

The HITACHI SCIENTIFIC INSTRUMENT DIGEST

OCT. 1971
No. 62

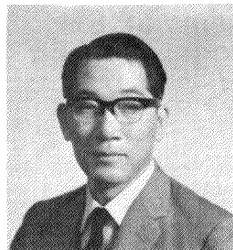
研究機器センター

10年程前に、日立製作所に格子型自記赤外分光光度計の製作をお願いしたことがある。当時、わが国で製作され市販されていた赤外分光光度計はほとんどプリズム型で格子を用いたものは試作の段階であった。私が製作をお願いした格子型の装置は測定波長範囲も広く、当時の多くの装置の測定範囲が 650cm^{-1} までであるのに対し 400cm^{-1} まで測定できるものであった。特色のある装置で、性能が良く、現在でも十分にその能力を発揮しているが、この装置が各種の付属品まで含めて600万円位だったと覚えている。科学研究費補助金（機関研究）で購入したのであるが、当時は、申請できる研究経費の多い方の機関研究（A）で最高1000万円であった。現在は、補助金の目的の変更に伴い名称も一般研究（A）と変り、研究経費も2500万円までに増額されている。この範囲で研究計画を考え、必要な機器の購入を申請するわけである。X線解析装置、NMR、ESR測定装置、質量分析計など2000万円前後から2500万円近い機器が申請されている。大学でこれ以上の額の機器を必要とする場合は、概算要求中の特別設備費という費目で予算請求をするのであるが、最近、大阪大学で設置された2000kVの電子顕微鏡は2億円以上のものである。また、300メガのNMR測定装置などの設置も計画されているが、これも各種付属品を入れると2億円近い予算が必要である。

機器がこのように大型になり、それに伴って高性能化すると、購入経費に加えて、その維持管理が問題となる。高性能の機器を適正に保守し、その能力を十分に発揮させるためには、多額の維持管理費と優秀なオペレータが必要であることは論を俟たない。この種の大型高性能機器を必要とする研究分野は数多いのであるが、大学に関する限り一研究室あるいは一教室が単独で、1億円に近いあるいはそれ以上の大型高性能機器を購入し維持することは一般的にいて極めて困難なことである。仮りにできたとしても、研究費の効率的使用と研究要員の効率的配置という点からは望ましくない場合が多いであろう。

これらの問題を解決し、さらに今後一層の進展をみせると思われる機器の大型化と高性能化に対処するために“研究機器センター”の計画的設置を提案したい。研究機器センターを設けることによって、共同利用の機器の集中管理を行ない、効率的な使用を可能にするのである。さらに、測定機器をセンターに集中的に設置することによって、オン

田 中 信 行*



ライン化が容易になるという利点もある。

もちろん、全ての研究機器をセンターに集めようというのではない。多分野の研究者によって利用される頻度が高く、保守運転に技術を必要とする大型高性能機器のみが対象となる。たとえば、NMR測定装置でも60メガ程度のものは、原則として、センターで管理する必要はないであろう。

既に設置されている学内共同利用センターとしては、アイソトープ総合センター、低温センターなどがあり、全国共同利用センターには大型計算機センター、核物理研究センターなどがある。研究機器センターには、設置される機器の種類と規模に応じて両者の場合があってよいように思う。あるいは、他大学、他研究機関の研究者も自由に機器を利用できるような制度の学内共同利用センター方式をとるのがよいかも知れない。いずれの方式であっても、研究機器センターには中程度の電子計算機を設置すると共に大型計算機センターとの直結によって自動測定を可能にし、測定精度の向上と測定時間の短縮を計ることが望ましい。さらに、データステーションの役割も賦与できれば申し分ないであろう。

以上、大学における研究機器センターの設置について述べたが、民間の研究者も利用できる機構の研究機器センターを設置する方が、国全体の研究資金の効率的な使用という点からは望ましいかも知れない。研究を要する問題である。機器の進歩と研究の進展のテンポの著しく速い現在、具体的計画の作成と早急な実現を望む次第である。

目 次

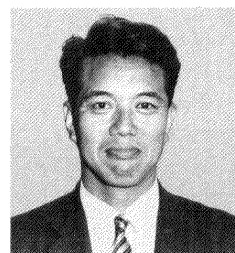
■ 巻 頭 言	研究機器センター……………田中 信行……………1
■	結核菌WaxDの遠心クロマトによる分画について……………山本 健一……………2
■ 展 望	電子顕微鏡の進歩……………赤 堀 宏……………2
■	炎光測定における注意点……………7
■ 新機種紹介	HSM-2A形 日立走査電子顕微鏡……………10
■ 新製品納介	Ivan Sorvall Centri-Chrom 遠心クロマト装置……………11
	JB-4形 Ivan Sorvall ミクロトーム……………12

* 東北大学 理学部 教授、理博



結核菌WaxDの遠心クロマトによる分画について——遠心力応用のクロマトグラフ技術*——

山本 健一**



遠心クロマトの開発によって脂質の混合物をComponentに分けることが可能となり、さらに、この遠心クロマトの器具および操作の改良の結果、結核菌のWaxDの分画にも応用することが出来るようになった。

ところで、BCG Cell Wall ワクチンをマウスに接種すると、その後、毒力結核菌の吸入感染に対して防禦を示す。このBCG Cell Wall ワクチンの感染防禦賦興効果はNaOH処理で失われる。また、この不活化ワクチンは結核菌WaxDの添加によって再活性化される。しかし、この恢復作用はすべてのWaxDサンプルが持っているわけではない。これは、WaxDのComponentがbatchによってかなり異なるためであると思われる。

そこで、このWaxDのhomogeneityをしらべる手段として、また、得られたComponentのもつ生物学的活性の検討を目的として、以下の実験を試みた。

WaxDのサンプルをクロロホルム・メタノール(4:1)に溶解しpackされたシリカー石油エーテル・エーテル・ゲルのカラムに負荷し、これに展開溶媒として石油エーテル:エーテル(9:1)または石油エーテル:エーテル:クロロホルム:メタノール(18:2:150:1)を添加して1,500×gで数分から実験によってさらに長く遠心した。こうして得たカラム上に硫酸スプレー炭化によって、幾つかのbandを得た。これら個々のbandは同じ溶媒係で再クロマトを行うと、やはり単一のbandを作った。また、カラムのTopには長時間の遠心クロマトによっても不動の画分の存在を認めた。このTopの物質はより極性の高い溶媒(クロ

ロホルム:メタノール4:1)によって動き新しいbandを形成することが示された。

BCGを材料としたクロロホルム抽出物、WaxB、WaxCおよびWaxDの遠心クロマトグラムを比較すると、幾つかのComponentに共通のものを有していたが、WaxBとCにはTopの物質と最もゆっくり動く画分が缺けていた。これらWaxBとC、また、別の株から抽出されたTop物質を缺くWaxD、さらに同様なクロロホルム抽出物から得たWaxDなどはNaOH処理不活化BCG Cell Wallワクチンの活性化能を持たないことを知った。また、BCGのメタノール抽出物の遠心クロマトグラムには常にTop物質を見ることが出来、このものは不活化ワクチンを確実に活性化させた。

次に、阪大、東博士より分与された青山B株ヒト型結核菌WaxDの遠心クロマトの個々のComponentをカラムのcutおよびelutionで集め、それぞれについて、不活化BCG Cell Wallワクチンの活性化能をしらべた結果、Top物質の画分のみ活性が認められた。

以上のことから、WaxDのComponentの遠心クロマト分析で得られたものと、生物学的テストの結果との間には一致が見られ、興味深い結果と思われる。

* 本稿は、6月9日、U.S.トレードセンタにおいて行なわれた「クロマトグラフィ分光分析機器展」のシンポジウムにおける同名の講設の要旨である。

** 北海道大学 結核研究所 医博

*** この研究に用いられた装置についてはP.11 IVAN SORVALL Centri-Chrom 遠心クロマト装置の項をご参照願います。

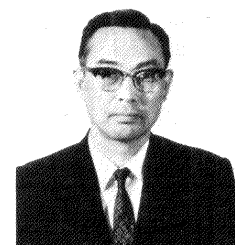
電子顕微鏡の進歩

1. 電子顕微鏡は平和産業の先駆者

日本に商品らしい電子顕微鏡(以下電顕と略す)が発売されてから20年を経過した。日本電子顕微鏡学会の誕生が1950年(昭和25年)であるから、電顕学会誌をひもとくとそのまゝ、日本における電顕の発達過程がうかがえる。平和産業の走りとして生れた電顕も1960年迄の10年間はメーカー淘汰の時期といってよいかも知れない。電顕の開発研究そのものは、昭和13年頃から官民産学共同で進められてい

*日立製作所 那珂工場 主任技師 工博

赤堀 宏*



たもので、終戦と共に幾つかのグループに分れて商品化が計画された。1950年時点でのメーカーとしては東芝、島津、日立、日本電子科学、日本電子光学の5社であった。当時の電顕は50kV程度の加速電圧のものが多かったが、電子銃も、高压ケーブルも露出形で、梅雨時は頭の上でコロナ放電の音がし、ゴム靴などをはいているとき体が帯電しているのを知らずに金属部に触れて飛上ったりしたものである。軸合はせな

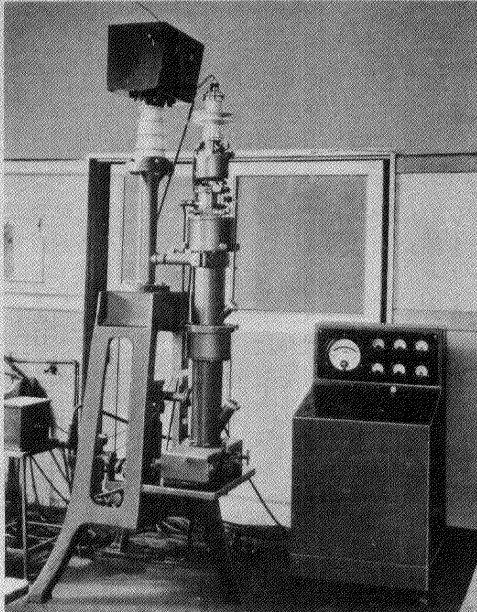


図1 昭和22～24年頃の日立電子顕微鏡HU-4形
加速電圧50kV、倍率1,000～10,000×

図2

HU-4形で撮影したアスベスト（クリソタイル）（東京工業大学 久保輝一郎 教授）

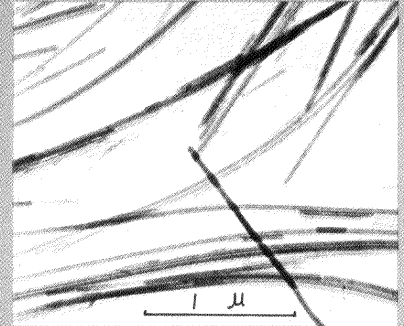
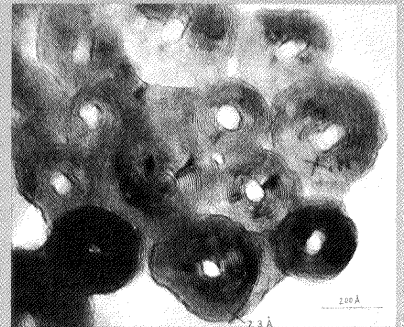


図3

HU-11B改で撮影したクリソタイルアスベストの断面（東北大学 矢田慶治 助教授）



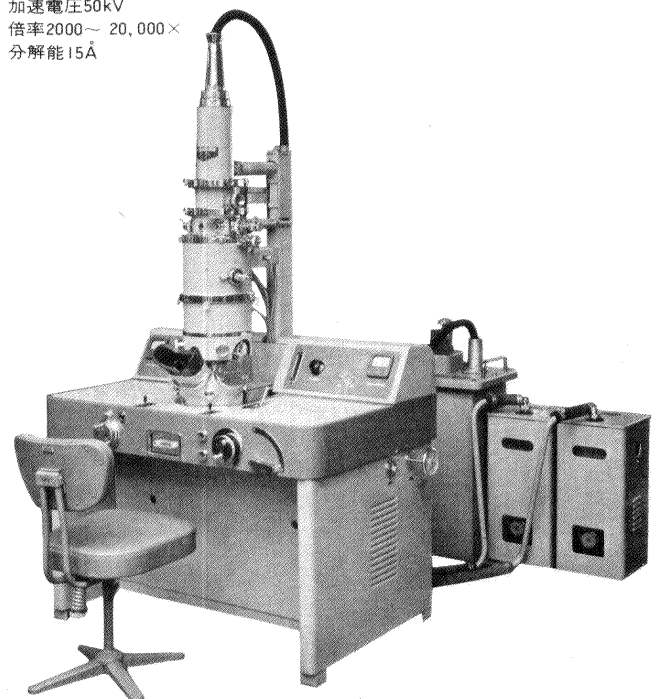
ども今から思えば神技で、フィラメントを交換した後など蛍光板に電子線を出すまでが大変であった。この電子線像を逃がさぬように軸合はせをしていくのであるが、調整ツマミの廻転方向と電子線スポットの動く方向とは全く無関係で、行過ぎたから戻そうとしても決して元のコースをたどらないようにできていた。従って操作法のマニュアルなどもなく、先生（筆者の場合は日立中研の片桐氏であった）に見本を見せて貰い、あとは自分の勘に植えつける以外になかった。筆者の使用していたのはHU-4形（図1）でまた保証分解能など無かった時代のものであるが、像質は非常によく30Å位は容易に得られていたと思う。図2はHU-4で撮影したアスベストの写真で、アスベストはパイプらしいと推定した最初の写真である。これは10数年後東北大学の矢田助教授が超薄切片法によりその断面像を撮影することに成功し、図3の如く見事にパイプであることが証明された。使用電顕はHU-11B形（一部改良）である。

1954年にロンドンで第3回国際電顕学会が開催され、ここに始めて日本からも多くの論文が発表された。日立で色消レンズが発明されたのもこの頃である。この学会でドイツのSiemens社がElmiskop 1を発表し、これが斯界の名機としてその後10数年市場の模範機となった。加速電圧100kVにもかかわらず高圧ケーブルと碍子によって無電撃電子銃を構成し、ダブルコンデンサで1躍10Å以下の分解能を実現したものである。日本では新たに明石製作所が戦列に加わった頃であって、まだ50kV、30Å台が漸く安定したところである。日本に本格的な無電撃電子銃、ダブルコンデンサの電顕が出始めたのは1957年で、輸出もこの頃から始められた。1958年、ベルリンで開催された第4回国際電顕学会の付設展示会に、日本からも始めて日立、日本電

子光学、明石の3社が電顕を展示し、デモンストレーションを行なった。日立から出品したのはHU-10形とHS-6形で特にHS-6形（図4）は永久磁石励磁によるユニークな中形高性能機として評価され、同年開かれたブラッセル万国博においてグランプリを授与された。

図4

全レンズ永久磁石励磁のHS-6形電顕
加速電圧50kV
倍率2000～20,000×
分解能15Å



2 分解能競走＝輸出増進

Elmiskop 1 がダブルコンデンサを採用して飛躍的に分解能を向上させた事は前に述べたが、このElmiskop 1 で Menter が銅・フタロシアニンの結晶格子 $12.6\text{\AA}$ を撮影し、続いてBassetとMenterが塩化白金カリの $[100]$ 格子 $6.9\text{\AA}$ を撮影するに及んで俄然、結晶格子による分解能競走が始まった。日本の坂田、菰田、伊藤、渡辺らも塩化白金カリやパイロフィライト、酸化モリブデンなどを使って次々と記録を更新していった。1962年、Dowell がトレモライトの $3.2\text{\AA}$ 格子を撮影する頃までは主として化合物の結晶格子が試料として用いられたが、1963年、菰田が初めて金の $[111]$ 格子像 $2.35\text{\AA}$ の撮影に成功してから、対象は金属格子へと移った。以後、日立の菰田らと日本電子の渡辺氏らとの間に種々の金属格子の撮影記録競走が繰返され、1966年には遂に $1.2\text{\AA}$ に達した。

このような分解能向上には勿論装置そのものの改良が必要で、特に加速電圧やレンズ励磁電流の安定化、試料微動などの機械的安定化が要求された。以上の分解能競走上判明した不備点は次々と改良され、これが直に製品にも採用されることによって、商品価値を高めるのに役立っていった。この分解能競走がまた顧客に対する宣伝にもなり、輸出も急増した。1966年に発売されたHU-11C(図5)などはアメリカから40台の一括注文を受けた程である。この分解能競走は東北大学の日比教授、矢田助教授によって1968年、遂に $1\text{\AA}$ 以下が達成せられ終止符を打たれた形である。図6にRUSKA博士が初めて電顕写真を発表してからの分解能記録の推移を示す。グラフは、電顕においても戦後の立直りに10年間で費やしていることを示している。

3 最近の電子顕微鏡

前節に述べた如く、分解能競走は主としてSiemens Elmi-

skop 1 と日立HU-11シリーズ、日本電子JEM-7シリーズの間で行なわれていたが、分解能競走に加わっていなかったPhilipsが、これぞ商品と云うべきスマートな電顕を発表した。1966年の京都国際学会に展示されたEM-300である。それまで性能重点主義で多少の不便さは当たり前とされていた高性能形電顕も、使用者側からみた便利さを重視せざるを得なくなった。EM-300は誤操作防止を中心にした自動化を行ない、排気系やカメラ機構は完全自動制御を行なって誰でも使いこなせる装置にしたこと、数100倍から50万倍まで一つのダイヤルで一気に変換できる上に完全な軸調整のできるレンズ系で像のシフトも明るさの逃げもほとんどなしに倍率変換ができることなどである。

しかも一つのコンソールの中に高圧発生装置から真高ポンプ迄収納して極めてコンパクトな形にまとめ上げている。EM-300も当初は性能的に多少のトラブルがあったが、その便利さは始めて電顕を使うユーザーに喜ばれ、次第に欧米市場に拡販されていった。当然他社もこれを見習って新製品を発表せざる得なくなった。1968年の欧州地区電顕学会には日本電子がJEM-100Bを、SiemensがElmiskop101を発表し、翌1969年には明石がS-500を発表した。仕様や自動化の程度などは大体 PhilipsのEM-300を見習っている。

日立もHU-11C形を若干自動化したHU-11E形を発売する一方、次の新形に取りかかり1969年のアメリカ電顕学会にHU-12形(図7)を発表した。セントポール市の展示会場では、日立が画期的新形電顕発表ということで、テレビニュースの取材まで行なわれた。HU-12形は同種電顕の中では後発ということもあって思い切った自動化と、新しい機構を幾つか取り入れた。特に電顕にズームレンズが採用されたのは世界で始めてである。この他、125kVの加速電圧、第2試料室による100倍から5,000倍の極低倍率観察、試料回転装置、撮影されたフィルムへの撮影条件記録など、

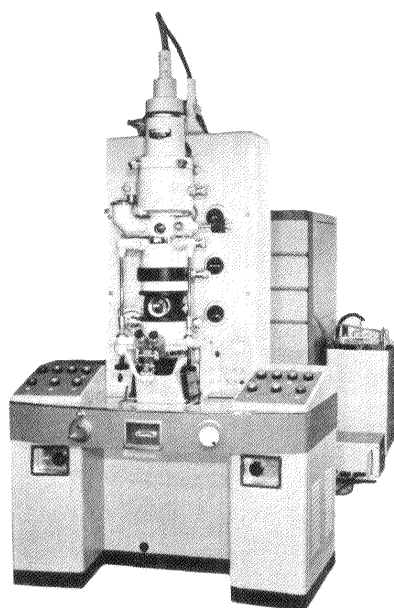


図5 高性能電顕として分解能記録保持の中堅機HU-11C形 加速電圧25, 50, 75, 100kV、倍率400～25万倍 分解能 $4.5\text{\AA}$

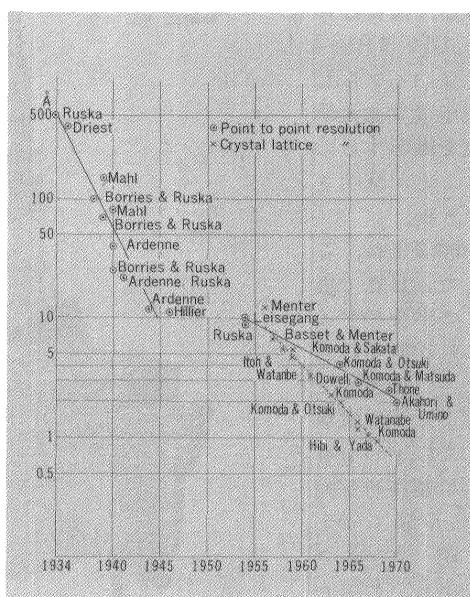


図6 分解能記録の推移

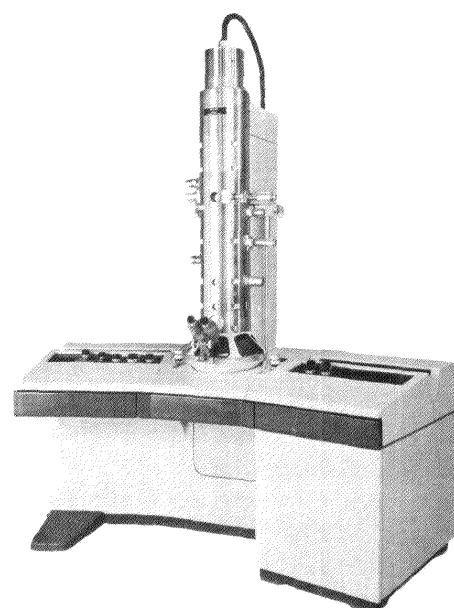


図7 1970年代を代表する最新形電顕HU-12形 加速電圧25, 50, 75, 100, 125kV 倍率100～50万倍 分解能 $2\text{\AA}$

他社にない多くの特徴が付加された。それにも増して洗練された優美な外観は1970年代の商品としての電顕を代表するものである。それにしてもPhilipsのEM-300が、商品としての電顕の方向を示したことは大いに賞賛されて然るべきである。これで高性能電顕と云えども特殊技術者のものでなく、一般ユーザーが気軽に使えるものとなった。

4 超高压電子顕微鏡

超高压電顕の歴史は古いが真に実用段階に入ったのは1955年以降である。表1に示すとおり、1962年にフランスのデュピ教授が巨額の費用を注ぎ込んで作った1,200kV電顕が超高压電顕ブームの走りとなった。然しこのフランスの超高压電顕は高压発生装置と電子加速器のために大きい一つの部屋を必要とし、実用的には未だしの感があった。これをガス絶縁方式によって極めて小形のタンクの中に高压発生装置から加速器まで収納することによって、商品的超高压電顕に仕上げたのが日立のHU-500である。これは東京大学と名古屋大学に納入された。1966年には日立と日本電子がこの方式で1,000kV電顕を同時に発表し、多くの研究論文も出るに及んで表1に示すような活況を呈した訳である。世界の超高压電顕の3/5を日本が供給していることは日本の電顕技術の優秀さを示すものであろう。超高压電顕は多く、生物学者の要求によって計画されている。それは生きたまゝの姿を観察したい欲望からである。然し、電子線の透過力は加速電圧に比例せず無限大の加速電圧でも100kVの場合の3.3倍に止まることが理論的に導かれており、生物試料などはこれに従っている様に見受けられる。結晶の場合はトンネル効果などによって理論値よりも厚い試料でも透過するようである。ともあれ加速電圧の上昇は電子線の波長が短くなることと試料中でのエネルギーロスの緩和によって色収差によるボケが減り分解能が向上するので、生物試料でも厚い切片のステレオ観察に広く応用されるようになって来た。図8は1 μ 厚さの切片を1,000kVで撮影したもので、繊毛があたかも海底の海草をみる如く立体的に観察できる。

このように1,000kV電顕は実用期に入ったが、更に高い加速電圧での研究が計画され、大阪大学と日立の共同で、3,000kV電顕が作られた。図9はその外観写真である。

フランスでもデュピ教授一派が3,000kV電顕を製作中で、共に来年春頃から本格的応用研究に入る予定である。この3,000kV電顕では生きた生物の研究も計画されており、今後数年間、新しい成果のニュースが期待される。

5 走査形電顕と今後の電顕の方向

電顕の中には以上述べてきた電子レンズによって拡大する通常の電顕のほかに、テレビと同じ結像原理で像を拡大する走査形電顕（SEMと略す）がある。SEMの歴史は通常の電顕と同じ位古い。商品として普及しはじめたのは5年位前からである。SEMの分解能は試料面を走査する電子線プローブの直径に左右されるから、如何に電子線密度の高い細いプローブを作るかが良質の像を得る鍵となる。現在普及しているのは電顕と同じ電子銃と電子レンズ系によるもので電子線の直径は100 Åが限度であり、従って像

表1 1971年までの世界における超高压電子顕微鏡の開発および設置状況 (300kV以上)

年次	出力電圧(kV)	国 名	設置場所(メーカー各)
1941	300	アメリカ	RCA
1947	400	オランダ	Philips
1954	300	日 本	日 立
1956	300	"	阪大微研(日立)
1958	350	"	京大化研(島津)
"	400	ソ 連	Popov
1962	1,200(1,500)	フランス	C. N. R. S. B. P.
1964	500	日 本	日 立
"	500	"	島 津
"	500	"	金材研(島津)
1965	500	"	東大物性研(日立)
"	500	"	名 大(日立)
1966	1,000	"	日 立
"	1,000	"	日本電子
"	750	イギリス	ケンブリッジ大
1967	1,000	アメリカ	U. S. スチール(RCA)
1968	500	日 本	東北大(島津)
"	650	ド イ ツ	マックスプランク研(日立)
"	500	アメリカ	ヴァージニア大(RCA)
"	1,000	オランダ	Philips
"	650	アメリカ	カリフォルニア大(日立)
1969	1,000	スウェーデン	国立金材研(日本電子)
"	650	日 本	阪大産研(日立)
"	1,000	イギリス	A. E. R. E. (AEI)
"	1,000	"	N. P. L. (AEI)
"	1,000	"	オックスフォード大(AEI)
"	1,000	"	電力中央研究所(日立)
"	1,000	"	インペリアル・カレッジ(AEI)
"	3,000	フランス	C. N. R. S. B. P.
"	650	アメリカ	オーグリン国立研究所(日立)
1970	3,000	日 本	大阪大学(日立)
"	650	"	北海道大学(日立)
"	650	アメリカ	ケースウェスタン大学(日立)
1971	1,000	日 本	名古屋大学(日立)



図8
超高压(HU-1000)での生物切片
試料の観察例
ネズミの気管内の繊毛

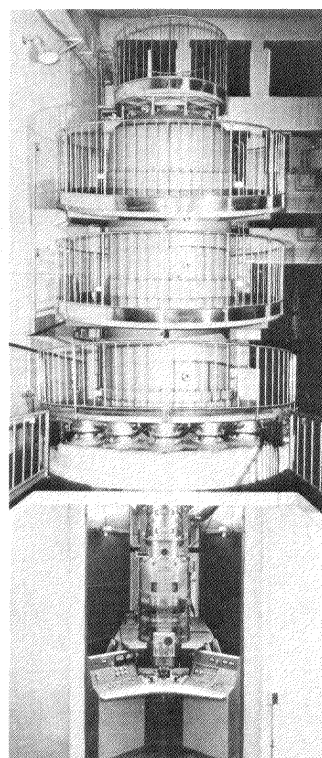


図9
3ミリアンボルト電顕の全容
全高12米 重量67トン
加速電圧 300kV~300万V
倍率 1,000~20万倍
分解能 4 Å

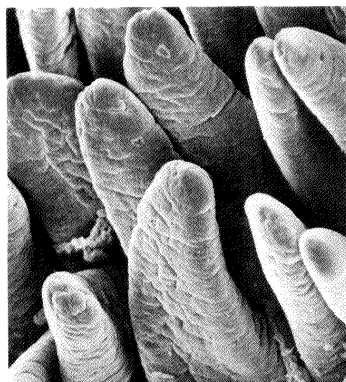


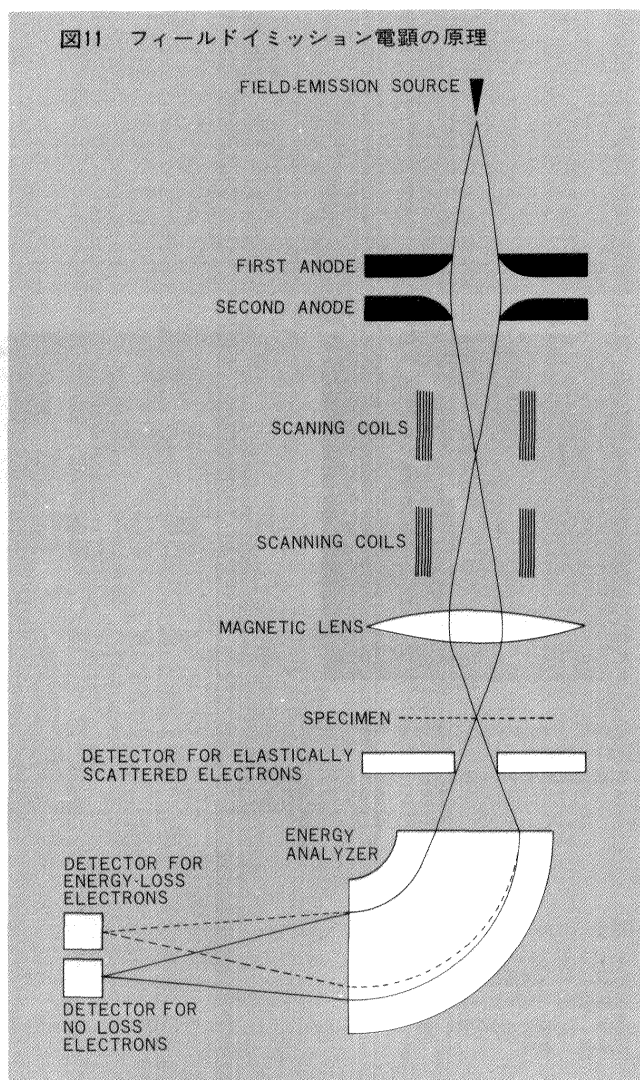
図10 走査形電顕による撮影例
ネズミの小腸の内壁表面
撮影機 SSM-2 形

の分解能も $100 \text{ \AA}$ となる。然し、試料から放出される2次電子によるSEM像は、焦点深度の深い、極めて立体感に溢れた美しい像で（図10）人間の本能である視覚に強く訴えるものがある。最近、SEMの電子源としてフィールドイミッション電子銃（FE-Gun）が開発され新しい形の電顕が生れようとしている。

この開発はシカゴ大学

のクリュー教授によって行なわれ、1968年、遂にウランウムとトリウム原子像を撮影した。図11はクリュー教授の作ったフィールドイミッション電子銃を利用した走査形電顕（以下FEMと略す）の説明図である。電子は細く研磨された針の先から電界だけで引出され、熱電子は含まない。

図11 フィールドイミッション電顕の原理



これを静電レンズと電磁レンズで試料上に縮小すると、電子線束は $5 \text{ \AA}$ 以下となり、しかも極めて密度が高い。クリュー教授はこれをプローブとして通常の電顕の試料に類似した薄い試料を走査し、透過した電子線の密度の差をブラウン管上に像として結像させた。図12はこの様にして得たフェリチンの透過SEM像で、通常の高性能電

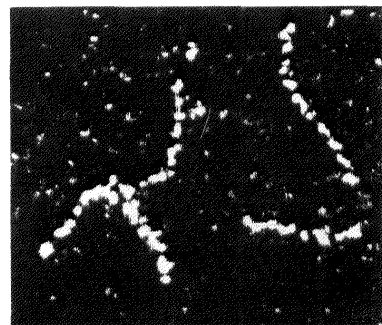
顕像に匹敵する解像度を示している。更に、電子線が試料を透過するとき、原子に衝突して一部は弾性散乱し、一部は非弾性散乱を起すが、この両者の割合は原子番号 Z に比例することを利用して原子像を見ることに成功した。弾性散乱電子は $Z^{1/2}$ に比例して増加し、一方非弾性散乱電子は $Z^{3/2}$ に比例して漸増することを利用している。非弾性散乱電子はエネルギーを失っているので、透過した電子を図11に示す如きエネルギーアナライザを通すことによって分離できる。この両者のシグナルをLog-Ampを通して引算すればよい。

$$\log Z^{3/2} - \log Z^{1/2} = \log Z$$

クリュー教授は厚さ $30 \text{ \AA}$ のカボン膜の上にベンゼンテトラオキザリックアシドにゆわき付けたウランウム（U(C1=CC=C(C(=O)OC1=O)C2=CC=C(C(=O)OC2=O)C3=CC=C(C(=O)OC3=O)C4=CC=C(C(=O)OC4=O)）を乗せ、見事ウランウムの像をブラウン管上に描き出した。ウランウムの代りにトリウム（Th）を付けると長いくさりになる（Th(C1=CC=C(C(=O)OC1=O)C2=CC=C(C(=O)OC2=O)C3=CC=C(C(=O)OC3=O)C4=CC=C(C(=O)OC4=O)）。図13はこのようにして撮影したTh原子の像である。白いスポットがTh原子でその間隔 $12 \text{ \AA}$ は上の分子式とSEMの倍率とから確認された。

図13

Th原子像
（シカゴ大学クリュー教授撮影）



FEMの成功は一つは超高真空技術の発達によってもたらされたものである。針の先から電界のみで安定した電子線を引出すためには 10^{-10} Torr の真空が要求される。この超高真空技術を如何に商品的に征服するかが、この新形電顕の市場性の鍵となるであろう。

炎光測定における注意点

日立 205 形炎光光度計を用いて血清及び尿中の Na・K を分析する際、種々の注意が必要です。その注意点を総括してみましたので、正しい測定値を得るための参考にして下さる様お願いします。

1. 設置場所と室内環境

1) たばこの煙

たばこの煙の中には多量の K が含まれています。したがって、たばこの煙が漂って来る場所では、K の再現性が低下します。室内の換気に注意し、測定直前及び測定中の喫煙は慎む様にして下さい。

2) ほこり

天井からはこりが落ちたり、近くで工事があったり、ほこりの舞い上がる程、車の通りの激しい所では、フレーム中ではこりが燃え再現性の低下する事があります。フレーム上部にドラフトを設けたり、窓の開閉に注意して下さい。

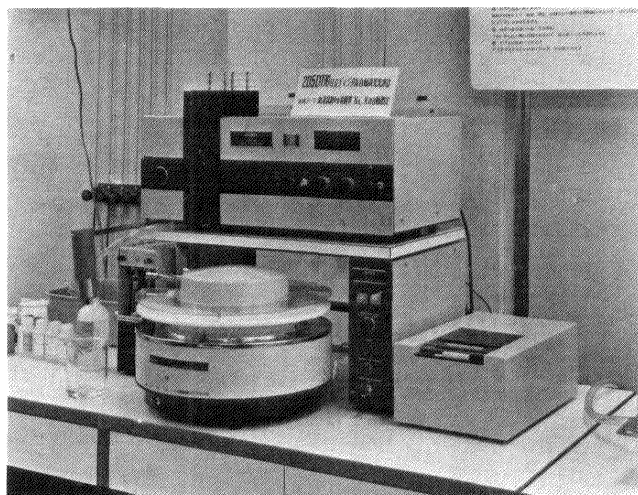
3) フレームのゆらぎ

205 形炎光光度計を設置した場所の近くの窓が開いていたり、冷暖房用の空気取出口が真上にあったり、また扇風機等の風が吹いて来てバーナー付近の空気が動き、フレームがふらついて再現性の低下する事があります。人通りの激しい場所も同様です。設置場所に十分注意して下さい。

4) 室内照明

205 形炎光光度計の真上に照明があると、バーナー煙突内が光が入り、正確な測定値の得られない事があります。

斜めからの光は井形に組んだ放熱板に遮ぎられますので、心配ありません。



205DT 形日立デジタル自動炎光光度計

2. 希釈時における問題点

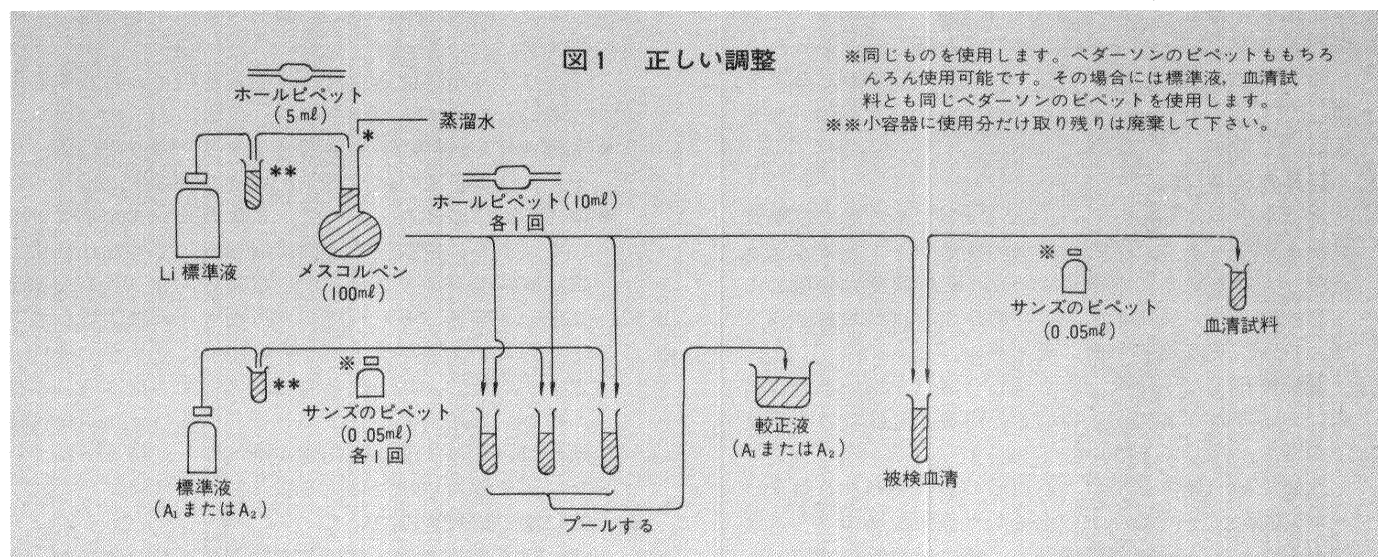
近年、微量化が進み、炎光分析に於いても最近では 200 倍希釈が一般的になって来ました。そこでいくつかの細かい注意点が必要となります。

1) 希釈方法

試料採取量が $20\mu\text{l}$ ~ $50\mu\text{l}$ ですので、注意深いピペティングが必要です。

試料採取に用いるマイクロピペット（例えばサンズ・オストワルド・ペダーソンなど）は再現性は良いのですが、絶対値は必ずしも正確ではありません。先端が欠けたり、ゴミが内部に付着して、絶対値が表示値より少ない事があります。その為 200 倍に希釈したつもりでも、実際には 210 ~ 220 倍の事があります。

またこの時、標準液は少し多めに必要だと、100ml 程度のメスコルベンで希釈しますと容量が大きいので正確に 200 倍に希釈できません。したがって希釈倍数が試料と標準液で差ができ、測定値が低くなる結果になります。この場合、試料と標準液を同じマイクロピペットで図 1



の様に希釈すれば、マイクロピペットの絶対値はカバーされ正確な測定値が得られます。しかし、マイクロピペットの絶対値があまり大きく違っていると、100合わせがきかなくなる恐れもありますので信頼できるメーカーのものを使用し、時々容量をチェックして下さい。

例えば、マイクロピペットで5～10回蒸溜水をピペッティングし、その重量を精密天秤で測定します。

室温補正してピペッティングの回数で割れば、容量がえられます。

標準液は少し多めに必要ですが、上記の様な場合もありますので、メスフラスコなどで希釈せず。試料採取に用いたマイクロピペットと同じものを使用し、3回程希釈してブールしますとより正確な校正液が得られます。

標準液はこの様に毎回作成して下さい。

この時、試料採取に使用したマイクロピペットを直接標準液中に入れますと汚染の原因となりますので、標準液容器のキャップ、又は小容器に少し取って使用し、残りは廃棄する様にして下さい。

なおマイクロピペットを試料用と標準液用に2本用意したり、試料毎にマイクロピペットを取換えるのは、前述の絶対値の正確性から好ましくありません。

この時コンタミネーションを避ける為、マイクロピペットに残った前試料を良く吹き出し、次の試料で1～2回共洗いするのですが、溶血々清など高い値が予測されるものは最後に回します。

試料の希釈に10～20mℓのメスフラスコを何個も用いるのは、容量に個体差のある場合もありますし、洗浄も煩雑ですので試験管の方が便利です。なおLi希釈液の分注はダイリューターを用いても結構です。日立オートピペットを使用しますと、試料のはかりと希釈が同時にでき、1検体13秒（電源周波数50Hzで13秒、60Hzでは11秒）で希釈が完了し、すぐれた再現性を示します。又この様な希釈時の問題も解消されます。

2) ガラス容器のNa

新しいガラス容器からNaが溶出するのは周知の事実ですが、蒸溜水保存にガラス製タンクを使用している所では注意が必要です。Naが溶出しますと、NaのOツマミ調整がきかなくなったり正確な測定値が得られなかったりしますので、ポリエチレン製タンクを用いるか、蒸気を通したりして十分Naを落したガラス製タンクを用いて下さい。

3) 器具の洗浄

水道水中にはNa・K・Ca・Feなどをはじめ多量の電解質が含まれています。その為器具の洗浄が不十分で水道水が残っていると、水道水中のNa・Kが管壁に付着したまま乾燥され、試料希釈時再び溶け出し試料の真値にプラスされ、正確な値が得られません。

電解質測定に十分蒸溜水を通した器具を用いるのは常識になっておりますが、特に205形炎光々度計は高感度ですので注意して下さい。

洗浄法の一例としては、使用済の器具を石ケン液又はクロム硫酸に一晩つけ十分水洗した後未乾燥のうちに蒸溜水を2～3回通せば結構です。特に試験管の洗浄は十

分行なって下さい。蒸溜水を通していない試験管を用いた時のバラッキの一例を表1に示します。

No.	Na	K	No.	Na	K
1	143	4.7	1	142	4.8
2	142	4.7	2	142	5.0
3	142	4.7	3	143	5.0
4	142	4.7	4	145	6.0
5	142	4.7	5	144	5.9
6	142	4.7	6	144	6.0
7	142	4.7	7	143	5.3
8	142	4.7	8	143	5.0
9	143	4.8	9	145	6.8
10	143	4.8	10	146	6.8

水道水洗浄後、蒸溜水を十分通し乾燥させた試験管10本に分注測定した結果
単位 mEq/ℓ

水道水洗浄のみで乾燥させた試験管10本に分注、測定した結果
単位 mEq/ℓ

4) 蒸溜水の純度

蒸溜水の純度が低下すると、Oツマミ調整がきかなくなったり、正確な測定値が得られなくなります。

205形炎光々度計は、蒸溜水でもイオン交換水でも使用できますが、特にイオン交換水の場合は樹脂の劣化に伴い純度が低下するので注意して下さい。

市販の蒸溜水の中には、純度の悪いものあり、あまりお勧めできません。

蒸溜水は常に新しいものを御使用下さい。

5) 試料（サンプル）の取扱い

血清はできるだけ早く分離し、溶血によるKの流出を防ぎませんと、正確な測定値が得られません。

採血したあと、注射針をはずさないで試験管に移したり、血液のまま冷蔵庫に保存したりしますと、溶血の原因となります。

希釈後の試料についても、なるべく早く測定する必要がある、特に希釈されて濃度が低い為、汚染による誤差は相対的に大きなものとなります。

主な汚染は下記の様な場合です。

- 放置時間が長いと雑菌が繁殖したり、試験管壁に付着していたものが溶け出し、濃度の変化する可能性があります。

又、ほこりが溶け込んだり、濃縮が起こったりする事も考えられます。

- 希釈された試料の上で会話しますと、唾液中のNa・Kが入り込み正確な値が得られなくなります。

- 特に夏期は汗ばみますので、多量のNa・Kが手に付着しています。希釈後の試料に指を少しでも触れますと値は極端に大きくなります。試験管・ピペットなどは真中より下及び手元を持って汚染されぬ様注意して下さい。又、よくパラフィルムを用いてフタをし攪拌しますが、指でふれた側を液に向けますと指が液にふれるのと同じ結果になりますので、パラフィルムは保護紙のついたまま切り取り使用時はがし、指をふれていない面を液に向けて用いる様にして下さい。

6) 使い捨て試験管について

使い捨てのフタ付試験管が市販されておりますが、フ



タと試験管の間にろ紙がはさんであります。
そのろ紙の毛くずが試験管底にたまっていることがあり、
そのまま希釈に用いますとその毛くずが少しずつアトマイザーにつまり、再現性の悪くなる事があります。
したがってあまりお勧めできません。

3. 205形用標準液の汚染

標準液中に綿状のじょじょ物が浮いて、標準液濃度が高くなる事があります。この濃度の高くなった標準液で、 A_1, A_2 を合わせますと、測定値が全体に低くなるわけです。この原因は、主に血清、尿をサンプリングしたマイクロピペットを標準液中に直接入れる為に起こります。
前述しました様に、標準液はキャップ又は小容器に少し取ってサンプリングし、残りは廃棄する様にして下さい。
標準液はキャップを開けたまま長時間放置しない様注意して下さい。新しい標準液に切替える時は前に使用していた標準液で新しい標準液をサンプルとして測定しその差がない事を確認の上御使用下さい。
なお冷所保存は必ずお守り下さい。

4. 炎光測定に於ける干渉

Na・Kの測定値は血清中のCa・Mg、蛋白で干渉を受ける事が知られています。

従来の機械では、血清の希釈率が50~100倍ですので、これら干渉の心配もあり、標準液にはCa・Mgが添加されていまして、蛋白濃度も高い為、粘度による流量の差、バーナーのつまりがあり又、添加するCa・Mgの純度が悪いと不純物としてNaが混在していたりして種々の問題がありました。

しかしこれら干渉の問題も、205形炎光々度計では全く心配はいりません。

その為、205形用標準液にはCa・Mgが入っていないわけです。

205形炎光々度計の測定値は極めて信頼度の高いものです。

5. 標準血清の表示値

標準血清の表示値と測定値が合わないという言葉時々聞きます。多くは前記しました問題のどれかにあてはまるのですが、標準血清の表示自体もある程度の幅をもっており、凡そNaで $\pm 2 \text{ mEq/l}$ 、Kで $\pm 0.25 \text{ mEq/l}$ という様に表示値を理解する必要があります。したがって標準血清で日差変動の管理を行なっている検査室では、この点に注意して下さい。

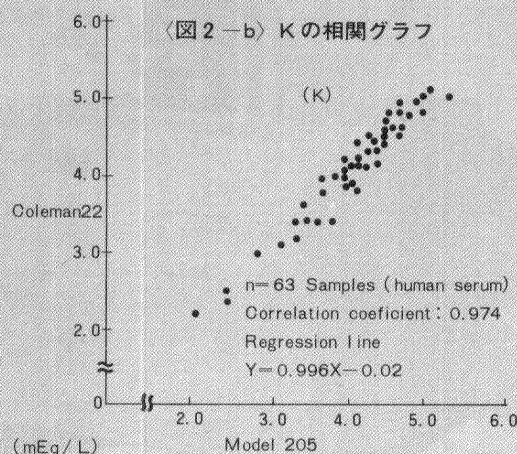
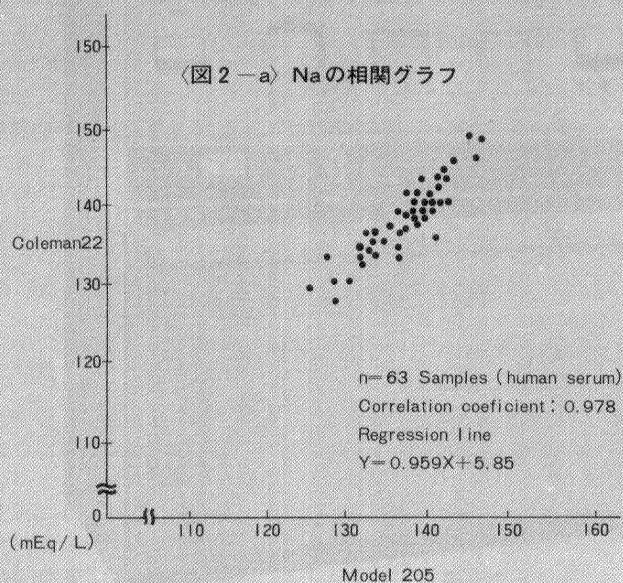
6. 他機種との相関

205形炎光々度計の信頼性を示すものに他機種との相関があります。

一例としてColeman22形炎光々度計との相関を図2に示します。極めて良い相関を示しています。

主たる他機種とも同様の相関を示しておりますので、205形炎光々度計に直ちにルーチンを移行しても全く支つかえございません。

この信頼のおける機能的な日立205形炎光々度計を十分に活用して下さい。





分散形X線分光器2台と 非分散形検出器1台を同時に装着できる HSM-2A形 日立走査電子顕微鏡

このたび日立では、高性能形としてご好評を頂いているHSM-2形の性能を大幅に向上し、HSM-2A形として発売、去る、9月6日～10日にわたり京都において行はれた“X線光学、およびマイクロアナリシス国際会議”の併設展示場に出品展示し、内外の斯界研究者の関心を集めました。

HSM-2A形は、分散形（回折による分散）X線分光器2台と、非分散形（半導体を用いた）検出器1台を同時に装着でき、 ${}^4\text{Be}$ ～ ${}^{92}\text{U}$ までの元素が分析でき、3元素を同時に定性、定量分析することができます。

X線取出角が高く、XMA-5B形と同様の角度 38° によって定量的に理想的であると同時にXMA-5B形のための諸補正要素や蓄積されたデータがそのまま延長できるなど有利な点を多く備えています。

また、XMA-5B形で立証されている独特のX線取出方法（対物レンズの強力な磁場の中をX線を通し、X線以外の雑音要素をカットする）によって、高いL/B比をえています。

■ 特 長

1. 高分解能

分解能は $150\text{\AA}$ を保証、操作条件によっては $100\text{\AA}$ も可能です。

2. 高範囲な倍率

12～200,000倍が連続可変です。大形の偏向コイルにより歪のない低倍率像が得られます。

3. 3段縮小レンズ系の採用

3段縮小レンズ系を採用したため無理なく充分な縮小率が得られます。更に鏡体は二重シールドを施してあ

りますので磁気防害の影響を受けません。

4. 3元素同時分析が可能

完全集中直進形分光器2台と非分散検出器を取付けられますので、 ${}^4\text{Be}$ ～ ${}^{92}\text{U}$ までの元素が分析でき、3元素を同時に定性、定量分析できます。

5. 優れた像質の得られるポイントフィラメント使用可能

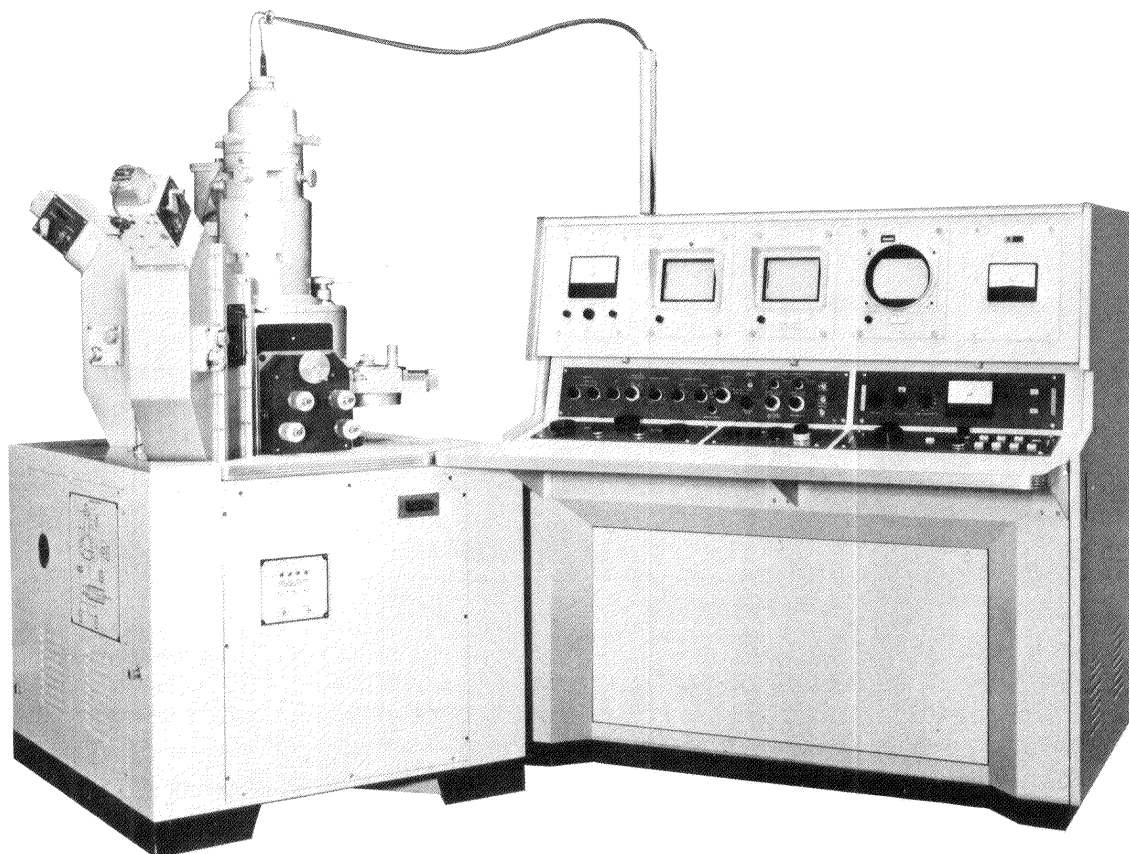
ポイントフィラメントの使用により、更に分解能の良い像が得られます。

6. 画調コントロールが標準装備

ガンマコントロールにより好みの画調が自由に得られます。

7. すぐれた操作性

- ビームスポット用の蛍光板を備えていますのでビームスポットを見ながら完全な軸調整ができます。
- 同時に4個の試料が装填できますので、真空操作なしに極めて短時間で試料交換ができます。
- 試料微動装置のZ移動が連続的にできますので、歪の少ない低倍率像が得られます。
- わずらわしい真空排気が押ボタン操作一つで自動的に行なえます。



Ivan Sorvall Centri-Chrom 遠心クロマト装置

Centri-Chromは、IVAN SORVALL社が新たに開発した、遠心力を応用したカラム・クロマトグラフの一種で、遠心力によってカラムの充填、溶媒の展開を行ないます。このため、微粒子シリカ(0.012 μ)を充填剤として使うことができ、従来のカラム・クロマトや薄層クロマトでは得ることのできなかった高分離能と分離時間の短縮を保証しています。また、再現性にもすぐれ、分取用クロマトとしても使用できます。

この装置は、GLC-1形 IVAN

SORVALL 汎用形低速遠心機に装着したスイングロータのチューブに、カラム2本を同時に装着して分離を行ないます。

■ 特 長

1. 高分離能

Centri-Chromでは、薄層クロマト(TLC)で使われている充填剤(1~25 μ)よりさらに粒の細かい充填剤(0.12 μ)を使用していますので、高

分離能を得ることができます。

2. 簡単・迅速

カラムの充填と溶媒の展開に遠心力を用いますので、微粒子充填剤を使用するにもかかわらず、簡単・迅速に分離を行なうことができます。

3. 高再現性

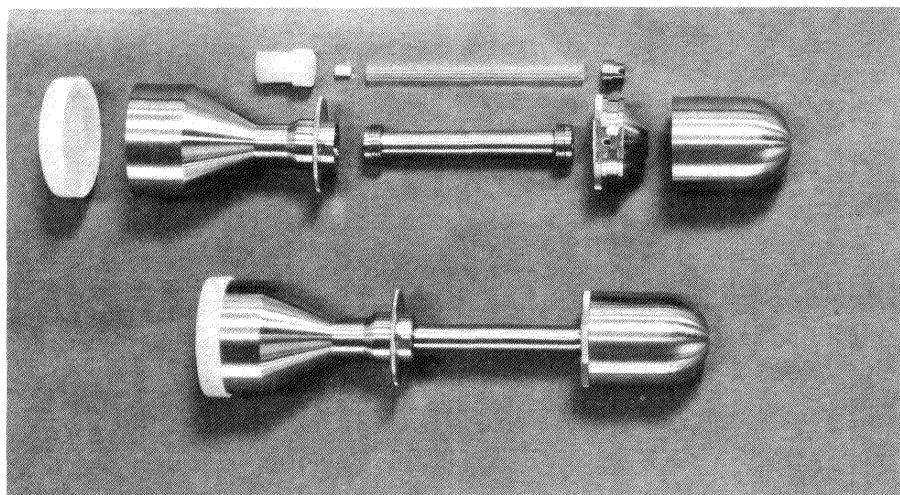
遠心力により一定条件のもとでカラムの充填・溶媒の展開を行ないますので、再現性の良い分離を行なうことができます。このため、Centri-Chromは分取用クロマトとしての条件を満足させています。

4. 揮発性有機溶媒の使用

Centri-Chromは閉じた系であるため有機溶媒の揮発を最小限に抑えています。このため、おだやかな揮発性有機溶媒を使うことができ、試料を変性させることなく分離することができます。

■ 応用分野

- 脂質(例：微生物脂質、WaxD等)
- ステロイド・ホルモン
- 色素、食品添加物
- 麻薬
- 農薬
- その他：充填剤を替えることによって(標準付属品はシリカ)たんぱく質等の水溶性物質の分離に応用することも可能です。



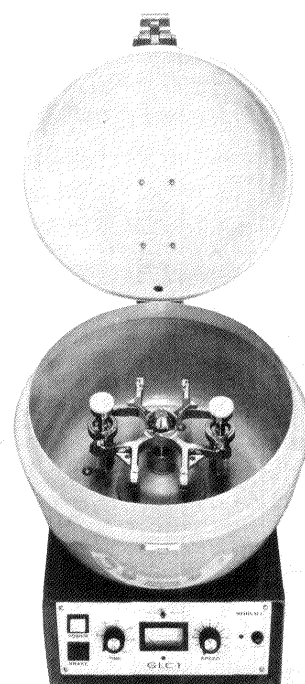
■ Centri-Chrom 用 GLC-1 形 汎用形低速遠心機

GLC-1形は、ルーティンワーク用のユニークな遠心機で、高価な研究用の遠心機のみにもみられる高性能、多様性、其の他の多くの特長を備えたコンパクトな、汎用形の遠心機として、ソバルが長年にわたる経験を生かして完成したものです。短縮された運転時間、自動運転、容易な保守等の機能性はGLC-1形を多忙な現代の研究室にとって理想的な卓上形遠心機にしています。

■ 特 長

- 最高回転数：6,000rpm
- 最大遠心加速度：4,950×G
- 特許のジアイロアクション自動調心方式
- 大負荷時にも迅速な加速が可能
- 自動電気式ブレーキ(運転の初めにセットできます)使用
- ブレーキ時を指示する点滅器付

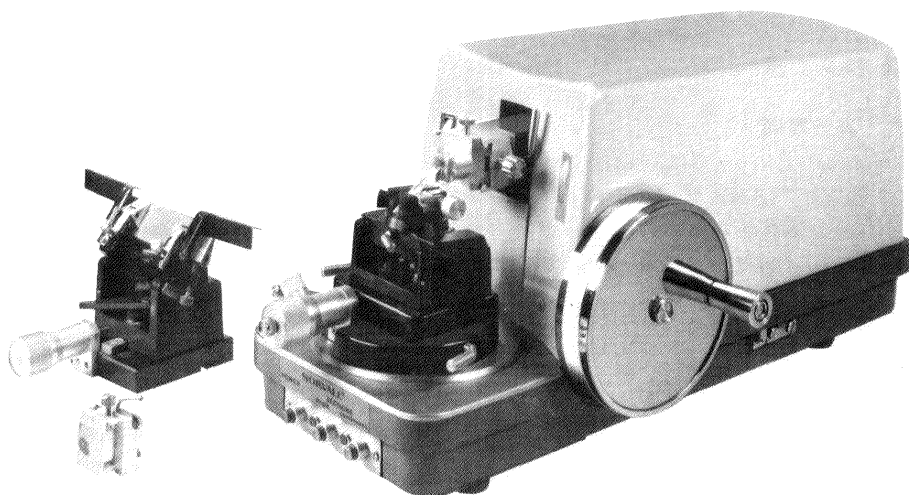
- 安全ガードは回転式で、取りはずし可能
- 便利なローター室
- アングル形ローターでは容量575ml、水平形では480mlの容量を持ちます。
- 0~6,000rpmの電気式タコメータを装備
- 30分間運転用タイマー付(長時間運転用に「ホールド」の指示つけ、30秒の間隔の目盛付。)
- 固体素子を使った速度制御機構
- 長さ150mmまでの標準チューブが使えます。
- 取りはずし式のステンレス製インサート(10, 12, 13, 16, 18mm外径)付きのオムニキャリアー他各種のアダプタが使用可能
- ローターの取りはずしに工具は不要です。
- チューブの少々アンバランスはさしつかえありません(目でバランスを図るだけで充分)
- 高性能モーター使用





プラスチック包埋剤を使用して、 高分解能を保証する切片がえられる、 光学顕微鏡用の…

Ivan Sorvall JB-4形 ミクロトーム



JB-4形は、最近、各方面の医学研究機関で発展しつつある病理学用切片作成法についての要求に応ずるために、Ivan Sorvall 社が新たに開発した、光学顕微鏡用のミクロトームで、プラスチック包埋剤を使用することにより、従来のパラフィン包埋法では得ることのできなかった高分解能を保証する切片を得ることができます。

即ち、JB-4形では、プトキシエタノールグリコールメタクリレートに包埋した試料を20mm×8mm角の寸法で、 $\frac{1}{2}$

～8 μ の厚さに切削することができます。また、包埋剤としてメタクリレート、または、エポン812を使うこともできます。

高分解能を保証する切片が得られる以外にも、プラスチック包埋法には大きな特長があります。

通常、切片を染色するためには脱パラフィンをしなければなりません、この時切片の一部が破壊されてしまいます。しかし、前述のプラスチックは水溶性であるため、切削された切片

をそのまま染色することができ、破壊を最少限に押えます。これは、試料をベンゼンやキシレンに漬けず、直接無水アルコールから包埋剤に移すことができることに起因しています。プラスチックの重合は30℃以下で起り、硬い組織たとえば胎盤とか、骨も、容易に $\frac{1}{2}$ ～8 μ の厚さで切削することができます。

JB-4形のほか、モーター駆動による自動装置 JB-4A 形も取揃えています。

■ 特 長

1. パラフィンまたはプラスチック包埋により $\frac{1}{4}$ ～10 μ の切片がえられます。
2. ブロック長40mmまで切削できます。
3. 画期的な動力学的設計を採用していますので、磨擦と磨耗を最小にし高い再現性を得ています。
4. ステンレスナイフ用の独特のセーフティナイフガードを採用しています。
5. マイクロメータは2重送り方式です。
6. ナイフの角度は、あらゆる方向に変えることができます。
7. ガラスナイフダイヤモンドナイフ、スチールナイフが使用できます。
8. ハンドホイールはロックできます。
9. 送り置読取り装置付きです。
10. ステンレススチール製のデッキを採用しています。

編集後記

- 本号の巻頭言は、東北大学、田中先生にお願いいたしました。大形高性能機器の購入、並びに維持管理についての諸問題とこの対策としての研究機器センターの設置について提言頂きましたが、この実現は、ユーザー、メーカー、いずれの側からも望ましいことと思われれます。
- 北海道大学 山本先生の“結核菌WaxDの遠心クロマトによる分画について”の研究は、去る6月9日U.S.トレートセンターにおいて行われた、「クロマトグラフィ分光分析機器展」のシンポジウムにおいて発表されたものの要旨です。
- 本号の展望では、電子顕微鏡の進歩の跡と、最近の動向についてご紹介いたしました。
- あなたのお近くに日立理器のユーザーでありながら、本S.I.DIGEST並びにS.I.Newsが配布されていない方々、またはユーザーでなくても、S.I.News, S.I.DIGESTの配布を希望される方がおられましたら、ご紹介下さる様お願い申し上げます。直ちに名簿に登録するために必要事項を記入して頂く用紙をお送り申し上げます。

THE HITACHI SCIENTIFIC INSTRUMENT DIGEST NO.62

OCT. 1971

昭和46年9月20日発行
年6回毎偶数月発行
発行人 加賀喜三郎
編集人 岩井孝之
発行所 日製産業株式会社
精機企画室
印刷所 日立印刷株式会社