

第169回液体クロマトグラフィー研究懇談会例会

日時: 2003年 7月22日(火) 13時~17時30分

会場: **東京理科大学野田校舎 薬学部1445教室(14号館4階) アクセス**
[千葉県野田市山崎2641、電話:04-7121-1501、交通:東武野田線「運河」駅下車]
【ご注意:今回の会場は従来の理科大神楽坂校舎(飯田橋)ではありません。】
薬学部校舎へは、理工学部校舎を通り抜ける必要があります(徒歩7-8分)。
最寄り駅からのアクセスは[Yahoo路線](#)でお調べ下さい。

講演主題: 分離科学計測における測定精度と不確かさ

講演

1. 講演主題概説 (13:00~13:05)
(北里大学薬学部) 二村 典行
2. 定量分析の不確かさの推定方法【[講演概要](#)】 (13:05~13:45)
(国立医薬品食品衛生研究所) 〇林 譲、松田 りえ子
3. 内標準法の不確かさ【[講演概要](#)】 (13:45~14:25)
(国立医薬品食品衛生研究所) 〇松田 りえ子、林 譲
4. FUMI理論に基づく電気化学検出HPLC測定最適化【[講演概要](#)】 (14:25~15:10)
(東京薬科大学薬学部) 〇楠 文代、小谷 明
5. 分析用水が分析に与える影響【[講演概要](#)】 (15:20~15:45)
(日本ミリポア(株)) 黒木 祥文
6. 試薬の信頼性保証(精度管理)システムの確立に向けて【[講演概要](#)】 (15:45~16:10)
(関東化学(株)) 井上 達也
7. MS測定における質量精度とLC-MS測定における定量精度【[講演概要](#)】 (16:10~16:35)
(日本電子(株)) 高橋 豊
8. データ処理における不確かさの検討 -標準試料・検量線からの不確かさ-【[講演概要](#)】 (16:35~17:00)
(株)日立ハイテクノロジーズ 伊藤 正人
9. 分析値の信頼性評価と不確かさ -PCB測定に関する国際比較を例として-【[講演概要](#)】 (17:00~17:30)
(産業技術総合研) 鎗田 孝

参加費(含講演資料集代)

LC研究懇談会会員:1,000円、会員外:3,000円、学生:500円(当日受付にてお支払い下さい)。

カタログ展示

1小間:5,000円(場所スペースは運営委員に一任させていただきます)

懇親会

講演終了後、講師を囲んで立食パーティーを開催します(薬学部食堂を予定)。会費:1,000円。

申込方法

参加希望者は、別紙の参加申込書([ここをクリックして](#)現れるページをプリントアウトしてご使用下さい)にご記入のうえ、FAXにより又は郵便によりお申し込み下さい(定員をオーバーした場合のみご連絡します。)

申込先

郵便番号141 東京都品川区西五反田1-26-2 五反田サンハイツ304号
(社)日本分析化学会 液体クロマトグラフィー研究懇談会
[電話:03-3490-3351、FAX:03-3490-3572]

第169回液体クロマトグラフィー研究懇談会例会

定量分析の不確かさの推定方法

(国立医薬品食品衛生研究所) ○林 譲、松田 りえ子

HPLC分析の不確かさは、多くの場合、測定値のRSDによって表される。RSDは、くり返し測定から求めることが多い。しかし、くり返し数が小さいと(例えばn=6)、求めたRSDは信頼性が低い。また、貴重なサンプルでは、くり返し測定が行えないこともある。発表では、くり返し測定なしに、1回の測定からRSDを求める方法であるFUMI理論(Function of Mutual Information, 相互情報量の関数)について紹介する。検出限界、定量範囲など、分析法バリデーションへの応用も述べる。

内標準法の不確かさ

(国立医薬品食品衛生研究所) ○松田 りえ子、林 譲

内標準法は、調製誤差と注入誤差を相殺するための有効な手段である。しかし、最近のHPLCの注入精度は非常に優れているため、注入誤差を相殺することが内標準法の分析精度の向上につながるかどうかは疑問である。発表では、内標準物質を添加した臭化ブチルスコポラミン溶液に対してくり返しHPLC測定(n=8または7)を行い、測定値の比のRSDを求める。幾つかの濃度で対応する絶対検量線法のRSDと比べ、上の疑問に答える。また、FUMI理論に基づき、任意のサンプル濃度で内標準法と絶対検量線法のRSDを計算する方法、これらの中で精度の高い方を選ぶ簡便な方法、貴重な内標準物質の必要最低量を計算する方法なども示す。

FUMI理論に基づく電気化学検出HPLC測定の最適化

(東京薬科大学薬学部) ○楠 文代、小谷 明

電気化学検出HPLCの開発、あるいは、これによる測定条件の最適化において、通常は、良好なS/N比を経験的に見出して機器の改良や測定条件の選定を行っており、相対標準偏差(RSD)の比較が活用されることは少ない。これは、RSDのデータ取得に膨大な時間が掛ることが、主な原因と思われる。本講演では、FUMI理論に基づいて1回の測定で得られたクロマトグラムから予測されたRSDをもとに、HPLC-ECDの開発、あるいは、測定条件の最適化が可能であることを紹介する。

分析用水が分析に与える影響

(日本ミリポア(株)) 黒木 祥文

分析機器の性能向上により分析感度、精度が著しく向上し、それに伴う試料の微量化も進んでいる。そのため使用する実験用水の水質が分析に大きな影響を与えるため、高純度水質への要求も一段と厳しくなっている。この流れに対応して超純水製造システムの性能を更に高めていく必要があるが、それだけでは不十分で、超純水の水質をいかに安定して維持するかという、装置の対応が重要となっている。そのためには常に水質をモニタリングし、また最高の水質を常に得られるように装置の管理、採水方法の管理をしなければ目的に適合した水質の実験用水を得ることはできない。

試薬の信頼性保証(精度管理)システムの確立に向けて

(関東化学(株)) 井上 達也

昨今、ISO 17025を機軸に試験の信頼性保証が重要な課題となりつつある。その動きを受け、試験で使用する試薬の信頼性も同様に年々注目されてきている。このような状況下、当社ではISO 17025を取得し、HPLCに用いられるりん酸バッファー等の試薬の純度評価に使用している滴定溶液のファクターに関し、不確かさを中心とする精度の向上

を目指した。今回は試薬の不確かさの算出、その維持を目指すシステム及び試薬の不確かさを利用している例を中心に報告する。

MS測定における質量精度とLC-MS測定における定量精度

(日本電子(株))高橋 豊

質量分析計の質量精度に関する議論は以外と少ない。「高分解能質量分析計は質量精度が高く、低分解能質量分析計は質量精度が低い」と一言で片付けられてしまうことが多い。質量校正物質や質量校正してからの時間、あるいは装置の状況と質量精度との関係について議論したい。LC-MSを用いて定量分析を行っている研究者は多い。しかし、GC-MSやHPLCと比較して、定量精度が劣ると考えている方も、また少なくないと思う。LC-MS測定において定量精度を向上させるための一般的な方法や工夫について、演者なりの考えを述べてみたい。

データ処理における不確かさの検討 -標準試料・検量線からの不確かさ-

((株)日立ハイテクノロジーズ)伊藤 正人

EURACHEMガイドから、検量線法の不確かさについての算出事例を紹介する。

さらに、ピーク面積を縦軸、標準試料の濃度を横軸とする検量線グラフにおいて、標準試料の各測定データ点に縦横方向いずれにも不確かさがあることに着目する。すなわち、縦方向にはピーク面積不確かさ、横方向には濃度不確かさがあることを考慮に入れた場合の検量線からの不確かさを報告する。この計算方法では、重みつき最小2乗法を利用する。

また、データ処理における不確かさとして、重なりピークがある場合のピーク面積不確かさの算出方法についても述べる。これには、EMG関数のパラメータをフィッティングする方法が有効である。

分析値の信頼性評価と不確かさ -PCB測定に関する国際比較を例として-

(産業技術総合研) 鎗田 孝

分析値の信頼性を確保するために不確かさの評価は必須となっている。一方で、分析法を構成する各操作(要因)に関する不確かさの評価結果を活用すれば、より正確な分析法を構築することも可能となる。

このような観点から、演者らが参加した国際度量衡局主催の国際比較(底質中のPCB測定)での事例も紹介しながら、本講演会を総括したい。