

解 説 1

試験分析グループにおける精度管理

中央技術研究所 ソリューションセンター 試験分析グループ よしむら まさぶみ
吉村 匡史



1. はじめに

中央技術研究所 ソリューションセンター 試験分析グループ（以後、試験分析グループと称する）は、中央技術研究所における研究開発の加速に資するための必要なデータを迅速かつ正確に提供すること、およびJXグループの製品品質の維持向上のため、ENEOS品質の最後の砦として機能することを目的としている。そのためには試験精度の維持管理は必須であり、様々な取り組みを行っている。本稿では、試験分析グループにおける精度管理の取り組みについて紹介する。

2. 用語の意味について

2.1 精度

精度という用語は以前から一般に使われているが、この言葉の定義に思いを馳せる人は少ないと思う。計量計測用語における精度という言葉の意味内容は、現在、変化の途上にある。この問題を理解するために、まずはかたより (bias) とばらつき (dispersion) について触れたい。これらは、JIS Z 8103 (計測用語)¹⁾ において次のように定義されている。

かたより：測定値の母平均から真の値を引いた値

ばらつき：測定値の大きさがそろっていないこと。また、不ぞろいの程度。

より分かりやすく言えば、かたよりは測定結果の平均値がどれだけ真の値とかけ離れているかのみを問題にしており、個々の測定値の分散の大きさは問題にしていない。一方、ばらつきとは、個々の測定値の分散の大きさについて注目しているが、平均値が真の値とどれだけ一致しているかは問題にしていない。これを概念図で説明したのが図1である。

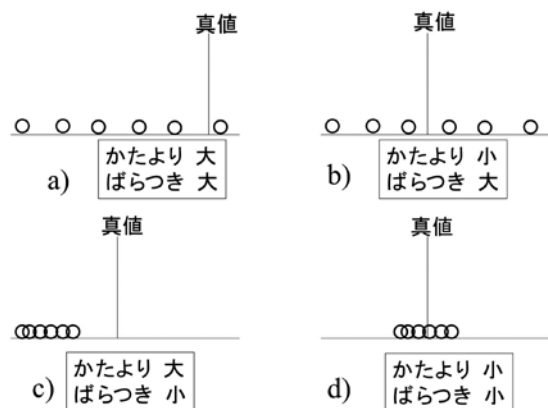


図1 かたよりとばらつきの概念図

この図から分かるとおり、かたよりは系統誤差 (systematic error)、ばらつきは偶然誤差 (random error) をそれぞれ意味すると考えてもよい。

精度の話に戻ると、JIS Z 8101-2 (統計-用語及び記号-第2部：統計の応用)²⁾ によれば、精度、精密度、精密さ (precision) とは「定められた条件の下で繰り返された独立した試験結果/測定結果間の一致の程度」を言う、と定義されている。これは、国際的な計量計測用語集であるVIM (International vocabulary of metrology - Basic and general concepts and associated terms 3rd edition)³⁾ による“precision”の定義“closeness of agreement between indications or measured quantity values obtained by replicate measurements on the same or similar objects under specified conditions”と内容的に一致する。VIMについては、産業総合研究所が監修した和訳版TS Z 0032 [国際計量計測用語-基本及び一般概念並びに関連用語 (VIM)]⁴⁾ が日本規格協会より発行されているので、こちらの訳も掲載しておく、指定された条件の下で、同じまたは類似の対象について、反復測定によって得られる指示値または測定された量の値間の一致の度合い」とされている。

これらの定義が何を言っているかという、精度 (precision) とは、かたよりの大小にはかかわらず、ばらつきが小さいかどうかだけを問題にしていると解釈されている。すなわち、図1のc) およびd)の状態が精度良好の

状態にあることになる。

一方、我々が日常で用いる精度良好とは、図1のd)の状態だけを指すことが多い。この状態を表現するには、JIS Z 8101-2²⁾およびVIM³⁾(=TS Z 0032⁴⁾)では、精確さ(accuracy)という用語が用いられ、精度(precision)とは別の概念として明確に区別されている。

ただし、JISにおいては、必ずしも精度の定義は一本化しているとはいえ、例えばJIS Z 8103¹⁾においては、かたよりとばらつきの両方がどれだけ良好な状態にあるかを示す用語、すなわちaccuracyの訳語として精度が定義されており、これは我々が通常想定する精度の概念とも一致する。

このように、英語であればaccuracyとprecisionは、それぞれVIMにおいて厳密な定義がされており、誤用の可能性は低いが、日本語の精度という用語は、現在のところJISにおいてさえも定義が一本化されておらず、混乱を助長する元になっている。しかし、今後は日本においても国際計量計測用語集であるVIMおよびその和訳版が正規の用語集として用いられるようになってくることが予想される。実際、昨今のJISは、精確さ=accuracy、精度=precisionという用語の定義に基づいて記述されているものが多くを占めている⁵⁾。したがって、今後、精度とはprecisionの訳語、すなわち、ばらつきの大小のみを表す用語として用いられるのが大勢を占めるようになると想定される。ただし、本稿では、これまで慣例的に用いられてきた概念・用法にしたがい、かたより・ばらつき共に良好な状態にあるかどうかという意味で、精度という用語を用いることにする。

2.2 不確かさ

不確かさ(uncertainty)は、比較的新しい概念である。1977年に国際度量衡委員会(CIPM:Comité International des Poids et Mesures)により、計測データの信頼性についての定量的表現に関する国際的な合意がない、との問題提起が行われたことをきっかけに検討が始まり、1993年にGUM(Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement)⁶⁾が発行されてその定義が確立した。GUMにおいては、原理的に不可知である真値や誤差(特に系統誤差)といった量は持ち込まず、測定結果の疑いの度合いの指標として不確かさという概念を導入している。不確かさとは、TS Z 0033(測定における不確かさの表現のガイド)⁷⁾において、「測定の結果に付随した、合理的に測定量に結び付けられ得る値のばらつきを特徴づけるパラメータ」と定義されており、国際的に合意された測定結果の信頼性に関する定量的指標といえる。

不確かさは、一連の観測値の統計的解析により評価されるAタイプ不確かさと、新しい概念である一連の観測値の統計的解析以外の手段により評価されるBタイプ不確かさとに分類される。

Aタイプ不確かさについては、通常の統計計算で標準

偏差を求める方法により、不確かさを見積もることができるが、Bタイプ不確かさは、そもそもそれがどのようなものを指すのか、にわかには想像し難い。そこで、GUMにはBタイプ不確かさの例が挙げられており、

- ✓ 以前の測定データ
- ✓ 当該材料および測定器の挙動ならびに特性についての一般的知識または経験
- ✓ 製造業者の仕様
- ✓ 校正その他の証明書に記載されたデータ
- ✓ ハンドブックから引用した参考データに割り当てられた不確かさ

などがBタイプ不確かさに相当するとされている。

Bタイプ不確かさについてのより具体的な例を示すと、メスシリンダーの公差(ガラス器具の公差は、JIS R 3505(ガラス製体積計)⁸⁾に規定されている。)、温度計の校正証明書に記載された不確かさなどが挙げられる。これら試験器の公差や校正証明書の不確かさなどは、測定結果の信頼性に影響を及ぼすため、その影響度を見積もることが必要になるが、そのための手順はGUMに記載された方法により行う必要がある。

評価された各々の不確かさは、不確かさの伝播則を用いて合成標準不確かさ(通常の統計計算における標準偏差に相当)にまとめられ、これを元に拡張不確かさ(通常の統計計算における許容差に相当)が求められる。

不確かさに関する詳しい解説は、参考文献^{6),7),9)}に譲ることにするが、一般に石油類の試験においては、Aタイプ不確かさに比べ、Bタイプ不確かさは小さく、合成標準不確かさへの寄与が小さいことが多い。試験分析グループにおいては、品確法に関わる試験項目(13項目)を例に、それぞれの項目のBタイプ不確かさを求めたところ、ほとんどの項目でAタイプ不確かさより1桁かそれ以上小さいことが確認できた。そのため、日常管理ではAタイプ不確かさをもって標準不確かさとし、この標準不確かさを元に $k=2$ の拡張不確かさを求め、これを試験結果の不確かさとして用いている。

包含係数(coverage factor) k の選択方法については明確な取り決めはなく、GUM本文には一般に2から3の間にある、とされているだけである。GUMのAnnex G.4には、Welch-Satterthwaite則^{10)~14)}を用いて有効自由度を求め、そこから k の値を見積もる方法も紹介されているが、あくまで近似則であるうえに、Bタイプ不確かさの自由度見積もり方法が完全に明快とは言い難いことから、必ずしも推奨されているわけではない。現実問題としては、国際試験所認定協力機構(ILAC:International Laboratory Accreditation Cooperation)では、およそ95%の包含確率を有する拡張不確かさで表現する(つまり $k=2$)¹⁵⁾としているし、米国立標準技術研究所(NIST:National Institute of Standards and Technology)では慣習により $k=2$ とする¹⁶⁾、また、欧州認定協力機構(EA:European Cooperation for Accreditation)でも一般には $k=2$ を用

いる¹⁷⁾としているなど、最近ではほぼk=2とする動きが主流であることから、これに従うのが適切であろう。

なお、近年、現行のGUM⁶⁾は理論的整合性に欠けるとして、ベイズ統計^{注)}の立場にたって内容を改訂すべきだとの意見が高まり、WGが発足して改訂案の検討が行われている。現状では、ベイズ統計を全面的に導入したドラフト案に対し、批判的な意見が多いことから、近い将来の改訂はないと思われる。しかし、改訂されることになれば、不確かさの定義や、不確かさの伝播則の扱い、包含係数の考え方などが変更される可能性が高く、改訂の動きについては注視する必要がある。¹⁸⁾

注) ベイズ統計…トーマス・ベイズにより提唱された「ベイズの定理」を基礎とする統計学の体系。20世紀後半に理論の構築が進み、現在では、統計学者の多くがベイズ統計学者（ベイジアン）であると言われている。

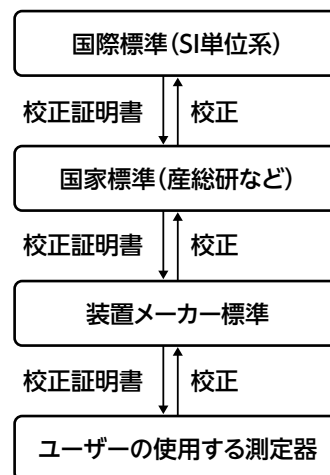


図2 計量計測トレーサビリティ概念図

2.3 計量計測トレーサビリティ

計量計測トレーサビリティ (metrological traceability) とは、「個々の校正が測定不確かさに寄与する、文書化された切れ目のない校正の連鎖を通じて、測定結果を計量参照に関連付けることができる測定結果の性質⁴⁾」と定義されている。図2にその概念図を示す。

例えば、我々が温度計の校正を業者に依頼したとする。業者は社内の基準温度計を用いて温度計を校正する。しかし、その基準温度計が「正しい」ことをどうやって保証するかといえば、さらに上位の基準温度計により校正してもらうほかない。国内最上位の基準温度計に相当する国家標準・温度定点は、産業技術総合研究所・計量標準総合センターが整備しているが¹⁹⁾、さらにその上位をたどると、最後はSI単位系による温度定義に至る。

計量計測トレーサビリティとは、このように各々の測定が最終的に国家標準やSI単位系に関連付けられていることが、文書（校正証明書等）により明示されている状態を指し、測定の真度 (trueness: 測定のかたよりが許容可能な範囲以内で小さい状態) を確認するための必須条件といえる。また、校正証明書などの文書には、必ず不確かさ、すなわち測定信頼性の定量的指標が付与されており、これにより各々の測定の信頼性 (= 不確かさ) を定量的に評価することも可能となる。

計量計測トレーサビリティは、東西冷戦時代のアメリカで、ソビエト連邦（当時）に先んじて宇宙開発を進めるため、異なる出所の部品を一定の品質で効率よく調達する必要が生じたことにより導入されたのが始まりと言われている²⁰⁾。この計量計測トレーサビリティは、近年、グローバルな取引が拡大するに従い、さらにその重要性が増している。

3. 精度維持・管理の一般的方法

試験結果の精度維持・管理のために用いられる手法は、内部精度管理と外部精度管理とに分類される。

内部精度管理とは、例えば以下のように試験所内部で完結する精度管理の方法を言う。

- ✓ 認証標準物質による試験器の検証
- ✓ 均質性、安定性が確認されたコントロールサンプル (= 日常点検物質) を用いた繰り返し試験または再現性試験
- ✓ 管理値を用いた試験従事者の相互の比較試験
- ✓ 設備の校正・点検、長期安定性の評価

外部精度管理とは、「技術的能力を有する試験所との試験所間比較の定期的な実施」すなわち外部機関との照合試験を定期的な実施することにより、試験結果の検証および信頼性維持向上を図ることを指す。これらの手法を組み合わせるにより、精度の維持・管理を行うのが一般的な方法であるとされる。

4. 試験分析グループにおける精度管理

試験分析グループにおいても、内部精度管理と外部精度管理を組み合わせる測定結果の信頼性維持・向上を図っている。本章では、試験分析グループにおける精度管理に関する施策について説明する。また、PDCAサイクルによる業務改善の取り組みについても説明する。

4.1 内部精度管理

試験結果の信頼性を確保する基本となるのが内部精度管理である。試験分析グループでは、以下の方法により内部精度管理を行っている。

(1) 認証標準物質による精度管理

認証標準物質 (CRM: Certified Reference Material) とは、国際的には ISO Guide30 Reference materials -

Selected terms and definitions²¹⁾に定められているとおり、認証書が添付された標準物質である。認証書に記載されている認証値は計量計測トレーサビリティが確立した手順によって確定されており、不確かさが付与されているものでなければならない。認証標準物質を用いた精度管理を行うことは、試験結果の計量計測トレーサビリティ立証のためには必要不可欠であり、また、試験結果の真度を確認する必須条件でもある。認証標準物質は、様々な機関により頒布されており、例えば公益社団法人石油学会においても、硫黄分、窒素分、元素分析、成分試験用標準ガソリンなどの標準物質が定められている²²⁾。

試験分析グループでは、試験法および社内の管理基準に従い、一定期間ごとに認証標準物質を用いて、試験結果の妥当性確認を行っている。

妥当性確認は、以下の式による²³⁾。

$$|\bar{x} - \mu| \leq \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{R^2 - r^2 \left(1 - \frac{1}{n}\right)} \dots \dots \dots \text{①式}$$

ここに \bar{x} : 試験結果の平均値

μ : 認証値

R : 試験法規定室間再現許容差

r : 試験法規定室内併行許容差

n : 試験回数

試験結果の平均値と認証値との差は、①式の範囲内になければならない。試験結果の平均値が①式を満たさない時は、機器の校正・点検を実施する。

(2) 日常点検物質による精度管理

認証標準物質による妥当性確認は、計量計測トレーサビリティの立証および真度の確認のために必要不可欠であるが、認証標準物質は比較的高価なものが多く、その種類も限られており、実際取り扱う試料と特性値が異なることが多い。そのため、日常の試験器の妥当性確認には、日常点検物質を併せて用いることが有用である。日常点検物質とは、均質性、安定性が確認され、値が確定しているコントロールサンプルのことを指す。日常点検物質は、最低 10 回の試験を行って、平均値と不確かさを求めたサンプルや、社内照合試験に用いたサンプルのうち、必要な条件を満たしたサンプルを用いることになっている。日常点検物質を用いた精度管理を行うことにより、機器の異常が発生した際、迅速に異常を発見し、必要な対応を取ることが可能となる。日常点検物質による妥当性確認方法は、認証標準物質のそれに準ずる。また、長期安定性の確認は、4.1 (4) で説明する。

(3) 不確かさデータシートによる精度管理

全ての試験所は、自らの提供するデータの不確かさを

把握し管理していなければならない。そのために試験分析グループでは、定期的に不確かさデータシートを作成し、各々の試験の不確かさを求めている。不確かさデータシートの数値は、日常点検物質などを用い、最低 10 回の測定を行って、平均値と不確かさを求めたものである。不確かさを求めるにあたっては、同じ方法、同じ試験室であるが、複数の試験員が、複数の試験器（試験器が一つしかない場合は一つとする）を用いて、必ずしも短時間のうちではなく測定したデータを用いる。これは JIS Z 8402-2 [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]²⁴⁾ で計算方法が規定されている（室内）併行条件における精度と（室間）再現条件における精度の中間に位置する条件および精度であり、この条件を「室内再現条件」と呼称する。室内再現条件という用語は一般的に使われることは少ないが、JIS Z 8101-2²⁾ には定義されており、一部の文献²⁵⁾ でも、この用語について触れているものもある。このような中間的な精度については、JIS Z 8402-3 [測定方法及び測定結果の精確さ（真度及び精度）-第 3 部：標準測定方法の中間精度]²⁶⁾ に計算方法が決められているが、ここでは、誤差要因の因子別解析を目的とはしていないので、通常標準不確かさの計算方法（例えば GUM における A タイプ標準不確かさの計算方法など）に従って不確かさを求めている。不確かさデータシートには以下の項目が記入されている必要がある。

- a) 試験項目
- b) 用いた試料
- c) 測定値
- d) 不確かさ (k=2 の拡張不確かさ)
- e) 不確かさ主要因 (特性要因図を添付)

不確かさデータシートは、決められた頻度で更新され、常に最新の不確かさ評価が行われている。また、不確かさデータシートの結果は、次項で説明する管理図における管理限界線用データとしても用いられる。

(4) 管理図による長期安定性の評価

管理図とは、一般に横軸に時間またはサンプル順を取り、目的とする統計量をプロットしたものである。1931 年に W. A. Shewhart 博士により提案された品質管理方法が元になっており、管理限界線を引いたシューハート管理図が一般に用いられ、JIS では JIS Z 9020-2 (シューハート管理図)²⁷⁾ に規定されている。

管理図を用いることにより、その試験が統計的管理状態にあるか否かを素早く判断できる。統計的管理状態とは平均値やばらつきが最初の状態から変化していないことをいう。具体的には

① プロットした点が管理限界線を越えていないこと

② 点の並び方、散らばり方に特異な傾向がないこと

により判断される。点の並び方や散らばり方の特異な傾向についての詳細な解説はここでは触れないが、例えば、全

ての点が管理限界線内にあったとしても、中心線（CL）より常に下側または上側にプロットされるときは、測定値のかたよりが大きくなっている疑いがあると判断できる。

試験分析グループでは、一般に不確かさデータシートにより精度管理を行っているが、特に経時変化の観察が必要な機器に関しては、管理図も併用してデータの管理を行っている。用いる管理図は、標準値が与えられている X-R 管理図（X-移動範囲管理図）であり、経時変化の把握、および試験器の異常の早期発見に役立てられている。

X-R 管理図は、X 管理図と R 管理図（移動範囲管理図）からなっている（図 3）。X 管理図には、中心線（CL）として不確かさデータシートで求められた管理代表値（JIS の記号によると X_0 ）を中心にとり、上方管理限界線（UCL）、下方管理限界線（LCL）を引いたグラフに、個々のデータをプロットしたものである。JIS においては、UCL および LCL の値は原則として $X_0 \pm 3\sigma_0$ （記号は JIS に倣った）とされているが、試験分析グループでは $X_0 \pm$ 室内併行許容差（すなわち $X_0 \pm 2.772\sigma_r$ 、 σ_r ：室内併行標準偏差）の値を用いている。一般に群内母標準偏差（ σ_0 ）は室内併行標準偏差（ σ_r ）と等しいか、またはより大きいので、試験分析グループにおける規定は JIS の規定よりも厳しい管理線を採用していると言える。X 管理図の下には R 管理図が置かれる。R 管理図とは、連続する二つのデータの差の絶対値をプロットしたもので、管理限界線として UCL を引いたものである。UCL の計算は、JIS によると $D_2\sigma_0$ （ $\equiv 3\sigma_0$ ）の値を用いることになっているが、試験分析グループでは、こちらも室内併行許容差幅（すなわち $2.772\sigma_r$ ）を取っており、R 管理図も X 管理図と同様、JIS に規定するより厳しい範囲での精度管理を行っている。

シューハート管理図により、試験器の異常が発見された場合は、点検・校正を実施する。

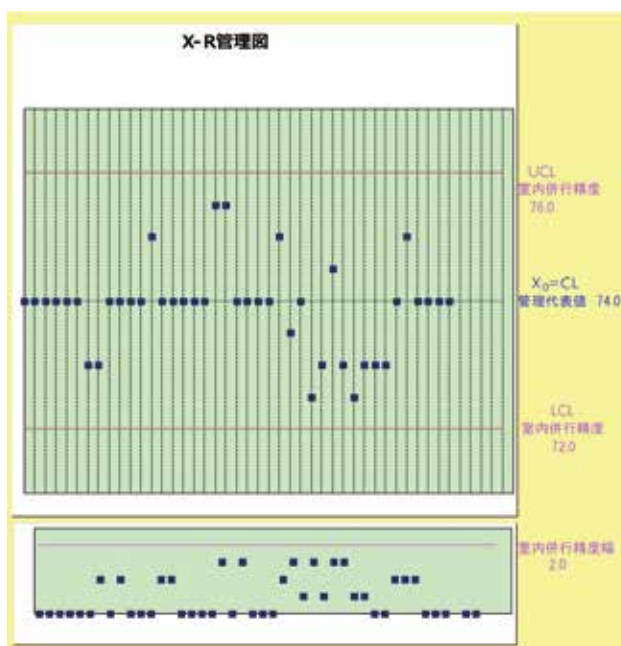


図 3 X-R 管理図の例

(5) 試験設備の点検・校正

試験に用いる試験器の定期点検・校正は社内基準の定める頻度、または試験器メーカーの指定する頻度ごとに行われる。点検頻度は設備管理表に記載されており、また各々の試験器には前回の点検実施日と有効期限を表示したメモが添付されている。点検・校正の有効期限が切れている試験器は使用することができない。試験器に異常が発生したと認められる場合は、不定期の点検・校正、または修理を実施する。

試験設備の点検・校正状況は、技術点検表により管理している。技術点検表は後述する内部監査での監査対象である。

試験に用いる温度計や天秤、分銅などについても同様に定期的に校正を実施し、校正証明書および計量計測トレーサビリティ体系図は、常に最新版を保管している。

(6) 技術認定制度および教育・訓練

正確な試験結果を提供するためには、試験を実施する試験員の試験・分析技術の維持・向上が欠かせない。特に昨今はベテラン社員の退職に伴い、試験の技術やノウハウを若手社員に伝承していく事が急務とされている。そのため、試験分析グループでは、技術認定制度を運用している。これは試験分析グループ員の試験・分析技術のレベルを定期的に認定試験により確認するもので（図 4）、以下の特徴を持っている。

- ✓ チェックポイントの明確化
- ✓ 技術の客観的評価
- ✓ 到達レベルの見える化

認定制度のレベルは上級・中級・初級の 3 ランクに分かれており、それぞれのランクの位置づけは以下のように定められている。

- ✓ 初級：手順書や試験法（JIS など）を見ながら一人で試験ができる。
- ✓ 中級：装置の構造や試験の原理を理解し、データの妥当性判断ができる。
- ✓ 上級：該当する試験の教育訓練ができ、装置に問題が発生した時に素早く解決策を見つけることができる。

試験員の認定取得状況は星取表にまとめ、一覧を廊下に張り出すことで、認定の取得を促していく。さらに、油種ごとに、必要な項目全てについて上級を取得した試験員を、その油種に関するマイスターと呼び、3 油種以上のマイスターを習得した試験員を試験監督と名付け、指導者として活躍できる制度となっている。

試験分析グループに配属された新入社員は、まずは自らの担当業務で初級認定を取り、試験への理解を高めていく。3 年程度経過するとチームを移り、別の試験項目について学ぶことで認定項目を増やしていく。これを 3 チーム × 3 年 = 9 年ローテーションを実施することで、幅広い項目で試験を実施できるようにする。

ローテーションには別の目的もあり、ある試験の担当者

が不在の場合でも、他に試験を実施できる試験員を確保する（＝複線化、複々線化）ことが可能になり、急な依頼にも対応できる体制の構築が可能となる。

こうして、多くの試験の初級認定を取得し、さらにより深い知識・技術を習得した項目について中級、上級の認定を取得してもらうことで、次世代のリーダーであるマイスターおよび試験監督へのステップアップを目指してもらう。また、技術伝承については、製油所等の試験所も同様の問題を抱えている。審査員のレベル合わせなど当社品質保証部と連携して技術認定制度の質の向上に取り組んでいる。



図4 技術認定試験

(7) 手順書の整備

石油に関する試験は、JIS や JPI (石油学会) 規格などに定められており、これらの規格に従った手順で試験を行う必要がある。これに加えて、正確な測定を行うために必要なノウハウなども盛り込んだ試験手順書は、技術の伝承や教育のためにも重要な役割をもつ。試験手順書は、文章だけではなく、写真、図などを活用し、分かりやすく作成するように努めている。試験操作が煩雑で熟練を要する作業などは、動画の採用も有効である。

(8) 測定結果の自動転送システム

人間であればミスを犯すこともある。例えば、転記ミスにより誤った結果を報告してしまうなど、測定以外の場面の誤りが考えられる。試験分析グループでは、こうしたヒューマンエラーをなくすため、試験器とサーバーをネットワークで繋ぎ、測定結果を自動的にシステムに転送する方式を採用している。現在、全ての試験器をネットワークで繋げるには至っていないが、技術的に可能なものについては、ほぼシステムの構築は終了している。

(9) PDCA サイクルを用いた業務の改善 (内部監査)

いかなるシステムであれ、正しく実行できてはじめて効力を発揮する。また、最初の計画時点では認識できていなかった問題点が存在した場合、速やかにピックアップし

て、改善に努めなければならない。これは、品質管理業務をはじめ、多くの事業活動において重要な事項である。そのために必要な手法として PDCA サイクルが広く用いられている。PDCA サイクルとは、サイクルを構成する次の4段階の頭文字を繋げたものである。

- ① Plan (計画) : 計画を作成する。
- ② Do (実施・実行) : 計画に沿って業務を行う。
- ③ Check (点検・評価) : 業務が計画どおりに行われたかを点検・確認する。
- ④ Act (処置・改善) : 計画どおりに実行できなかった事項の処置を行う。

この P → D → C → A → P... のサイクルを常に回すことにより、継続的に業務改善していくのが、PDCA サイクルの目的とされる。このうち、C (Check) および A (Act) に必須とされるのが内部監査であり、管理システムである ISO 9000 シリーズ (品質マネジメントシステム)²⁸⁾ や ISO 17025 (試験所及び校正機関の能力に関する一般要求事項)²⁹⁾ などでも重要視されている。

試験分析グループにおいては、手順書や規定などが順守されているのみならず、実際に業務を行っている本人が気づかずにいることを第三者の目で発見することにより、業務改善に繋げていく事を内部監査の目的としており、指摘事項の数を問題にするものではない。内部監査員になるには、特に資格などはないが、試験と品質管理に必要な知識を身につけていることが求められる。具体的には ISO 17025 内部監査員養成セミナーに参加していることが望ましい。

内部監査で取り上げられた事項は、フォローアップ (=A) を行い、必要なものについては、翌年度の業務計画 (=P) に反映させる。PDCA サイクルを回し、業務の改善を行うことで、試験精度の維持向上、誤報告の防止に努めている。

(10) 外部監査

試験分析グループでは、緊張感を維持するために、内部監査 (=内部の目) だけでなく、外部の目による監査を行うことで、業務改善に役立っている。外部監査委託先としては、石油に関する試験経験が豊富であり、ISO 17025 内部監査員養成セミナー経験者が複数名存在する社外の試験機関が望ましい。

(11) マネジメントレビュー

試験分析グループの現状や内部監査、外部監査の結果を構成員に共有させることを目的として、試験分析グループでは年に一度、システムや試験技術についてのレビューを行っており、これを ISO 17025 の呼称に合わせてマネジメントレビューと呼んでいる。マネジメントレビューでは、主に以下の項目について取り上げて議論している。

- ① 品質方針および手順の適切さ
- ② 管理要員および監督要員からの報告
- ③ 内部監査、外部監査の結果

- ④ 誤報告、依頼者からのフィードバック、苦情の結果およびその対応、または予防処置
- ⑤ 照合試験の結果
- ⑥ 依頼者からのフィードバックおよび苦情
- ⑦ 改善のための提案
- ⑧ 教育訓練報告
- ⑨ 品質管理活動、経営資源、職員の訓練など、その他の関係要因

4.2 外部精度管理

以上説明したように、試験結果の精度管理のためには、内部精度管理で説明した施策を行うのが基本であるが、内部精度管理だけでは、客観的な精度の確認・実証はできないとされている。客観的な精度確認・実証とは、「客観的なデータをもって技能試験を満足できる、と実証できる活動」を意味するため、他試験所との照合試験を実施・参加することが必要となる。

(1) 社内照合試験

社内照合試験は、JX グループ各試験所の試験結果の信頼性確認および試験技術の維持向上を目的としており、グループの全試験所を対象に年3回の定期試験（燃料油2回、潤滑油1回）および必要に応じて不定期試験を行っている。各々の試験油種・試験項目については、燃料油は2年ごと、潤滑油は4年ごとにローテーションを行って、多くの油種および多くの試験項目を網羅するようにしている。試験分析グループは、社内照合試験の事務局として、試験の案内、結果の取りまとめ、データの解析および必要に応じてフォローアップの実施・提案などを行っている。

照合試験の結果の評価は次の3段階判定により行っている。

- ① 試験法規定精度と比べて JX グループ内のばらつきが有意に小さい状態 (◎)
- ② 試験法規定精度と JX グループ内のばらつきが同程度 (=有意差なし) の状態 (○)
- ③ 試験法規定精度と比べて JX グループ内のばらつきが有意に大きい状態 (×)

3段階判定の具体的計算方法については、JPI-5S-4-11 石油類試験法の精度計算方法³⁰⁾を参照されたい。通常の統計検定においては、①と②、すなわち◎と○の区別をせず、pass (◎&○) か fail (×) かの2段階判定を行うのが常であるが、JX グループの社内照合試験においては、試験技術の維持向上を目的とするという観点から、試験法規定精度と同程度のレベル (○) で満足することなく、試験法規定精度よりも高精度のレベル (◎) を目指すために3段階判定を導入している。すなわち、② (○) は最低限の合格ラインであり、① (◎) が目指すべき目標という位置づけにある。

また、これに併せて、各試験所の測定結果の評価には S_0 解析を行っている。 S_0 とは試験法規定の室間再現標準

偏差を意味し、試験法規定室間再現許容差から以下の式を用いて計算される。

$$S_0 = \text{室間再現許容差} \div \sqrt{2z} = \text{室間再現許容差} \div 2.772 \dots \dots \dots \text{②}$$

ここに z : 標準正規分布で $P(|Z| < z) = 0.95$ を満たす値 (約 1.96)

3段階判定の意味については前述のとおりだが、3段階判定は全体の状況を把握するには良いものの、各試験所の状況を個別に判定するには不便なので、一般には S_0 解析を交えて結果の判断をすることが多い。 S_0 解析の結果は、①～③の判定とも併せ、以下の4段階で判定を行っている。

- A) 全試験所の結果が平均値から $\pm S_0$ の範囲にあり、3段階判定では① (◎) の状態にある。
- B) 一部の試験所の結果が平均値から $\pm S_0$ の範囲を超えたが、 $\pm 2S_0$ の範囲にはある。3段階判定では、② (○) または① (◎) の状態にある。
- C) 一部の試験所の結果が平均値から $\pm 2S_0$ の範囲を超えたが、② (○) の状態である。
- D) 一部の試験所の結果が平均値から $\pm 2S_0$ の範囲を超え、かつ③ (×) の状態である。

上記の A) ~ D) の状態の結論と対応は、以下のようになる。

- A) JX グループの試験精度は望ましい状態にある。
- B) JX グループの試験精度は問題ない状態にある。
- C) JX グループの試験精度は問題ない状態ではあるが、試験精度のより一層の向上を図るため、 $\pm 2S_0$ の範囲を超えた試験所は装置チェック、校正などを行うのが望ましい。
- D) JX グループの試験精度には明らかに問題があり、 $\pm 2S_0$ の範囲を超えた試験所に対して改善処置が必要である。

社内照合試験で A) の状態と判断され、その試験で用いたサンプルが均質性や安定性に問題がない場合、そのサンプルは必要に応じて社内標準物質として登録され、標準値と不確かさが確定される。

社内照合試験の結果は報告書にまとめられ、社内イントラネットのソリューションセンターホームページで社内公開されている。

(2) ASTM 照合試験

社内照合試験は、JX グループの各試験所の外部精度管理の基本であるが、社内照合試験だけでは、参加試験所の数に限りがあること、また、グループ外との客観的な比較ができないという欠点もある。このため、JX グループの試験精度が問題ないことを国内外試験所との比較により確認することを目的として、JX グループから試験分

析グループが代表して ASTM 照合試験に参加している。ASTM 照合試験は ASTM International が主催し、石油類の各試験については国内外より 100 以上の試験所が参加する国際的な照合試験である。試験分析グループでは、このうち 2 油種のべ 67 項目（#2 軽油 40 項目、エンジン油 27 項目）について年 6 回（#2 軽油、エンジン油とも各 3 回）の試験に参加し、試験精度に問題がないことを確認している。

ASTM 照合試験の結果は報告書にまとめられ、社内イントラネットのソリューションセンターホームページで社内に公開されている。

(3) その他の照合試験

社内照合試験、ASTM 照合試験の他に、燃料油に関しては（一社）全国石油協会の照合試験（年 1 回）、潤滑油に関しては（一社）潤滑油協会の照合試験（年 1 回）に参加している。また、不定期の試験としては、石油学会の認証値決め試験、石油連盟 ISO・JIS 試験法分科会による JIS 改正に伴う精度確認試験にも参加している。これらの照合試験に参加することにより、試験分析グループの試験精度を確認・管理している。

5. まとめ

以上、試験分析グループにおける精度管理について説明した。試験所にとって測定結果の信頼性を維持向上させ、試験技術を高めていくのは試験分析グループの存在意義にも関わる重要な使命である。今後とも研究開発の加速化に資するデータを迅速精確に提供することと、ENEOS 品質の最後の砦としての役割を果たしていけるよう、精度管理および誤報告防止に邁進していきたい。

— 参考文献 —

- 1) JIS Z 8103:2000 計測用語（一財）日本規格協会
- 2) JIS Z 8101-2:2015 統計—用語及び記号—第 2 部：統計の応用（一財）日本規格協会
- 3) International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms 3rd edition (2012), Bureau International des Poids et Mesures, http://www.bipm.org/utils/common/documents/jcgm/JCGM_200_2012.pdf (2016.10.27 accessed)
- 4) TS Z 0032:2012 国際計量計測用語—基本及び一般概念並びに関連用語（VIM）（一財）日本規格協会
- 5) JIS Z 8402-1～6 測定方法及び測定結果の精確さ（真度及び精度）、JIS Z 8404-1 測定の不確かさ—第 1 部：測定の不確かさの評価における併行精度、再現精度及び真度の推定値の利用の指針 など（一財）日本規格協会
- 6) Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement, (2008), Bureau International des Poids et Mesures, http://www.bipm.org/utils/common/documents/jcgm/JCGM_100_2008_E.pdf (2016.10.27 accessed)
- 7) TS Z 0033:2012 測定における不確かさの表現のガイド, (一財) 日本規格協会
- 8) JIS R 3505 ガラス製体積計（一財）日本規格協会
- 9) 飯塚幸三（監修）, ISO 国際文書 計測における不確かさの表現のガイド, (1996)（一財）日本規格協会
- 10) B. L. WELCH; J. R. Stat. Soc. Suppl. 1936,3, 29-48;
- 11) B. L. WELCH; Biometrika 1938, 29, 350-362;
- 12) B. L. WELCH; Biometrika 1947, 34,28-35
- 13) F. E. SATTERTHWAITE; Psychometrika 1941, 6, 309-316;
- 14) F. E. SATTERTHWAITE; Biometrics Bull. 1946, 2 (6), 110-114
- 15) ILAC-P14:01/2013, International Laboratory Accreditation Cooperation
- 16) B.N.Taylor et al.; NIST Technical Note 1297 (1994), National Institute of Standards and Technology, <https://www.nist.gov/sites/default/files/documents/pml/pubs/tn1297/tn1297s.pdf> (2016.10.27 accessed)
- 17) EA-4/02, 1999 European co-operation for Accreditation
- 18) <https://unit.aist.go.jp/mcml/rg-mi/uncertainty/club/club10-2.pdf> (2016.10.27 accessed)
- 19) 国立研究開発法人 産業総合研究所・計量標準総合センターホームページ, https://www.nmij.jp/info/planning/soukatsu_phys.pdf (2016.10.27 accessed)
- 20) NITE ホームページ, <http://www.nite.go.jp/iajapan/aboutus/gijutsu/trace.html> (2016.10.27 accessed)
- 21) ISO Guide30 Terms and definitions used in connection with reference materials, International Organization for Standardization, JIS Q 0030:1997 標準物質に関連して用いられる用語及び定義（一財）日本規格協会
- 22) (公社) 石油学会ホームページ, <http://www.sekiyugakkai.or.jp/jp/nintei/smpllst.html> (2016.10.27 accessed)
- 23) ISO 4259 Petroleum products - Determination and application of precision data in relation to methods of test, International Organization for Standardization
- 24) JIS Z 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（一財）日本規格協会
- 25) 平井昭司; ぶんせき 2010 年 1 号, (2010) ,p2-9

- 26) JIS Z 8402-3:1999 測定方法及び測定結果の精確さ
(真度及び精度) - 第3部: 標準測定方法の中間精度
(一財)日本規格協会
- 27) JIS Z 9020-2:2016 シューハート管理図 (一財)日本規格協会
- 28) ISO 9001 Quality management systems -
Requirements, International Organization for
Standardization, JIS Q 9001:2015 品質マネジメント
システム-要求事項 (一財)日本規格協会など
- 29) ISO 17025 General requirements for the
competence of testing and calibration laboratories,
International Organization for Standardization,
JIS Q 17025:2005 試験所及び校正機関の能力に関する
一般要求事項 (一財)日本規格協会
- 30) JPI-5S-4-11 石油類試験法の精度計算方法 (公社)
石油学会