

化学分析の測定品質向上に関する事例研究

—不確かさを指標に測定品質向上を図り、県内企業に貢献する—

■ 研究担当/大分県産業科学技術センター 工業化学担当 主幹研究員 谷口秀樹 taniguchi@oita-ri.jp
 " " 北嶋俊朗 kitajima@oita-ri.jp

研究のポイント

- **不確かさとは「測定結果の品質」に関する統一された表現**
- **不確かさを与える要因を解析し、主要因を求め、測定品質を向上**
- **分析の相談は、大分県産業科学技術センターに！！**

背景と課題

- 誤差、精度、確度などまちまちに使われてきた、「測定結果の品質」の表現を統一させようとして「不確かさ」が、「計測における不確かさの表現ガイド」によって導入されている。
- **測定はすべて、何らかの不確かさを抱えており、測定結果は、「測定の不確かさの表明」を伴ってはじめて完全なものとなる。**
- 不確かさの主要因を見つけ、測定品質の向上を図り、もって県内企業等のセンター利用者に分析技術で貢献する。

研究内容

- **図1**に示す各操作について不確かさを与える分析操作をリストアップし、不確かさが寄与が小さい操作を除外して、各分析操作の不確かさを求め、すべてを合成して、合成標準不確かさを求めた。
- 不確かさ要因解析結果を**図2**に示す。この結果から前処理のばらつきの不確かさが、この分析の主要因であることが分かる。
- **表1**にテーマごとの主たる不確かさ要因解析結果を示す。低濃度分析では前処理のばらつきが主要因となり、固相抽出などの濃縮操作や ICP-MS などの高感度分析では検量線の不確かさが主要因となることがわかった。

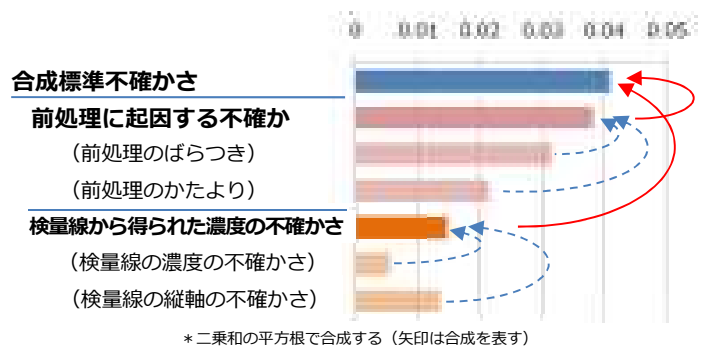
今後の方向・提案・連携

- 今後も不確かさ解析を継続して行い、**産総研不確かさクラブ**、**産議連分析分科会**分析技術共同研究や他の学会・団体等が実施する**プロフィシエンシー試験**に参加し、**分析技術の向上に努め、センター利用者への分析ニーズに応えていく。**

分析操作	不確かさを与える要因例
試料秤量	電子天秤指示値のかたより・ばらつき 室温変動
↓	
酸分解	分解温度の変動・揮散・コンタミ
↓	
固相抽出	抽出速度の変動 固相抽出カートリッジのばらつき
↓	
定容操作	フラスコ・ホールピペットの公差・室温変動 定容操作のばらつき・かたより
↓	
ICP 発光分析	標準液の濃度の不確かさ フラスコ・ホールピペットの公差 ICP の信号強度のばらつき

- ① 多くの不確かさ要因がある！
- ② 主要因を見つける！
- ③ 妥当な範囲で不確かさを小さくし、測定品質を向上！！

【図1】極微量カドミウム分析操作と各操作の不確かさ要因



【図2】不確かさ要因解析結果(極微量カドミウム分析)

【表1】分析テーマごとの主たる不確かさ要因解析結果

テーマ	主たる不確かさ要因
水質分析の微量元素分析の不確かさ	検量線から得られる濃度の不確かさ
極微量元素分析における固相抽出前処理の不確かさ	前処理(ばらつき)の不確かさ
パルク金属中微量元素分析の不確かさ(ICP-MS)	検量線から得られる濃度の不確かさ
微量試料中の微量元素分析の不確かさ	前処理(ばらつき)の不確かさ