

SOP 22

管理図の作成

1. 範囲と適用分野

この手順書では、 \bar{X} 管理図(property control chart)と R 管理図(range control chart)について詳しく述べる。 \bar{X} 管理図は、測定値の平均値が管理された状態にあるかどうかを示すために用いられる。また R 管理図は、測定値の変動が管理された状態にあるかどうかを示すために用いられる。このような管理図は、分析の品質保証の基本的な手段である。それらは測定の不確かさを示す目的や、ブランクレベルや装置感度のような測定過程におけるさまざまな側面を監視する目的に使うこともできる。

2. 原理

管理図の作図は統計の原理、特に正規分布に基づいている。管理限界は確率の考察に基づいており、それによってシステムが管理された状態にあるとの決定が支持される。同様に、管理限界は問題が起きている可能性を警告する目的や、修正作業の必要性を明らかにする目的にも使用できる。管理図は、そうした修正作業にすぐに取り掛かれるように、リアルタイムで作成されるべきである

3. 手順

3.1 統計計算

このガイドの SOP 23 に、この SOP で必要な統計計算の実行に必要な情報がすべて提供されている。

3.2 \bar{X} 管理図

あるコントロールサンプルの測定を繰り返し行うことで得られた数値を、時間方向に順にプロットし、測定過程の安定性を評価する (図 1)。そのようなコントロールサンプルは、実際に測定したいサンプル(テストサンプル)ととてもよく似たサンプルでなければならない。さもなければ、テストサンプルの測定において、この情報からシステムの性能に関する結論を導くことはできない。

少なくとも 12 個の測定値—ただし同じ日に複数の測定値があってはならない—を、標準的な表現によるデータの平均値と標準偏差の計算に使用する(SOP 23)。

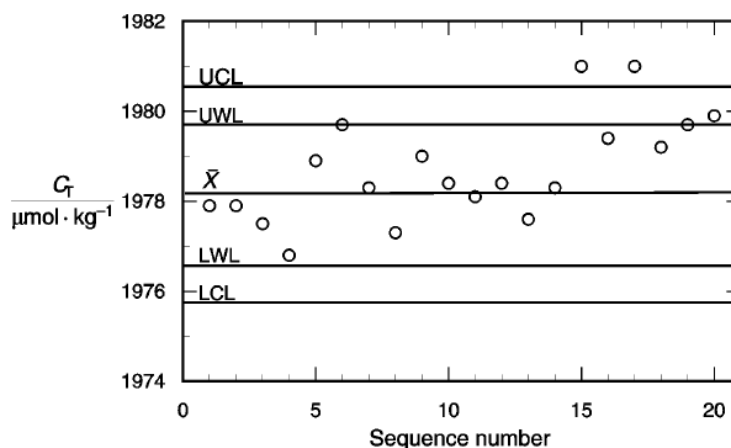


図1 データの時間変化を示す \bar{x} 管理図の例。管理限界は初めの12点から計算されている。この管理図は、測定過程が管理されていないことを示している。

中央の線は平均値 \bar{x} を示し、管理限界はサンプルの標準偏差 s に基づいて、次のように定められる。

上方管理限界 (upper control limit)	$UCL = \bar{x} + 3s,$
上方警戒限界 (upper warning limit)	$UWL = \bar{x} + 2s,$
下方警戒限界 (lower warning limit)	$LWL = \bar{x} - 2s,$
下方管理限界 (lower control limit)	$LCL = \bar{x} - 3s.$

このように定めると、プロットされたデータのおよそ95%は警戒限界線 (UWL と LWL) の範囲に入り、管理限界線の外側には、まれにしか出ない。

3.3 R 管理図

重複測定 (2本の同一サンプルの測定値: duplicate measurement)の差の絶対値(R)を時間方向にプロットし、測定過程の精度を評価する(図2)。 R の平均値 \bar{R} は、測定過程の短期的な標準偏差 (繰り返し精度(repeatability) s_R とも言う)に関連する量である (SOP 23)。少なくとも12個の測定値を使って \bar{R} を計算する。重複測定値の管理限界は、

上方管理限界 (upper control limit)	$UCL = 3.267 \bar{R},$
上方警戒限界 (upper warning limit)	$UWL = 2.512 \bar{R},$
下方警戒限界 (lower warning limit)	$LWL = 0,$
下方管理限界 (lower control limit)	$LCL = 0.$

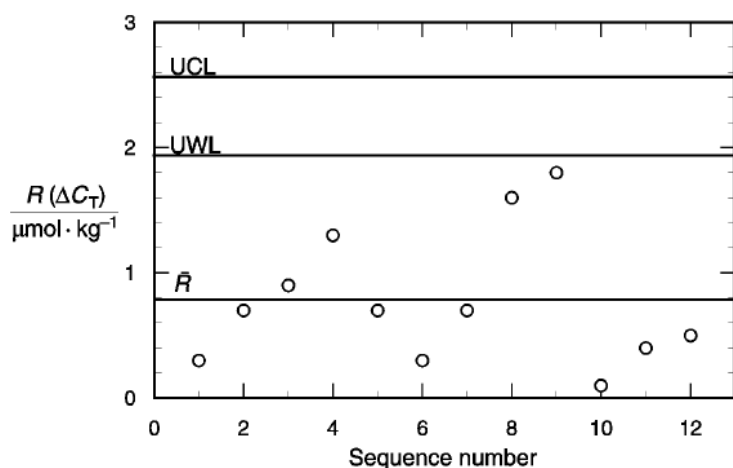


図 2 \bar{R} 管理図の例。管理限界はすべてのデータを使って計算されている。測定精度は管理されている。

3.4 管理図の更新

管理データが新しく追加されたら—少なくとも元々の管理図のデータと同数程度のデータが追加されたら—管理限界を更新する。 t 検定によって、新しいデータセットの \bar{x} と元のデータセットの \bar{x} との間に顕著な差があるかどうか評価する(SOP23)。もし顕著な違いがなければ、すべてのデータを使って新しく \bar{x} を計算する。もし違いがあれば、新しいデータだけを使って管理図を更新する。

サンプルの標準偏差 s も、新しく加わったデータについて計算する。 F 検定(SOP 23)によって元のデータセットの標準偏差と比較し、新しいデータを元のデータに加えて管理図を更新するか、新しいデータセットだけで管理図を作り直すか決定する。

もし R の値に顕著な時間変化がなく、 \bar{R} が顕著に変化していなければ、 R の値をすべて使って \bar{R} を評価し直し、管理限界を計算し直す。 \bar{R} の変化の有意性は、短期的な標準偏差（繰り返し精度）を計算し、 F 検定を行うことで判断できる。

3.5 管理図データの解釈

システムが統計的管理の状態にあるとき、管理図にプロットした点は、警戒限界の範囲内にランダムに分布する。もしプロットした点が警戒限界の範囲から外れたら、なんらかの修正作業が必要であり、確信をもって測定値を報告するためには、管理状態に戻ったことを証明する必要がある。管理限界の外側に一点でも点があり、それが過失による誤差でなければ、修正作業を行う理由になる。実施すべき修正作業の種類は、どちらの場合も、実施された測定の種類に依る。 X が限界を超えていて R が超えていない場合は、データのバイアスの原因をつきとめて解決すべきである。もし R が限界を超えていれば、 \bar{x} もやはり限界を超えているだろう。異常に大きな偶然誤差の原因をつきとめ、バイアスが検出される前に解決すべきである。

測定の不確かさを評価するために管理図を使うこともある。管理図が適切に維持されていれば、 X 管理図をバイアスの評価や測定プロセスの標準偏差の考証に使うこ

ともある。そのような場合、管理限界が基礎とする s の値を、測定値の管理限界の計算に使用することもある。

9. 文献

- Kateman, G. and Buydens, L. 1993. Quality Control in Analytical Chemistry, 2nd edition, Wiley-Interscience, New York, 317 pp.
- Ryan, T.P. 1989. Statistical Methods for Quality Improvement. John Wiley & Sons, Inc., New York, 446 pp.
- Taylor, J.K. and Oppermann, H.V. 1986. Handbook for the quality assurance of metrological measurements. National Bureau of Standards. NBS Handbook 145.
- Taylor, J.K. 1987. Quality Assurance of Chemical Measurements, Lewis Publishers, Inc., Chelsea, 328 pp.
- Taylor, J.K. 1990. Statistical Techniques for Data Analysis. Lewis Publishers, Inc., Chelsea, 200 pp