

2024後期 分析化学1 配布プリント①

資料

教科書：パートナー分析化学I 改訂第4版 (南江堂)

配布プリント、スライド

評価方法：定期試験100% (薬学連携演習2での学習事項も出題範囲となる)

予習・復習について：予習1~2時間、復習1~2時間

授業内容の範囲

第1章 序論

第2章 定量分析総論

第3章 容量分析総論

第4章 酸・塩基平衡、中和滴定、非水滴定

第5章 錯体・キレート生成平衡、キレート滴定

第6章 沈殿平衡、沈殿滴定

第7章 酸化還元平衡、酸化還元滴定

分析化学とは (シラバスより)

分析化学は、試料中に何がどれだけ含まれているのかを決定するための学問であり、薬学領域においては創薬科学、医療薬学、生命科学、衛生薬学のあらゆる分野で不可欠な基盤となるものです。分析化学の進歩に伴い、測定可能な試料や濃度の範囲は広がり、分析操作は効率化され、分析値の信頼性も向上してきました。分析化学は、薬学に限らず実験科学全体の基盤としてその発展に貢献してきたのです。

「分析化学1」では、種々の化学的分析法を理解するために必要な基礎的事項、特に、水溶液中における各種の化学平衡について講義します。

定性分析…成分の種類を調べる操作定量分析…各成分の存在量を決定する操作

分析化学の使い道

1. 医療

① 医薬品の品質管理 (定性分析、定量分析、純度試験)② 血液・生体サンプルの生化学検査③ 創薬

2. 医療以外

① 食品

② 環境

③ 科学捜査

項目	目的	分析方法
定性分析	物質の種類の決定	元素分析、分光分析、薄層 chromatography、質量分析
定量分析	試料中の成分の量の決定	滴定法、分光分析、HPLC、GC、MS
純度試験	試料中の不純物の量の決定	HPLC、GC、MS
安定性試験	試料の安定性の評価	加速試験、長期試験
生体サンプルの分析	生体サンプル中の成分の量の決定	分光分析、HPLC、GC、MS
食品分析	食品中の成分の量の決定	分光分析、HPLC、GC、MS
環境分析	環境中の成分の量の決定	分光分析、HPLC、GC、MS
科学捜査	証拠品の分析	分光分析、HPLC、GC、MS



分析法の分類

分析法による分類

1. 化学的分析法：主として溶液中の化学反応を用いて行う分析 (分析化学1)
2. 物理的分析法：物理的あるいは物理化学的手段を用いて行う分析 (機器分析)
3. 生物学的分析法：動物、植物、微生物等の生物材料を用いて行う分析 (バイオアッセイ)

分析規模による分類：区分に明白な境界はなく、おおよその見方

表1-1 分析規模による分類

	試料量	使用天秤
常量分析	0.1~数g	化学はかり (±0.1 mg) ← 薬量分析にこれ
半微量分析	1~100 mg	セミマイクロ化学はかり (±0.01 mg)
微量分析	1~10 mg	マイクロ化学はかり (±0.003 mg)
超微量分析	1 mg 以下	ウルトラマイクロ化学はかり

分析試料の秤量に関わる用語

精密に量る：量るべき最小値を考慮し、0.1 mg、0.01 mg、0.001 mgまで量ること

正確に量る：指示された数値の質量をその桁の数まで量ること

約：記載された量の±10%をいう

第2章 定量分析総論

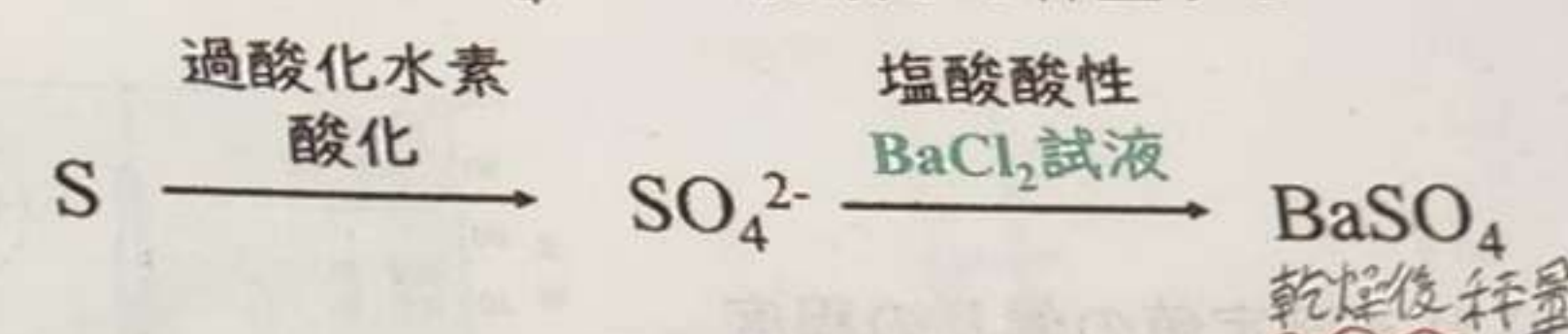
2. 定量分析の種類

A. 化学的分析法…溶液中の化学反応を用いる分析

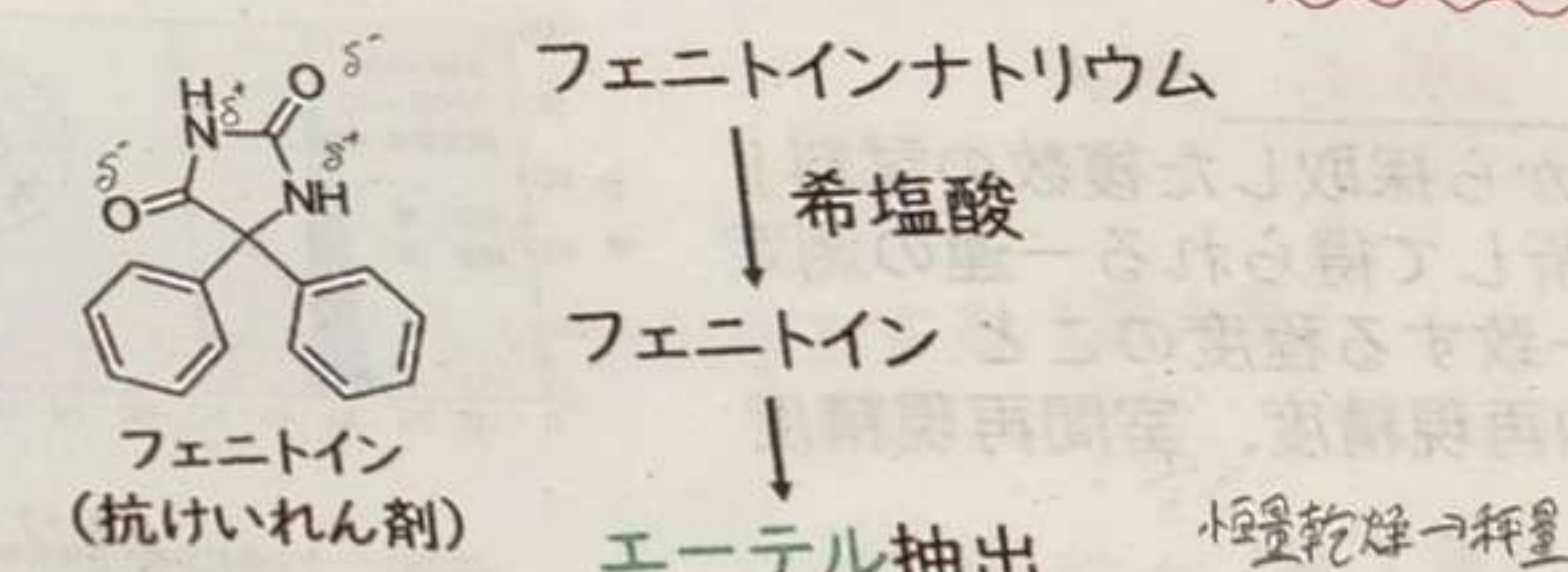
- 1) 重量分析法…定量したい成分を沈殿・抽出・揮発などの分離操作により、試料中に存在している状態のまま、あるいはこれと既知の化学当量関係にある物質に導き、その質量を量ることにより定量する方法

恒量…物質の強熱により水や揮発性成分を揮散させて得られる、加熱してもそれ以上変化しない一定重量のこと

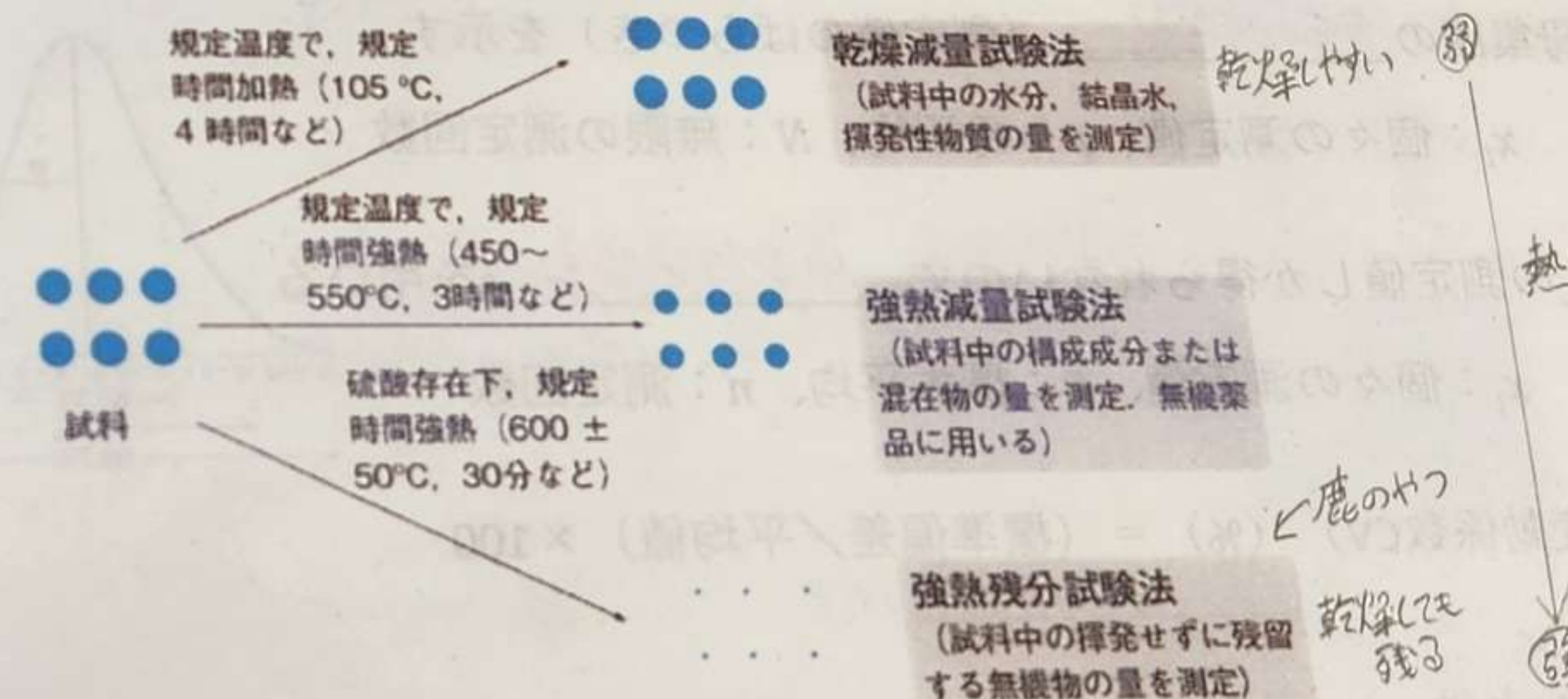
- a. 沈殿重量法…試料に沈殿剤を加えて沈殿させ、ろ取して秤量する方法 (例) イオウをBaSO₄として沈殿させ秤量する



- b. 抽出重量法…試料中の目的物質を適当な溶媒で抽出し、溶媒を留去して秤量する方法



- c. 揮発重量法…目的物質あるいは混入物が揮発性である場合に、揮発前後の質量差から定量する方法



- 2) 容量分析法…第3章以降

- 3) ガス分析法…ガスクロマトグラフィーの発達で現在はあまり用いられない

B. 物理的分析法 (機器分析)

C. 生物学的分析法 (バイオアッセイ)

第3章 容量分析総論

A. 容量分析法とは

- 分析対象物質の溶液に 標準液 を添加し、

3. 分析データの取扱い

A. 有効数字とその計算：教科書p15-16参照

B. 誤差

1) 系統 誤差

- 繰り返しの測定時に 一定 の方向に生じる誤差 = 原因が 解明できる 誤差

2) 偶然 誤差

- 繰り返し測定しても一定の方向に生じるわけではない誤差 = 予測 できない誤差

3) 誤差の表し方

絶対誤差 = 測定値 - 真の値

相対誤差 (%) = (絶対誤差 / 真の値) × 100

C. 真度と精度

1) 真度

- 「正確さ」 を表す

- 分析法で得られる測定値の偏りの程度
= 系統誤差の影響を評価するパラメータ

2) 精度

- 「精密さ」、「再現性」 を表す

- 「均質な検体から採取した複数の試料」を繰り返し分析して得られる一連の測定値が、互いに一致する程度のこと

- 併行精度、室内再現精度、室間再現精度

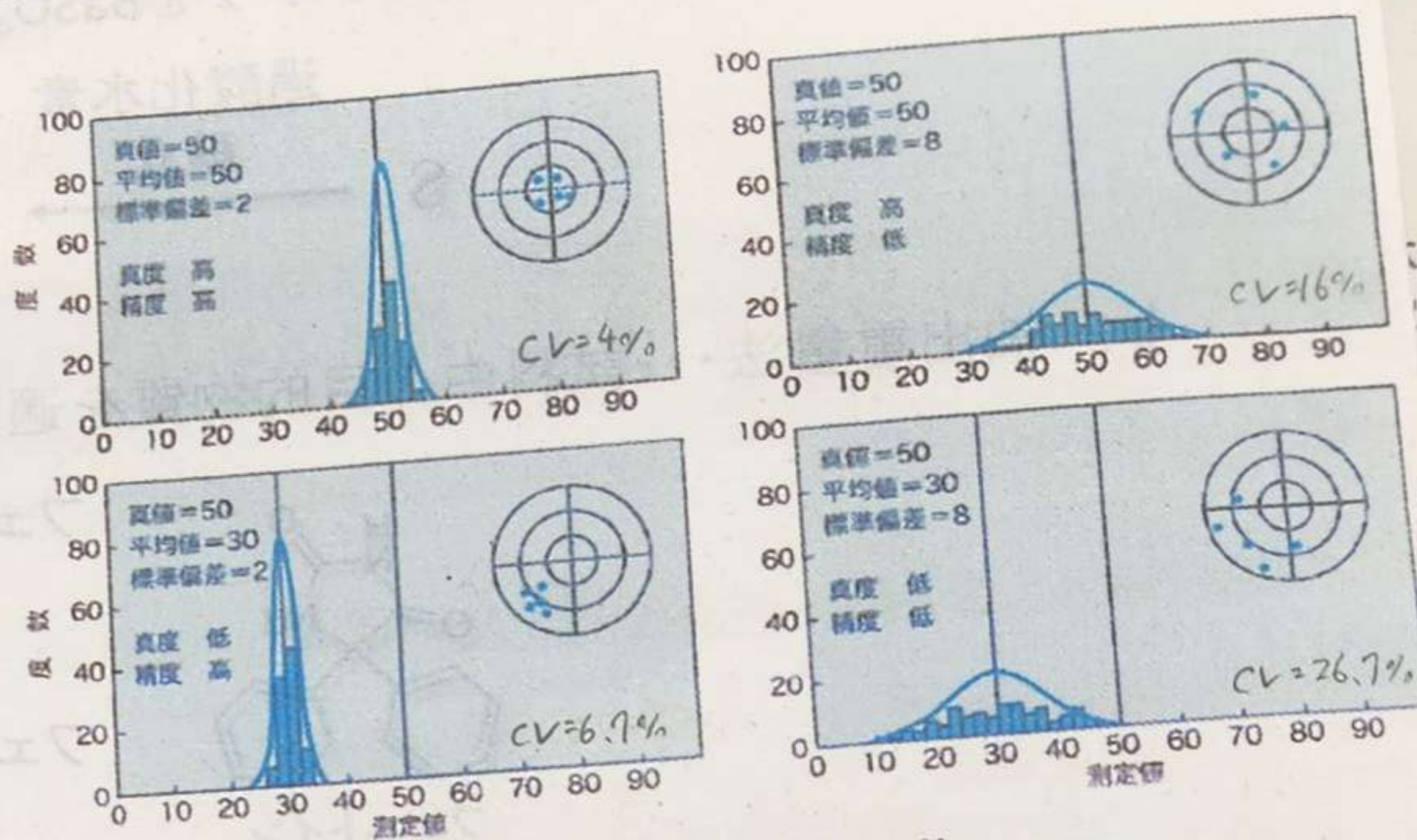


図1-1 正確さ(真度)と精密さ(精度)
100個のデータの度数分布と正規分布曲線を示す。図上の・はデータの分布のイメージを表す。

D. 標準偏差

- ある実験を 無限 回実施して得た無限個の測定値の集まりを 母集団 という (ガウス分布) に従う
- 母集団の分布 (横軸：測定値、縦軸：頻度) は 正規分布

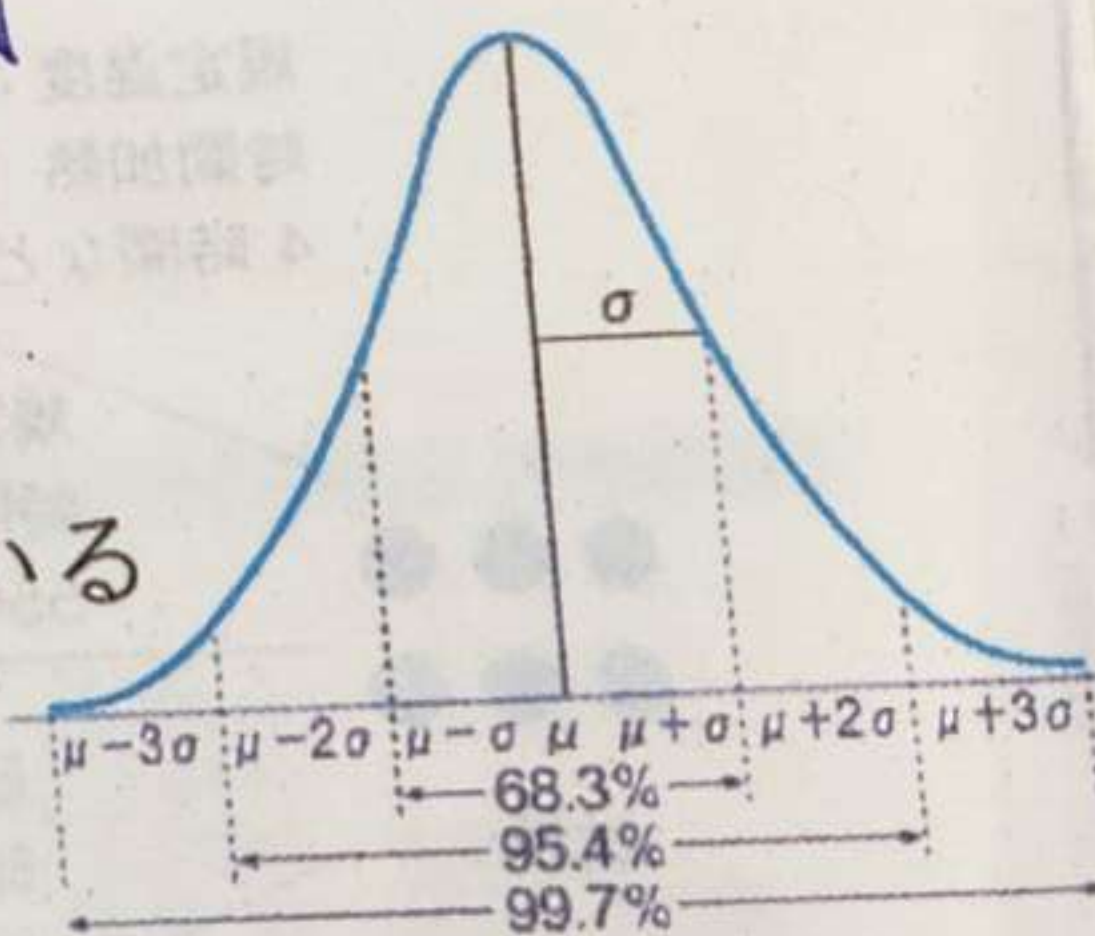
- 標準偏差 σ は母集団の 分布の広がり (測定値のばらつき) を示す

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \mu)^2}{N}}$$

x_i : 個々の測定値、 μ : 母平均、 N : 無限の測定回数

- 実際は 有限個 の測定値しか得られないので、標本標準偏差 s を用いる

基本こっち $\rightarrow s = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$ x_i : 個々の測定値、 \bar{x} : 標本平均、 n : 測定回数



- 相対標準偏差 (変動係数 CV) (%) = (標準偏差 / 平均値) × 100
標準偏差の平均値に対する割合

4. 分析法バリデーション

A. 分析法バリデーションとは

医薬品の試験法に用いる 分析法 が、分析法を使用する 意図 に合致していること、すなわち、分析法の誤差が原因で生じる試験の判定の 誤りの確率 が許容できる程度であることを科学的に 立証 すること

B. 分析能パラメーター... 分析法の 多量性 を示すために用いる 評価基準 のこと

1) 真度、精度

2) 特異性(選択性)

- 共存物の存在下で、試料中の分析対象物を正確に測定する能力のこと

3) 検出限界

- 分析対象物の 検出 が可能な最低の量 (濃度) のこと。検出限界では 定量 できるとは限ら

4) 定量限界

- 分析対象物の 定量 が可能な最低の量 (濃度) のこと

5) 直線性

- 分析対象物の量 (濃度) に対して、直線 (比例) 関係にある測定値を与える分析法の能力のこと

6) 範囲

- 適切な精度と真度を与える分析対象物の下限と上限の量 (濃度) に挟まれた領域のこと

