

## 分析法シリーズ

## 液体クロマトグラフ (LC)

実務者のためのバリデーションを中心としたHPLC及び分光分析法

## 講座の概要

この講座の受講者は機器分析の業務に従事している実務者を想定しています。機器分析は多数の分析手法から構成されています。しかし、機器分析のエキスパートとなるためにはまず1つの分析手法について知識と技能を磨くことが大切です。このシリーズはそのための基礎となる講座です。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：分析産業人ネット 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(セロイチヨウ店) 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開催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	液体クロマトグラフ (M1008)		
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

## 実務者のための バリデーションを中心としたHPLC及び分光分析法

### 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するための分析法バリデーションに関する試験・検査要員及び開発研究者向けの実務講座である。

その目的は、機器分析法の基盤となっている分離・分析技法の内、汎用されるHPLC・分光分析法の基本的な原理・現象を実例に基づき理解し、分析法バリデーションを実施することにある。

指導講師は、食品メーカーで五訂日本食品標準成分表基礎データの作成、天然物を含む多成分系の経腸栄養剤4品目及び新薬1品目の医薬品製造承認申請、試験方法の変更申請、栄養食品等の開発に続くその品質管理の実務を担当し、また過去には分析機器メーカーに在籍していた。

本実務講座は、その実務経験に基づく分析値の信頼性を確保するための実務講座である。

本講座関連する著書；”Q&Aでわかる 液クロ トラブルシューティング“ 丸善出版 2006

・所属・役職・学位・氏名および業界での委員会活動等

スペクトル解析支援センター

Science & Technology Advisor

薬学博士 長谷川 秀夫

・本講座関連学協会活動； 日本食品標準成分表基礎データの作成委員、  
食薬区分の規制に関するミネラル検討会委員、  
日本人の食事摂取基準（2005年版）策定委員  
検査分析士資格推進委員

## 第1講座

# バリデーションを中心としたHPLC及び分光分析法

### 目 次

#### 第1講座

1. これだけは知っておきたい分光分析のポイント
  - 1.1. 吸光光度法の基礎知識
    - 1.1.1. 吸光光度法による定性・定量分析法の概要
    - 1.1.2. 光吸収と色
    - 1.1.3. 吸収スペクトル法による定性分析法（同一性確認）
    - 1.1.4. 吸収スペクトルによる定量分析法
    - 1.1.5. 吸光光度法の原理
    - 1.1.6. 吸光光度計における波長の校正
  - 1.2. 蛍光光度法の基礎知識
    - 1.2.1. 蛍光光度法による定性・定量分析法の概要
    - 1.2.2. 蛍光スペクトルと蛍光強度
  - 1.3. 分光器の消耗品的部品
    - 1.3.1. 分光器の消耗部品の動作原理及びその取扱・管理
      - 1.3.1.1. 光源ランプ
      - 1.3.1.2. 分光セル
2. 分析法バリデーション：Analysis validation
  - 2.1. バリデーションの必要性：I
  - 2.2. 測定値の信頼性検証の必要性；バリデーションの必要性：II
    - 2.2.1. 如何にして信頼性ある定量値を得るか？  
「精確さ：Accuracy」；真度，正確さ：Trueness と 精度：Precision
    - 2.2.2. 信頼性の検証；分析法バリデーション  
測定値の信頼性 「真度」・「精度」
      - 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
      - 4) 検量線の実用範囲：Range for calibration
      - 5) 検量線の直線性：Linearity for calibration
      - 6) 正確さ；真度/精度：Accuracy / Precision
      - 7) 堅牢性（頑健性）：Robustness
      - 8) 回収率：Recovery

#### 第1講座 [演習問題]

## 第2講座

### バリデーションを中心としたHPLC及び分光分析法

#### 目 次

##### 第2講座

1. HPLC分析法バリデーション (科学的根拠・妥当性の確認)  
    < 試料調製の重要性及び信頼性検証の必要性 >
2. これだけは知っておきたいHPLCの基礎知識と基本原理; バリデーションの必要性; III
  - 2.1. HPLCの基礎知識
    - 2.1.1. HPLCで使用される用語
    - 2.1.2. HPLCカラム内で起こっている分離現象 (液クロが“生き物”に例えられるわけ)
    - 2.1.3. HPLCで最も広範囲に応用・汎用されている順相系カラム及び逆相系カラムの概略
    - 2.1.4. HPLCの基本的用語の定義
  - 2.2. 液クロの定性と定量法の基本原理
    - 2.2.1. 定性分析: Qualitative analysis
    - 2.2.2. 定量分析: Quantitative analysis  
計測標準と計測のトレーサビリティ
      - 1) 絶対検量線法: Absolute calibration method
      - 2) 内部標準法: Internal standard method
      - 3) 標準添加法: Standard addition method
3. これだけは知っておきたいHPLCの測定のポイント
  - 3.1. 標準溶液と試料溶液の測定環境を酷似させる
  - 3.2. 標準溶液と試料溶液の安定化を図る
  - 3.3. 有効数字の管理は, 測定精度及び作業効率を向上させる
  - 3.4. 移動相には, 常に精製度の高い溶液を使用する
  - 3.5. 「信号ピーク高さ」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
  - 3.6. 「信号ピーク面積」を比較する場合には, 信号の重なり及び信号のベースラインが明確であることを確認する
4. ～信頼性ある測定値を得るためには, 何を確認すればいいのか? ～
  - 4.1. 食品と医薬品: Foods and Medical supplies
  - 4.2. 信頼性ある測定値を得るためには, 何を確認すればいいのか?  
    「設定した測定条件」の妥当性を検証する方法
    - 4.2.1. 医薬品製剤など構成成分が明確になっている検体
    - 4.2.2. 食品, 生体成分など構成成分が明確になっていない検体

##### 第2講座 [演習問題]

## 第3講座

### バリデーションを中心としたHPLC及び分光分析法

#### 目 次

##### 第3講座

##### 1. HPLC分析のノウハウ

- 1.1. これだけは知っておきたいHPLCの測定時に発生し易いトラブルとその原因
  - 1.1.1. 2種類の溶液を混合する場合には、調整処方に従って忠実に調整する
  - 1.1.2. 移動相の流速に対するカラム内圧力の影響
  - 1.1.3. 移動相溶液中の気泡及び溶存ガスを適切に低減させる方法を用いた上で測定する
  - 1.1.4. 液クロでの気泡発生に伴う障害及び溶存酸素の影響
  - 1.1.5. 移動相中の溶存ガスの除去方法：脱気処理方法
- 1.2. 『液クロ』トラブルシューティング Q&A；事例に基づく測定のポイント
  - 1.2.1. 標準溶液調製用の希釈溶媒が不適當であった事例  
SOP；試薬の品質に関する事項；規格と製造ロット
  - 1.2.2. 標準溶液及び試料溶液を調製する溶媒の組成が不適當
  - 1.2.3. 分析カラムの性能劣化
  - 1.2.4. カラムと移動相組成との組合せが不適當

##### 2. 試薬の管理

- 2.1. 試薬の品質に関する事項
  - 2.1.1. 規格と製造ロット
  - 2.1.2. 分析に対する妨害不純物の確認方法：ブランク試験
  - 2.1.3. 測定用試料調製及び移動相溶液調整における基礎知識  
ガラス電極 pH計の 原理及び pH標準液の安定性

##### 第3講座 [演習問題]