

## 第 13 章

### サンプリング法・

### 分析試験方法の研究と標準化

石川 馨先生は 1951 年以降、石炭、鉄鉱石などの粉塊混合物の工業原料のサンプリング法ならびに分析試験方法の研究とその研究成果の標準化に努められ、産業界の発展に多大な貢献をされました。1951 年、日本科学技術連盟内に「サンプリング研究会」を創設、その幹事長として産官学共同の研究を推進され、従来の経験によるサンプリング方式を廃し、統計的手法に立脚する科学的方法を確立されました。この研究成果は、1956 年の先生の学位論文「石炭のサンプリングについて」の一部分になっています。この研究により、粉塊混合物の工業原料のサンプリングならびに分析において大幅に精度が向上し、かたよりを小さくすることが出来ました。

この研究成果を踏まえて 1952 年、先生は日本工業標準調査会の臨時委員、専門委員会委員として、石炭、コークス、鉄鉱石ならびにマンガン、銅、フェロアロイなどの非鉄金属、その他産業廃棄物のサンプリング法、分析法などに関する日本工業規格の制定、改正を行い、サンプリング関係の日本工業規格の体系を築き上げられました。これはこの種の原料を大量に輸入する日本の工業に大きく貢献するところとなっています。先生のご研究がいかに優れたものであったかは、これらの規格が国際水準を越えたものであり、その後制定された国際規格 (IS 規格) の内容が、ほとんど先生達が制定・改訂を行った日本工業規格と同一であることから推察されます。

先生が原案委員会委員長として制定・改正に関与されたサンプリング関係の

日本工業規格は 27 件にのぼります。

日本は国際標準化機構(ISO)に加盟し、理事国になっていますが、TC 102(鉄鉱石専門委員会)およびこのなかの SC 1(鉄鉱石サンプリング分科会)は、日本が ISO において最初に幹事国となった委員会であります。先生は 1961 年から TC 102 の国内委員会委員、ならびにサンプリング専門委員会委員長として、国際的技術交流、国際規格の制定に努力されました。これにより日本のサンプリング方法は国際的に認められるところとなり、日本工業規格の国際的地位を高めております。なお、先生が制定に関与された ISO 規格は 7 件にのぼります。

これらのご業績に対し、1976 年、(社)燃料協会から燃料協会賞が、同年、(社)日本鉄鋼連盟からは以上のご業績ならびに鉄鋼業の品質管理に対するご貢献に対し浅田賞が、それぞれ授与されています。また、1952 年出版の『工場におけるサンプリング』(丸善)に対して 1954 年に日経品質管理文献賞が授与されました。

1960 年代後半から 70 年代にかけて、わが国は公害問題が大きな社会問題になり、政府ならびに地方自治体も種々の規制策を講じるようになりました。このような規制の中で、環境保全に関する各種物質の環境濃度ならびに排出濃度が  $○○ \text{ ppm}$  というように新聞等に頻繁に掲載されるようになりましたが、そのようなデータを得るためのサンプリング方法および測定方法については、極めて曖昧なままでした。石川 馨先生はこのような状況を鑑み、学会をはじめ産業界、官庁の研究機関の研究者、技術者、統計学者の共同研究の場として 1971 年 5 月に(財)日本科学技術連盟環境保全サンプリング研究会を設立され、運営委員長として積極的な活動を展開されました。

注) 本節をまとめるに際して「石川 馨先生のプロフィール」(石川 馨先生叙勲記念会)を参考にしました。

### 13.1 石川先生とサンプリング研究

終戦直後にはほとんど操業を停止していた日本の重化学工業も、朝鮮戦争を契機として再び活況を呈するようになりました。

鉄鋼業を例にとると、粗鋼生産量の急増に伴って鉄鉱石・石炭の輸入量が急増しましたが、それらの価格は主要成分の品位(前者は鉄分％、後者では灰分％

など)によって決まるので、その推定方法～サンプリングならびに分析方法～は工場の収益性にも影響する重要な問題でした(現在でも同じですが)。しかし、当時はサンプリングに関する規格はなく、分析方法もまだ JES(JIS の前身)の時代の規格が使われていました。そして、鉄鉱石は日本の荷揚げ港、石炭は産炭地の積出し港における分析値によって価格が決まるのが習慣となっていました。

石川先生の「サンプリングに関する研究」の出発点は、当時のサンプリング方法の問題点をいかに克服するかにありました。当時のサンプリング方法の概略は以下の通りです。

鉄鉱石船が日本のどこかの製鉄工場に入着すると、工場側のサンプリング責任者と出荷鉄山を代表する立会人(検査会社の社員)が協議して、サンプリング方法をきめるのですが、そのために、まずハッチを1つ選び、グラブバケットなどで穴をあけ、鉄鉱石の断面をつくります。次に両者がそれを目視観察して、大塊、中塊、小塊及び粉の比率を話し合いで決めます。これは、大、中、小塊で鉄分の含有率が異なっていたためです。仮に 3 : 3 : 4 ということで意見が一致したら、あとはその比率に応じて大塊を 300 kg、中塊を 300 kg、小塊を 400 kg ずつ採取、混合して大口試料とする、という原始的な方法でした。この方式は当時“estimation”と呼ばれていましたが、当然ながら極めて不正確で、陸揚げされ、ヤードに積まれたストックパイルの使用実績(ほぼ全量検査に近い)とは常にかたよりがありました。すなわち、荷揚時の平均鉄分パーセントと、これを高炉で毎日使用しているときの日常分析値の積算値とを比較すると、概ね 1 ~ 2 % のかたよりがあり、後者が低いのが常でした。

この理由は、当時占領下でもあり、estimation 時の立会人(アメリカの検査会社が多かった)の発言力が強かったこと、夜間荷揚中に、日本の作業員に直接指示して、大塊(鉄分が高い)を余分に採取させるような立会人がいたこと、などによるもので、工場側としては手の打ちようがないのが実状でした。

このような状況を何とかしなければいけないと考えたのが石川先生であり、当時の“estimation”というより“guesstimation”ともいうべき方式を近代的なサンプリング理論に基づく JIS 規格にかえようというものでした。これは象牙の塔に閉じこもることなく、常に第一線に飛び出すことを身上としていた先

生の初期の業績の1つでした。

先生の研究は鉄鉱石のみならず、粉塊混合物のロットの品位を精度よく推定するための基本的な理論と、それに基づく実験の解析結果から合理的、かつ実用的なサンプリング方式を確立したもので、石川 馨先生の学位論文「石炭のサンプリングについて」の重要な一部分となりました。

石川先生のサンプリングのご研究の中で、もっとも重要なものは、インクリメント・サンプリングということでありました。当時の日本に取りまして鉄鋼業は復興のためになくはならぬものでしたが、鉄鉱石の産出は極めて少なく大部分を輸入に頼らざるを得ませんでした。したがって、常に、鉄鉱石を運んできた船一隻に積んである鉄分の品位推定ということが代金決済のために必要になります。鉄鉱石には、塊も、粉もあり、どちらかという、塊は品位が高く、粉は品位が低いという傾向があります。上述したように、この粉塊比率は目視で決められていましたので、どうしても売り手は出来るだけ塊を、買い手は粉をサンプリングしがちでありました。この点を合理化するために、数理統計学におけるサンプリング理論の応用を誰しも思いつきます。すなわち、プラスマイナスどの程度の誤差で推定したいという、いわゆる、目標精度をきめ、その精度を達成するのに必要なサンプル数を数理統計学の方法で計算すれば、合理的にサンプリング法を設定できるであろうと考えるわけです。しかし、ここで一個のサンプル、すなわち、サンプルサイズおよびサンプル数をどう決めるかと言うことが、問題となります。このことが合理的に決められないと、数理統計学も全く使いものになりません。そこで、石川先生はサンプルとして、一操作で採取する単位量(このことをインクリメント increment という)によって、インクリメント間変動が変わってくることを膨大な実験によって示し、その結果、より合理的なサンプリングのためのインクリメント・サイズの決定方法を導き出され、さらに現場でこの結果を容易に活用できるようにするために、特別のスコープを用いることを提案されました。先生の学位論文では、石炭を取り上げられましたが、この方法は全ての粉塊混合物に適用することができるたいへん応用範囲の広い方法であります。また、この結果は、サンプリングのみに留まらず、バルク・マテリアルの試料調製(縮分)を始めとして、品質問題等

の解析にも数理統計学を適用する道を開いたという副産物があることも忘れることが出来ません。

先生は、これらの研究成果を JIS M 8100(粉塊混合物のサンプリング方法通則)に反映されました。これは、先生の研究の集大成とも言うべきものであり、制定後、年を経た今でもなお、国際標準化の際には常に引用される重要な文献となっています。JIS完成後には、日本の鉄鋼業は契約時に「サンプリング方法は JIS によること」と明記することができ、合理的なサンプリング方式に切りかえた結果、当時の金額で 20 数億円もの経費節減になったと推定されています。

統計学者は内外に数多くいますし、サンプリングを研究テーマとした研究者もいないことはないのですが、石川先生のように理論と実践によって、世界的レベルでの産業の振興に大きく寄与した学者は世界でも極めて珍しい例でしょう。

また、先生の研究は、単に、サンプリング法の研究に留まらず、当時、合理的な分析精度の確保をめざした分析法の研究にも及んでいます。当時の分析精度についての研究は、分析化学技術者による固有技術的アプローチによるものでしたが、これに統計的手法、特に実験計画法を有効に活用して大きな効果をあげられました。このように統計的方法を実際に規格制定のために有効に活用されたのは、石川先生が日本最初であり、恐らく世界的にみてもパイオニアといえるのではないのでしょうか。

(藤森利美)

## 13.2 粉塊混合物のサンプリング研究／ 日科技連サンプリング研究会

### (1) 鉱工業におけるサンプリング研究会の活動

先生は、戦後の日本復興の原動力として大増産(当時傾斜生産といわれていた)中であった石炭の品位推定における最大の問題点がサンプリングであることに着目して、サンプリング方法の研究をテーマに選ばれました。その研究には、分析方法自体の研究が不可欠であることから、日科技連が事務局となって、サンプリング研究会を 1951 年 12 月に設置し、全国的な規模でのサンプリング・

分析方法の研究を推進されました。

産業界から会員を募り、年会費は3万6000円、ただし大学、公的研究所などは無料で共同研究活動を開始いたしました。

会長は石川一郎氏で、石川馨先生は発足以来、ご逝去されるまで研究会の世話人、または幹事長として各部会に時間の許す限り出席され、運営方針の策定・研究活動の推進に尽力されました。

1950年代後半から'60年代にかけて、石炭分析及びサンプリングのJIS原案の作成のための共同実験をたびたび実施したほか、北海道や九州などで炭坑の現地見学会にも同行されました。これらの研究の成果がJIS M 8810～M 8814 となって現在も生きています。

この研究会を構成する専門部会の名称は次の通りです。

SA : 鉄鉱石専門部会

SB : 非鉄金属専門部会

SC : 石炭・コークス専門部会

SC 1 : サンプリング小委員会

SC 2 : 分析小委員会(現在は「石炭・コークス分析専門部会」)

SD : 塩専門部会

SE : 硫化鉱専門部会

SF : 医薬品専門部会

SG : 窯業原料専門部会

SH : 鋼材専門部会

SI : 統計専門部会

SJ : 分析専門部会

SK : 機器専門部会

SL : 収納塩の鑑定専門部会

その多くは、それぞれ目的を達成したのち解散しましたが、SB, SC, SK の3部会は現在に至るまで、実に35年間にわたって活動を継続しています。特にSC 2は、1971年11月に設置以来ISO/TC 27の国内委員会を兼ね、ISO資料の検討、日本回答案の作成なども行っています。これら研究会の研究成果を要約

すると次のようになります。

1) 1954年には、全国44分析所が参加した第1回共同実験が実施され、当時の分析方法(JIS M 8802)の分析室内、室間精度が推定されました。室間精度が室内精度の10倍にも達する分析項目があったため、1955年～57年に第2～第4回共同実験が行われました。その際、室間精度に影響すると考えられる要因を選び、直交配列表による実験によって重要な因子を選別したのち、最適条件を推定し、その時の室内・室間精度を求める、という手順で分析方法の改善を行い、ほとんどすべての分析項目についてJIS M 8810～8814が完成したのは1959年のことでした。似鳥次郎、宮津 隆、藤森利美の3氏はこれらの研究の中心的存在であり、石川 馨先生の指導のもとにこの研究会で行った研究に基づき、それぞれ工学博士の学位を東京大学から授与されています(第7章3節参照)。石川先生が燃料協会賞を受賞された理由もまた上記の研究を推進されたことでした。

2) 研究会で作成したJIS原案は、その数は約20に及び巻末リストに○印を付けて示してあります。

3) 研究会の成果は、「サンプリング研究資料」(BSR: Bulletin for Sampling Research)として1952年2月に第1号を鉄鉱石専門部会で発行して以来、各専門部会ごとに資料集として取りまとめ、印刷発行していますが、ご逝去後も引き続き発行されており、1992年2月現在で238号となっています。

4) すべての研究会に関連する問題として1974年に「分析・試験の許容差通則」を作成しました。この規格の特長は、分析・試験の繰り返しのやり方として併行条件よりも室内再現条件を推奨しようとしていることです。これは、

- ① 3交替の生産現場に不可欠である
- ② 分析精度よりも、分析平均値の正確さを優先する

という石川流の考え方で、あらゆる原・燃料を輸入し、製品を輸出しなければならない日本の実状に極めてよく適合したものでした。ISO 5725-1981には併行精度と室内再現精度しかなかったのですが、1992年の改訂版には日本の提案により、Part 3として室内再現精度が採用されたことをみても、石川先生の先見の明が分かります。

## (2) サンプルング研究会関連の活動

サンプルング研究会の研究活動を基礎として、石川 馨先生のリーダーシップのもとに次のような活動も行われました。

1) 1965年11月15日～18日まで、東京の帝国ホテルにおいて日本学術振興会とアメリカ科学財団の共催により、「粉塊混合物サンプルング日米合同シンポジウム」Seminar on Sampling Theory in the Characterization of Bulk Materials と題し日米科学協力セミナーが開催されました。このセミナーは、アメリカ科学財団と日本学術振興会から日科技連サンプルング研究会ならびに石川先生宛に協力依頼があって開催されたものです。

この会の日本の参加者は次の通りです。

### 日本側

石川 馨, 今泉益正, 上甲子郎, 金松正世, 北川敏男, 久米 均,  
菅波三郎, 高橋梅太郎, 田口玄一, 宮津 隆, 森口繁一

### アメリカ側

R. L. Anderson, Robert E. Bechhofer, Robert M. Becker,  
Charles A. Bicking, W. Edwards Deming, Louis Tanner,  
W. A. Thompson, Jr.

2) 1970年10月6日～9日まで、ハワイのホノルル East-West Center において第2回目の日米科学協力セミナー「粉塊混合物サンプルング日米合同シンポジウム」がアメリカ科学財団と日本学術振興会の共催で開催されました。この時の日本側のリーダーは石川先生でした。

この会議の日米の参加者は次の通りです。

### 日本側

石川 馨, 今泉益正, 奥野忠一, 北川敏男, 久米 均, 高橋梅太郎,  
田口玄一, 藤森利美, 森口繁一

### 米国側

Robert M. Becker, Charles A. Bicking, W. Edwards Deming,  
Acheson J. Duncan, Melvin Lerner, Wesley L. Nicholson,

Richard L. Scheffer, W. A. Thompson, Jr.

3) 1972年10月17日～19日に東京・大手町の経団連会館において石川先生を組織委員長として、「大気汚染防止技術国際シンポジウム——大気汚染の現状と防止技術の進歩」が開催されました。「環境保全サンプリング研究会」の発足は、このシンポジウムの開催が契機となりました。

4) 1979年には、石川先生を委員長にして環境庁からの委託調査「水質自動計測器による計測方法定立化のための基礎調査」が実施されました。

### (3) サンプリング研究関連著書

工業におけるサンプリング法、測定法に統計手法を応用した著書は1950年代までには、ほとんどありませんでした。石川先生は1950年秋に初めて日科技連の品質管理講習会で、サンプリングに関する入門的なプリントを作成し、その後何回かプリントを改訂されて1952年7月に「工場におけるサンプリング」を丸善から出版されました。また、1957年には『サンプリング法入門』を日科技連出版社から出されました。

その後、日科技連のサンプリング研究会やJISの委員会などで多くの実験が行われ、実験のやり方やサンプリング機器も進歩し、取引の実態もいろいろ変化しましたので、これらに対応できるように改訂されたのが1967年7月に丸善から出版された『新版工場におけるサンプリング』です。

(藤森利美, 新井紀弘)

# 先生とサンプリング

青 木 茂 雄

先生のサンプリングについての最初の本『工場におけるサンプリング』が丸善から出版されたのは1952年7月のことです。定価350円。当時私は先生の研究室、東大工学部応用化学科燃料研究室に大学院の学生としてお世話になっていた訳ですが、この本を贈呈のサイン付で頂戴し、今も私の書棚に大切に保管してあります。

ご存知のとおり、日本に品質管理を教えてくれたデミングさんは自らもデミング・サンプリングと言われる方法を提案される程の世論調査などのサンプリングの専門家でしたので、彼の講義を聴いた人達はサンプリングについてかなりの知識を獲得したに違いありません。一方、今はないのですが東大燃研の赤レンガ建の研究室の廊下の一隅には、各種銘柄の石炭のカマスを保管する2～3段の棚が置いてあり、当時先生は石炭ブリケットを作ることを研究しておられました。素材は手近にあったけれども、サンプリングを一つの研究テーマとして取上げられた契機となったのは、当時始まっていた鉄鋼業などへの品質管理適用の試行において現場のサンプリングの不合理的な実態を認識されたからに相違ないと推測するのであります。

ある日先生から石炭をすくういろいろな大きさのスプーンが欲しいのだがといわれた私は正門前の通りの金物屋で5～6本のいろいろな大きさのオタマやらスプーンやらを買い込んで、早速ペンチと金槌で板金加工に及びました。薄手の鉄板でできていたらしきオタマは意外と加工し易くよい形に仕上がったので、現在JISで決まっているインクリメントスコップができるまでの間、インクリメント縮分実験をやっていた助手の勝 百合子さんに石炭が採り易いといって愛用されました。

いったんテーマが決まると後は一気呵成、日科技連のサンプリング研究会が

1952年4月に誕生し、鉄鉱石・非鉄金属鉱石・石炭コークス・硫化鉱・工業塩などの対象別に、それぞれのサンプリング方法が確立されるまでの数年間、意欲的な実験研究が展開された訳であります。個別の対象物についてのサンプリング規格の制定が一段落した1960年代前半、個別のサンプリング規格作成者の手引きとしてサンプリング通則を作成され、これは1965年にJIS M 8100として制定、公布されました。その頃にはすでに日本が初めてISOの幹事国として名乗りを挙げた鉄鉱石サンプリングのISO規格の作成に情熱を傾けておられました。

現在ISOでは8つものTCにおいて個別のサンプリング規格が制定され、又は制定されつつありますが、各TCごとに幹事国が違うため、規格の中の定義や方法が異なり、大きな問題になっています。先生の理想とされた貿易立国による繁栄を実現するために、サンプリングにおけるこのような問題に対して世界のコンセンサスを得るためのリーダーシップを取ることは、残されたわれわれに課された責務であると感じています。(1991年秋、ISO/TC 69 パリ会議のホテルにて)

(日本科学技術連盟囑託、元川崎製鐵)

## 回想 エピソード

石 井 裕 徳

石川先生の知られざるエピソードを書くことによって回想の言葉とします。JIS, ISO 関係の原案提出期日が迫り、SC委員会が某年8月、日本鋼管旧箱根山荘で開催された。会議は全議題終了まで大幅時間延長の強行軍。

目標完了で飲む酒は酔も早く、そのうち何となく先生と麻雀というムードになり、年齢の近い4人で卓を囲むことになりました。品質管理のオーソリティーの麻雀はコントロールされた堅い打ち方を予想したのですが、実際は細心の配慮の下に豪快な手口で大物ねらいには一驚させられました。

細心にして果敢。遊びの中に、ストレス解消、リフレッシュを考えておられ

るような楽しい麻雀でした。

初めて若き日の先生とお目にかかったのは日科技連が八重洲の旧大阪商船ビルにあった時です。当時の日科技連の模様をお伝えするのも昔をしのぶよすがと思います。

終戦後数年という社会状況下、冷房装置もなく照明も不備という中、夏の会議は大変、ハンカチ片手に汗をふきふき、あまりの暑さに扇風機をつければ書類が吹き飛び、窓を開ければ街の騒音で話が消される、悪循環の繰り返しでした。SC 共同実験等の解析も現在のように電子計算機にインプットすれば OK とはいかず、すべて手廻式計算器利用の時代を経て現在があるのです。

その後、旧大阪商船ビル改築のため、日科技連は坂田ビルを経て現在地へ、石川先生も委員会等で活躍しておられました。SC 関係の会議も益々発展して盛況になりました。

思い出に残るものとしては東京電力鶴見火力発電所における微粉炭のサンプリング実験があります。従来法とオートマチックサンプラーの比較実験等、全員作業服、ゴム長靴、保安帽子、手袋の完全装備、2月の東京湾寒風下、手の感覚もなくなった思い出、さまざまな思い出とオーバーラップする石川先生の顔、顔、顔。  
(元三菱マテリアル)

### 13.3 分析試験許容差についての JIS 制定

(1) JIS Z 8402「分析試験許容差通則」の制定／日科技連原案作成委員会

1) 制定のいきさつ 1960年代後半において、JISに規定されている分析方法、試験方法は極めて多く、鉱石・金属材料関係だけをみても210件以上もありました。また当時、原・燃料の輸入量及び製品の輸出量の急激な伸びに伴って、これらの分析方法、試験方法は国内だけの問題にとどまらず、海外からも注目されるようになってきました。したがって、これら JIS と ISO もしくは、ASTM, BS など海外の諸規格との関連もまた重要な問題となりつつありました。そこで工業技術院の委嘱により、「鉱石・金属材料分析規格体系調査委員会」(事

務局：日科技連)が設けられ、1968年7月から約1年間にわたりJISの分析規格と諸外国規格との比較調査が行われました。この調査の結論の一つに分析方法の許容差の問題があります。そこでは、

「許容差は、分析方法自体の優劣を客観的に判断する手段の一つに用いられ、分析方法の定量下限及び分析値の有効表示けた数の決定に必要となり、また、商取引上のトラブルが分析方法及びサンプリングのいずれに原因するのかを区別するのも必要となります。そこで、許容差の設定は今後の分析方法の発展向上に欠かせません。

しかし、材料・製品規格との関連、共同実験の難易、業界の事情などあって、直ちに各分析方法全部に許容差をつけることは困難と思われまふ。そこで、まず、その必要性を認識させ、今後許容差を決めるための具体的な指導要領として「分析方法の許容差通則」を制定するのが適当と思ひます。」という結論が示され、また関係各方面からの要望もあり工業技術院の委嘱により1969年6月に石川先生を委員長として「分析・試験許容差通則JIS原案作成委員会」を日科技連に設け原案作成に着手しました。

許容差とは、1974年に判定されたJIS Z 8402では、

- (a) 分析・試験などの判定値のばらつきの許容される限界
- (b) 規定された標準値と規定された限界との差

と定義されております。

2) 規格原案作成の経過 1969年8月に第1回委員会を開き、まず対象の範囲を化学分析だけでなく物理試験まで広げることとし、許容差に関する国内外の多数の資料を調査することからスタートしました。分析方法や試験方法を決めるときに、または決めた後で、その測定法などの誤差をはっきりさせ、許容差を決めるための指導書を作成するという方針のもとに作業が進められました。以後、最終的に原案作成を終了した1971年7月23日までに通算30回余の委員会ならびに幹事会が開催され、提出・審議資料数は111点に及びました。

石川 馨先生は、以上の原案作成において、リーダーシップをとられ、特に室内再現測定を行い、室内再現許容差を決めるべきであることを強調されました。

## (2) JIS Z 8402 の ISO 5725 への反映／日本規格協会 TC 69/SC 6

JIS Z 8402 に対応する ISO 5725 は、1981 年に制定されましたが、内容に問題があるということで、制定後直ちに改訂原案の作成作業が開始され、1991 年 9 月になって ISO 5725 改正版

“Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results” が承認されました。この規格の改正に際して、

- ① 従来の併行精度と室間精度に加えて、中間精度（JIS Z 8402 の所内再現精度）の導入、
- ② 測定結果の採択性判断のためのチェック方式の改善、
- ③ 分析所内管理方式の導入

などについては日本が原案作成を担当し、JIS Z 8402 における石川思想を反映させることが出来ました。

この ISO 5725 の改正にともない、それとの整合性をはかるために、JIS Z 8402 の改正が 1991 年 10 月に行われましたが、1974 年に制定されて以後、5 年毎の確認ならびに若干のミスプリントの修正はあったものの、17 年間にわたり内容に関しては、この度の改正に至るまで全く行われませんでした。これは、1974 年の制定時に、石川 馨委員長の下に、分析技術者と統計技術者が緊密に協力して綿密な作業が行われていたため、内容的に特に大きな問題がなかったためです。

(宮津 隆)

注) ISO 5725(1991 年改正版)における許容差の定義は次の通りです。

- (a) 同一試料について、定められた測定条件の下で測定値・試験値の誤差に関する性能、精確さ、真度、精度などによって表される(permissible tolerance)。
- (b) 同一試料について、定められた測定条件の下で得られた  $n$  個の測定値・試験値の範囲が所定の確率で含まれる限界(critical range, critical difference)。
- (c) 標準物質、認証標準物質について定められた測定条件の下で得られた測定値・試験値と認証値との差が所定の確率で含まれる限界(critical difference)。

# 石川先生と ISO 5725

## (測定方法・測定値の精度，正確さ)

宮 津 隆

人生は偶然と必然の綴れ織……などといわれます。しかし、それによってその後の人生がすっかり変わってしまうほどの偶然あるいは幸運の女神に出会うことはめったにあるものではありません。私の場合、1953年に日科技連・サンプリング研究会で石川先生に出会ったことがまさにそれでした。その時には知る由もなかったのですが。

日本鋼管(NKK)入社時の配属先がたまたま試験課で、石炭分析の担当となり、当時発足したばかりのサンプリング研究会・石炭専門部会のメンバーになれたのが幸運の始まりでした。ここでJIS改正のために、分析室内・室間精度を求めるための共同実験、次いで分析誤差要因の検討実験などが行われましたが、その過程で石川先生からデータの統計処理、実験計画法などの指導を受けることとなります。このときの「目から鱗の落ちる」思いは今なお鮮烈です。

それまでは「分析誤差はあってはならない」と考えていたし、一次・一因子の実験が当たり前とと思っていましたが、「ばらつきのないデータはウソのデータである」「分析方法の研究には交互作用が重要である」「併行精度はあまり意味がない、有用なのは室内再現精度である」など、先生の言葉は、当時の分析屋にとってすべて180°の発想転換を促すものでした。これらの思想は、JIS Z 8402-1974(分析・試験の許容差通則)として今なお生き続け、その産業界への寄与は計り知れないものがあります。SQCの原点は何らかのデータですが、データの精度・正確さを表現し、向上するための考え方・手法のすべてがこの規格に集約されているからです。

このJISに対応する国際標準規格がISO 5725なのですが、1981年に制定された現行の規格には室内再現精度は規定されていません。1989年6月に voting の

ため各国に配布された改訂案の Part 3 (Intermediate Measures of the Precision of a Test Method)は日本が作成したもので、石川流の室内再現精度そのものです。先生の、分析に関する 35 年前の考え方が今ようやく ISO 規格案として国際的に認知されつつある \* わけで、恐るべき先見の明と言えましょう。

この ISO 5725 Part 3 の原案完成までには約 9 年を要しましたが、その過程では、筆者が毎年 ISO/TC 69/SC 6 会議に出席するたびに先生に進行状況を報告し、助言をいただいていた。1988 年ようやく最終案に到達したときには大変喜んでいただきましたが、voting の結果をご報告できなかったのが残念です。改訂 ISO 5725 が出版されたら、何より先に先生のご墓前に捧げたいと思います。人生の転機を与えていただき、それによって書くことのできた学位論文まで見ていただいた先生に対して、私にできる唯一のご恩返しは、ISO 5725 の完成だけになってしまいました。 (西東京科学大学教授, 元日本鋼管技術研究所)

#### 13.4 鉄鉱石のサンプリング法の標準化／日本鉄鋼連盟

1950 年代後半における日本の鉄鋼業のめざましい成長にともない鉄鉱石の輸入量の増加も著しく、鉄鋼業界は、鉄鉱石の合理的なサンプリング、分析・試験方法などの国際規格の必要性を痛感し、このことを政府に訴えました。日本政府は、これを受けて、ISO に対して、この分野における国際規格制定のための新専門委員会(TC)の設置提案を 1960 年 3 月に行い、この提案が受け入れられて 1961 年 6 月に新しい専門委員会 TC 102(鉄鉱石)およびその分科委員会 SC 1(鉄鉱石のサンプリング)が設置されました。日本は、はじめて TC の幹事国(Secretariat)となりました。この委員会の業務は、鉄鉱石のサンプリング、試料調製、水分測定法に関する国際規格を作成することにあります。

同年 8 月、工業技術院よりなされた、ISO/TC 102 新設にともなう国内の体制整備の依頼にもとづき、(社)日本鉄鋼連盟では、日本国内委員会を組織しました。

---

\* Part 3 再改訂案は、1992 年 10 月のロンドン会議で最終的に承認され、ISO 規格となることが決まりました。

石川先生は、この委員会の下部委員会として設置されたサンプリング専門委員会の委員長に就任され、活動を開始されました。初会合は、1961年11月13日に開催され、以後、1981年1月の第204回サンプリング専門委員会まで20年間にわたって委員長として貢献してこられました。

この間、計13回のSC1国際会議及びSC1/WG会議(1回)、編集会議(1回)に出席されました。その内、1963年、1972年に東京で開催された第1回、第7回TC102/SC1国際会議では、議長を務められました。また、SC1の設立以来 Secretariat を代表されるとともに、日本委員会を指導して国際規格作成業務に尽力されました。

石川先生のご尽力により、制定された鉄鉱石サンプリング関連JIS規格としては、次の2つがあります。

JIS M 8105 鉄鉱石のサンプリング方法並びに粒度及び水分の決定方法  
(1961年制定、1966年、1970年、1976年改正)

JIS M 8710 鉄鉱石ペレットのサンプリング方法ならびに粒度・水分及び物理特性値の決定方法(1970年制定、1976年改正)

注) 1985年ISOを考慮してM8701～M8706に編成替えされています。

なお、制定に際して、先生の日科技連サンプリング研究会での活動をベースとして制定されたJIS M 8100がこれらの規格制定の下敷きとなっています。また、先生のご尽力により制定されたISO規格は、次の通りであります。

ISO 3081	手動式サンプリング	現行 JIS M 8701
ISO 3082	機械式サンプリング及び試料調製方法	現行 JIS M 8702
ISO 3083	手動式試料調製方法	現行 JIS M 8703
ISO 3084	品位変動チェック実験方法	
ISO 3085	サンプリング精度チェック実験方法	JIS M 8100
ISO 3086	サンプリングの偏りのチェック実験方法	付属書対応
ISO 3087	水分測定方法	現行 JIS M 8705

これらの国際規格は、何れも先生の理論に基づくものであり、ISOの他の鉱産物類のTC(マンガン鉱石等)においても利用されており、現在のISOにおけるサンプリング関連の基本規格となっています。

なお、石川 馨先生は、統計的品質管理の普及による鉄鋼業の発展への寄与などの理由で、(社)日本鉄鋼協会より1976年に浅田賞を授与されました。この浅田賞とは、「鉄鋼業の周辺および境界領域における学術上、技術上の業績により鉄鋼業の進歩発達に顕著な貢献をした者」に与えられる賞です。

(注) 本節をまとめるに際して、日本鉄鋼連盟標準室の皆様は、貴重な資料をご提供頂くなどご協力を頂きました。

## JIS をベースにしての国際規格作り

佐藤 卓三

石川先生と最後にお逢いしたのは、先生の栄えある叙勲お祝いの席上でした。益々学界でのご活躍を願いご健康を祈念したのに、程経ずして幽明界を異にされたことは甚だ残念でなりません。先生のご生前のご栄誉を称えることは他の方々にお任せし私共に係る一端を記し、先生を偲びたいと思います。

昭和30年代半ばに入って我が国の鉄鋼業界も一段と活力を發揮しようとしている時、先生は、鉄鉱石輸入のトラブルに着目され、世界で唯一の「鉄鉱石のサンプリング規格」を国内規格として持っている日本が幹事国と成り、国際標準化機構(ISO)の規格を作成すべきであると各社首脳を説得され、そうして、ISO委員会に提案し承認されたのでした。国内には早速、原案作成委員会が設置され先生を委員長として私どもも業界を代表する委員に指名され、「鉄鉱石のJIS規格」を基礎として原案作成に係ることになりました。そしてISO/TC 102/SC 1の第1回国際会議を東京で開催するに至ったのです。世界各地で開催される国際会議に出席すると前日の夜には必ず先生の部屋に招集され、グラス片手に翌日の作戦会議をしたのも懐かしい思い出です。そして私どもをご指導して下さいましたサンプリングは地味な分野故、私どもの活動への理解を促されるとともに業界に苦言を呈されたこともあったと覚えております。或る時「此の規格の完成には何年位掛かるかね」と言われ、「国際規格ですから10年位は必要でしょ

う」と答えたら「やはりね」と無然とされ、その10年目にやっと規格の1つが完成し、先生を囲み委員一同で乾杯したものです。この時先生は「健康も酒も自主管理でやるべきだ、自分の健康は自分が一番良く知って居るからね」と言われたことが強く印象に残っています。

現在日本産業界に於いては広く標準化が実施されていますが、先生の鋭い指摘と先見の明には頭が下がります。先駆者として確固としたものを確立して下さった一時期を共に歩んだ者として、数々のご教示とあらゆる思い出にお礼を申し上げるとともに、ご早逝を惜しみご冥福をお祈りする次第です。

(元新日本製鐵，元海外貨物検査勤務)

### 13.5 環境保全のためのサンプリング研究／ 日科技連環境保全サンプリング研究会

#### (1) 環境保全サンプリング研究会の発足

本研究会は、環境保全に関する各種物質の測定方法およびサンプリング方法について、学会をはじめ産業界、官庁の研究機関の研究者、技術者、統計学者の共同研究の場として1971年5月に設立されたものです。運営委員長は石川先生で、事務局は日科技連内に設置されました。

環境問題は、当時いろいろな面で大きな社会問題となっていて、各種の公的な環境規制や環境測定 JIS の整備が始まっていました。しかし、測定技術の面からみると、次のような点が問題でありました。

- ① 環境基準や排出基準の数値が、国や都道府県ごとに異なっている上に、その多くが当時の技術水準では達成困難なものであったこと。
- ② 環境測定 JIS の多くは、時間的に十分な実験・検討を行う余裕がないまま制定されたものが多く、したがって測定誤差に関して許容差が記載されたものがほとんどなかったこと。

このような状況に鑑み、本研究会では環境保全の基礎となるサンプリング方法や測定方法に関する研究を行うことを目的とし、次の3分科会を設け、情報

収集，共同実験などを行いました。各分科会の概要は次の通りです。

	分科会長	対象物質
大気分科会	石川 馨	SO <sub>x</sub> , NO <sub>x</sub> , ダストなど
水質分科会	市川邦介	CN, フェノール, Cr <sup>6+</sup> , Hg(無機), BOD <sub>5</sub> , COD <sub>Mn</sub> , COD <sub>Cr</sub> , TOC, TOD, n-ヘキサン抽出物質など
土壌分科会	奥野忠一	主に土壌中の重金属(Cd, Zn, Pb, Cu, As, Hg など)

これらの分科会では，それぞれ研究計画をたて，共同実験を行って関係 JIS の分析室内・室間精度，真度(かたより)を検討しました。その結果にもとづいて，サンプリング方法・測定方法の技術的改善を行い，改良法の測定許容差をきめて JIS の改訂に寄与するなど，この分野においていくつかの成果をあげたのち，1982 年 3 月に研究を終了しています。(藤森利美)

## (2) 大気分科会

石川先生は日科技連環境保全サンプリング研究会大気専門部会を発足させ，当時先生自ら部会長として，大気汚染の問題に積極的に取り組まれました。論文の中にも「公害とサンプリング・測定法」(『品質管理』誌)や「大気汚染およびその防止の将来」(“ENGINEERS”)など多数ありますが，大気専門部会において，公害(大気)のデータはまともなものか，分析方法はどうかといった原点をさぐることから始まりました。

当初，狩野先生が幹事役で民間の研究機関に呼びかけ，産学共同体の組織で JIS の分析方法の見直しから入り，まず「SO<sub>x</sub>の分析方法の検討」を行いました。その後，久米先生が部会長で私が幹事役を引き継ぎ，「NO<sub>x</sub>の分析方法の検討」へと移り，そのつど学会や機関誌等に発表，報告してまいりました。

その結果が現行の大気関係の JIS 改訂やデータの取り扱い方などに大きく寄与しました。石川先生は『統計的環境管理』の中で多くの格言を残されています。そのいくつかは次の通りです。

- ① 環境基準をみたらいい加減と思え、排出基準をみたらいい加減と思え、現在の排出・環境のサンプリング、測定、分析をみたら危ないと思え。
- ② 原因を考えるより、まず実状をつかめ。現状把握がQCの第一歩。バックグラウンドと害があるという条件との差を統計的に、疫学的につかんでいるのか。すぐ原因に走るのはあわてものの誤り(第一種の過誤)を犯す。
- ③ 環境基準、排出基準は代用特性である、代用特性と真の品質特性との関係は品質解析と同じ。
- ④ 環境管理を実行したことのない官吏に環境管理ができるか、形式的な、不経済の管理となる。JISマークの審査と同じ、ある程度効果はあるが、弊害をともなう。
- ⑤ どこか環境関係の研究所、役所がデミング賞実施賞に立候補してみませんか。
- ⑥ 排出基準の合理化を、データで決定せよ。都道府県が国家基準よりきつくするという政治的な科学的無知をいかに押さえるか。
- ⑦ 公害のどの保証単位を問題にすべきなのか、1年の平均値、1カ月の平均値、24時間の平均値、8時間、1時間、1分の平均値、それが人体にどんな害を及ぼすのか。
- ⑧ 公害関係者は、誤差論をよく勉強しなければ、日本を不幸に導く人々となる。サンプリング・分析誤差・公害の測定誤差は。
- ⑨ もっと重要なことは、公害があるという、人体のばらつきを考えた誤差をどう解釈するのか。

今また環境問題が深刻化のきざしをみせていますが、石川先生の残された格言がそのまま生きているのではないでしょうか。 (池部信夫)