

Q 9 2 検出限界と定量限界の定義とそれぞれの決め方はどのようなものですか。

分析の測定できる範囲には図のように限界があります。図の E~F の範囲が、測定物質の量と機器の応答の関係が一定の精度に収まり、信頼性の高い定量分析が行える範囲で、E と F は定量限界と呼ばれます。さらにその範囲の外に、精度は不十分ですが、測定物質の有無であれば判定が可能な限界点 A、B が存在し、それらの点は検出限界と呼ばれています。またこれらの下限値は定量下限、検出下限とも呼ばれています。

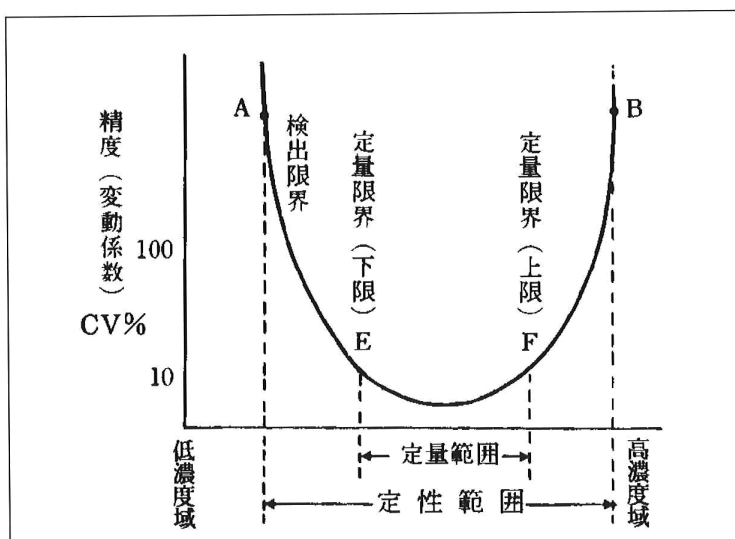


図 検出限界、定量限界の概念図

分析法を立案する際には、まず、測定機器での検出感度を調査します。ここで、検出限界は機器のノイズレベルの 3 倍 (SN 比 = 3)、定量限界は機器のノイズレベルの 10 倍 (SN 比 = 10) を目安に設定します。

この測定機器の検出感度は分析法の検出限界、定量限界との混同を避けるため、最小検出量、定量限界相当量とも呼ばれています。

検出限界、定量限界を設定する場合、ある試料 (検出限界値の数倍程度の残留レベル又は添加試料) を複数回 (5 回以上) 測定した時の標準偏差 (δ) を算出し、その 3 倍 (3δ) を検出限界、10 倍 (10δ) を定量限界とします。

農薬の残留分析のように定量限界が規定されていたり、基準値が設定されている場合には、通知試験法に示されている定量限界値又は基準値の $1/10$ を目安に設定すると良いでしょう。基準値が設定されていない場合は一律基準が判定基準となりますので 0.01ppm 以下に定量限界を設定します。