

まえがき

この規格は、工業標準化法第 14 条によって準用する第 12 条第 1 項の規定に基づき、社団法人日本分析機器工業 (JAIMA) / 財団法人日本規格協 (JSA) から工業標準原案を具して日本工業規格を改正すべきとの申出があり、日本工業標準調査会の審議を経て、経済産業大臣が改正した日本工業規格である。これによって、**JIS K 0126 : 1989** は改正され、この規格に置き換えられる。

フローインジェクション分析通則

General rules for flow injection analysis

1. **適用範囲** この規格は、フローインジェクション分析装置を用いて、無機物、有機物の定量分析を行う場合の共通事項について規定する。

2. **引用規格** 次に掲げる規格は、この規格に引用されることによって、この規格の規定の一部を構成する。これらの規格は、その最新版（追補を含む。）を適用する。

JIS K 0211 分析化学用語（基礎部門）

JIS K 0212 分析化学用語（光学部門）

JIS K 0213 分析化学用語（電気化学部門）

JIS K 0214 分析化学用語（クロマトグラフィー部門）

JIS K 0215 分析化学用語（分析機器部門）

3. **定義** この規格で用いる主な用語の意味は、JIS K 0211、JIS K 0212、JIS K 0213、JIS K 0214 及び JIS K 0215 によるほか、次による。

なお、括弧内の対応英語は参考のために示す。

- a) **フローインジェクション分析** (flow injection analysis, FIA と略す) フローインジェクション法を利用した定量分析。
- b) **フローインジェクション法** (flow injection method) 細管内の試薬又は試料の流れの中にそれぞれ試料又は試薬を導入し、反応操作などを行った後、下流に設けた検出部で分析成分を検出して定量する分析方法。
- c) **流路系** (flow system, manifold) フローインジェクション分析装置において、細管で結合された装置内を流れる流体の流れ系。
- d) **フローインジェクション滴定法** (flow injection titration) 試料を試薬の流れに導入し、混合器で十分に分散、反応させたのちに得られる応答曲線の幅から濃度を求める方法。ただし、試薬として各種の緩衝液を用いる場合には混合器を用いずに中程度以下の分散とし、応答曲線とのピーク高さを定量に用いる。
- e) **マージングゾーン法** (merging zone method) 二つのキャリヤーの流れにそれぞれ試料及び／又は試薬を導入し合流する方法。
- f) **ダブルインジェクション法** (double injection method) 試料の濃度又は量を変えて流れの中に 2 か所に分けて導入する方法。
- g) **サンドイッチインジェクション法** (sandwich injection method) 流路系の同一場所に設けた複数の導入器から試料及び試薬を同時に導入する方法。

- h) **ストップフロー法** (stopped flow method) キャリヤーの流れを一時的に停止させる方法。この方法には、検出器のフローセル内で停止させて反応の時間変化を観測する方法及び混合器の中で停止させて分散を抑えて反応時間を長くする方法の二つがある。
- i) **分散** (dispersion) キャリヤーの流れによる試料又は試薬のセグメントの希釈、混合。細管の内径、長さ、キャリヤーの流量などに依存する。
- j) **セグメント** (segment) 細管中の流体に試薬、試料、有機溶媒などを導入したときにできる分節（帯）。
- k) **合流点** (merging point) 二つ以上の流路が一つに交わる場所。
- l) **滞留時間** (residence time) 試料を導入してから、応答曲線の最大値が得られるまでの時間。
- m) **応答曲線** (response curve) 検出部からの信号を記録して得られる図形。
- n) **キャリヤー** (carrier) 細管中の試料及び試薬を搬送する流体。
- o) **ポンプ** (pump) 流体を送る装置。
- p) **細管** (tube) 流体の流路を構成する細い管。
- q) **導入器** (injector) 試料又は試薬を細管中の流体に導入する器具。
- r) **セグメンター** (segmentor) 溶媒抽出を行う場合、水相の流れと有機相の流れとを合流させる器具。
- s) **混合器** (mixer) 試料と試薬を混合させる器具。
- t) **反応器** (reactor) 試料と試薬を反応させる器具。
- u) **抽出器** (extractor) 試料中の特定成分を抽出する器具。
- v) **相分離器** (phase separator) 水相と有機相に分離する器具。
- w) **気液分離器** (gas separator) 気体セグメントと液体セグメントの分離、又は液体から溶存気体を分離する器具。
- x) **濃縮器** (concentrator) 試料中の特定成分を分離・濃縮する器具。
- y) **分割器** (divider) 一つの流路を複数の流路に分割する器具。

4. 装置

4.1 装置の構成 フローインジェクション分析装置は、送液部、試料導入部、反応部（又は操作部）、検出部、細管、指示・記録部などで構成する。その基本構成の一例を図1に示す。試料、試薬及びキャリヤーは、細管の中で連続的な流れ系を形成する。

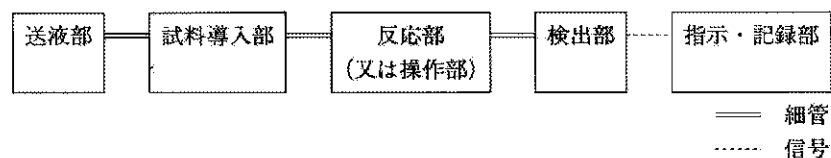


図1 フローインジェクション分析装置（一例）

備考1. 図1は、送液部によって送られる試薬又はキャリヤーの流れの中に試料を導入する方法の例である。このほか、試料の流れの中に試薬を導入する方法もある。この方法を逆 FIA (reversed FIA) という。本法では、試料導入部に対応する部分が試薬導入部となる。

2. 分析目的、分析成分及び分析方法によって、構成を変更することもある。

- a) **細管** 液体の流路を構成する細管は、次の条件を満たすものとする。
 - 1) 耐薬品性に優れているもの。
 - 2) 使用する圧力に耐えうるもの。

3) 均一な内径をもつもの。

b) **送液部** 送液部は、ポンプ、ダンパーなどで構成され、次の条件を満たすものとする。

- 1) 定流量精度が高いもの。
- 2) 脈流が小さいもの。
- 3) 接液部の材質が耐薬品性に優れているもの。

c) **試料導入部** 試料をキャリヤー中に導入するための部分で、次のようなものがある。

- 1) 導入器、合流式の流路などを用い、試薬又はキャリヤーの流れに試料を導入し、セグメントを作るもの。

備考 試料又はキャリヤーの流れに試薬を導入し、セグメントを作る場合もある。

- 2) 複数個の流路を用い試料と試薬が合流するように配置されるもの。

d) **反応部（又は操作部）** 反応部（又は操作部）は、細管と次の器具との組み合わせで、それぞれ反応、抽出、希釈、濃縮などの操作ができるものとする。

- 1) 混合器
- 2) 反応器
- 3) 抽出器
- 4) 気液分離器
- 5) 濃縮器
- 6) 分割器

e) **検出部** 検出部は、目的成分の濃度に応じた応答信号を発生するもので、分析目的に応じて次の検出器などが使用できる。

なお、フローセルなど溶液が通過又は接触する部分は耐薬品性及び耐食性に優れていることが必要である。

- 1) 分光光度検出器
- 2) 蛍光検出器
- 3) 電気化学検出器 ガラス電極、イオン選択電極、ORP 電極などを用いる電位差検出器、クーロメトリー、ボルタンメトリー、アノーディックストリッピング法などに用いる電流検出器など。
- 4) 原子吸光検出器
- 5) 化学発光検出器

その他の検出器として、誘導結合プラズマ発光分光分析計なども用いることがある。

f) **指示・記録部** 指示・記録部は、検出器からの信号を指示し、記録するものである。

備考 記録装置にはデータ処理装置の機能をもつものもある。

g) **附属装置** 附属装置は、必要に応じ次のものが付加できる。

- 1) データ処理装置 検出器からの信号を各種のデータ処理方法によって処理できるものとする。

備考 データ処理装置には記録装置として使用できるものもある。

- 2) 自動試料導入装置
- 3) 脱ガス装置 安定したポンプ送液を確保するために、溶媒中の溶存ガスを十分に取り除くことができるものとする。
- 4) 反応恒温槽 反応部の細管など反応器を任意の一定温度に保持し、かつ、温度分布を均一に保てる機能をもつものとする。

4.2 分析方法 フローインジェクション分析には種々の方法があるが、反応系、導入方法、測定方法などの組み合わせによって目的に適した分析方法を選択する。

a) 試料・試薬の導入 一般的には、キャリアー中に試料を導入し、試薬の流れと合流する方法が用いられる。その他、導入には、次の方法がある。

- 1) 試薬の流れの中に試料を導入する方法。
- 2) 試料の流れの中に試薬を導入する方法。
- 3) ダブルインジェクション法
- 4) マージングゾーン法
- 5) サンドイッチインジェクション法

b) 操作の種類 次のような操作を流れの中で行うことができる。

- 1) 化学反応 発色反応、酸化還元反応、酵素反応など
- 2) 分離・濃縮 イオン交換、吸着などによる分離・濃縮
- 3) 抽出
- 4) 気液分離
- 5) 希釈
- 6) フローインジェクション滴定
- 7) ストップフロー法
- 8) 複数成分の同時分析 異なる分析操作及び検出方法の組み合わせによる同時分析

5. 操作

5.1 分析方法の設定 個別規格で定める条件に従い、次の項目について必要事項を考慮して設定する。

a) 流路系の構成

- 1) 流路系の形式
- 2) 試料導入部から試薬の合流点までの細管の長さ
- 3) 合流点から検出部までの細管の長さ
- 4) 加熱・冷却部分がある場合には、その長さ、温度など

b) 送液部の種類

c) 細管の材質及び内径

d) 試薬の組成並びに流量又は流速。 キャリヤーを用いるときは、その組成並びに流量又は流速

e) 試料導入器の種類及び試料導入量

f) 反応部（又は操作部）の種類

g) 検出器の種類

h) 1 試料当たりの分析所要時間又は 1 時間当たりの処理能力

5.2 装置の安定性の確認 予備試験として標準液又は試料を導入し、ノイズレベル、ベースラインのドリフトなどが測定に支障のないことを確認する。

5.3 試料の調製 個別規格で定める条件に従って試料の調製を行う。

5.4 試料の導入 試料を速やかに流路に導入する。ループバルブやマイクロシリンジなどを用いる。

5.5 記録 試料成分の応答曲線が記録紙上を振り切ることがないように記録の出力幅を調節する。

なお、データ処理装置を用いる場合、出力の飽和に注意を払う。

6. 定量分析

6.1 定量法 定量分析を行うに当たっては、あらかじめ、5.2 に従って装置が安定に作動していることを確認する。

得られた応答曲線からピーク高さ、ピーク幅又はピーク面積のいずれかを測定し、検量線によって定量を行う。また、応答曲線のこう配、その時間的变化又は応答曲線の幅を測定して定量を行うこともできる。

6.2 マニュアルによる測定

a) ピーク高さの測定 ピークの頂点から下ろした垂線がベースラインと交わる点までの距離をピーク高さとする。ベースラインは、ピークの始点とピークの終点を結んで決定するが、次の事項を考慮する。

- 1) **ピークの前又は後に負のピークが現れる場合** 図2に示すように、試料成分によるピークの前又は後に負のピークが現れることがある。このような場合には、図2のようにピークの始点と終点を結んだ線をベースラインとする。

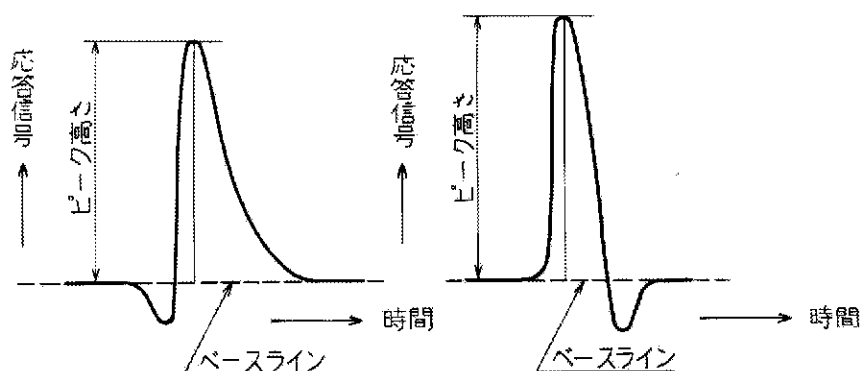


図2 負のピークが現れる場合のピーク高さの測定（例）

- 2) **ベースラインが傾斜している場合** 図3に示すようにピークの始点と終点を結んだ線をベースラインとする。

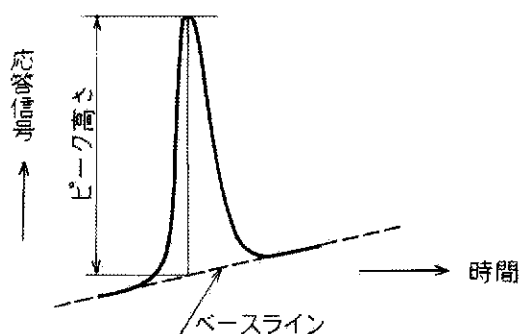


図3 ベースラインが傾斜している場合のピーク高さの測定（例）

b) ピーク面積の測定 ピーク面積の測定は、次に示す方法によって行う。

- 1) **半値幅法** 図4に示すようにピーク高さ (H) の中点から時間軸に平行線を描き、ピークによって切られる線分を半値幅 (W) とし、ピーク面積 (A) は、 $A=H \cdot W$ として算出する。ただし、この方法は、著しいベースラインの変動又はテーリングが認められるピークには適用しない。

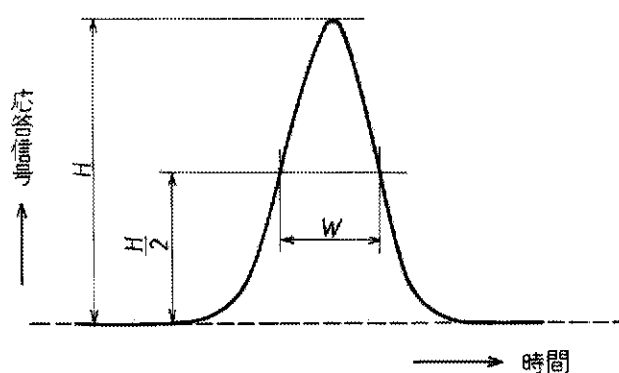


図4 半値幅法によるピーク面積の測定 (例)

- 2) 三角形近似法 図5のようにピーク高さ (H) とピーク斜面に沿って引かれた接線がベースラインと交わる点によって決められる底辺の幅 (B) を求め、ピーク面積 (A) は $A = (1/2) \cdot B \cdot H$ によって求める。

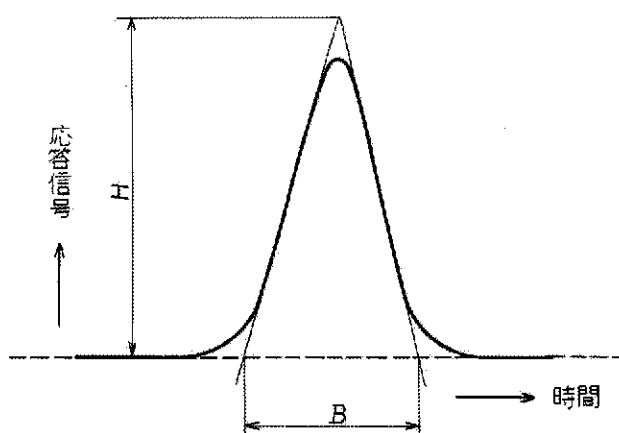


図5 三角形近似法によるピーク面積の測定 (例)

- c) こう配の測定 ストップフロー法による反応化学種の定量を行う場合は、試料が検出部に達したときに流れを停止し、図6に示すように、停止時間 (ΔT) において得られる信号の変化量 (ΔH) を測定する。こう配 (S) は $S = \Delta H / \Delta T$ によって求める。

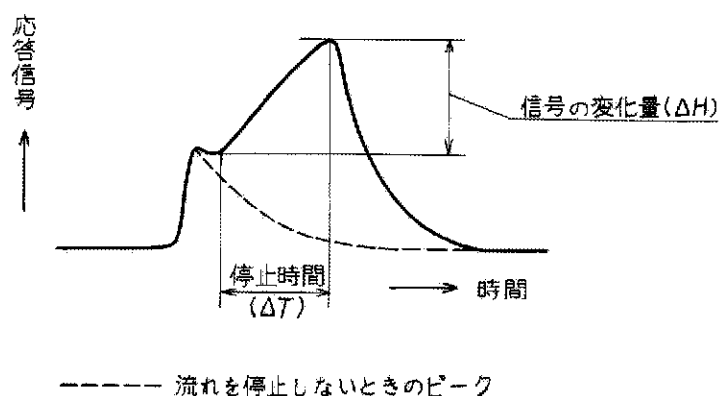


図6 こう配の求め方 (例)

- d) 応答曲線の幅の測定 フローインジェクション滴定法による定量では、得られた応答曲線の幅を測定し、試料中の測定対象成分の濃度を求める。

備考 フローインジェクション滴定法では、ピーク高さによって定量を行うこともある。

6.3 データ処理装置を用いる測定 応答曲線のピーク高さ、ピーク面積などの測定は、データ処理装置を用いて行うことができる。ただし、データ処理装置の設定条件は、応答曲線の形状に合わせ、適切に選ばなければならない。

6.4 検量線の作成 濃度の異なる検量線用標準液を数個導入し、応答曲線を記録して、ピーク高さ、ピーク幅、ピーク面積又はこう配を測定する。この測定値を縦軸に、測定対象成分濃度を横軸にとり、検量線を作成する。図 7 にその一例を示す。

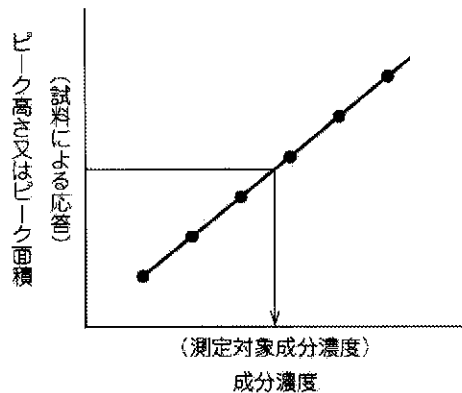


図 7 検量線 (例)

備考1. 検量線用標準液の濃度の範囲は、試料の中の濃度を含むように定めることが望ましい。

2. ダブルインジェクション法においては、必要に応じて測定値のうち一方を用いる。

3. 一つの試料について通常複数回測定し、平均値を求めることが望ましい。

6.5 定量値の表し方 定量値は、%, vol%, ppm, volppm, mg/l, g/m³, mol/dm³などで表す。

7. データの質の管理 (精度管理) データの質の管理のために定期的な装置性能の点検、ノイズレベルの安定性の点検、測定の有効性、ブランク値の確認、検出下限の確認などを行うことが望ましい。

7.1 定期的な装置性能の点検 装置性能の確認には、分析目的成分に対し、5.で定められた一定条件で作動させたとき、ベースラインの安定性、ノイズレベルの確認などを分析目的に応じてあらかじめ定められた一定期間ごとに確認することが望ましい。

a) **ベースラインの安定性** あらかじめ定められた条件下において、所定時間内のベースラインのドリフトが所定の範囲内で安定していることを確認する。

b) **ノイズレベルの確認** 装置の検出下限が確認できるベースラインで、ノイズの変動幅が一定の幅の中で安定していることを確認する。

c) **検出性能の確認** 定期的に既知濃度の検量線用標準液を用いて、所定の応答曲線が得られることを確認する。

7.2 測定の有効性の確認 連続して試料を測定する場合、測定の有効性が保たれているかを調べるために、濃度の異なる二つの検量線用標準液を試料として用い、それぞれの測定を行う。それぞれの応答が該当する検量線用標準液濃度の応答と一定の範囲内で一致することを確認する。

7.3 繰返し性の確認 同一試料を連続で 6 回以上注入し、そのときの相対標準偏差値が分析目的に応じて定めた基準値以下であることを確認する。

7.4 ブランク値の確認 測定中における誤差要因などを推定するために、試料測定と併行してブランク値の確認を行う。

7.5 検出下限及び定量下限の確認 5.で定められた一定条件で作動させたときに、その方法での検出下限及び定量下限を定期的に確認する。この検出下限及び定量下限は、使用する装置の状態によっても変動するため、ある一定周期で確認し、常に所定の値が得られるように管理する。また、使用する装置又は測定条件を変更した場合は必ず確認をする。確認には次の方法がある。

可能な限り低い濃度の検量線用標準液を用いて測定する。この操作を 6 回以上繰り返し、得られた測定値から標準偏差を求め、その 3 倍に相当する濃度を分析方法の検出下限、10 倍に相当する濃度を分析方法の定量下限とする。

8. 設置及び注意事項など

8.1 フローインジェクション分析装置の設置場所 装置設置場所は、次の条件を備えた室内が望ましい。

- a) 室内の温度 5～35℃、相対湿度 30～85%で急激な変化がなく、結露しない。
- b) 振動が少なく、直射日光が当たらない。
- c) 腐食性ガス及びほこりが少なく、十分に換気がなされている。
- d) 大型変圧器、高周波加熱炉などからの電磁誘導の影響がない。
- e) 供給電源は装置の仕様に指定された電圧、電気容量及び周波数である。
- f) 接地抵抗 100Ω以下の接地点がある。

8.2 安全についての注意事項 安全確保のため、次の事項に注意しなければならない。

- a) 試料及び分析に使用する化学薬品の取扱いは、爆発性、引火性、毒性、有害性などに十分留意し、それらの廃棄についても安全化、無害化などの処置を行い、条例などに指示された方法に従って廃棄する。

特に毒物、劇物の取扱いは“毒物及び劇物取締法”の諸規定に従うものとする。

- b) 装置の運転に先立ち、細管の接続部、流路などから液漏れがないかどうかを十分に点検する。また、運転中も液漏れに留意する。
- c) フローインジェクション装置及び周辺機器を接地点に接地する。
- d) 高圧容器詰め的气体を使用するときは、“高圧ガス保安法”、“一般高圧ガス保安規則”の諸規定に従う。
- e) 装置の点検、修理は原則として電源を切って行う。

9. 分析結果の記載方法 分析結果には必要に応じて定量値のほかに、次の事項を記載する。

- a) 分析年月日及び分析者
- b) 試料名
- c) 分析成分及び分析方法
- d) 装置の製造業者及び形名
- e) 流路の構成
- f) 送液部の種類
- g) 細管の材質及び内径
- h) 試薬の組成及び流量又は流速
- i) 試料導入器の種類及び試料導入量
- j) 検出器の種類

k) 応答曲線の記録

10. 個別規格に記載すべき事項 フローインジェクション分析方法を規定するに当たっては、少なくとも次の事項を規定しなければならない。

- a) 分析成分及びその濃度範囲
- b) 試料の前処理及び保存方法
- c) 分析方法及び測定条件
- d) 分析装置
 - 1) 流路構成
 - 2) 送液部の種類
 - 3) 細管の種類
 - 4) 試料又は試薬の導入の方式
 - 5) 操作部の種類
 - 6) 検出器の種類
 - 7) 指示・記録の方式
- e) 定量方法
- f) 分析結果の表示

フローインジェクション分析通則 JIS 改正原案作成委員会 構成表

	氏名	所属
(委員長)	小 熊 幸 一	千葉大学
	山 田 正 昭	東京都立大学
	川 瀬 晃	元工業技術院化学技術研究所
	橋 本 進	財団法人日本規格協会
	小 倉 久 子	千葉県水質保全研究所
	樋 口 慶 郎	東京化成工業株式会社
	古 川 良 知	京都電子工業株式会社
	黒 石 忠 文	株式会社日立製作所
	後 藤 良 三	東亜ディーケーケー株式会社
	宮 路 敏 彦	日本分光株式会社
	村 木 秀 樹	サマキ工業株式会社
	小 島 誠 司	株式会社島津製作所
	伊 東 哲	東亜ディーケーケー株式会社
	林 則 夫	三菱化学株式会社
(幹事)	久 本 泰 秀	社団法人日本分析機器工業会 (株式会社日立製作所)
	宮 川 清 孝	社団法人日本分析機器工業会
(事務局)	戸野塚 房 男	社団法人日本分析機器工業会