競争力強化に寄与する。
- カ. 消費者保護、環境保全、安全確保、高齢者福祉その他社会的ニーズの充足に寄与する。
- キ. 国際貿易の円滑化又は国際協力の促進に寄与する。
- ク. 中小企業の振興に寄与する。
- ケ. 基準認証分野等における規制緩和の推進に寄与する。
- コ. その他、部会又は専門委員会が認める工業標準化の利点

産業標準化の欠点があると認める場合

- ア. 著しく用途が限定されるもの又は著しく限られた関係者間で生産若しくは取引されるものに係るものである。
- イ. 技術の陳腐化、代替技術の開発、需要構造の変化等によってその利用が縮小しているか、又はその縮小が見込まれる。
- ウ. 標準化すべき内容及び目的に照らし、必要十分な規定内容を含んでいない。また、含んでいる場合であっても、その規定内容が現在の知見からみて妥当な水準となっていない。
- エ. 当該案の内容及び既存のJISとの間で著しい重複又は矛盾がある。
- オ. 対応する国際規格が存在する場合又はその仕上がりが目前である場合であって、当該国際規格等との整合化について、適切な考慮が行われていない。
- カ. 対応する国際規格が存在しない場合、当該JISの制定又は改正の輸入への悪影響について、適切な考慮が行われていない。
- キ. 原案中に特許権等を含む場合であって、特許権者等による非差別的かつ合理的条件での実施許諾を得ることが明らかに困難である。
- ク. 原案が海外規格(ISO及びIECが制定した国際規格を除く)その他他者の著作物を基礎とした場合、著作権に関する著作権者との調整が行われていない。
- ケ. 技術が未成熟等の理由で、JISとすることが新たな技術開発を著しく阻害する恐れがある。
- コ. 強制法規技術基準・公共調達基準との関係について、適切な考慮が行われていない。
- サ. 工業標準化法の趣旨に反すると認められるとき。

国が主体的に取り組む分野に該当する場合

1. 基礎的・基盤的な分野
2. 消費者保護の観点から必要な分野
3. 強制法規技術基準、公共調達基準等に引用される規格
4. 国の関与する標準化戦略等に基づき国際規格提案を目的としている規格

市場適合性を有している場合

1. 国際標準をJIS化するなどの場合
2. 関連する生産統計等によって、市場におけるニーズが確認できる場合、又は将来において新たな市場獲得が予想される場合
3. 民間における第三者認証制度に活用されることが明らかな場合
4. 各グループ [生産者等及び使用・消費者又はグループを特定しにくいJIS(単位、用語、製図、基本的試験方法等)にあっては中立者] の利便性の向上が図られる場合

目 次

	ページ
序文	1
1 適用範囲	1
2 引用規格	1
3 用語及び定義	2
4 原理	2
5 一般事項	2
5.1 実験の測定データの組数	2
5.2 実験の判定基準	2
5.3 実験の品質特性	2
6 サンプルング及び試料調製方法	3
6.1 サンプルング	3
6.2 試料調製及び測定	3
7 実験データの解析	3
7.1 差の計算	3
7.2 差の平均値及び標準偏差の決定	4
7.3 異常値の検定－グラブス検定	4
7.4 偏りの検定に用いるデータの選定	5
7.5 偏りの検定	5
8 実験報告	7
附属書 A (規定) 統計的解析のフローシート	8
附属書 B (参考) 実験例	11

まえがき

この規格は、産業標準化法第 16 条において準用する同法第 14 条第 1 項の規定に基づき、認定産業標準作成機関である一般社団法人日本鉄鋼連盟（JISF）から、産業標準の案を添えて日本産業規格を改正すべきとの申出があり、経済産業大臣が改正した日本産業規格である。これによって、**JIS M 8709:2006** は改正され、この規格に置き換えられた。

この規格は、著作権法で保護対象となっている著作物である。

この規格の一部が、特許権、出願公開後の特許出願又は実用新案権に抵触する可能性があることに注意を喚起する。経済産業大臣は、このような特許権、出願公開後の特許出願及び実用新案権に関わる確認について、責任はもたない。

鉄鉱石—サンプリングの偏りを調査する実験方法

Iron ores—Experimental methods for checking the bias of sampling

序文

この規格は、2006年に第4版として発行されたISO 3086を基に、技術的内容及び構成を変更することなく作成した日本産業規格である。

なお、この規格で点線の下線を施してある参考事項は、対応国際規格を変更している事項である。

1 適用範囲

この規格は、JIS M 8702に規定する方法によって鉄鉱石をサンプリングするときに、停止ベルトサンプリング方法を基準として、その他のサンプリング方法での偏りを調査するための実験方法について規定する。

偏り調査実験の前に機械式サンプリングシステムの点検をするのが望ましい。

JIS M 8702に完全には準拠していないサンプリングシステムに偏りが発生するとは必ずしもいえない。したがって、JIS M 8702の条件を満たしていない点について意見の相違がある場合は、偏りの調査を行うのがよい。当事者の一方が、ある特定の条件において偏りが存在すると主張するときは、その条件での偏りの調査を行うのがよい。

注記 1 この規格に規定した実験データの解析方法は、次の場合にも適用可能である。

- JIS M 8702に規定した試料調製方法を基準として、鉄鉱石の試料調製の偏りを調査する場合。
- JIS M 8706に規定した手動粒度分析方法を基準として、その他の粒度分析方法の偏りを調査する場合。
- 異なる場所、例えば、積地と揚地とで採取した同一ロットの試料から得た結果の有意差を調査する場合。

注記 2 サンプリングシステムに関する推奨事項及び許容事項は、本来であれば適用範囲に規定できない内容であるが国際規格どおり、適用範囲に記載した。

注記 3 この規格の対応国際規格及びその対応の程度を表す記号を、次に示す。

ISO 3086:2006, Iron ores—Experimental methods for checking the bias of sampling (IDT)

なお、対応の程度を表す記号“IDT”は、ISO/IEC Guide 21-1に基づき、“一致している”ことを示す。

2 引用規格

次に掲げる引用規格は、この規格に引用されることによって、その一部又は全部がこの規格の要求事項を構成している。これらの引用規格は、その最新版（追補を含む。）を適用する。

JIS M 8700 鉄鉱石及び還元鉄—用語

注記 対応国際規格における引用規格：ISO 11323, Iron ore and direct reduced iron—Vocabulary

JIS M 8702 鉄鉱石—サンプリング及び試料調製方法

注記 対応国際規格における引用規格：ISO 3082, Iron ores—Sampling and sample preparation procedures

JIS M 8708 鉄鉱石—サンプリング、試料調製及び測定の精度を確認する実験方法

注記 対応国際規格における引用規格：ISO 3085, Iron ores—Experimental methods for checking the precision of sampling, sample preparation and measurement

3 用語及び定義

この規格で用いる主な用語及び定義は、**JIS M 8700** による。

4 原理

実験の対象とする方法(以下、方法 B という。)から得た結果と、技術的及び経験的観点から実質的に偏りがない結果が得られると判断される基準方法(以下、方法 A という。)の結果とを比較する。方法 B から得た結果と方法 A から得た結果との間に統計的に有意差がないと判断した場合、方法 B を日常の方法として採用してよい。有意差の評価は、実測の偏りと基準とする偏り(δ) (5.2 参照)とを、90 %の信頼区間で比較して行う。

5 一般事項

5.1 実験の測定データの組数

実験に必要な測定データの組の数は、10 以上とする。最少 10 組の測定データで実施した異常値検定及び実測の偏りに対する信頼区間の統計解析の結果によっては、追加の実験が必要となる。

注記 測定データの組とは、同一対象物を方法 A 及び方法 B で採取し、それぞれの試料を分析して得た一対のデータをいう。

5.2 実験の判定基準

基準とする偏りの値(δ)は、その値まで低減するための費用効果があるかを考慮し、あらかじめ決定する。参考として δ は、**JIS M 8708** によって求めたサンプリング、試料調製及び測定 of 標準偏差 σ_{SPM} 未満となる可能性が高い。

注記 実験が試料調製の調査だけを目的とする場合、 δ の値は、**JIS M 8708** によって求めた σ_{PM} 未満となる可能性が高い。

5.3 実験の品質特性

品質特性には、全鉄分、水分、粒度分布、物理特性などがある。

6 サンプリング及び試料調製方法

6.1 サンプリング

サンプリングの偏りを調査するための方法 A は、JIS M 8702 に規定する停止ベルトサンプリング方法とする。

方法 A : 停止ベルトコンベア上の採取位置から、最大粒度の 3 倍又は 30 mm のいずれか大きい方を超えた長さで、鉱石の流れの全幅・全層厚からインクリメントを採取する。

方法 B は、通常 JIS M 8702 によって行うが、同一対象物で行った方法 A と比較しなければならない。

方法 B : 方法 B の例として、運転中のベルトコンベアからの機械式サンプラによるサンプリング、船若しくは貨車への、又は船若しくは貨車からの鉱石の移動中に行うサンプリングなどがある。

方法 A 及び方法 B のサンプル採取は、極力近い位置で行う。特に品質特性が変化しやすい鉱石流では重要となる。

6.2 試料調製及び測定

6.2.1 1 ロットから方法 A 及び方法 B によって採取したインクリメントを 2 個の大口試料 A 及び B にまとめる。

6.2.2 大口試料 A 及び B を JIS M 8702 によって、同じ方法で調製し、品質特性を規定する規格によってそれぞれを測定して一組の測定データを得る。

6.2.3 このような手順を 10 ロット以上について行う (5.1 参照)。

方法 A 及び方法 B のインクリメントを、互いにごく近い位置で採取できる場合は、試料調製及び測定を、個々のインクリメントごとに行うか、又は隣接する数個のインクリメントをまとめて行うのがよい。これによって、1 ロット全体から一組の測定データを得るよりも迅速に、10 組以上の測定データが得られる。この方法は、数ロットから採取したインクリメントの組について、同種の鉱石について行うのが望ましい。ただし、インクリメント及び大口試料の両方からなる数組の結果を一つにして取り扱ってはならない。この場合、インクリメントからの組か、又は大口試料からの組かのいずれかにするのがよい。

注記 実験費用に制限があること、停止ベルトサンプリングでは作業負荷がかかることなどから、停止ベルトサンプリングの数は、少なくするのが経済的である。このため試料調製及び測定は、慎重に行い、かつ、複数回行うのがよいとされている。

7 実験データの解析

注記 7.1～7.5 に示す実験データの解析手順のフローシートは、附属書 A を参照。

7.1 差の計算

7.1.1 方法 A によって得た各々のデータを x_{Ai} 、方法 B によって得た各々のデータを x_{Bi} とする。試料調製と測定とを複数回実施した場合は、平均値を採用する。

7.1.2 x_{Ai} と x_{Bi} との差 d_i を式 (1) によって計算する。

$$d_i = x_{Bi} - x_{Ai} \quad i = 1, 2, \dots, k \quad \dots \quad (1)$$

ここで、 k ：測定データの組の数

7.2 差の平均値及び標準偏差の決定

7.2.1 差の平均値(\bar{d})を、測定データの桁数より一つ多い桁数まで計算する。

$$\bar{d} = \frac{1}{k} \sum d_i \quad \dots \quad (2)$$

7.2.2 差の平方和 (SS_d) 及び標準偏差 (S_d) を、測定データの桁数より一つ多い桁数まで計算する。

$$SS_d = \sum d_i^2 - \frac{1}{k} (\sum d_i)^2 \quad \dots \quad (3)$$

$$S_d = \sqrt{\frac{SS_d}{(k-1)}} \quad \dots \quad (4)$$

7.3 異常値の検定—グラッブス検定

7.3.1 d_i を小さい順に並べる。

7.3.2 次の式によってグラッブス検定の統計値、 G_k 及び G_1 を計算する。

$$G_k = \frac{d_k - \bar{d}}{S_d} \quad \dots \quad (5)$$

$$G_1 = \frac{\bar{d} - d_1}{S_d} \quad \dots \quad (6)$$

ここで、 d_k ： d_i の最大値
 d_1 ： d_i の最小値

7.3.3 G_k 又は G_1 のいずれか大きい方を選ぶ。

7.3.4 G_k 又は G_1 のいずれか大きい方の値と表 1 の 5% 有意水準でのグラッブス検定の棄却限界値とを比較する。手順は、a) 及び b) による。

表 1—グラッブス検定の棄却限界値

k	限界値(5%)	k	限界値(5%)	k	限界値(5%)
6	1.887	12	2.412	18	2.651
7	2.020	13	2.462	19	2.681
8	2.126	14	2.507	20	2.709
9	2.215	15	2.549	21	2.733
10	2.290	16	2.585	22	2.758
11	2.355	17	2.620	23	2.781

注記 k の値が表 1 の値より大きい場合のグラッブス検定の棄却限界値、及び他の有意水準での限界値については、グラッブス等の論文の p847~p854 [Grubbs, F.E. and Beck, G. (1972) "Extension of sample sizes and percentage points for significance tests of outlying observations", Technometrics 14] 及び JIS Z 8402-2, 表 5 に記載されている。

- a) 7.3.3 で選んだ値が棄却限界値以下の場合、異常値はない。7.5 に進む。
- b) 7.3.3 で選んだ値が棄却限界値より大きい場合は、次による。
- 1) G_k を選んだとき、差の最大値 d_k を異常値とする。
 - 2) G_1 を選んだとき、差の最小値 d_1 を異常値とする。

7.3.5 異常値を除外して、7.2～7.3.3 までの手順を繰り返す。

注記 1 繰り返して検定を行うと実際の有意水準が所定の値よりも大きくなるので、統計的には好ましくない。また、異常値が複数個検出された場合、個々の異常値の原因を調査し、7.4 の処置に従うことがある。

注記 2 異常値を除外した場合、以降で用いる k は、残った有効な測定データの組の数となる。

7.3.6 G_k 又は G_1 のいずれか大きい方の値と表 1 の 5 %有意水準でのグラブス検定の棄却限界値とを比較する。手順は、a) 及び b) による。

- a) 7.3.3 で選んだ値が棄却限界値以下の場合、異常値はない。7.4 に進む。
- b) 7.3.3 で選んだ値が棄却限界値より大きい場合、次による。
- 1) G_k を選んだとき、差の最大値 d_k を異常値とする。
 - 2) G_1 を選んだとき、差の最小値 d_1 を異常値とする。

7.3.7 60 %以上のデータが残っている場合は、7.3.5 に戻る。

7.3.8 60 %以上のデータが残っていない場合は、検定を中止し、削除した全データを戻し、7.5 に進む。

7.4 偏りの検定に用いるデータの選定

7.4.1 原因が特定可能な異常値の処置

グラブス検定で異常値を検出した場合は、水分の変化、カット開口部の部分的な閉塞、サンプルの特性の変化など、原因について検討するのが望ましい。異常値の原因が特定され、将来においても再発の可能性がある場合は、その異常値を除外せず元に戻し (B.1 参照)、再発する可能性がない場合は、その異常値を除外する (B.5 参照)。

この場合 10 組の測定データが残っているときは、7.5 に進む。10 組の測定データがない場合は、少なくとも 10 組がそろそろようようにサンプリング及び測定を実施し、7.1～7.3.8 の手順を繰り返す。

7.4.2 原因が特定できない異常値の処置

異常値の原因が特定できない場合は、その異常値を除外する。

7.4.3 残存データの処置 (7.4.2 の場合)

最少 10 組の測定データが残っている場合は、7.5 に進む。9 組以下の場合、サンプリング及び測定を追加して実施し、最少 10 組をそろえる。最初に除外したデータが、追加したデータを含むグラブス検定において必ずしも除外されとは限らないので、7.4.2 で除外したデータを元に戻して 7.1～7.3.8 までの手順を繰り返す (B.2 参照)。

7.5 偏りの検定

7.5.1 \bar{d} の信頼区間の決定

手順は、a)及びb)による。

- a) 異常値として除外しなかった組の差の平均値及び標準偏差を計算する。
- b) 次の式によって信頼区間の下限値 LL 及び上限値 UL を測定値と同じ桁数で求める。

$$LL = \bar{d} - t \frac{S_d}{\sqrt{k}} \dots\dots\dots (7)$$

$$UL = \bar{d} + t \frac{S_d}{\sqrt{k}} \dots\dots\dots (8)$$

ここで、 t : 表 2 に示した自由度 $(k-1)$ のスチューデントの t 分布の数値
 k : 異常値として除去されなかった測定データの組の数

表 2 は、測定データの組の数 k と自由度 $(k-1)$ の t 値とが対応するように作られている。

表 2—有意差水準 10 % の t の値(両側検定)

測定の組の数 k	t	測定の組の数 k	t
10	1.833	26	1.708
11	1.812	27	1.706
12	1.796	28	1.703
13	1.782	29	1.701
14	1.771	30	1.699
15	1.761	31	1.697
16	1.753	32	1.696
17	1.746	33	1.694
18	1.740	34	1.692
19	1.734	35	1.691
20	1.729	40	1.685
21	1.725	50	1.677
22	1.721	81	1.664
23	1.717	121	1.658
24	1.714	241	1.651
25	1.711	∞	1.645

注記 1 表 2 は、ISO 2602:1980 測定結果の統計的解釈—平均の推定—信頼区間から引用した。

注記 2 t 表は、一般の統計の教科書で入手することが可能である。

7.5.2 信頼区間の統計的解析

水平軸の中心をゼロ (0) とし, LL , UL , $-\delta$ 及び $+\delta$ の値をプロットする。 LL から UL までの範囲が $-\delta$ から $+\delta$ までの範囲に完全に含まれているかを調べる (A.3 参照)。

- a) $-\delta$ から $+\delta$ までの範囲に含まれている場合, 偏りは, 基準内である。方法 B は, 日常の方法として適用できると判定し, 実験を終了する (B.2, B.4 及び B.5 参照)。
- b) LL から UL までの範囲が $-\delta$ から $+\delta$ までの範囲に完全に含まれていない場合, LL から UL までの範囲にゼロ (0) が含まれているかを調べる。
 - 1) ゼロ (0) が含まれていない場合, 方法 B は, 日常の方法として適用することはできず, サンプルングシステムを調整しなければならない (B.1 参照)。
 - 2) ゼロ (0) が含まれている場合は, 更にサンプルング及び測定が必要となる。新たな測定データの組, できれば数組の測定データを追加し, 7.1~7.5 の手順を, 日常の方法として採用できるかどうか分るまで繰り返す (B.3 参照)。

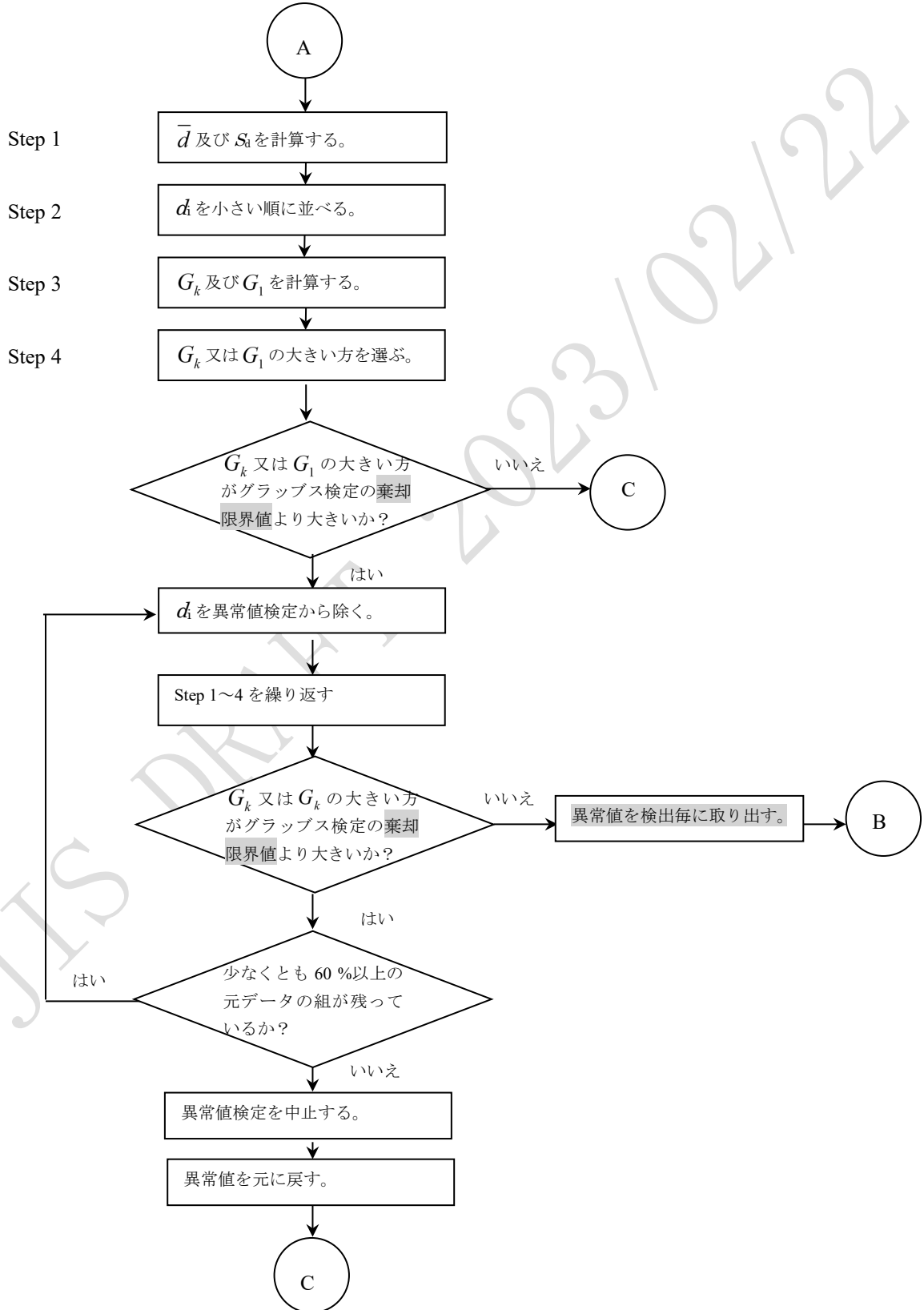
8 実験報告

実験報告には, 次の情報を含める。

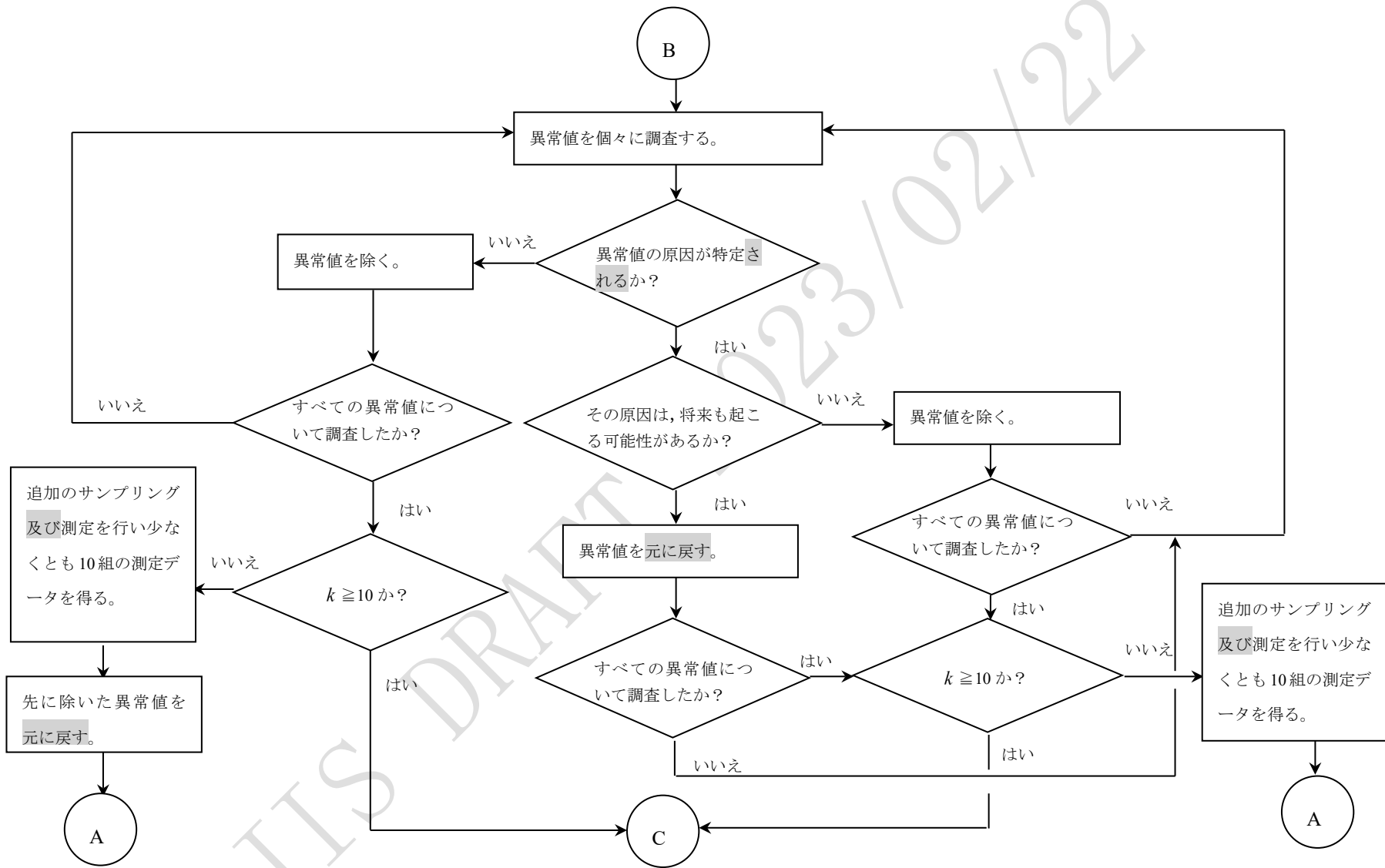
- a) この規格の番号
- b) 実験の統括者及び実施者の氏名
- c) 実験場所
- d) 実験報告書の発行日
- e) 実験期間
- f) 測定品質特性及び適用規格
- g) 調査対象ロットの詳細
- h) サンプルング及び試料調製の詳細
- i) 異常値検定の結果及び判定
- j) t 値及び判定
- k) 実験統括者の解説及び意見
- l) 実験結果に基づいた処置

附属書 A
(規定)
統計的解析のフローシート

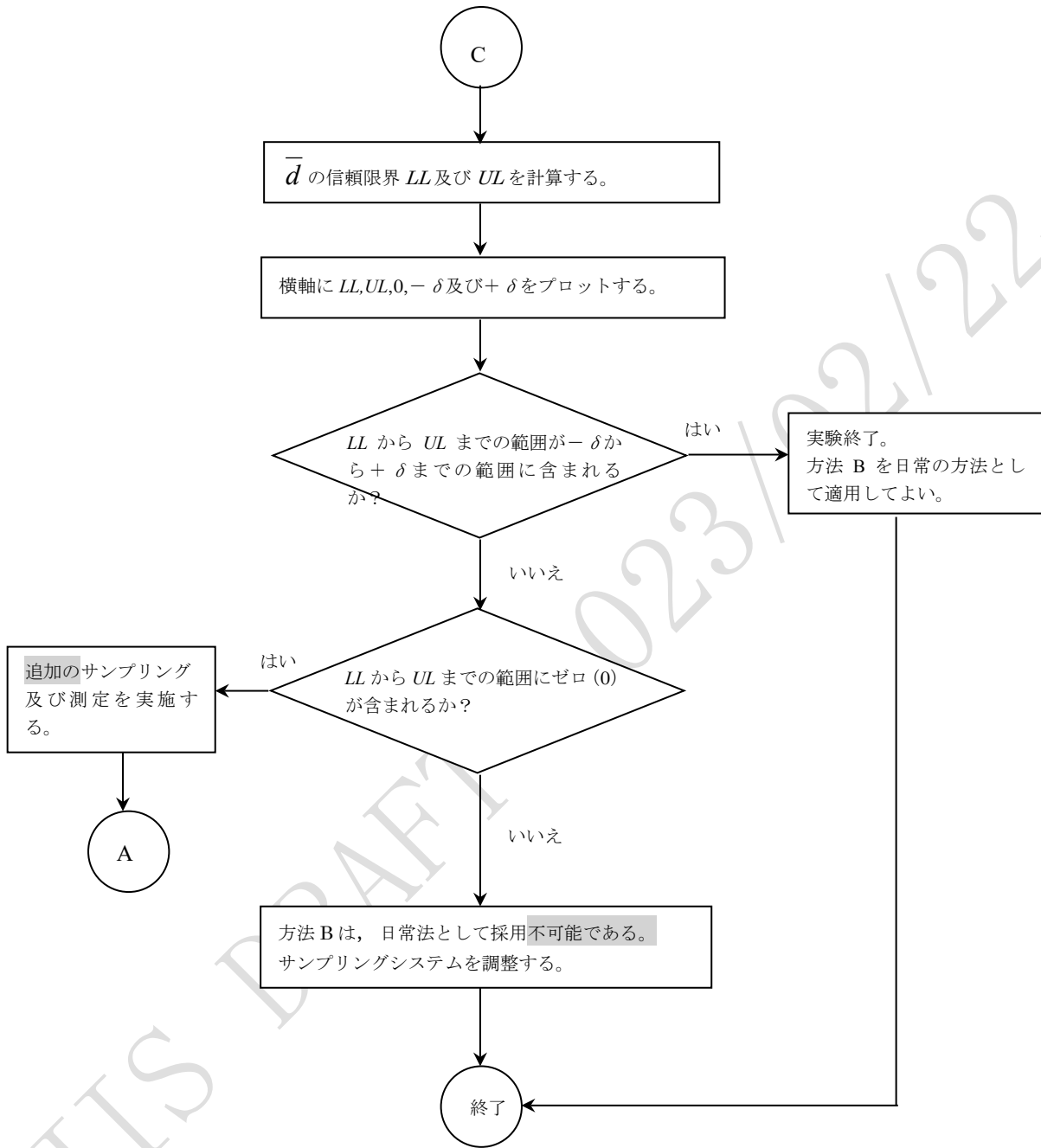
A.1 グラッブス検定による異常値検出のフローシート



A.2 異常値の処置のフローシート



A.3 偏りの検定のフローシート



附属書 B
(参考)
実験例

表 B.1～B.5 に示したデータは、実際の実験で得た数値であるが、データの出所を保護するために、二つの方法（A 法及び B 法）で得た結果に定数を加えて変換している。しかし、実験の条件及び偏りの基準値は、単なる例とする。

B.1 数値例 1 （ δ : 全鉄分で 0.10 %）

表 B.1 に示す数値例は、機械式サンプリング（方法 B）と基準方法 A とを比較した実験の結果である。実験によって検出しようとする偏りの大きさは、全鉄分で 0.10 % とする。

表 B.1—実験データ

ロット	全鉄分(%)		$d_i = x_{Bi} - x_{Ai}$	d_i^2
	x_{Bi}	x_{Ai}		
1	63.71	63.75	-0.04	0.001 6
2	62.98	62.95	0.03	0.000 9
3	63.24	63.70	-0.46	0.211 6
4	63.77	63.93	-0.16	0.025 6
5	60.01	60.82	-0.81	0.656 1
6	63.82	63.99	-0.17	0.028 9
7	63.85	64.09	-0.24	0.057 6
8	64.20	64.21	-0.01	0.000 1
9	64.08	64.12	-0.04	0.001 6
10	64.07	64.27	-0.20	0.040 0
		合計	-2.10	1.024 0

$$\bar{d} = \frac{1}{k} \sum d_i = \frac{-2.10}{10} = -0.210$$

$$SS_d = \sum d_i^2 - \frac{1}{k} (\sum d_i)^2 = 1.024 - \frac{(-2.10)^2}{10} = 0.583$$

$$S_d = \sqrt{\frac{SS_d}{(k-1)}} = \sqrt{\frac{0.589}{9}} = 0.255$$

異常値の検定：

並び替えた d_i の値：-0.81, -0.46, -0.24, -0.20, -0.17, -0.16, -0.04, -0.04, -0.01, 0.03

$$G_k = \frac{d_k - \bar{d}}{S_d} = \frac{0.03 - (-0.210)}{0.255} = 0.941$$

$$G_1 = \frac{\bar{d} - d_1}{S_d} = \frac{-0.210 - (-0.81)}{0.255} = 2.353$$

G_k 又は G_1 のいずれか大きい方の値：2.353

表 1 から 10 組の測定データに対するグラブス検定の棄却限界値は、2.290 となる。

$G_1 > 2.290$ であり、 $d_i = -0.81$ は、異常値となる。

したがって、残りの 9 組について異常値検定を実施する。

$$\bar{d} = \frac{1}{k} \sum d_i = \frac{-1.29}{9} = -0.143$$

$$SS_d = \sum d_i^2 - \frac{1}{k} (\sum d_i)^2 = 0.368 - \frac{(-1.29)^2}{9} = 0.183$$

$$S_d = \sqrt{\frac{SS_d}{(k-1)}} = \sqrt{\frac{0.183}{8}} = 0.151$$

異常値の検定：

並び替えた d_i の値：-0.46, -0.24, -0.20, -0.17, -0.16, -0.04, -0.04, -0.01, 0.03

$$G_k = \frac{d_k - \bar{d}}{S_d} = \frac{0.03 - (-0.143)}{0.151} = 1.146$$

$$G_1 = \frac{\bar{d} - d_1}{S_d} = \frac{-0.143 - (-0.46)}{0.151} = 2.099$$

G_k 又は G_1 のいずれか大きい方の値：2.099

表 1 から 9 組の測定データに対するグラブス検定の棄却限界値は、2.215 となる。

$G_1 < 2.215$ であり、新たな異常値はない。

異常値の考察：

考察の結果、異常値 ($d_i = -0.81$) には特定された原因があり、サンプリングした試料の品質特性に変化があることが分った。将来とも起こり得る原因であることから、この一組のデータは、保持するのがよい。したがって、最初のデータ (表 B.1) を偏りの検定にかけるものとする。

偏りの検定：

測定データの組に変更がなく、 \bar{d} 、 SS_d 及び S_d の値は、変わらない。

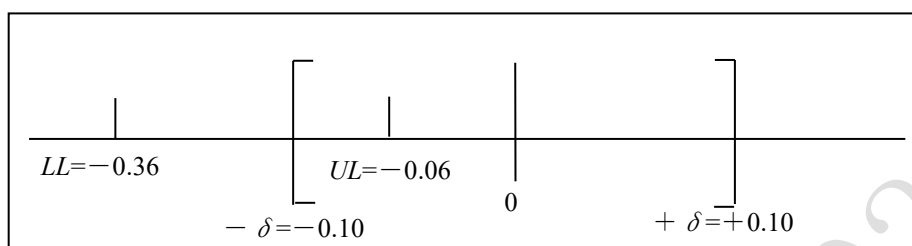
\bar{d} に対する信頼限界は、次のとおりとなる。

$$LL = \bar{d} - t \frac{S_d}{\sqrt{k}} = -0.210 - 1.833 \times \frac{0.255}{\sqrt{10}} = -0.36$$

$$UL = \bar{d} + t \frac{S_d}{\sqrt{k}} = -0.210 + 1.833 \times \frac{0.255}{\sqrt{10}} = -0.06$$

表 2 から $t = 1.833$ を得る。

水平軸にプロットする。



LL から UL までの範囲は， $-\delta$ から $+\delta$ までの範囲に完全には含まれず，しかもゼロ(0)を含んでいない。この場合，方法 B には有意な偏りがあり，日常の方法として適用できない。サンプリング設備を調整しなければならない。

B.2 数値例 2 (δ : 全鉄分で 0.20 %)

表 B.2.a, 表 B.2.b 及び表 B.2.c に示す数値例は，JIS M 8702 に従って行った機械式サンプリング（方法 B）と基準方法 A とを比較した実験の結果である。

実験によって検出しようとする偏りの大きさは，全鉄分で 0.20 % とする。

表 B.2.a—実験データ

ロット	全鉄分(%)		$d_i = x_{Bi} - x_{Ai}$	d_i^2
	x_{Bi}	x_{Ai}		
1	62.36	62.36	0	0
2	62.18	62.21	-0.03	0.000 9
3	62.22	62.44	-0.22	0.048 4
4	62.32	62.27	0.05	0.002 5
5	62.43	62.51	-0.08	0.006 4
6	62.72	62.74	-0.02	0.000 4
7	63.58	63.79	-0.21	0.044 1
8	63.64	63.77	-0.13	0.016 9
9	63.85	64.15	-0.30	0.090 0
10	63.21	63.93	-0.72	0.518 4
		合計	-1.66	0.728 0

$$\bar{d} = \frac{1}{k} \sum d_i = \frac{-1.66}{10} = -0.166$$

$$SS_d = \sum d_i^2 - \frac{1}{k} \left(\sum d_i \right)^2 = 0.728 0 - \frac{(-1.66)^2}{10} = 0.452$$

$$S_d = \sqrt{\frac{SS_d}{(k-1)}} = \sqrt{\frac{0.452}{9}} = 0.224$$

異常値の検定：

並び替えた d_i の値：-0.72, -0.30, -0.22, -0.21, -0.13, -0.08, -0.03, -0.02, 0.00, 0.05

$$G_k = \frac{d_k - \bar{d}}{S_d} = \frac{0.05 - (-0.166)}{0.224} = 0.964$$

$$G_1 = \frac{\bar{d} - d_1}{S_d} = \frac{-0.166 - (-0.72)}{0.224} = 2.473$$

G_k 又は G_1 のいずれか大きい方の値：2.473

表 1 から 10 組の測定データに対するグラブス検定の棄却限界値は、2.290 となる。

$G_1 > 2.290$ であり、 $d_i = -0.72$ を異常値と判定して除去し、残りの 9 組に対し異常値検定を実施する。

残りの 9 組の測定データについて、 \bar{d} 及び S_d を計算する。

$$\bar{d} = \frac{1}{k} \sum d_i = \frac{-0.94}{9} = -0.104$$

$$SS_d = \sum d_i^2 - \frac{1}{k} (\sum d_i)^2 = 0.2096 - \frac{(-0.94)^2}{9} = 0.111$$

$$S_d = \sqrt{\frac{SS_d}{(k-1)}} = \sqrt{\frac{0.111}{8}} = 0.118$$

異常値の検定：

並び替えた d_i の値：-0.30, -0.22, -0.21, -0.13, -0.08, -0.03, -0.02, 0.00, 0.05

$$G_k = \frac{d_k - \bar{d}}{S_d} = \frac{0.05 - (-0.104)}{0.118} = 1.305$$

$$G_1 = \frac{\bar{d} - d_1}{S_d} = \frac{-0.104 - (-0.30)}{0.118} = 1.661$$

G_k 又は G_1 のいずれか大きい方の値：1.661

表 1 から 9 組の測定データに対するグラブス検定の棄却限界値は、2.215 となる。

$G_1 < 2.215$ であり、新たな異常値は、存在しない。

異常値の考察：

考察の結果、異常値 ($d_i = -0.72$) には特定される原因がないことが分った。少なくとも 10 組のデータをそろえるために追加のサンプリング及び測定が必要である。第 10 番目のロットデータは、新たな検定の組では必ずしも異常値になるとは限らないため、データに復帰させる (**表 B.2.b** 参照)。

表 B.2.b—実験データ

ロット	全鉄分(%)		$d_i = x_{Bi} - x_{Ai}$	d_i^2
	x_{Bi}	x_{Ai}		
1	62.36	62.36	0	0
2	62.18	62.21	-0.03	0.000 9
3	62.22	62.44	-0.22	0.048 4
4	62.32	62.27	0.05	0.002 5
5	62.43	62.51	-0.08	0.006 4
6	62.72	62.74	-0.02	0.000 4
7	63.58	63.79	-0.21	0.044 1
8	63.64	63.77	-0.13	0.016 9
9	63.85	64.15	-0.30	0.090 0
10	63.21	63.93	-0.72	0.518 4
11	63.53	63.50	0.03	0.000 9
	合計		-1.63	0.728 9

$$\bar{d} = \frac{1}{k} \sum d_i = \frac{-1.63}{11} = -0.148$$

$$SS_d = \sum d_i^2 - \frac{1}{k} (\sum d_i)^2 = 0.728 9 - \frac{(-1.63)^2}{11} = 0.487$$

$$S_d = \sqrt{\frac{SS_d}{(k-1)}} = \sqrt{\frac{0.487}{10}} = 0.221$$

異常値の検定：

並び替えた d_i の値：-0.72, -0.30, -0.22, -0.21, -0.13, -0.08, -0.03, -0.02, 0.00, 0.03, 0.05

$$G_k = \frac{d_k - \bar{d}}{S_d} = \frac{0.05 - (-0.148)}{0.221} = 0.896$$

$$G_1 = \frac{\bar{d} - d_1}{S_d} = \frac{-0.148 - (-0.72)}{0.221} = 2.588$$

G_k 又は G_1 のいずれか大きい方の値：2.588

表 1 から 11 組の測定データに対するグラブス検定の棄却限界値は、2.355 となる。

$G_1 > 2.355$ であり、 $d_i = -0.72$ は、この場合も異常値とみなして、異常値検定から外し、検定は残り 10 組について実施する。

表 B.2.c—実験データ

ロット	全鉄分(%)		$d_i = x_{Bi} - x_{Ai}$	d_i^2
	x_{Bi}	x_{Ai}		
1	62.36	62.36	0	0
2	62.18	62.21	-0.03	0.0009
3	62.22	62.44	-0.22	0.0484
4	62.32	62.27	0.05	0.0025
5	62.43	62.51	-0.08	0.0064
6	62.72	62.74	-0.02	0.0004
7	63.58	63.79	-0.21	0.0441
8	63.64	63.77	-0.13	0.0169
9	63.85	64.15	-0.30	0.0900
10	削除	削除		
11	65.53	63.50	0.03	0.0009
		合計	-0.91	0.2105

$$\bar{d} = \frac{1}{k} \sum d_i = \frac{-0.91}{10} = -0.091$$

$$SS_d = \sum d_i^2 - \frac{1}{k} (\sum d_i)^2 = 0.2105 - \frac{(-0.91)^2}{10} = 0.128$$

$$S_d = \sqrt{\frac{SS_d}{(k-1)}} = \sqrt{\frac{0.128}{9}} = 0.119$$

異常値の検定：

並び替えた d_i の値：-0.30, -0.22, -0.21, -0.13, -0.08, -0.03, -0.03, -0.02, 0.00, 0.05

$$G_k = \frac{d_k - \bar{d}}{S_d} = \frac{0.05 - (-0.091)}{0.119} = 1.185$$

$$G_1 = \frac{\bar{d} - d_1}{S_d} = \frac{-0.091 - (-0.30)}{0.119} = 1.756$$

G_k 又は G_1 のいずれか大きい方の値：1.756

表 1 から 10 組の測定データに対するグラブス検定の棄却限界値は、2.290 となる。

$G_1 < 2.290$ であり、新たな異常値は、存在しない。

偏りの検定：

測定データの組に変更がなく、 \bar{d} 、 SS_d 及び S_d の値は、変わらない。

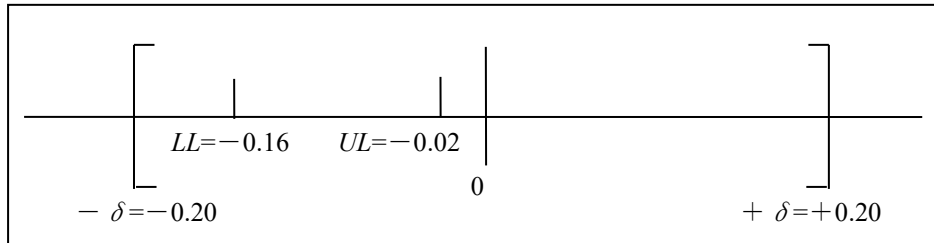
\bar{d} に対する信頼限界は、次のとおりとなる。

$$LL = \bar{d} - t \frac{S_d}{\sqrt{k}} = -0.091 - 1.833 \times \frac{0.119}{\sqrt{10}} = -0.16$$

$$UL = \bar{d} + t \frac{S_d}{\sqrt{k}} = -0.091 + 1.833 \times \frac{0.119}{\sqrt{10}} = -0.02$$

表 2 から $t=1.833$ を得る。

水平軸にプロットする。



LL から UL までの範囲は、 $-\delta$ から $+\delta$ までの範囲に完全に含まれる。この場合、偏りは、基準内であり、方法 B は、日常の方法として適用してよい。

B.3 数値例 3 ($\delta : +6.3$ mm 粒度区分で 0.30 %)

表 B.3 に示す数値例は、機械式サンプリング (方法 B) と基準方法 A とを比較した実験の結果である。

実験によって検出しようとする偏りの大きさは、 $+6.3$ mm 粒度区分で 0.30 % である。

表 B.3—実験データ

ロット	+6.3 mm 粒度区分(%)		$d_i = x_{Bi} - x_{Ai}$	d_i^2
	x_{Bi}	x_{Ai}		
1	2.62	2.63	-0.01	0.000 1
2	3.76	2.79	0.97	0.940 9
3	1.75	1.83	-0.08	0.006 4
4	3.08	4.04	-0.96	0.921 6
5	1.80	2.33	-0.53	0.280 9
6	2.38	2.82	-0.44	0.193 6
7	2.64	3.21	-0.57	0.324 9
8	2.25	2.08	0.17	0.028 9
9	2.35	2.48	-0.13	0.016 9
10	2.31	2.34	-0.03	0.000 9
		合計	-1.61	2.715 1

$$\bar{d} = \frac{1}{k} \sum d_i = \frac{-1.61}{10} = -0.161$$

$$SS_d = \sum d_i^2 - \frac{1}{k} \left(\sum d_i \right)^2 = 2.715 1 - \frac{(-1.61)^2}{10} = 2.456$$

$$S_d = \sqrt{\frac{SS_d}{(k-1)}} = \sqrt{\frac{2.456}{9}} = 0.522$$

異常値の検定：

並び替えた d_i の値： $-0.96, -0.57, -0.53, -0.44, -0.13, -0.08, -0.03, -0.01, 0.17, 0.97$

$$G_k = \frac{d_k - \bar{d}}{S_d} = \frac{0.97 - (-0.161)}{0.522} = 2.167$$

$$G_1 = \frac{\bar{d} - d_1}{S_d} = \frac{-0.161 - (-0.96)}{0.522} = 1.531$$

G_k 又は G_1 のいずれか大きい方の値 : 2.167

表 1 から 10 組の測定データに対するグラブス検定の棄却限界値は, 2.290 となる。

$G_1 < 2.290$ であり, 異常値はない。

偏りの検定 :

異常値がなく, \bar{d} , SS_d 及び S_d の値は, 変わらない。

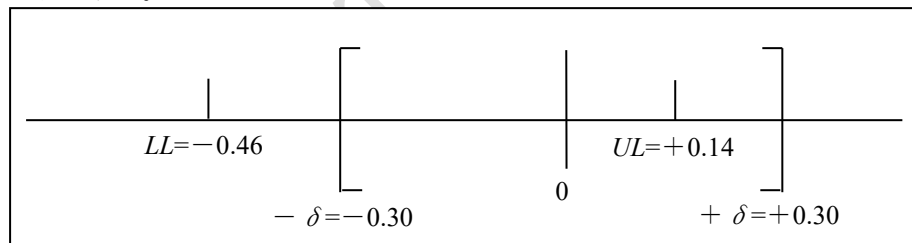
\bar{d} に対する信頼限界は, 次のとおりとなる。

$$LL = \bar{d} - t \frac{S_d}{\sqrt{k}} = -0.161 - 1.833 \times \frac{0.522}{\sqrt{10}} = -0.46$$

$$UL = \bar{d} + t \frac{S_d}{\sqrt{k}} = -0.161 + 1.833 \times \frac{0.522}{\sqrt{10}} = 0.14$$

表 2 から $t=1.833$ を得る。

水平軸にプロットする。



LL から UL までの範囲は, $-\delta$ から $+\delta$ までの範囲に完全には含まれないが, ゼロ(0)を含んでいる。

この場合, 更にサンプリング及び測定が必要となる。

B.4 数値例 4 (δ : 水分で 0.30 %)

表 B.4 に示す数値例は, 測定試料の粒度及び質量が水分に及ぼす影響を調べた実験の結果である。この実験では, 質量 1 kg で粒度 -10 mm の試料(方法 B)と質量 5 kg で粒度 -22.4 mm の試料(方法 A)とを比較した。実験によって検出しようとする偏りの大きさは, 水分で 0.30 %とする。

表 B.4—実験データ

ロット	銘柄	水分(%)		$d_i = x_{Bi} - x_{Ai}$	d_i^2
		x_{Bi}	x_{Ai}		
1	A	1.89	2.00	-0.11	0.012 1
2	A	1.64	1.68	-0.04	0.001 6
3	A	1.80	1.67	0.13	0.016 9
4	B	5.34	5.42	-0.08	0.006 4
5	B	5.22	5.29	-0.07	0.004 9
6	C	3.27	3.04	0.23	0.052 9
7	C	3.75	3.90	-0.15	0.022 5
8	D	4.36	4.65	-0.29	0.084 1
9	E	4.08	4.00	0.08	0.006 4
10	C	3.70	3.89	-0.19	0.036 1
合計				-0.49	0.243 9

$$\bar{d} = \frac{1}{k} \sum d_i = \frac{-0.49}{10} = -0.049$$

$$SS_d = \sum d_i^2 - \frac{1}{k} (\sum d_i)^2 = 0.243 9 - \frac{(-0.49)^2}{10} = 0.220$$

$$S_d = \sqrt{\frac{SS_d}{(k-1)}} = \sqrt{\frac{0.220}{9}} = 0.156$$

異常値の検定：

並び替えた d_i の値：-0.29, -0.19, -0.15, -0.11, -0.08, -0.07, -0.04, 0.08, 0.13, 0.23

$$G_k = \frac{d_k - \bar{d}}{S_d} = \frac{0.23 - (-0.049)}{0.156} = 1.788$$

$$G_1 = \frac{\bar{d} - d_1}{S_d} = \frac{-0.049 - (-0.29)}{0.156} = 1.545$$

G_k 又は G_1 のいずれか大きい方の値：1.788

表 1 から 10 組の測定データに対するグラブス検定の棄却限界値は、2.290 となる。

$G_k < 2.290$ であり、異常値はない。

偏りの検定：

異常値がなく、 \bar{d} , SS_d 及び S_d の値は、変わらない。

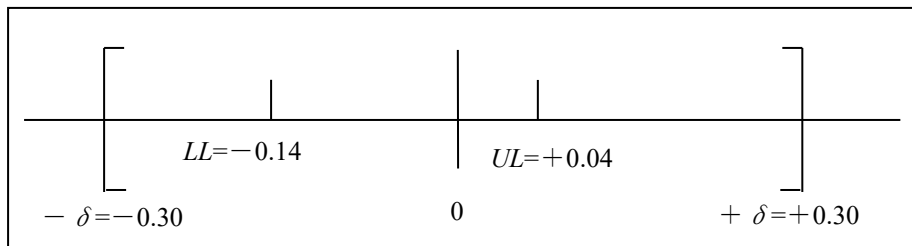
\bar{d} に対する信頼限界は、次のとおりとなる。

$$LL = \bar{d} - t \frac{S_d}{\sqrt{k}} = -0.049 - 1.833 \times \frac{0.156}{\sqrt{10}} = -0.14$$

$$UL = \bar{d} + t \frac{S_d}{\sqrt{k}} = -0.049 + 1.833 \times \frac{0.156}{\sqrt{10}} = 0.04$$

表 2 から $t=1.833$ を得る。

水平軸にプロットする。



LL から UL までの範囲は、 $-\delta$ から $+\delta$ までの範囲に完全に含まれる。この場合、二つの条件の間に有意差は、ないと判定する。

B.5 数値例 5 (δ : 全鉄分で 0.30 %)

表 B.5.a 及び表 B.5.b に示す数値例は、JIS M 8702 に従って行った機械式サンプリング (方法 B) と基準方法 A とを比較した実験の結果である。

実験によって検出しようとする偏りの大きさは、全鉄分で 0.30 % とする。

表 B.5.a—実験データ

ロット	全鉄分(%)		$d_i = x_{Bi} - x_{Ai}$	d_i^2
	x_{Bi}	x_{Ai}		
1	66.88	66.68	0.20	0.040 0
2	67.53	67.24	0.29	0.084 1
3	65.20	64.96	0.24	0.057 6
4	68.35	68.13	0.22	0.048 4
5	66.57	66.84	-0.27	0.072 9
6	66.14	66.16	-0.02	0.000 4
7	66.19	65.96	0.23	0.052 9
8	66.35	66.32	0.03	0.000 9
9	67.00	66.70	0.30	0.090 0
10	66.40	66.26	0.14	0.019 6
		合計	1.36	0.466 8

$$\bar{d} = \frac{1}{k} \sum d_i = \frac{1.36}{10} = 0.136$$

$$SS_d = \sum d_i^2 - \frac{1}{k} \left(\sum d_i \right)^2 = 0.4668 - \frac{(1.36)^2}{10} = 0.282$$

$$S_d = \sqrt{\frac{SS_d}{(k-1)}} = \sqrt{\frac{0.282}{9}} = 0.177$$

異常値の検定：

並び替えた d_i の値：-0.27, -0.02, 0.03, 0.14, 0.20, 0.22, 0.23, 0.24, 0.29, 0.30

$$G_k = \frac{d_k - \bar{d}}{S_d} = \frac{0.30 - 0.136}{0.177} = 0.927$$

$$G_1 = \frac{\bar{d} - d_1}{S_d} = \frac{0.136 - (-0.27)}{0.177} = 2.294$$

G_k 又は G_1 のいずれか大きい方の値：2.294

表 1 から 10 組の測定データに対するグラブス検定の棄却限界値は、2.290 となる。

$G_1 > 2.290$ であり、 $d_i = -0.27$ を異常値と判定して除去し、残りの 9 組に対し異常値検定を実施する。

$$\bar{d} = \frac{1}{k} \sum d_i = \frac{1.63}{9} = 0.181$$

$$SS_d = \sum d_i^2 - \frac{1}{k} \left(\sum d_i \right)^2 = 0.394 - \frac{(1.63)^2}{9} = 0.099$$

$$S_d = \sqrt{\frac{SS_d}{(k-1)}} = \sqrt{\frac{0.099}{8}} = 0.111$$

異常値の検定：

並び替えた d_i の値：-0.02, 0.03, 0.14, 0.20, 0.22, 0.23, 0.24, 0.29, 0.30

$$G_k = \frac{d_k - \bar{d}}{S_d} = \frac{0.30 - 0.181}{0.111} = 1.072$$

$$G_1 = \frac{\bar{d} - d_1}{S_d} = \frac{0.181 - (-0.02)}{0.111} = 1.811$$

G_k 又は G_1 のいずれか大きい方の値：1.811

表 1 から 9 組の測定データに対するグラブス検定の棄却限界値は、2.215 となる。

$G_1 < 2.215$ であり、新たな異常値はない。

異常値の考察：

考察の結果、異常値 ($d_i = -0.27$) には原因があり、サンプリングされた試料に異物が混入したことが分った。将来とも起こり得る原因でないため、このロット 5 のデータは、除去するのがよい。この場合は、

サンプリング及び測定を行い，表 B.5.b に示すように新しい一組を追加する。

表 B.5.b—実験データ

ロット	全鉄分(%)		$d_i = x_{Bi} - x_{Ai}$	d_i^2
	x_{Bi}	x_{Ai}		
1	66.88	66.68	0.20	0.040 0
2	67.53	67.24	0.29	0.084 1
3	65.20	64.96	0.24	0.057 6
4	68.35	68.13	0.22	0.048 4
5	削除	削除		
6	66.14	66.16	-0.02	0.000 4
7	66.19	65.96	0.23	0.052 9
8	66.35	66.32	0.03	0.000 9
9	67.00	66.70	0.30	0.090 0
10	66.40	66.26	0.14	0.019 6
11	66.83	66.91	-0.08	0.006 4
		合計	1.55	0.400 3

$$\bar{d} = \frac{1}{k} \sum d_i = \frac{1.55}{10} = 0.155$$

$$SS_d = \sum d_i^2 - \frac{1}{k} (\sum d_i)^2 = 0.400 3 - \frac{(1.55)^2}{10} = 0.160$$

$$S_d = \sqrt{\frac{SS_d}{(k-1)}} = \sqrt{\frac{0.160}{9}} = 0.133$$

異常値の検定：

並び替えた d_i の値：-0.08, -0.02, 0.03, 0.14, 0.20, 0.22, 0.23, 0.24, 0.29, 0.30

$$G_k = \frac{d_k - \bar{d}}{S_d} = \frac{0.30 - 0.155}{0.133} = 1.090$$

$$G_1 = \frac{\bar{d} - d_1}{S_d} = \frac{0.155 - (-0.08)}{0.133} = 1.767$$

G_k 又は G_1 のいずれか大きい方の値：1.767

表 1 から 10 組の測定データに対するグラブبس検定の棄却限界値は，2.290 となる。

$G_1 < 2.290$ であり，新たな異常値はない。

偏りの検定：

測定データの組に変更がなく， \bar{d} ， SS_d 及び S_d の値は，変わらない。

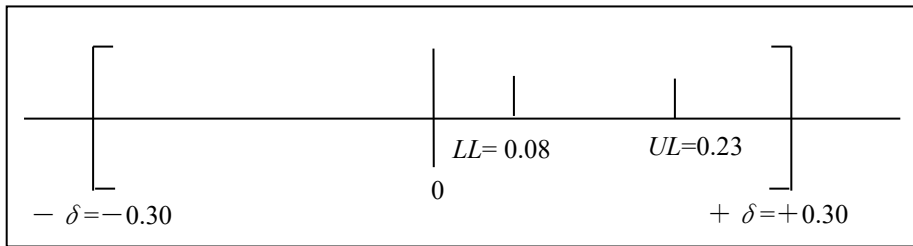
\bar{d} に対する信頼限界は，次のとおりとなる。

$$LL = \bar{d} - t \frac{S_d}{\sqrt{k}} = 0.155 - 1.833 \times \frac{0.133}{\sqrt{10}} = 0.08$$

$$UL = \bar{d} + t \frac{S_d}{\sqrt{k}} = 0.155 + 1.833 \times \frac{0.133}{\sqrt{10}} = 0.23$$

表 2 から $t=1.833$ を得る。

水平軸にプロットする。



LL から UL までの範囲は、 $-\delta$ から $+\delta$ までの範囲に完全に含まれる。この場合、偏りは、基準内であり、方法 B は、日常の方法として適用してよい。

参考文献

- [1] ISO 2602:1980, Statistical interpretation of test results — Estimation of the mean — Confidence interval
- [2] Grubbs, F.E. and Beck, G. (1972) “Extension of sample sizes and percentage points for significance tests of outlying observations”. *Technometrics* 14
- [3] JIS 8402-2:1999, 測定方法及び測定結果の精確さ (真度及び精度) — 第 2 部 : 標準測定方法の併行精度及び再現精度を求めるための基本的な方法