

信頼性ある測定値を得るための分離分析の実務

講座の概要

この講座の受講者は機器分析をしている、これから始める人を対象とする実務者を想定しています。検査分析士初級試験の合格者は、上級を目指すための自己研修にも活用できます。講座は3単元から構成され3ヶ月で完結します。1単元毎に演習問題を解くことにより、理解を確実なものに出来ます。

講師：スペクトル解析支援センター 長谷川秀夫

受講料 16,500円 検査分析士の方 13,200円

実施スケジュール 申込は通年で締切は毎月15日 講習テキストは次月1日に第1回のテキストを配布後、毎月1日に2回目、3回目のテキストを配布、添削3回

**申し込み方法** <http://www.pai-net.or.jp> から、又はFAX (03-5294-3344) でお申し込みください。

受講料 16,500円 (検査分析士の方 13,200円) はお申し込み後、下記へお振り込みください。

振込先：三井住友銀行神田支店 (219) 2116823 (普通) 特定非営利活動法人分析産業人ネット宛  
 : ゆうちょ銀行 (金融機関子コード 9900) 店番 019 店名 〇一九店 (セ・ロイキョウ店) 当座預金 0334624  
 または：郵便振替口座 00170-9-334624 PAI-NET 宛て  
 振込み手数料はご負担ください。

分析産業人ネット年間通信講座受講申込書

FAX : 03-5294-3344 または <http://www.pai-net.or.jp> より

受講講座名	分離分析の実務 (M1005)		
申込日	年 月 日		
ふりがな 氏名			
勤務先 所属			
e-mail (必須)			
テキスト 送付先住所	〒		
電話		FAX	
入金予定日	年 月 日	請求書の有無	必要 不必要

## 本講座の主旨

本講座は、計測機器のブラックボックス化、測定値のデジタル化に対応して、信頼性ある測定値を得るための実務講座である。

本講座は、分離分析について実際の問題を事例にとり、解説を加えながら詳しく述べる。その目的は、分析を行う過程で行われるさまざまな操作の基本的な意味を理解することである。

本講座は3回；3単元によって構成され、分析方法を設定し評価する場合には、その目安となる値を具体的に示してあるので試験・検査要員及び開発研究者向けの実務に活用できるようになっている。また、重要なポイントについては、演習問題とその添削を通じて理解し、確認することができる。

## 目次

### 第1単元

#### 分離分析の基礎；分析のプロセス

#### 1. はじめに

##### 1.1 分析法の選定

##### 1.2 分析プロセスの規格・標準化及び記録

##### 1.3 試料のサンプリング (Sampling)

- 1) 均一性が予測される試料のサンプリング
- 2) ランダムサンプリング (Random Sampling)
- 3) 系統的サンプリング (Systematic Sampling)

##### 1.4 試料調製 (前処理) (Pretreatment)

###### 1.4.1 灰化と湿式分解

- (1) 乾式灰化
- (2) 湿式灰化と湿式分解

###### 1.4.2 分離・濃縮 (Separation, Enrichment)

- (1) 絶対的濃縮法 (Absolute Enrichment)
- (2) 相対的濃縮法 (Relative Enrichment)
- (3) 選択的濃縮法 : Selective Enrichment

事例：生体・天然物試料の試料処理

- (1) 脱脂処理による水溶性画分の濃縮方法
- (2) 除たんぱく処理による濃縮方法

#### 2. 測定とデータ解析及び評価・検証

< 定量分析 (Quantitative Analysis) >

##### 2.1 検量線

###### 2.1.1 絶対検量線法 (Absolute Calibration Method)

###### 2.1.2 内部標準法 (Internal Standard Method)

<内部標準法による検量線の作成方法及び定量値の算出方法>

###### 2.1.3 標準添加法 (Standard Addition Method)

##### 2.2 測定値の信頼性の確保

###### 2.2.1 精度の評価

- (1) 真度 (正確さ) (Trueness (Accuracy))

- (2) 精度 (Precision)
  - (2-1) 併行精度 (Repeatability) (Intra-assay)
  - (2-2) 室内再現精度 (Intermediate Precision)
  - (2-3) 室間再現精度 (Reproducibility)
- 2.2.2 認証標準物質
- 2.2.3 信頼性の検証：分析法バリデーション(解説3)
  - < 分析法のバリデーションに必要とされる要素 >
  - ① 同定及び選択性・特異性の確認 (Specificity)
  - ② 感度・検出限界 (Detection Limit)
  - ③ 定量限界 (Quantitative Limit)
    - < 定量限界設定方法の事例 >
    - < 定量限界設定の目安 >
  - ④ 検量線の実用範囲 (Range)
    - < 実用範囲設定の目安 >
  - ⑤ 検量線の直線性 (Linearity)
    - < 直線性評価方法の事例 >
  - ⑥ 精確さ－真度 (Accuracy) 及び精度 (Precision)
  - ⑦ 堅牢性 (頑健性) (Robustness)
    - < 堅牢性確認項目の事例 >
    - (1) 分析法に共通する変動因子
    - (2) 試験溶液の安定性 (保存期間)
    - (3) 試験溶液調製時の抽出時間
  - ⑧ 回収率 (Recovery)
    - < 回収率の標準的な算出方法の事例 >
- 2.2.4 レポート
  - 【 演習問題 】；5 問

## 第2単元

### 分離分析法；クロマトグラフィー

- 1. はじめに
- 2. クロマトグラフィー
  - 2.1 ガスクロマトグラフィー (Gas Chromatography)
    - 2.1.1 ガスクロマトグラフ (Gas Chromatograph) の概要
      - (1) カラム
      - (2) 試料導入部
      - (3) 検出、記録部
    - 2.1.2 測定操作の概要
    - 2.1.3 各種検出器の検出原理
      - ① 熱伝導度検出器 (Thermal Conductivity Detector : T C D)
      - ② 水素炎イオン化検出器 (Flame Ionization Detector : F I D)
      - ③ 電子捕獲検出器 (Electron Capture Detector : E C D)
      - ④ その他の検出器 (参考)
    - 2.1.4 定性分析
    - 2.1.5 定量分析
  - 2.2 液体クロマトグラフィー (Liquid Chromatography : L C)
    - 2.2.1 液体クロマトグラフ (Liquid Chromatograph) ; 装置構成
      - (1) 送液系

- (2) 試料注入器
  - (3) HPLC用検出器
    - ① 紫外・可視吸光検出器 (UV/VIS Absorption Detector : UV-VIS)
    - ② 蛍光検出器(Fluorescence Detector : FLD)
    - ③ 示差屈折率検出器(Differential Refractive Index Detector : RID)
    - ④その他
  - (4) その他のユニット
    - 1) 脱気装置 (Degasser)
    - 2) 溶媒プログラマー
- 2.2.2 分離モード
- ① イオン交換クロマトグラフィー (Ion Exchange Chromatography) :
  - ② 吸着クロマトグラフィー(Adsorption Chromatography)
  - ③ 分配クロマトグラフィー(Partition Chromatography) :
    - 1) 順相分配クロマトグラフィー (Normal-phase Partition Chromatography)
    - 2) 逆相分配クロマトグラフィー (Reversed-phase Partition Chromatography)
    - 3) 逆相イオン対クロマトグラフィー(Reversed-phase Ion-pair Chromatography)
  - ④ サイズ排除クロマトグラフィー (Size Exclusion Chromatography SEC)
  - ⑤ アフィニティークロマトグラフィー(Affinity Chromatography)
- 2.2.3 定性分析
- 保持係数
  - 分配係数
- 2.2.4 定量分析

信頼性ある定量値を得るために ;

これだけは知っておきたいHPLC測定のポイント  
 < HPLC (高速液体クロマトグラフィー)の基礎知識 >

#### HPLCの分離カラム基本特性、カラム機能及び安定性の確認方法

- 1) 標準溶液と試料溶液の測定環境を酷似させる。
- 2) 溶液と試料溶液の安定性を図る。
- 3) 有効数字の管理は、測定精度および作業効率を向上させる。
- 4) 液クロ測定用の試料溶液は、測定対象物質の濃度が検量線用の標準溶液のほぼ中間になるように調製する。
- 5) 移動相には、常に精製度の高い溶液を使用する。
- 6) 「信号ピークの高さ」を比較する場合には、信号の波形が完全に相似形であることを確認する。
- 7) 「信号ピークの面積」を比較する場合には、信号の重なりおよび信号のベースラインが明確であることを確認する。
- 8) カラム特性および分離カラム内での物理・化学的現象の特性を、測定前によく確認する。
- 9) 蛍光分析は励起波長・蛍光波長に対応する特性から物質に対する特異性が高く、検出感度が高いがその蛍光強度は溶液の状態・環境、特に溶媒の影響を受け易いのでバリデーションが必要。

【 演習問題 】 ; 6 問

### 第3単元

#### 分離分析の機器及び機器分析室の管理

##### 1. 分析機器の保守・管理分析機器のバリデーション及び保守管理

- 1) 予測的バリデーション (Prospective Validation)
  - 2) 同時的バリデーション (Concurrent Validation)
  - 3) 回顧的バリデーション (Retrospective Validation)
  - 4) 定期的バリデーション (Periodic Validation)
- 事例： a) pHメータの標準溶液の保存性：有効期間の確認  
b) HPLCのカラムの分解能及びクロマトグラム再現性に関する性能確認

## 2. 分析機器の校正 (Calibration)

### 2.1 事例 電子天秤の校正

### 2.2 事例 pHメータの校正

信頼性ある定量値を得るために；

これだけは知っておきたい pH 測定のポイント

< pH 及び pHメータの基礎知識 >

- <1. pHとは>
- <2. 酸性とアルカリ性>
- <3. 緩衝液(Buffer solution)・緩衝作用 (Buffer action) >
- <4. ガラス電極 pH計>
  - 4.1 原理
  - 4.2 構成
    - (1) 検出部
    - (2) 増幅部
    - (3) 表示部

### 2.3 事例；吸光光度計における波長の校正

<校正値の目安>

## 3. 分析機器の消耗部品の動作原理およびその取扱・管理

### 3.1 光源 (ランプ)

< 部品の取り扱いと管理に関する事例 >

< 分光計の光源ランプ >

- (1) 重水素ランプ
  - ① 構造
  - ② 動作原理
  - ③ 光源ランプの寿命
- (2) キセノンランプ
  - ① 構造
  - ② 動作原理
  - ③ 光源が安定するまでの時間
  - ④ 光源出力強度およびランプの寿命
  - ⑤ キセノンランプの使用上の注意

### 3.2 分光セル

- 1) 石英・ガラスの光透過率
- 2) 容器素材 (石英・ガラス) の物理・化学的特性およびその扱い

## 4. 定量の操作と計量器

< 化学用体積計の使用公差 >

【参考資料】 有効数字の取扱事例

## 5. 試薬の管理

### 5.1 試薬の品質に関する事項

- 5.1.1 規格と製造ロット
- 5.1.2 分析に対する妨害不純物の確認方法：ブランク試験

## 5.2 試薬の安全性に関する事項

- 1) 試薬の保管管理
- 2) 危険・有害性試薬の取扱い及び管理

## 6. 分析機器に関する記録の管理

- ① 装置に関する情報管理
- ② 保守管理：点検整備記録項目

【参考資料】 GHS に準拠した危険有害性項目及び対応する絵表示

【演習問題】；6問